

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

CARLOS ALBERTO ROSA NETO

PROCESSAMENTO E ANÁLISE DE IMAGENS DE METALOGRAFIA DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304

VITÓRIA
2020

CARLOS ALBERTO ROSA NETO

**PROCESSAMENTO E ANÁLISE DE IMAGENS DE METALOGRAFIA DO AÇO
INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S32304**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física, da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre em Física.

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando

VITORIA
2020

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

R788p Rosa Neto, Carlos Alberto, 1994-
Processamento e Análise Digital de Imagens de metalografia do aço UNS S32304 / Carlos Alberto Rosa Neto. - 2020.
114 f.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.
Tese (Mestrado em Física) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Exatas.

1. Processamento e Análise de Imagens. 2. Metalografia. 3. Estereologia Quantitativa. 4. Aço Inoxidável Duplex. I. Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de Ciências Exatas. III. Título.

CDU: 53



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

"Processamento e análise de imagens de metalografia do aço inoxidável duplex UNS S32304"

Carlos Alberto Rosa Neto

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal do Espírito Santo, por webconferência, utilizando MConf, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Física.

Aprovada por:



Prof. Dr. Estefano Aparecido Vieira
(IFES, Vitória)



Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando
(Orientador/PPGFis)



Prof. Dr. Cherlio Scandian
(PPGEM/UFES)



Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos
(PPGEM/UFES)

Vitória-ES, 17 de junho de 2020.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter me dado o dom da vida e me dado capacidade para chegar até aqui.

Ao Professor Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando por todo ensino e orientação.

Aos meus Pais que me apoiaram e me incentivaram a estudar e dar meu melhor.

À minha namorada, Livia, que me compreendeu e me incentivou durante o mestrado e durante toda a minha vida acadêmica até aqui.

À minha filha, Luísa, que mesmo sem compreender totalmente, aceitou minhas ausências.

À minha querida Amiga Manuelle Curbaní Romero, que me ajudou no dia a dia de trabalho e na revisão da dissertação.

Ao meu querido Amigo Rubson Mação Camporez por toda ajuda durante a escrita, discussão de resultados e companheirismo durante todo o mestrado.

Ao meu querido Amigo Renan Valter Magnol, que me motivou em momentos importantes durante o mestrado.

Ao Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), pelo apoio na utilização do microscópio eletrônico de varredura.

Ao Professor Doutor Cherlio Scandian e o Laboratório TRICORRMAT (UFES) por todo suporte e apoio para a preparação metalográfica, microscopia óptica e toda infraestrutura necessária para a minha formação e para essa pesquisa.

Aos meus amigos e colegas, não citados, que sempre estiveram presentes quando precisei e contribuíram para o meu crescimento pessoal e acadêmico.

À diversos professores que me incentivaram e me inspiraram na graduação e pós-graduação, o meu muito obrigado.

Aos membros da banca por terem aceitado o convite de participarem.

E todos que de alguma forma influenciaram na minha formação.

RESUMO

A evolução dos sistemas eletrônicos de aquisição, registro, processamento e visualização de imagem e a integração em sistemas informáticos, tem aumentando de forma extraordinária a sua aplicação em associação com técnicas experimentais que utilizam a imagem como fonte primária de informação experimental e/ou como forma principal de sua apresentação. Esta integração permite a exploração mais eficaz da informação disponível, extraindo resultados qualitativos e quantitativos de imagens adquiridas de microscopia óptica e eletrônica de varredura. Para isso desenvolveu-se o Processamento e Análise Digital de Imagens (PADI) que vem sendo utilizado cada vez mais para agilizar processos, aumentar a precisão, segurança e confiabilidade de dados extraídos de imagens nas mais diversas áreas de pesquisa. No presente trabalho todas as etapas do PADI estão explicadas e aplicadas na análise metalográfica e estereologia quantitativa de nitretos e microestrutura de um aço inoxidável duplex UNS S32304, que passou por nove condições de tratamento termomecânico a 700 °C variando tempo e taxas de deformação. As imagens metalográficas foram obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura e todo processamento e dados extraídos das micrografias se deu através do software livre FIJI (*ImageJ*). Os resultados obtidos utilizando o PADI e o software livre foram comparados com análises realizadas por contagem manual da norma ASTM, a técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e a Difração de Raios X (DRX). Como conclusão verificou-se que o processamento automático de imagens utilizando o FIJI é um processo otimizado e com confiabilidade científica, e as técnicas de segmentação de *Bernsen* e *Sauvola* ideais para quantificação de fase e nitretos, respectivamente.

Palavras-chaves: PADI, Aço inoxidável duplex UNS S32304, Estereologia quantitativa, FIJI.

ABSTRACT

The evolution of electronic systems for image acquisition, registration, processing and visualization and the integration in computer systems, has been increasing its application in an extraordinary way in association with experimental techniques that use the image as a primary source of experimental information and / or as a way main part of your presentation. This integration allows the most effective exploration of the available information, extracting qualitative and quantitative results from images acquired from optical microscopy and scanning electron. For this purpose, Digital Image Processing and Analysis (PADI) has been developed and has been increasingly used to streamline processes, increase the accuracy, safety and reliability of data extracted from images in the most diverse areas of research. In the present work all the steps of PADI are explained and applied in the metallographic analysis and quantitative stereology of nitrides and microstructure of a duplex stainless steel UNS S32304, which underwent nine conditions of thermomechanical treatment at 700 °C varying time and strain rates. The metallographic images were obtained by optical microscopy and scanning electron and all processing and data extracted from the micrographs took place through the free software FIJI (ImageJ). The results obtained using PADI and free software were compared with analyzes performed by manual counting of the ASTM standard, the Backscattered Electron Diffraction technique (EBSD) and X-Ray Diffraction (DRX). As a conclusion, it was verified that the automatic image processing using the FIJI is an optimized process and with scientific reliability, and the Bernsen and Sauvola segmentation techniques ideal for phase and nitride quantification, respectively.

keywords: PADI, Duplex stainless steel UNS S32304, Quantitative stereology, FIJI.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Imagem gerada de impressora telegráfica com 5 tons de cinza.	14
Figura 2 - Imagem gerada de impressora telegráfica com 15 tons de cinza.	15
Figura 3 - Superfície Lunar em julho de 1964.	16
Figura 4 – Espectro Eletromagnético com destaque ao espectro visível.	21
Figura 5 - Componentes iluminação (I) e refletância (R) de uma imagem.	22
Figura 6 - Representação de uma imagem digital.	24
Figura 7 – Representação de uma imagem digital padrão e seu detalhamento de pixels.	25
Figura 8 - Efeito da resolução espacial na qualidade da imagem.	26
Figura 9 - Efeito do número de níveis de cinza na qualidade de uma imagem com 256, 64, 16 e 4 níveis de cinza.	27
Figura 10 - Modelo de imagem colorida RGB.	28
Figura 11 - Exemplificação de uma imagem padrão com diferentes níveis de brilho e contraste. (a) médio brilho, (b) baixo brilho e (c) alto brilho.	30
Figura 12 - Etapas de um sistema de PADI.	32
Figura 13 - Etapas no processo de digitalização de imagens usando o microscópio óptico.	35
Figura 14 - Volume de interação de elétrons.	36
Figura 15 - Esquema de formação de imagem no MEV.	37
Figura 16 - Técnicas de aprimoramento de imagens.	40
Figura 17 - Ilustração de uma operação pontual entre pixels.	41
Figura 18 - Equalização do histograma: (A) imagem original com seu histograma; e (B) imagem com seu histograma equalizado.	43
Figura 19 – Imagem de partículas de pellet feed e sua segmentação (Binarização).	45
Figura 20 - Imagem original do resultado da segmentação (à esquerda) e imagem pós-processada com erosão (à direita).	50
Figura 21 - Imagem pós-processada com erosão (a esquerda) e imagem pós-processada com fechamento (a direita).	51
Figura 22 - Imagem pós-processada com fechamento (a esquerda) e imagem pós-processada com dilatação (a direita).	51
Figura 23 - Imagem pós-processada com dilatação (a esquerda) e imagem pós-processada com abertura (a direita).	52

Figura 24 – Cálculo da Fração de Área de uma imagem binária.	55
Figura 25 – Imagem de hematita após o reconhecimento e classificação.	56
Figura 26 - Janela principal do FIJI e suas principais funcionalidades.....	57
Figura 27 - Microestruturas 3D, típica de um aço inoxidável duplex, na condição como recebido, obtida por microscopia óptica. A ferrita é a região atacada, mais escura, a austenita a região clara.	59
Figura 28 – Tira de aço inox duplex UNS S32304 como recebido (CR).....	61
Figura 29 – Etapas experimentais realizadas no trabalho.....	62
Figura 30 – Croqui dos corpos de prova.	63
Figura 31 – Amostra usinada e pronta para os ensaios termomecânicos.....	64
Figura 32 - Simulador termomecânico Gleeble® 3800 localizado no LNNano.....	64
Figura 33 – Diagrama dos ensaios termomecânicos realizados.	65
Figura 34 - Seções de corte das amostras.....	67
Figura 35 - Seção da amostra analisada e embutida.	68
Figura 36 - Esquema da configuração geométrica e cinemática do aparato de polimento (vista superior). Rotação é imposta ao disco e ao suporte independentemente. A posição do eixo central do suporte em relação ao disco é fixa. As amostras giram solidárias ao suporte e podem girar livremente em torno de seus respectivos eixos.....	69
Figura 37 - Aparato para ataque eletrolítico.	71
Figura 38 - Grade quadrada para quantificação de fases.	73
Figura 39 - Microestrutura da amostra T01003 e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.	77
Figura 40 - Microestrutura da amostra T01004 e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.	78
Figura 41 - Microestrutura da amostra T01006 e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.	79
Figura 42 - Microestrutura da amostra CR e sua respectiva binarização. (A)CR, (B) CR binarizada.....	80
Figura 43 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do AID UNS S32304, através do FIJI (ImageJ). Nota: A barra de erro indica um desvio padrão.	80
Figura 44 - Demonstração do método manual pela técnica de grade de 100 pontos.	81

Figura 45 - Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra CR.	84
Figura 46 - Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01003-30.....	84
Figura 47 – Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01004-30.....	85
Figura 48 – Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01006-30.....	85
Figura 49 - Gráfico comparativo entre os resultados encontrados utilizando a técnica de EBSD e o software FIJI.	86
Figura 50 - Gráfico comparativo das análises realizadas por DRX e por PADI através do software FIJI para amostra CR.....	87
Figura 51 - Quantificação percentual comparativa das fases.....	88
Figura 52 - Microestrutura da amostra T01003 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.....	90
Figura 53 - Microestrutura da amostra T01004 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.....	91
Figura 54 - Microestrutura da amostra T01006 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A)5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.....	92
Figura 55 - Quantificação percentual dos nitretos em cada condição analisada.....	93
Figura 56 – Imagem original obtida por microscopia eletrônica de varredura.	101
Figura 57 - Definição de Escala utilizando o programa FIJI	102
Figura 58 - Imagem cortada no programa FIJI	102
Figura 59 - Escolha do método de limiar local e definição do raio de atuação dos pixels	103
Figura 60 - Imagem binarizada.....	104
Figura 61 - Definição de medidas a serem extraídas no programa FIJI.....	104
Figura 62 - Imagem original obtida por MO.....	106
Figura 63 - Escolha do método de limiar local e definição do raio de atuação dos pixels.	107
Figura 64 - Imagem binarizada.....	107

Figura 65 - Definição de medidas a serem extraídas no programa FIJI..... 108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química comparativa entre os valores fornecidos pelo fabricante e a técnica FRX da amostra B2.	61
Tabela 2 – Condições de tratamento termomecânico e identificação de amostras...65	
Tabela 3 – Tempo e tipos de ataque químico realizados em cada amostra.....	70
Tabela 4 - Quantificação percentual das fases ferrítica e austenítica do AID UNS S32304 das condições estudadas pelo método automático e manual, e valores do teste ANOVA.	82
Tabela 5 – Medidas manuais e automáticas de porcentagem volumétrica de austenita das amostras. Nota: Os valores dentro da tabela estão em porcentagem (%).	109
Tabela 6 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-5. Nota: SQ – Soma dos quadrados, GL – Graus de liberdade, MQ – Média dos quadrados.	110
Tabela 7 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-5.	110
Tabela 8 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-5.	110
Tabela 9 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-30.	110
Tabela 10 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-30.	111
Tabela 11 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-30.	111
Tabela 12 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-60.	111
Tabela 13 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-60.	111
Tabela 14 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-60.	112
Tabela 15 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra CR.	112

LISTA DE QUADRO

Quadro 1 – Expressões utilizadas para obtenção dos limites locais.	47
Quadro 2 – Procedimentos experimentais realizados.	66

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 OBJETIVO GERAL.....	17
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	19
2.1 A IMAGEM NA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS	19
2.2 CONCEITOS BÁSICOS	20
2.2.1 Imagem	20
2.2.2 Imagem Digital	21
2.2.2.1 Resolução e profundidade.....	25
2.2.2.2 Classificação de imagens digitais.....	27
2.2.2.3 Brilho e Contraste.....	28
2.2.2.4 Histograma	29
2.3 PROCESSAMENTO E ANÁLISE DIGITAL DE IMAGENS.....	31
2.3.1 Formação e Aquisição da Imagem	33
2.3.1.1 Microscopia Óptica (MO) e Aquisição de imagens digitais.....	34
2.3.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Aquisição de Imagens	35
2.3.2 Digitalização da Imagem	37
2.3.3 Pré-processamento	39
2.3.3.1 Domínio do espaço real.....	40
2.3.3.1.1 Operações Pontuais	41
a) Operações sobre o histograma	42
2.3.4 Segmentação	44
2.3.4.1 Limiarização	45
2.3.4.1.1 Limiar global	46
2.3.4.1.2 Limiar local	46
2.3.5 Pós processamento	49
2.3.6 Extração de Atributos	52
2.3.6.1 Estereologia quantitativa (EQ).....	52

2.3.6.2 Estereologia quantitativa e PADI.....	53
2.3.6.3 Fração Volumétrica de fases.....	53
2.3.6.4 Fração de Área.....	54
2.3.7 Reconhecimento de Padrões e Classificação.....	55
2.4 FIJI (IMAGEJ).....	56
3 MATERIAIS E MÉTODOS	59
3.1 MATERIAL	59
3.1.1. Aço Inoxidável Duplex (AID).....	59
3.1.2 Material Analisado.....	60
3.2 MÉTODOS	61
3.2.1 Corte das amostras	63
3.2.2 Usinagem	63
3.2.3 Ensaio Termomecânico	64
3.2.4 Caracterização Microestrutural	66
3.2.5 Corte Metalográfico.....	67
3.2.6 Lixamento	68
3.2.7 Polimento	68
3.2.8 Ataque químico.....	70
3.2.9 Microscopia Óptica e Microscopia eletrônica de Varredura (MO e MEV) ..	71
3.2.10 Quantificação de Nitretos e Fases	72
3.2.10.1 Quantificação de fases – Norma ASTM E562	73
3.2.11 Comparação de métodos.....	73
3.2.11.1 Quantificação convencional (Norma ASTM E562-2019)	73
3.2.11.1.1 Análise de Variância (ANOVA)	74
3.2.11.2 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)	75
3.2.11.3 Difração de Raios X (DRX).....	75
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	76
4.1 SEGMENTAÇÃO DE FASES.....	76
4.2 COMPARAÇÃO DE MÉTODOS.....	81
4.2.1 Quantificação Manual (Norma ASTM E562)	81

4.2.2 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)	83
4.2.3 Difração de Raios X e Refinamento de Rietveld	87
4.2.4 Resumo das técnicas.....	88
4.3 QUANTIFICAÇÃO DE NITRETOS.....	89
5 CONCLUSÃO	95
REFERÊNCIAS.....	96
APÊNDICE A – QUANTIFICAÇÃO DE NITRETOS	101
PROCEDIMENTOS PARA PROCESSAMENTO DIGITAL	101
Imagem Original	101
APÊNDICE B – QUANTIFICAÇÃO DE FASES	106
PROCEDIMENTOS PARA PROCESSAMENTO DIGITAL	106
Imagem Original	106
APÊNDICE C – DADOS E TESTES ESTATÍSTICOS PARA AS MEDIDAS MANUAIS E AUTOMÁTICA PARA QUANTIFICAÇÃO DE FASES.....	109

1 INTRODUÇÃO

No início dos anos 1920, uma das primeiras aplicações de imagens digitais foi realizada na indústria de jornais como forma de reduzir o tempo de transporte de imagens entre Londres e Nova Iorque. As imagens passaram a ser digitalizadas e transmitidas por um cabo submarino (chamado de sistema *Bartlane*) gerando um aprimoramento na qualidade de impressão. As imagens eram codificadas para a transferência por cabo e reconstruídas na extremidade receptora em uma impressora telegráfica. Na época os primeiros sistemas *Bartlane* codificavam uma imagem em cinco níveis de intensidade distintos (Figura 1) [1,2].

Figura 1 - Imagem gerada de impressora telegráfica com 5 tons de cinza.



Fonte: [1].

Esta capacidade seria expandida, já em 1929, para 15 níveis (Figura 2), ao mesmo tempo em que era desenvolvido um método aprimorado de revelação de filmes através de feixes de luz modulados por uma fita que continha informações codificadas sobre a imagem [1,2].

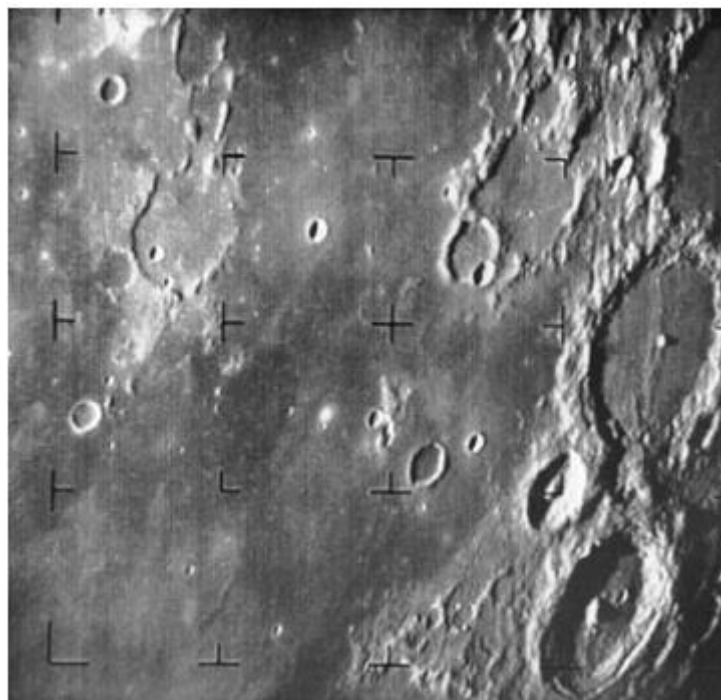
Figura 2 - Imagem gerada de impressora telegráfica com 15 tons de cinza.



Fonte: [1].

Três décadas mais tarde, nos anos de 1960, melhorias na tecnologia de computação e o início da corrida espacial levaram a um aumento do trabalho no Processamento e Análise de Imagens (PADI). O uso de técnicas computacionais de aprimoramento de imagens teve início no *Jet Propulsion Laboratory* (Pasadena, California - EUA) em 1964, quando imagens da lua transmitidas por uma sonda *Ranger7* eram processadas por computador para corrigir vários tipos de distorção inerentes à câmera de TV acoplada à sonda (Figura 3). Estas técnicas serviram de base para métodos aprimorados de realce e restauração de imagens de outros programas espaciais posteriores, como as expedições tripuladas da série *Apollo* [1,2].

Figura 3 - Superfície Lunar em julho de 1964.



Fonte: [1,2].

Em 1970, o processamento digital de imagens começa a ser usado em aplicações médicas auxiliando em melhorias e interpretações de exames de raios X. E desde 1980, o uso das técnicas de PADI vem apresentando crescimento expressivo e suas aplicações permeiam quase todos os ramos da atividade humana, entre elas a ciência dos materiais [1,2,3].

A formação de imagens digitais pode ser produzida por uma variedade de dispositivos, sejam eles equipamentos de ultrassom, equipamentos de radiografia, microscópios ópticos, microscópios eletrônicos, magnéticos, entre outros. Sendo assim, a produção, utilização e análise dessas imagens formadas passa a ser uma importante fase do processo de análise onde se pode extrair informações úteis e relevantes para cada aplicação desejada [4].

Entretanto existe a percepção de que o uso de PADI seja trivial, mas não é. É preciso analisar os dados coletados e tomar decisões complexas diante das imagens a serem trabalhadas, de forma que estes possam ser evidenciados com a menor margem de erro possível. No entanto estudar os princípios fundamentais por trás dessa área acaba se limitando apenas a pesquisadores da área computacional. Fazendo com que o Processamento e Análise Digital de Imagens que deveria ser visto como uma

vantagem operacional para a realização das pesquisas (digitalização da imagem adequada, criação e edição de uma determinada imagem necessária, a extração de dados da imagem), acaba se tornando muitas vezes um desafio a ser dominado.

Diversos trabalhos [3 – 7] tentam e conseguem ganhos de desempenho e qualidade nos dados obtidos, seja na aquisição automática, quanto a semiautomática utilizando o PADI. No entanto outros fatores se apresentam como ameaças críticas à veracidade e precisão das informações adquiridas, como o pré-processamento correto das imagens, e sua posterior segmentação e extração de atributos.

Desse modo, a necessidade de tomar decisões sobre o tratamento inicial da imagem na etapa de pré-processamento se mostra de grande importância, uma vez que pode torná-la adequada para o processamento final desejado, como por exemplo, a quantificação de fases e nitretos.

Em trabalhos anteriores desenvolvidos pelo grupo de pesquisa de Física Aplicada da UFES, Machado [8] e Milagre 2015 [9] propuseram estudos relacionando propriedades mecânicas e tratamentos térmicos utilizando o aço UNS S32304. Posteriormente, Garcia [10] e Grippa [11] utilizaram programas de processamento de imagens para amostras cerâmicas e demonstram métodos semiautomáticos de análise, sem o aprofundamento teórico dos métodos.

Caetano [12] estudou a quantificação de fases utilizando dois programas de processamento de imagens (SVRNA e FIJI) utilizando o mesmo aço deste trabalho, porém utilizando uma técnica semiautomática de análise.

Nesta dissertação a proposta foi investigar os fundamentos do processamento e análise digital de imagens e desenvolver uma técnica de quantificação automática de fases e nitretos para o aço inoxidável duplex UNS S32304 explorando diferentes métodos de segmentação e o seu respectivo detalhamento teórico e matemático.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo principal deste estudo está em colocar à disposição conhecimentos básicos e intermediários em Processamento e Análise Digital de Imagens, bem como, demonstrar uma aplicação eficaz desse recurso na área de estereologia quantitativa. O trabalho explorou as potencialidades do programa FIJI no estudo de uma liga de aço inoxidável duplex. Com esse trabalho foi possível, propor a criação de algoritmos

que criem de forma automática uma sequência de recursos de processamento de imagens viável, a fim de conseguir obter a quantificação de nitretos em imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e quantificação de fases em microscopia óptica (MO), acelerando a curva de aprendizado e minimizando erros na utilização desses métodos sem que seja necessário um alto conhecimento especializado para isso.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Descrever os recursos de PADI utilizados com foco nas etapas de pré-processamento e segmentação, de onde serão coletadas as informações das imagens.
- Desenvolver a preparação de amostras e recursos de microscopia que possam facilitar a obtenção de imagens com maior qualidade de detalhes.
- Obter a quantidade mínima de características estruturais que possam auxiliar a realizar a análise de uma imagem digital.
- Comparar o método de análise automático proposto com outros métodos de quantificação.

Sendo assim, esta dissertação está organizada em 5 capítulos. O primeiro capítulo consiste nesta introdução e objetivos do trabalho. O segundo capítulo aborda as fundamentações teóricas do processamento e análise digital de imagens. O terceiro capítulo relata as metodologias de preparação e análise metalográfica utilizadas para obtenção de imagens digitais. O quarto capítulo apresenta resultados e discussões provenientes do uso do PADI para quantificação de materiais. Por fim, o quinto capítulo apresenta uma conclusão geral.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 A IMAGEM NA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

O desenvolvimento técnico dos materiais e o aprofundamento da compreensão científica das suas características, reconhecida a relação entre as propriedades físicas e a microestrutura, motivaram nas últimas décadas a utilização de técnicas progressivamente mais potentes de estudo e caracterização microscópica e micro analítica [13].

As diferentes propriedades de um material, composto de um único ou diversos constituintes associados numa estrutura e/ou resultante das condições da sua produção ou processamento, dependem, não só da respectiva composição elementar e propriedades específicas, mas também da forma e estrutura da agregação dos seus componentes elementares, e das características das superfícies internas [4,13,14].

As propriedades a serem consideradas, podem ser propriedades físicas fundamentais do material, tais como: a condutividade ou a elasticidade. Também se podem considerar as propriedades associadas ao seu comportamento operacional (características dinâmicas), como a resistência à corrosão ou o seu comportamento em condições de desgaste ou fadiga [1,4,13,14].

Em muitos casos, os componentes elementares relevantes para a caracterização microestrutural que dependem da escala em que a estrutura é analisada, determinam suas propriedades locais que, por subsequente, representam as propriedades globais do material que interessam em cada caso [13].

Nas últimas décadas desenvolveram-se sistemas que permitem a observação e caracterização física, química e estrutural com elevada resolução espacial. Esses sistemas, possibilitam a obtenção de informação quantitativa da variação local destas características sobre a região em estudo. A formação de uma imagem em sistemas de microscopia, seja eletrônica ou óptica, é uma resultante natural da observação de uma região delimitada da amostra, sendo assim, a imagem é a fonte primária de informação a considerar para análise posterior [1,2,14].

A utilização de imagens como representação da variação em grandeza das propriedades de uma superfície, justifica-se pelo volume de informação a comunicar e aproveita a extraordinária capacidade e rapidez do sistema humano de visão para a

identificação e avaliação dos elementos diferenciados de uma imagem e a sua caracterização comparativa, considerando o brilho, cor, dimensão, forma, textura, distância e orientação [1,2,13].

Esta capacidade de avaliação de imagens, embora envolvendo a consideração de elementos mensuráveis, é, particularmente sensível às condições de vizinhança e contexto, sendo incapaz de considerar de forma quantitativa quaisquer características que diferenciem de forma sutil ou significativa diversas imagens [1,2,13].

As limitações do sistema de visão são também válidas para a análise de microestruturas e superfícies dos materiais. Portanto é vantajosa a utilização de sistemas que permitem a caracterização quantitativa, orientando a avaliação e facilitando interpretação fundamentada nas propriedades observadas do material [1 - 5].

2.2 CONCEITOS BÁSICOS

Antes de se iniciar a discussão das técnicas de Processamento e Análise Digital de Imagem, faz-se necessária uma breve introdução de alguns conceitos sobre imagem digital.

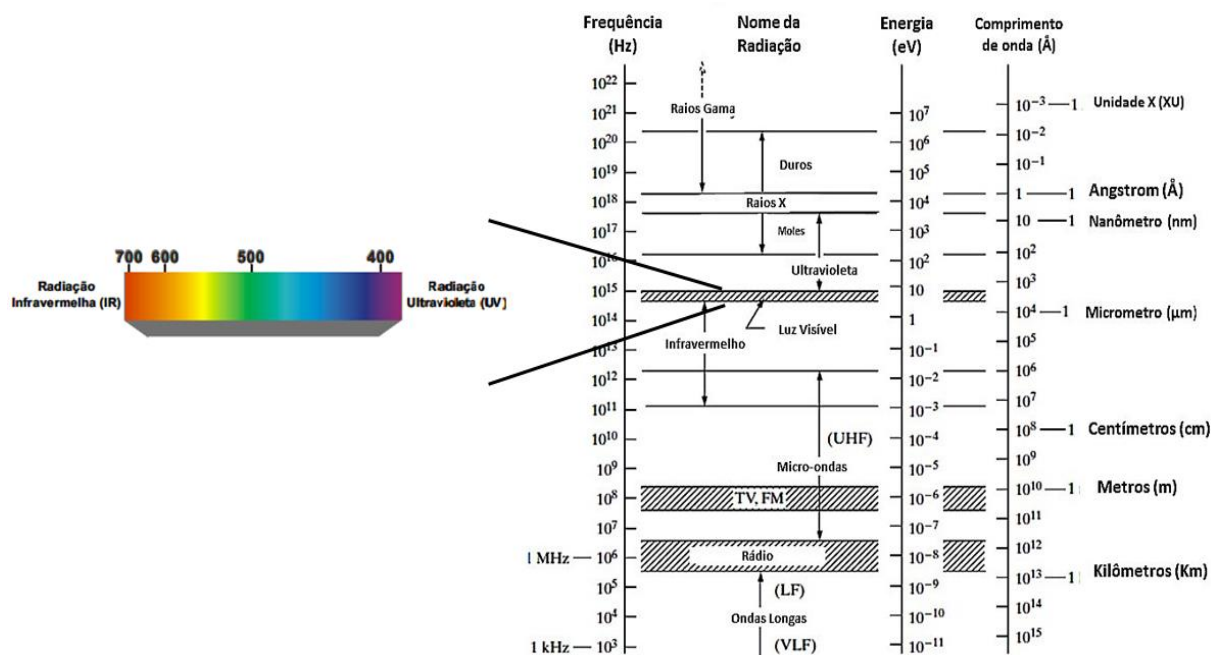
2.2.1 Imagem

Imagem, do ponto de vista do olho humano, é a projeção num plano (retina) das energias luminosas presentes no espaço sob a forma de ondas de radiação eletromagnética que interferem com os objetos reais [1 - 5]

A luz, sendo radiação eletromagnética, apresenta um comportamento ondulatório caracterizado por sua frequência (f) e comprimento de onda (λ). A faixa do espectro eletromagnético à qual o sistema visual humano é sensível se estende aproximadamente de 400 a 700 nm e denomina-se *luz visível* [15 – 18]. Radiação eletromagnética com comprimentos de onda fora desta faixa não é percebida pelo olho humano.

Dentro dessa faixa, o olho percebe comprimentos de onda diferentes como *cores* distintas, sendo que fontes de radiação com um único comprimento de onda denominam-se monocromáticas e a cor da radiação denomina-se cor espectral pura [1,2,15]. Na figura 4, apresenta-se uma síntese do espectro eletromagnético, destacando-se a faixa de luz visível.

Figura 4 – Espectro Eletromagnético com destaque ao espectro visível.



Fonte: Adaptado de [15,17].

2.2.2 Imagem Digital

Uma imagem pode ser definida como uma função bidimensional, denotada por $f(x, y)$ onde x e y são coordenadas espaciais (planas) e a amplitude de f em qualquer par de coordenadas (x, y) é denominada intensidade ou nível de cinza da imagem nesse ponto. Quando x, y , e os valores de intensidade de f são quantidades finitas e discretas, tem-se a chamada de imagem digital [1 – 7, 15].

A imagem digital é composta por um número finito de elementos, que são conhecidos como *pixels*, cada um com local e valor específicos. Os *pixels* é o acrônimo da expressão em inglês *picture element*, que é a menor unidade da imagem [1].

O valor ou a amplitude de f nas coordenadas espaciais é uma quantidade escalar positiva cujo significado físico é determinado pela fonte da imagem. Quando uma imagem é gerada a partir de um processo físico, seus valores de intensidade são proporcionais à energia irradiada por uma fonte física (por exemplo, ondas eletromagnéticas) [1,2]. Como consequência, $f(x, y)$ deve ser diferente de zero e finita, assim:

$$0 < f(x, y) < \infty \quad (1).$$

A função f pode ser caracterizada por dois componentes: (1) a quantidade de iluminação da fonte incidente na cena que está sendo visualizada e (2) a quantidade de iluminação refletida pelos objetos na cena. Apropriadamente, eles são chamados de iluminação e refletância e são indicados por, $i(x, y)$ e $r(x, y)$ respectivamente. As duas funções combinam-se como um produto de $f(x, y)$ para formar:

$$f(x, y) = i(x, y) \cdot r(x, y) \quad (2).$$

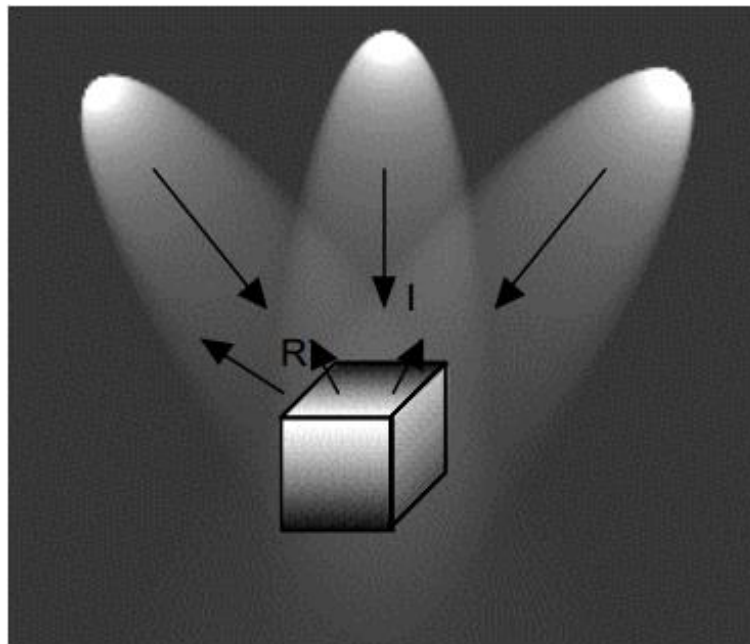
Onde:

$$0 < i(x, y) < \infty \quad (3).$$

$$0 < r(x, y) < 1 \quad (4).$$

A equação 4 indica que a refletância é limitada por 0 (absorção total) e 1 (refletância total). A natureza de $i(x, y)$ é determinada pela fonte de luz que incide sobre o objeto, enquanto $r(x, y)$ exprime a fração de luz que o objeto vai transmitir ou refletir no ponto (x, y) . Estes conceitos estão ilustrados na figura 5.

Figura 5 - Componentes iluminação (I) e refletância (R) de uma imagem.



Fonte: [2].

Os valores dados nas equações (3) e (4) são limites teóricos. A intensidade de uma imagem monocromática f nas coordenadas (x, y) é chamada de nível de cinza (g) da imagem no ponto. Das equações (2), (3) e (4), pode-se afirmar que:

$$L_{min} \leq g \leq L_{max} \quad (5).$$

Na teoria, a única exigência acerca L_{min} é que ele seja positivo, e sobre $L_{máx}$ que seja finito, ambos números inteiros. Na prática, $L_{min} = i_{min} \cdot r_{min}$ e $L_{máx} = i_{máx} \cdot r_{máx}$.

O intervalo $[L_{min}, L_{máx}]$ é chamado de escala (intensidade) de cinza. Uma prática comum é deslocar numericamente este intervalo a $[0, L - 1]$, onde $g = 0$ é considerado preto e $g = L - 1$ é considerado branco na escala de cinza. Todos os valores intermediários de cinza variam do preto ao branco.

No caso de uma imagem possuir informações em intervalos ou bandas distintas de frequência, é necessária uma função $f(x, y)$ para cada banda. É o caso de imagens coloridas padrão RGB, que são formadas pela informação de cores primárias aditivas, o vermelho (R – *red*), verde (G – *green*) e azul (B – *blue*) [1,2,5].

Uma imagem de um objeto real é, em princípio, contínua tanto na variação espacial quanto nos níveis de cinza. Para que uma representação dessa imagem possa ser feita num computador digital é necessário discretizar a imagem tanto no espaço quanto na amplitude. Portanto, a imagem digital é o resultado da transformação da função matemática $f(x, y)$ em outra função matemática $F(x, y)$ cujos valores são discretos. O processo de discretização espacial chama-se *amostragem* e, o de discretização em amplitude, denomina-se *quantização* [1,2,5].

A função $F(x, y)$ é então definida por uma matriz M por N pontos, onde cada elemento desta matriz representa uma quantidade discreta. Portanto em forma de equação escrevemos a representação de uma matriz numérica como:

$$F(x, y) = \begin{bmatrix} f(0,0) & f(0,1) & \cdots & f(0, N - 1) \\ f(1,0) & f(1,1) & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ f(M - 1,0) & f(M - 1,1) & \cdots & f(M - 1, N - 1) \end{bmatrix} \quad (6).$$

Os elementos que definem a função discreta $F(x, y)$ são os já conhecidos, *pixels*. Um *pixel* será então um ponto qualquer no espaço amostrado, isto é, um ponto avaliado no plano bidimensional (x, y) com intensidade luminosa conhecida.

A figura 6 ilustra um sistema referência (convenção de eixos) adotado normalmente para representar uma imagem digital.

Figura 6 - Representação de uma imagem digital.



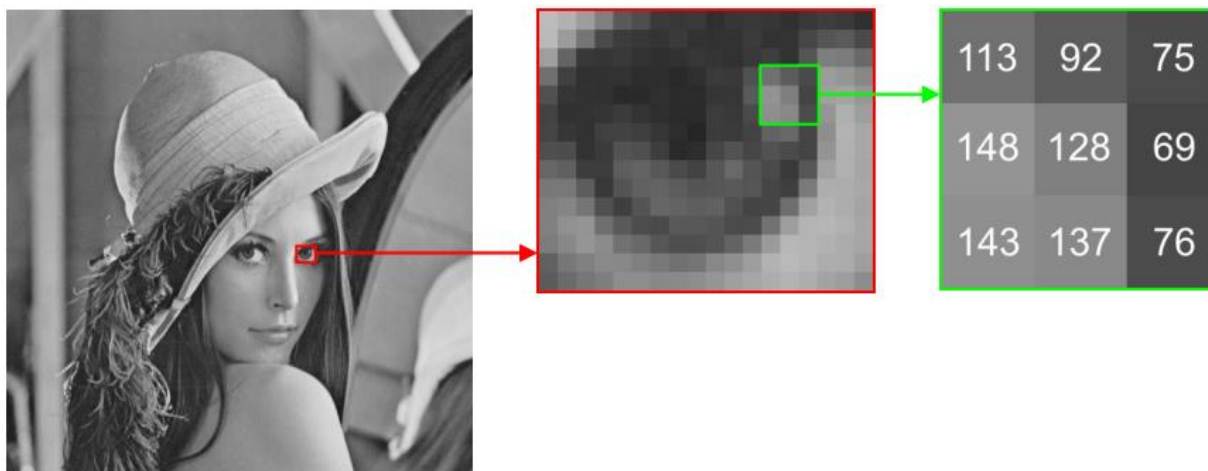
Fonte: Adaptado de [2,5].

Vale salientar que matrizes numéricas são usadas, com frequência, para processamento e desenvolvimento de algoritmos que permitem modificar uma imagem. Sendo assim, ambos os lados da equação 6 são formas equivalentes de expressar uma imagem digital quantitativamente.

A imagem (sendo vista como uma matriz) faz com que cada um de seus elementos represente um número que define a cor ou intensidade do pixel de posição correspondente na imagem real, ou seja, demonstra digitalmente uma imagem ponto a ponto ou pixel a pixel.

A Figura 7 apresenta uma imagem digital e exhibe, em detalhe, uma pequena parte onde as intensidades dos pixels são mostradas também numericamente.

Figura 7 – Representação de uma imagem digital padrão e seu detalhamento de pixels.



Fonte: [2,3].

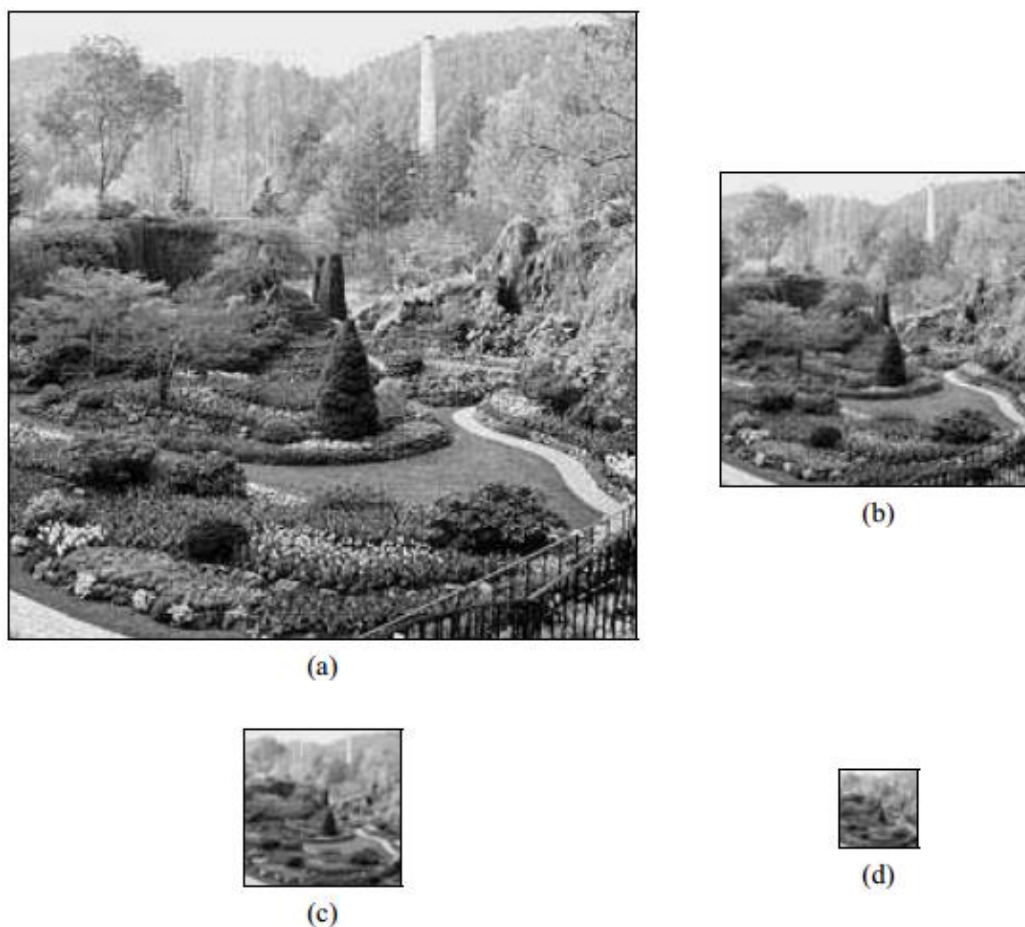
2.2.2.1 Resolução e profundidade

A resolução de uma imagem pode ser definida como sendo a qualidade de observação dos detalhes discerníveis e, depende diretamente do número de *pixels* que caracteriza o tamanho da imagem, como também, do número de níveis de cinza possíveis para cada pixel. Assim, para uma imagem real com tamanho definido, quanto maior for o número de pixels que a descreve, maior será sua resolução espacial. Na prática, a resolução é dada como número de pixels por unidade de distância (o mais utilizado é o *dpi – dots per inch*, ou pontos por polegada). Alternativamente, o número total de pixels em cada eixo da imagem também é chamado de resolução, por exemplo, 512 x 512 pixels [1 - 3].

A profundidade de uma imagem digital consiste no número máximo de níveis de intensidade que esta imagem pode apresentar, ou o número de bits de uma imagem. O número de níveis de cinza de uma imagem $f(x,y)$ é conhecido por uma potência de 2^k onde k é o número de bits da imagem, uma profundidade de 256 níveis de cinza ($2^8 = 256$) [1 - 3].

A figura 8 mostra uma imagem de resolução 256 x 256 pixels, com 256 níveis de cinza. Mantendo constante o número de tons de cinza com os efeitos da redução espacial para 128 x 128 pixels, 64 x 64 pixels e 32 x 32 pixels, é possível analisar a dependência da qualidade e resolução espacial [2].

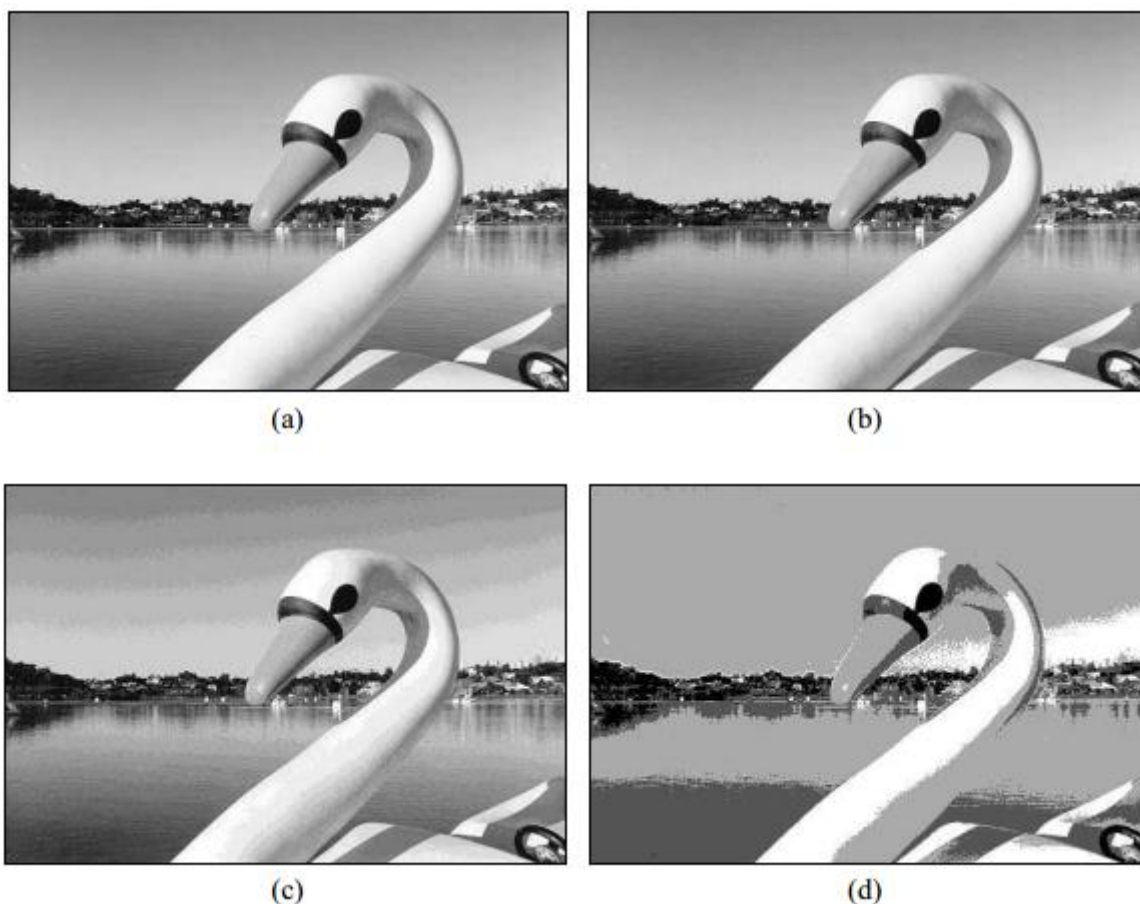
Figura 8 - Efeito da resolução espacial na qualidade da imagem.



Fonte: Adaptado de [2,3,5].

A figura 9 ilustra os efeitos da redução do número de níveis de cinza sobre a qualidade da imagem. Na figura 9(a) tem-se uma imagem de 442 x 299 pixels com 256 tons de cinza ($k = 8$). As figuras 5 (b)-(d) foram obtidas reduzindo-se o número de bits de $k = 6$ até $k = 2$, enquanto a resolução espacial foi mantida constante em 442 x 299 pixels. A partir da imagem com 16 tons de cinza ($k=4$) é perceptível o surgimento de uma imperfeição na imagem, conhecida como falso contorno (*false contouring*) [2].

Figura 9 - Efeito do número de níveis de cinza na qualidade de uma imagem com 256, 64, 16 e 4 níveis de cinza.



Fonte: Adaptado de [2].

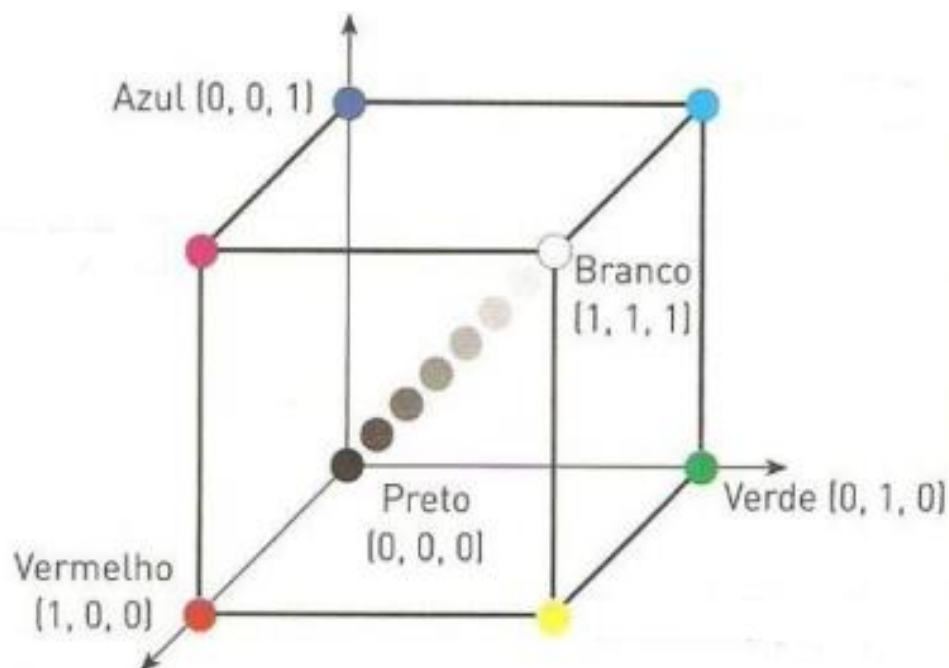
2.2.2.2 Classificação de imagens digitais

As imagens digitais podem ser classificadas em duas categorias:

Imagem monocromática, onde o valor numérico de cada pixel representa uma grandeza escalar associada ao brilho ou nível de cinza do ponto correspondente. Quando os pixels de uma imagem só possuem dois valores distintos (0 ou 1), este tipo de imagem é conhecido como imagem binária (imagem preto e branco).

Imagem colorida, na qual o valor de cada pixel de uma matriz bidimensional será, na verdade, substituído por um vetor com 3 valores (Figura 10) representando as intensidades das cores primárias conhecido como padrão RGB. Os aparelhos emissores de luz como televisão, monitores e projetores, utilizam este padrão.

Figura 10 - Modelo de imagem colorida RGB.



Fonte: Adaptado de [6].

Em Ciência de Materiais é comum imagens geradas com 8 bits, ou seja, 256 tons de cinza, pois esta é a profundidade que predomina em imagens de microscopia eletrônica, também sendo muito comum em microscopia óptica. Assim, este trabalho trata somente de casos onde as imagens adquiridas têm esta profundidade [3,6].

As técnicas de PADI aqui descritas podem ser generalizadas, também sendo passíveis de utilização em imagens com outros níveis de profundidade, como, por exemplo, em imagens de 14 bits e em imagens coloridas. Em Ciência de Materiais, as imagens de 14 bits (2^{14} tons de cinza) são utilizadas em imagens de figuras de difração obtidas em MET. Já as imagens coloridas são geralmente oriundas de microscopia óptica e são usadas quando as cores são necessárias para se distinguir as feições de interesse [3,6].

2.2.2.3 Brilho e Contraste

Ao visualizar uma imagem composta predominantemente de pixels com tons de cinza baixos, isto é, próximos a 0 (preto), esta imagem é percebida como escura. Já uma imagem que possui tons de cinza altos, próximos a 255 (branco), é considerada uma imagem clara.

O brilho é a característica que nos permite perceber, de forma intuitiva, uma imagem como mais clara ou mais escura. Da mesma forma, uma imagem que apresenta pixels com uma pequena variação de tons de cinza é percebida como uma imagem de baixo contraste e vice-versa [3].

O brilho e o contraste de uma imagem digital podem ser matematicamente descritos respectivamente como a média e o desvio padrão dos níveis de intensidade de todos os pixels da imagem. Outras definições matemáticas para brilho e contraste também são encontradas na literatura, mas, em geral, estas são as mais aceitas e utilizadas [1 – 5, 15].

Para compreender a importância do brilho e do contraste para a análise digital de imagens, é necessária a introdução do conceito de histograma de níveis de intensidade.

2.2.2.4 Histograma

Segundo Gonzalez e Woods (2007) [1], dada uma imagem $f(x, y)$ de dimensão $M \times N$, seu histograma é definido pela função:

$$p(r) = \frac{n_r}{n} \quad (7).$$

onde r representa os tons de cinza, e pode variar de 0 a 255; n_r é o número de pixels com o tom de cinza r , e n é o número total de pixels da imagem $f(x, y)$.

Logo o histograma de uma imagem é simplesmente um conjunto de números indicando o percentual de pixels naquela imagem que apresentam um determinado nível de cinza, fornecendo informações úteis para realizar realce, contraste, segmentação, entre outros processos de análises de imagens.

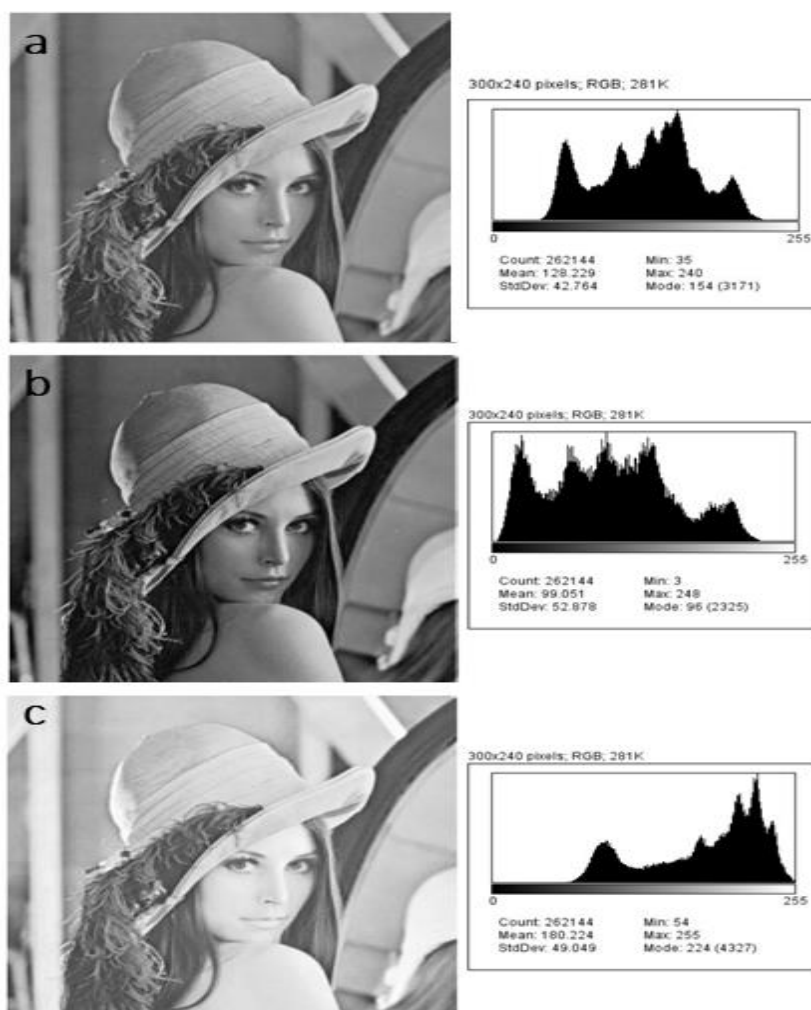
Estes valores são normalmente representados por um gráfico de barras que representa a distribuição dos níveis de cinza de uma imagem (para imagens de 8 bits, de 0 a 255, totalizando 256 níveis) na coordenada das abscissas e a quantidade de pixels com cada escala de cinza nas ordenadas [1,2].

Através da visualização do histograma de uma imagem obtemos uma indicação de sua qualidade quanto ao nível de contraste e quanto ao seu brilho médio (se a imagem é predominantemente clara ou escura). Se uma imagem é escura, o gráfico do

histograma se encontra próximo do valor zero e quando a imagem é clara, o gráfico do histograma se aproxima do valor 255.

A Figura 11 mostra três imagens ao lado de seus respectivos histogramas. Trata-se de uma imagem de teste padrão (Lena - 8 bits), que é apresentada com diferentes níveis de brilho e contraste para fins de comparação.

Figura 11 - Exemplificação de uma imagem padrão com diferentes níveis de brilho e contraste. (a) médio brilho, (b) baixo brilho e (c) alto brilho.



Fonte: Adaptado de [3].

A imagem mostrada na figura 11 (a) revela um valor médio de pixels concentrado no meio do histograma (Entre 0 e 255), representando assim uma imagem que não é puramente caracterizada como escura, nem clara. Pode-se dizer que a imagem correspondente apresenta alto contraste entre as duas concentrações, uma vez que elas se encontram razoavelmente espaçadas.

As imagens da figura 11 (b) demonstram um valor médio de pixels com tendência mais próxima do limite inferior (Zero), o que corresponde a uma imagem mais escura com relação à anterior, porém o espaçamento dos picos do histograma dá um contraste razoável à amostra.

Já as imagens da figura 11 (c) apresentam valores médios que se aproximam do limite superior (255), o que corresponde em uma imagem mais clara com relação às duas anteriores. Seu histograma não apresenta picos regulares, e nem espaçados gerando assim uma imagem com baixo contraste.

Com o auxílio do histograma e aplicação no uso de imagens em cores (RGB) é possível diferenciar as fases que compõe amostras de aço inoxidável (será discutido na seção sobre “segmentação”), onde os picos de intensidade corresponderam a cada uma das fases, separando e avaliando de forma quantitativa a composição da amostra.

2.3 PROCESSAMENTO E ANÁLISE DIGITAL DE IMAGENS

O Processamento Digital de Imagens (PDI) é uma técnica onde as imagens são convertidas em matrizes de números inteiros, sendo que cada componente desta matriz é composta por um elemento fundamental chamado de pixel. A partir desta matriz que, representa a imagem, diversos tipos de operações matemáticas são utilizados para alterar os valores dos pixels com a finalidade de facilitar a visualização da imagem, a saber: (1) adequá-la para análises quantitativas através de correções de defeitos, (2) realçar regiões de interesse nas imagens e (3) realizar a extração e tratamento de dados quantitativos [3 - 5, 19 - 21].

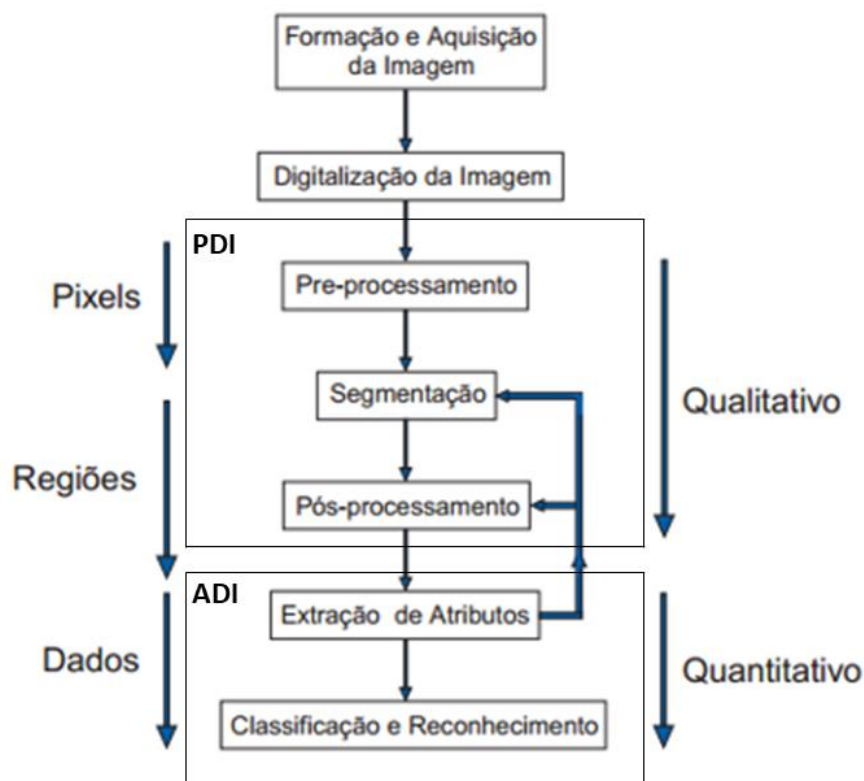
Dependendo das diferentes funções citadas no parágrafo anterior, o processamento de imagens pode ser entendido como o conjunto de duas técnicas, a saber: (1) o Processamento Digital de Imagens (PDI), que consiste no preparo da imagem para posteriores análises e (2) Análise Digital de Imagens (ADI), que compreende a análise quantitativa do processo a partir da qual as regiões, partículas e objetos identificados na imagem são medidos. Ao longo deste trabalho, além dos termos PDI e ADI, será utilizada a sigla PADI (Processamento e Análise Digital de Imagens), quando estiver englobando as duas categorias [3, 19 - 21].

Os sistemas de Processamento e Análise Digital de Imagens, ou, simplesmente, analisadores de imagem, são basicamente programas de computador que executam,

em imagens digitais, rotinas de procedimentos baseados em algoritmos. Tais rotinas podem ser compiladas em linguagem de programação comum, de modo a gerar programas específicos independentes, ou programas mais genéricos de cálculos matemáticos. Alternativamente, pode-se utilizar uma solução combinada, com programas genéricos e de PADI e rotinas compiladas [19 - 21].

É necessário salientar que não existe uma metodologia geral de tratamento de imagens, a escolha das etapas do processamento, bem como os algoritmos utilizados dependerão não somente da imagem inicial, mas também, dos objetivos da análise. Assim, independentemente do tipo de material que será caracterizado, sete etapas fundamentais formam parte do processamento. Entre as quais: (1) formação e aquisição da imagem, (2) digitalização da imagem, (3) pré-processamento, (4) segmentação, (5) pós-processamento, (6) extração de atributos, (7) classificação e reconhecimento. A figura 12 mostra um fluxograma que ilustra a sequência padrão de PADI.

Figura 12 - Etapas de um sistema de PADI.



Fonte: Adaptado [2 - 4,21].

O fluxograma das etapas da sequência padrão é dividido em três blocos básicos, Aquisição, PDI e ADI. O bloco Aquisição tem, como entrada, uma amostra adequadamente preparada e engloba a formação da imagem e sua digitalização, fornecendo, como saída, um arquivo digital de imagem. A partir daí, o processo torna-se inteiramente digital.

O bloco PDI (pré-processamento, segmentação e pós-processamento) recebe a imagem original, saída do bloco Aquisição, e fornece uma imagem processada. O bloco ADI (extração de atributos e reconhecimento de padrões e classificação) recebe a imagem processada e fornece dados numéricos, constituindo-se na fase quantitativa do processo [3 – 5].

Ao lado do fluxograma, apresentam-se setas que indicam o nível dos dados sobre os quais se trabalha. No pré-processamento e na segmentação, opera-se diretamente sobre os pixels da imagem, gerando-se uma imagem com objetos, representados por regiões de pixels contíguos de mesmo valor.

No pós-processamento e na extração de atributos, trabalha-se sobre os objetos, acabando por medi-los. A partir daí, na etapa de reconhecimento de padrões e classificação, trabalha-se com estas medidas, gerando-se dados de mais alto nível. Do pré-processamento ao pós-processamento a análise é considerada qualitativa e a partir da extração de atributos, quantitativa [3].

2.3.1 Formação e Aquisição da Imagem

O trabalho tem como base imagens digitais e por isso a aquisição da mesma torna-se fundamental para a qualidade de todo PADI. A imagem deve ser limpa de ruídos, sem inclinações e com iluminação apropriada, imperfeições das mais diversas podem dificultar ou inviabilizar as diversas etapas de análise.

Com uma amostra adequadamente preparada, um instrumento formador de imagem gera uma imagem digital que então é registrado por um instrumento de captura. Desse modo, para que possa ser adquirida uma imagem são necessários: um instrumento formador de imagem (microscópio ótico ou eletrônico), um dispositivo físico sensível a uma faixa do espectro eletromagnético, capaz de produzir um sinal elétrico proporcional ao nível de energia percebida; e um digitalizador, que converterá a saída elétrica do dispositivo de sensoriamento físico para a forma digital [1,5,21].

Os instrumentos formadores de imagem podem ser os mais variados. No campo da Ciência de Materiais, os mais utilizados são os microscópios ópticos e eletrônicos (MO, MEV e MET). Da mesma forma, os instrumentos de captura de imagem associados a eles são diversos. Os mais comuns são as câmeras digitais, porém instrumentos analógicos, como câmeras fotográficas e câmeras de vídeo, acoplados a digitalizadores de imagens (notadamente *scanners* e *frame grabbers* - dispositivos para digitalização de fotografia e vídeo) frequentemente são usados [3, 22].

2.3.1.1 Microscopia Óptica (MO) e Aquisição de imagens digitais

Nos processos de estudo, desenvolvimento e pesquisa de materiais é de grande relevância o estudo de sua microestrutura, visto que a partir do seu entendimento é possível inferir sobre as correlações da microestrutura e as propriedades do material. Neste intuito as técnicas de microscopia óptica e de varredura são as mais utilizadas.

Os microscópios ópticos modernos quase sempre apresentam dispositivos para adquirir e processar imagens. O equipamento utilizado para transferir as imagens da tela do microscópio ou da ocular para monitores, na microscopia óptica, é a câmera de vídeo ou câmera digital. O acoplamento de microscópios com esses dispositivos é reconhecido como um sistema de circuito fechado, tal sistema permite a modulação do sinal, seja alterando-o na própria câmera de vídeo, no monitor ou mais adequadamente, numa caixa que se posiciona entre a câmera e o monitor, denominada como processador analógico [22,23].

O ponto inicial para a aquisição de imagens é transformar a imagem vista pela tela do ou pelas oculares do microscópio de luz num sinal elétrico a ser carregado e manipulado. Os principais dispositivos para este trabalho em MO são as câmeras digitais, entra em ação os CCD's (*Charge Coupled Device* - Dispositivo de carga acoplada).

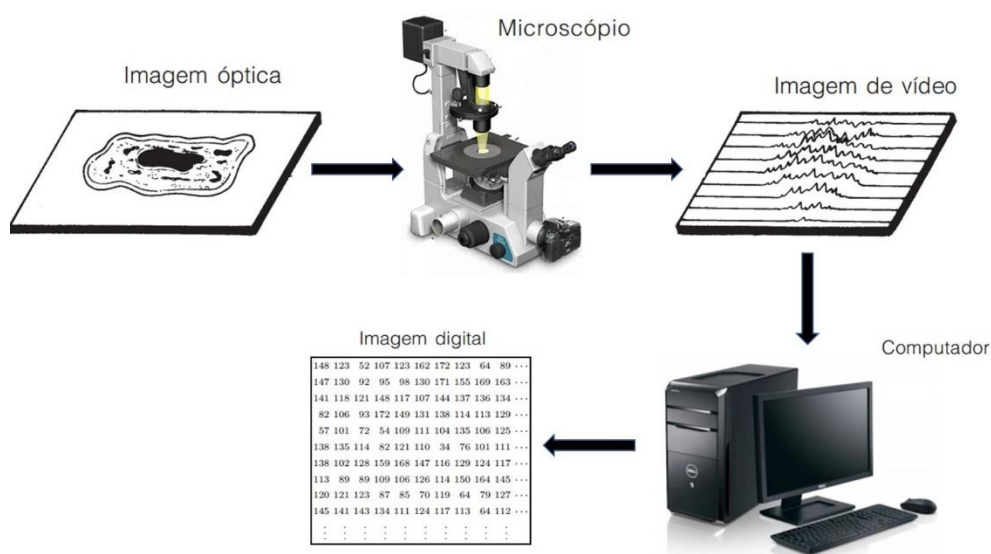
Os CCD's atuam como se fosse o filme fotográfico, com ele é possível alcançar resoluções de 640x480 até milhares de pixels. Mais recentemente surgiram algumas câmeras que utilizam CMOS (*Complementary Metal-Oxide Semiconductor*) como sensores. A grande vantagem é a viabilidade industrial pois utilizam a mesma tecnologia de semicondutores tradicionais para produção em baixo custo [24].

Mais precisamente este dispositivo (CCD) é formado por uma matriz de "poços", que armazenam carga proporcionalmente à quantidade de luz recebida. Posteriormente,

as cargas são transferidas para um porto de saída através de registradores de deslocamento. As câmeras digitais utilizam o circuito CCD e um sistema de digitalização interno para a geração de uma imagem digital, a qual pode ser transferida diretamente para o computador [23].

A figura 13 demonstra um sistema de aquisição de imagens utilizando um microscópio óptico, desde a aquisição até a digitalização da imagem.

Figura 13 - Etapas no processo de digitalização de imagens usando o microscópio óptico.



Fonte: Adaptado de [22].

2.3.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Aquisição de Imagens

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) permite adquirir uma imagem digital de uma amostra de forma a visualizar a microestrutura, ou seja, com ampliação de até 300000 vezes e alta resolução. Através de um feixe de elétrons como fonte de “iluminação” permite visualizar contorno e orientação de grãos, rugosidade, porosidade, dentre outras características. O MEV pode ser utilizado em diferentes materiais como metais, ligas metálicas, cerâmicas, semicondutores, vidros, polímeros etc. [11,25, 26].

Na projeção de uma imagem por varredura, a relação entre objeto e imagem é dada em tempo real, ou seja, depende diretamente do mapeamento do espaço ponto a ponto do espaço objeto. A formação das imagens por varredura ocorre, portanto, de

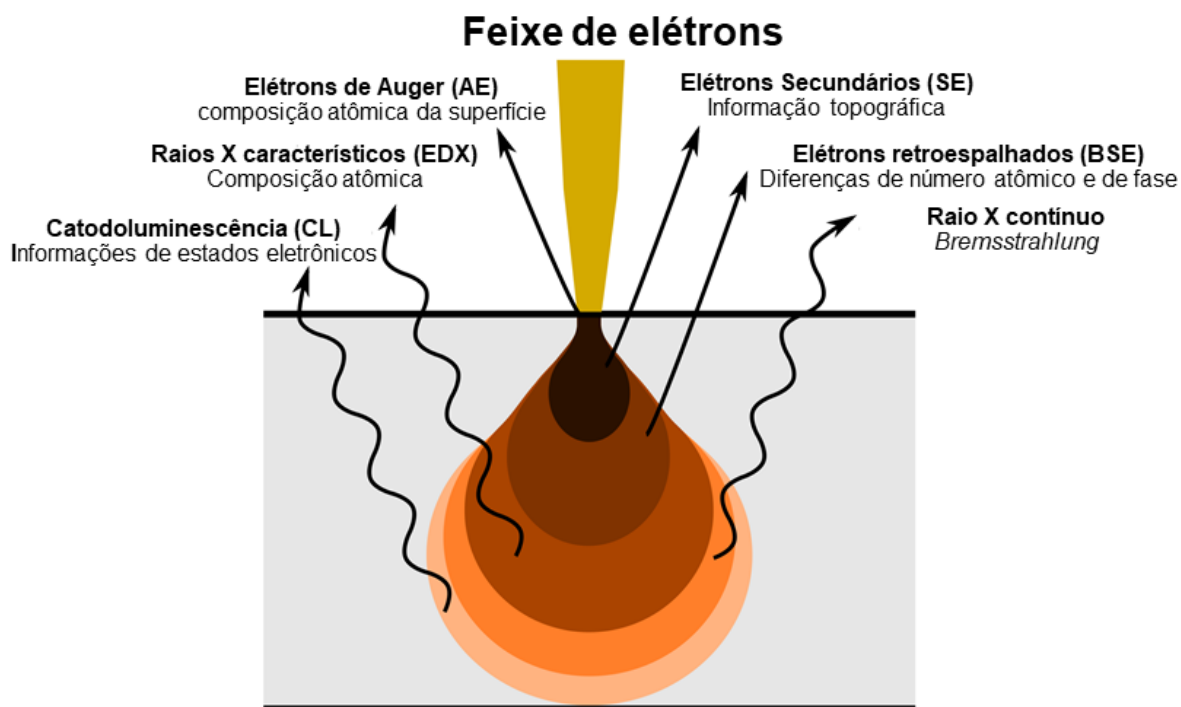
forma serial, isso permite diretamente o arquivamento e processamento eletrônico da imagem com redução de ruído e melhoria de contraste [27].

A formação da imagem depende do mapeamento das interações que ocorrem entre elétrons e a superfície da amostra. Para tal, a superfície é varrida por um feixe de elétrons colimado (elétrons primários) e, a intensidade dos sinais secundários originados é medida por um tubo de raios catódicos, formando assim a imagem [11,25,26].

Os sinais do MEV não são gerados apenas na superfície da amostra. O limite de resolução é determinado pelo diâmetro da região da amostra que, excitado pelo feixe primário, emite o sinal considerado. Os elétrons primários penetram na amostra a partir da área de incidência do feixe e são progressivamente espalhados, interagindo num determinado volume de interação [26].

A energia de cada elétron secundário determina a sua “profundidade de escape”. Este volume de interação depende da tensão de aceleração dos elétrons primários, do número atômico dos constituintes da amostra e, sobretudo do diâmetro do feixe primário. Uma representação do volume de interação é mostrada na Figura 14 [26].

Figura 14 - Volume de interação de elétrons.

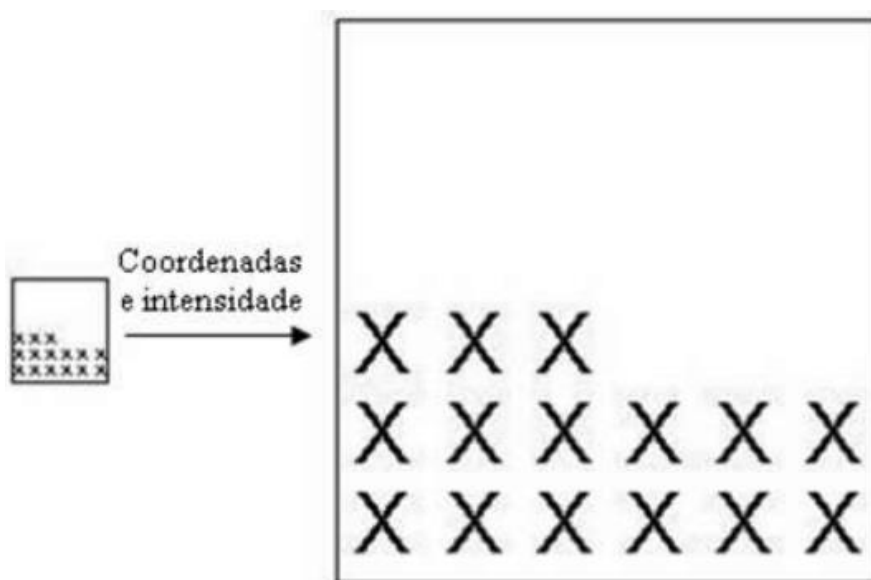


Fonte: Adaptado de [26,28].

Para formação da imagem, o fluxo de informação do microscópio para o computador consiste na localização dos pontos de varredura no plano (x,y) com o conjunto de intensidades correspondentes, originadas pelo detector de elétrons retroespalhados ou pelo detector de elétrons secundários, que estão localizados dentro da câmara de vácuo. Vale destacar que as imagens adquiridas através do detector de elétrons retroespalhados fornece diferentes gradientes de cinza para regiões de uma amostra com variação de composição química [26,28].

Quando a amostra é varrida, a tela do display é varrida simultaneamente com correspondência de posições, utilizando as intensidades dos detectores para cada ponto, como esquematizado na figura 15.

Figura 15 - Esquema de formação de imagem no MEV.



Fonte: [29].

O contraste na imagem é dado, sobretudo pelo relevo da amostra, que é o principal modo de formação de imagem do MEV, entretanto a escolha do detector é fundamental [28]. Para esse trabalho o único detector utilizado foi o de elétrons retroespalhados, que são aqueles elétrons que provêm de camadas mais superficiais da amostra.

2.3.2 Digitalização da Imagem

A digitalização é o processo de discretização espacial e em amplitude de uma imagem digital para tomar o formato desejável ao processamento computacional. Como já

mencionado, a discretização espacial chama-se *amostragem* e, o de discretização em amplitude denomina-se *quantização* [1,2].

Esses dois procedimentos ocorrem de forma simultânea, onde a amostragem converte o sinal (ou imagem) analógica na matriz $M \times N$ da Equação (6). E a quantização faz com que cada um destes pixels assuma um nível de cinza.

Portanto o processo de digitalização requer a decisão de valores para M , N e o número de níveis discretos de cinza associados a cada pixel. Uma prática comum no processamento de imagens digitais é tomar estes valores como múltiplos inteiros de potências de dois, isto é:

$$N = 2^n, M = 2^m \quad (8).$$

$$\text{Níveis de Cinza} = 2^k \quad (9).$$

Onde k é o número de bits usados para representar os níveis de cinza.

Assim, a quantização faz com que os pixels assumam um valor na faixa de 0 a $2^k - 1$. Quanto maior o valor de k , maior o número de níveis de cinza presentes na imagem digitalizada. Usando as equações (8) e (9) tem-se como resultado o número b , de bits necessários para armazenar a imagem digitalizada:

$$b = N.M.k \quad (10).$$

Por exemplo, uma imagem 128x128 com 64 níveis de cinza requer 12288 bytes ou 12 megabytes, para armazenamento. Para obter-se uma imagem digital de qualidade semelhante à de uma imagem de televisão Preto e Branco, por exemplo, são necessários 512 x 512 pixels e de 16 a 32 níveis de cinza no máximo.

A maioria dos sistemas de visão artificial utiliza imagens com 256 níveis de cinza, convém lembrar que quanto maior for N , M e níveis de cinza, mais a equação acima se aproxima da imagem original, e maiores serão os custos de digitalização e armazenamento desta imagem. Convém lembrar ainda que uma “boa” imagem é

muito difícil de definir, visto que qualidade além de ser um critério subjetivo é também fortemente dependente da aplicação na qual será utilizada [2,24,25,28].

Vale salientar que a partir dessa etapa que é possível realizar operações em cada pixel da imagem.

2.3.3 Pré-processamento

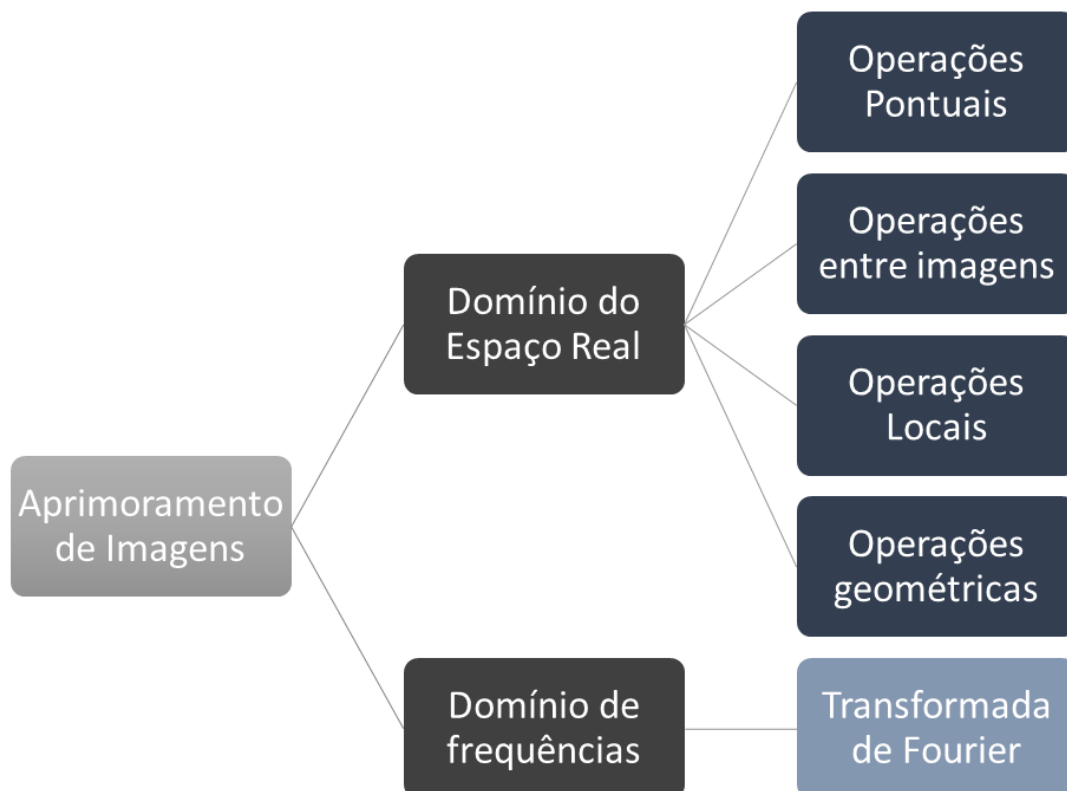
Antes que seja realizada a análise quantitativa de uma imagem, faz-se necessário o pré-processamento da imagem, visto que a imagem resultante do processo de aquisição pode conter imperfeições, tais como presença de pixels ruidosos, contraste e/ou brilho inadequado, entre outras. A função de uma etapa de pré-processamento é aprimorar a qualidade da imagem para análises posteriores.

A grande dificuldade da etapa de aprimoramento de imagens é quantificar o critério para tal. O grande número de técnicas de melhoria de imagens é empírico e exigem procedimentos interativos para obter resultados satisfatórios. Esses resultados podem ser obtidos corrigindo certo número de defeitos e imperfeições surgidos durante a etapa de aquisição da imagem, que podem ter como causa características físicas do sistema (microscópio desalinhado), falta de iluminação adequada (ângulo de iluminação incorreto ou lâmpada com baixa intensidade), variação nas amostras (densidade, espessura ou superfície não planas), dentre outros. Por isso a etapa de pré-processamento é quase sempre necessária [14].

Os procedimentos da etapa de pré-processamento podem ser divididos em duas grandes categorias, a saber: (1) procedimentos realizados no domínio do espaço real e (2) procedimentos realizados no domínio das frequências. O domínio do espaço real refere-se à imagem propriamente dita e os procedimentos nele realizados são baseados na direta manipulação dos pixels da imagem. Já os procedimentos no domínio das frequências são feitos através da modificação da imagem da transformada de Fourier da imagem original, seguida da obtenção de sua transformada inversa [3,5,23,24].

As técnicas de aprimoramento digital de imagens podem ser classificadas, de acordo com princípios matemáticos envolvidos que operam diretamente sobre os pixels das imagens. No caso do domínio real existem 4 divisões principais que são organizadas conforme é apresentado na figura 16.

Figura 16 - Técnicas de aprimoramento de imagens.



Fonte: Adaptado de [5].

Por não necessitarem do cálculo da transformada de Fourier, nem de sua inversa, os procedimentos realizados no domínio do espaço real são, geralmente, menos custosos computacionalmente, tendo assim a preferência. Neste trabalho, são considerados apenas os procedimentos de pré-processamento no domínio do espaço real.

2.3.3.1 Domínio do espaço real

Há várias maneiras de classificar e caracterizar as operações de imagem. O motivo para fazer isso é entender que tipo de resultados espera-se alcançar com um determinado tipo de operação ou qual pode ser a carga computacional associada a uma determinada operação.

As operações do domínio do espaço real transformam uma imagem de entrada $A[m,n]$ em uma imagem de saída $B[m,n]$ utilizando operações locais, pontuais, globais e geométricas [2,15].

No aspecto geral as operações pontuais tiveram ênfase neste trabalho e por isso serão mais detalhadas.

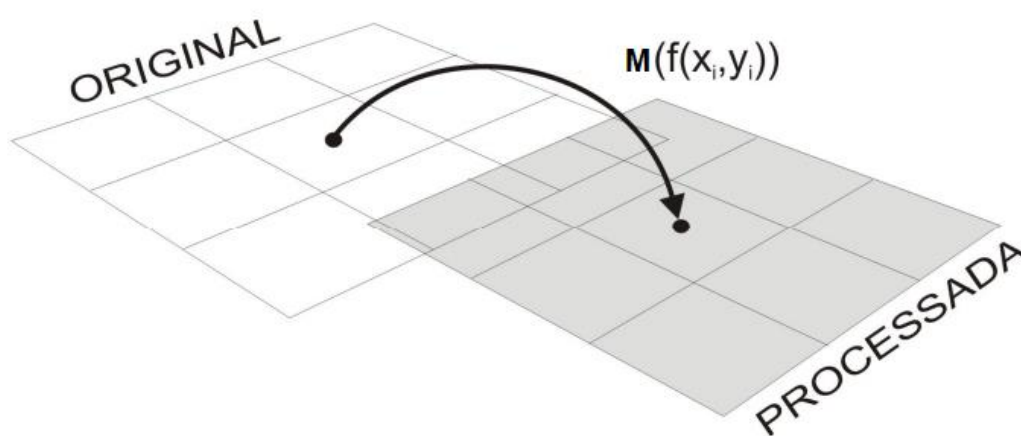
2.3.3.1.1 Operações Pontuais

São operações onde para cada tom de cinza na imagem de entrada é retornado um único tom de cinza na imagem de saída (figura 17). As operações pontuais podem ser definidas de acordo com a seguinte expressão:

$$g(x, y) = M[f(x, y)] \quad (11).$$

Onde $f(x, y)$ é a imagem de entrada, $g(x, y)$ é a imagem de saída, (x, y) são as coordenadas dos pixels nas imagens e M é a função transformação que designa a operação.

Figura 17 - Ilustração de uma operação pontual entre pixels.



Fonte: Adaptado de [2,3,15].

Dada uma imagem de entrada $f(x, y)$, a função transformação M mapeia um tom de cinza s na imagem de saída $g(x, y)$ para cada tom de cinza r na imagem de entrada $f(x, y)$. Assim, a função transformação M é chamada função de mapeamento, fazendo com que as operações pontuais sejam conhecidas também como operações de mapeamento [3,5,15].

Cada pixel com tom de cinza r na imagem de entrada $f(x, y)$ recebe o tom de cinza s na imagem de saída $g(x, y)$, de modo que as operações pontuais podem ser expressas, de forma mais simples, como:

$$s = M(r) \quad (12).$$

onde M é a função de mapeamento e r e s representam, respectivamente, os tons de cinza na imagem de entrada $f(x, y)$ e na imagem de saída $g(x, y)$.

A função $M(r)$ é válida para toda imagem digital. Esta função atua sobre a luminosidade ou intensidade de luz de cada ponto da imagem, mas guardando uma relação com sua condição luminosa inicial. Assim preserva-se a natureza das informações contidas inicialmente na imagem permitindo-se sua melhor interpretação.

a) Operações sobre o histograma

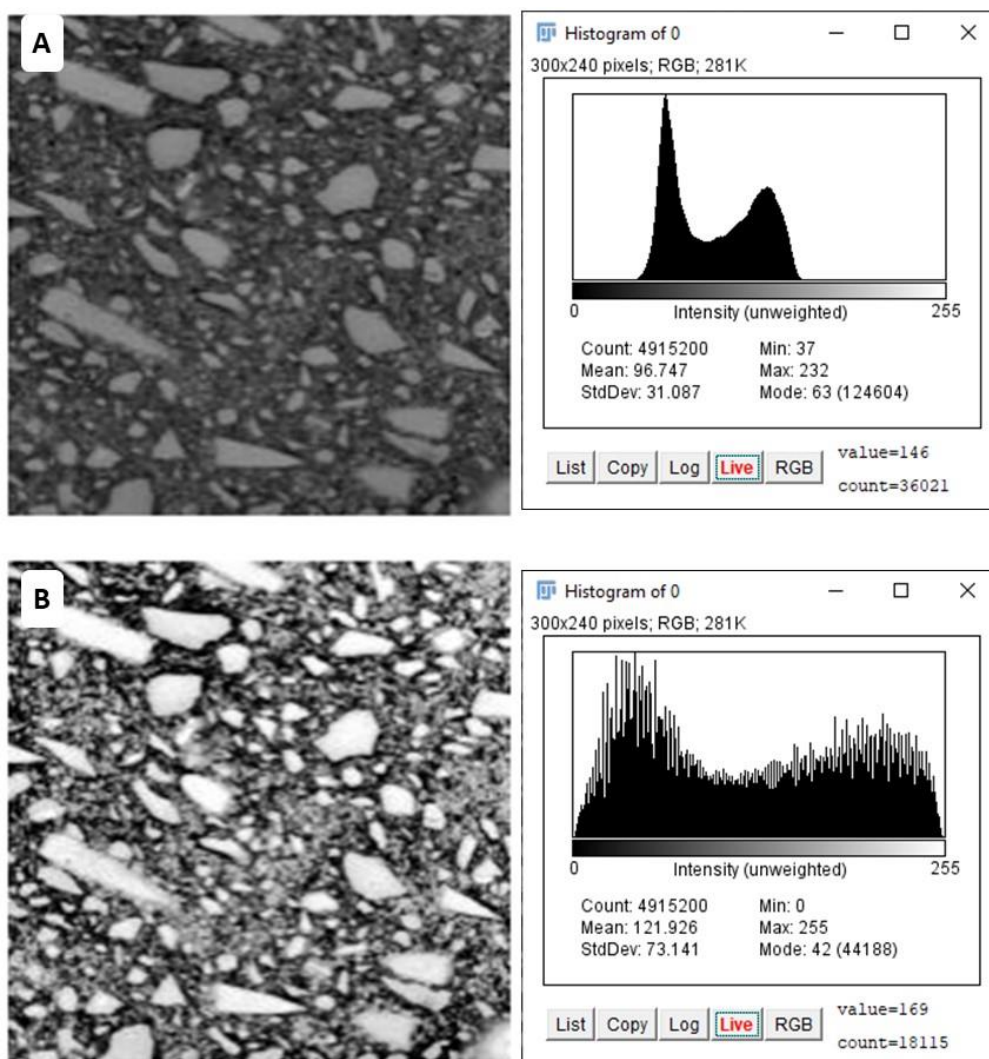
As operações pontuais sobre o histograma são um caso particular de mapeamento de imagem, pois a função, neste caso, é calculada a partir do próprio histograma da imagem de entrada e, às vezes, também de um histograma que se deseja obter para a imagem de saída. Existem basicamente duas operações deste tipo, a saber: (1) a equalização de histograma e (2) a especificação de histograma [2,3,15].

A equalização de histograma, também chamada linearização de histograma, modifica os tons de cinza dos pixels na imagem, visando tornar o histograma uniformemente distribuído, com a forma de uma linha horizontal, de modo que o número de pixels de qualquer tom de cinza seja o mesmo. A especificação de histograma altera a imagem, buscando dar ao seu histograma uma forma determinada, a partir de um histograma especificado, cuja forma é a que se deseja para o histograma da imagem de saída [2,3,5].

Por gerar imagens com histogramas uniformes ou com uma forma determinada, estas operações são utilizadas principalmente quando se deseja processar automaticamente várias imagens com a mesma rotina ou quando se quer comparar diversas imagens. A equalização de histograma é uma operação totalmente automática, não havendo a necessidade de se estipular um nível de brilho. Já a especificação de histograma é empregada quando a equalização de histograma e o ajuste para igualar o brilho não conseguem atingir um resultado satisfatório [3 - 5,15].

Na Figura 18, apresenta-se um exemplo de operação de equalização de histograma, denominada “*Enhance contrast*”, tal operação melhora o contraste da imagem usando o alongamento do histograma ou a equalização do histograma.

Figura 18 - Equalização do histograma: (A) imagem original com seu histograma; e (B) imagem com seu histograma equalizado.



Fonte: Adaptado de [2,15].

Ao observar a Figura 18, nota-se que esta operação de equalização de histograma não produziu uma imagem com histograma uniforme. De fato, isto é o que geralmente acontece. Devido à escala de tons de cinza nas imagens de 8 bits ser discreta, composta por valores inteiros no domínio $[0; 255]$, podem ocorrer arredondamentos no mapeamento, fazendo com que o histograma da imagem resultante não seja uniforme.

Todavia, o histograma da imagem resultante da equalização tende a apresentar melhor distribuição do que o histograma da imagem original, gerando assim um maior contraste e melhoramento do brilho, correções essas que facilitam a etapa subsequente de segmentação.

2.3.4 Segmentação

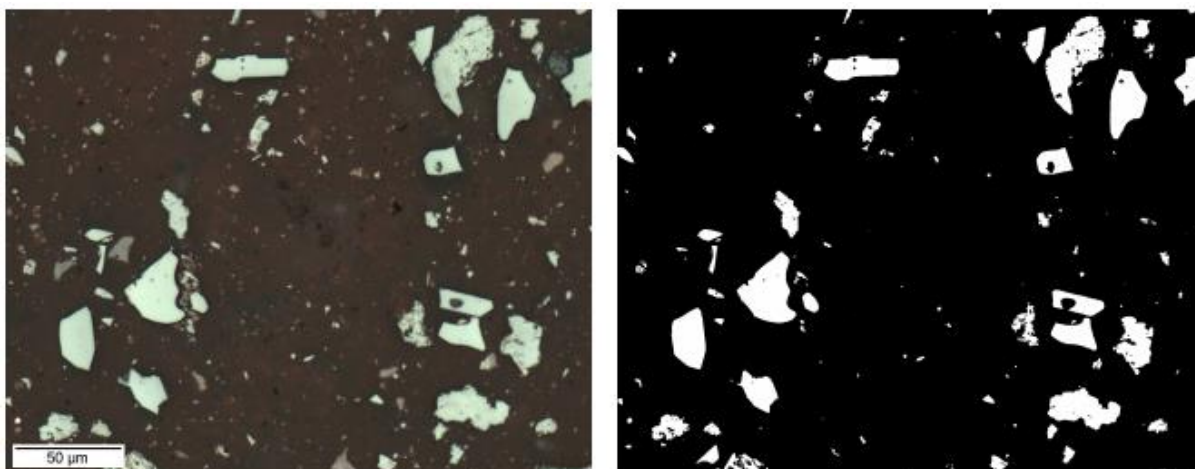
Segundo Van Der Heidjen (1994) [19] e Belaid e Mourou (2009) [30], a segmentação é uma das mais importantes etapas existentes no processamento de imagens e de Visão Artificial. Seu objetivo é separar as regiões que compõem uma imagem para que seja possível a extração de características desta imagem que são consideradas importantes.

Regiões espacialmente diferentes, em uma mesma imagem, podem possuir nível de cinza semelhante, o que as caracteriza como áreas com características em comum. Portanto, a segmentação consiste em atribuir um rótulo a cada pixel da imagem, identificando-o a qual região ele pertence [14,30 - 32].

Gomes (2001) [3] e Esquef (2002) [4] descrevem a segmentação como o processo de separar a imagem como um todo nas partes que a constituem e que se diferenciam entre si, reforçando que esta etapa é considerada a mais crítica de todo o PDI. É na etapa de segmentação que são definidas as regiões de interesse para processamento e análise posteriores. Como consequência deste fato, quaisquer erros ou distorções que tenham ocorrido nesta etapa influenciam diretamente a eficiência e eficácia das outras etapas, podendo produzir, ao final do processo, resultados não desejados.

No caso mais simples de diferenciar objetos de um fundo, a segmentação tem como produto uma imagem binária (geralmente resultante de um processo conhecido como Limiarização ou *Thresholding*), onde os pixels pretos representam o fundo e as regiões de pixels brancos contíguos são considerados objetos, ou vice-versa. A figura 19 mostra um exemplo de segmentação. Neste caso mostra-se uma imagem adquirida no microscópio óptico onde aparecem diversas partículas de *pellet feed* e, ao lado, apresenta-se a imagem binária resultante da segmentação da fase hematita [33].

Figura 19 – Imagem de partículas de pellet feed e sua segmentação (Binarização).



Fonte: [33].

2.3.4.1 Limiarização

A segmentação de imagens por Limiarização (neologismo associado a limiar – *Thresholding*, em inglês) determina um ou mais limiares entre os valores de níveis de cinza. Estes limiares devem ser escolhidos de forma a separar, da melhor maneira possível, os objetos de interesse em relação ao seu plano de fundo [32]. A Limiarização é uma das principais técnicas no processamento de imagens digitais para realizar o reconhecimento e interpretação de objetos em imagens. É uma técnica considerada de médio nível em que a imagem é separada em visões, separando os objetos e o fundo [1 - 3,14,32].

Matematicamente, a operação de Limiarização pode ser descrita como uma técnica de processamento de imagens na qual uma imagem de entrada $f(x, y)$ de N níveis de cinza produz à saída uma imagem $g(x, y)$, chamada de imagem limiarizada, cujo número de níveis de cinza é menor que N . Normalmente, $g(x, y)$ apresenta 2 níveis de cinza, sendo:

$$g(x, y) = \begin{cases} 1, & \text{para } f(x, y) > T \\ 0, & \text{para } f(x, y) \leq T \end{cases} \quad (13).$$

A forma mais simples de se realizar a limiarização é a binária por um limiar único (T). Nesta técnica, a segmentação é efetuada realizando-se uma varredura pixel a pixel na imagem, rotulando cada pixel como sendo pertencente ao objeto ou ao fundo,

dependendo se o nível de cinza for maior ou menor que T . Caso o pixel seja menor que T ele será substituído pelo valor 0 (preto), caso seja maior que T , será substituído pelo valor 255 (branco) [1,2,14].

Portanto os métodos de estabelecer limiares são definidos a partir da análise dos valores da função T do tipo:

$$T = T [x, y, p(x, y), f(x, y)] \quad (14).$$

Onde: $f(x, y)$ representa o valor da intensidade do elemento de imagem localizado nas coordenadas (x, y) . A função $p(x, y)$ representa as propriedades locais do ponto específico (como a intensidade média de uma região centralizada nas coordenadas (x, y)). O escalar T representa o limite de binarização [14].

Com base na equação 14, as técnicas de estabelecer limiares podem ser divididas principalmente em técnicas de limiares globais e locais.

2.3.4.1.1 Limiar global

No caso do escalar T depender apenas de $f(x, y)$ (em outras palavras, apenas dos valores de nível de cinza) e este valor de T se relaciona apenas ao caráter de pixels, essa técnica de limiar é chamada de técnica de limiar global. Existem várias técnicas de limiar global, como: limiar mínimo, método de *Otsu*, limiar ideal, análise côncava de histograma, limiar iterativo e limiar baseado em entropia [34].

2.3.4.1.2 Limiar local

Se o limite T depende de $f(x, y)$ e $p(x, y)$, esse limiar é chamado limiar local. Este método divide uma imagem original em várias sub-regiões e escolhe vários limites de T para cada sub-região razoavelmente. Após determinar o limiar local, os níveis descontínuos de cinza entre as sub-regiões (imagens locais) devem ser eliminados pela técnica de filtragem do nível de cinza. As principais técnicas locais de limiar são: limiar estatístico simples, limiar baseado em entropia 2D e limiar de transformação de histograma [34].

A técnica de limiar local difere do global, pois é capaz de realizar uma dupla função, ajudando a corrigir eventuais problemas do processo de aquisição de imagens

(iluminação insuficiente e falta de paralelismo entre amostra e lentes) e tornando a imagem binária [34,35].

O limite local é calculado em todos os pontos da imagem com o processamento de imagens. O valor do limite é baseado na intensidade do pixel e na sua vizinhança. Todas as expressões a serem usadas nos algoritmos apresentados abaixo estão descritas no Quadro 1.

Quadro 1 – Expressões utilizadas para obtenção dos limites locais.

Expressão	Definição
I	Imagem de tamanho $M \times N$
$I(x,y)$	Valor da intensidade
$B(x,y)$	Algoritmo de Binarização.
$T(x,y)$	Algoritmo de valor limite
$m_{nb}(x,y)$	Valor médio da vizinhança do pixel analisado
$m_{wxw}(x,y)$	Valor médio da janela de tamanho w
$\delta(x,y)$	Desvio Padrão
$\mu(x,y)$	Variância
$C(x,y)$	Contraste como uma diferença entre max e min
0	Objeto
1	Fundo

Ressalta-se aqui que neste trabalho foram utilizados somente métodos de limiares locais. Em especial destaca-se que serão detalhados neste trabalho o limiar de *Bernsen* e limiar de *Sauvola*.

a) Método *Bernsen*

J.Bernsen (1986) [36] propôs um método que usa a técnica local da faixa de cinza. Neste método, os valores de máximo e mínimo de cinza dos pixels na janela local é usado para determinar o valor limite sendo o algoritmo de binarização definido como:

$$B(x, y) = \begin{cases} 1, & \text{se } I(x, y) > T(x, y) \\ 0, & \text{Caso contrário} \end{cases} \quad (15).$$

O valor limite local $T(x, y)$ em (x, y) é calculado dentro de uma janela de tamanho $w \times w$ com:

$$T(x, y) = 0,5 (I_{\max(i,j)} + I_{\min(i,j)}) \quad (16).$$

Onde $I_{\max(i,j)}$ e $I_{\min(i,j)}$ são os valores máximo e mínimo de cinza na janela local, desde que haja contraste:

$$C(i, j) = (I_{\max(i,j)} - I_{\min(i,j)}) \geq 15 \quad (17).$$

Nesse método, o limite é definido pelo valor médio, que é a média dos valores máximo e mínimo de cinza em uma janela local de tamanho $w \times w$.

Na prática, um valor de $w = 50$ tem fornecido resultados empíricos utilizados pela comunidade de usuários em geral. No entanto, se o contraste $C(i, j)$ estiver abaixo de certo limite (15), diz-se que essa vizinhança consiste em apenas uma classe, primeiro plano ou plano de fundo, dependendo do valor de $T(x, y)$.

b) Método Sauvola

Segundo SINGH et al (2012) [37], o método de binarização (neologismo associado a binário) de *Sauvola* utiliza o algoritmo mostrado na equação 15 e o limite $T(x, y)$ é calculado usando a média $m(x, y)$ e o desvio padrão $\delta(x, y)$ dos pixels em uma janela de tamanho $w \times w$ como:

$$T(x, y) = m(x, y) \left[1 + k \left(\frac{\delta(x, y)}{R} - 1 \right) \right] \quad (18)$$

onde R é o valor máximo do desvio padrão e k é um número de tendência que obtém valores positivos no intervalo [0,2 a 0,5].

A média local $m(x, y)$ e o desvio padrão $\delta(x, y)$ adaptam o valor do limiar de acordo com o contraste na vizinhança local do pixel. Quando houver alto contraste em alguma região da imagem, $\delta(x, y) \sim R$, o que resulta em $T(x, y) \sim m(x, y)$. Este método é usado quando o contraste na vizinhança local é baixo. Nesse caso, o limiar $T(x, y)$ fica abaixo do valor médio, removendo com êxito as regiões relativamente escuras do fundo. O parâmetro k controla o valor do limite na janela local, de modo que, quanto maior o valor de k , menor o limite da média local [35,37].

Experimentos sugeridos por Sauvola e Pietikainen (2000) [35] e Badekas e Papamarkos (2005) [38] demonstram variações nos valores de k até o valor de $k = 0,34$ que fornece os melhores resultados. Em geral, o algoritmo não é muito sensível ao valor de k . A restrição estatística na Eq. 18 fornece resultados satisfatórios mesmo para imagens com contraste ruim. No entanto, para calcular o limite $T(x, y)$, a média local e o desvio padrão devem ser calculados para cada pixel.

2.3.5 Pós processamento

Muitas vezes o resultado da segmentação não é adequado, sendo necessária, para se corrigir as imagens binárias resultantes da segmentação, a aplicação de procedimentos de pós-processamento, como a separação de objetos que se tocam ou o agrupamento de objetos para formar objetos mais complexos. Tais procedimentos são geralmente implementados através de operações lógicas e operações morfológicas [3].

As operações lógicas são operações pontuais entre imagens binárias realizadas por operadores lógicos. Esses operadores varrem as imagens de entrada, pixel a pixel, gerando uma imagem de saída que pode preservar ou inverter cada pixel [7].

Operações Morfológicas extraem informações relativas à geometria e à topologia de um conjunto desconhecido (uma imagem), pela transformação através de outro conjunto completamente definido, chamado elemento estruturante. Trata-se das operações de dilatação, erosão, abertura, fechamento e preenchimento [2,5,11]

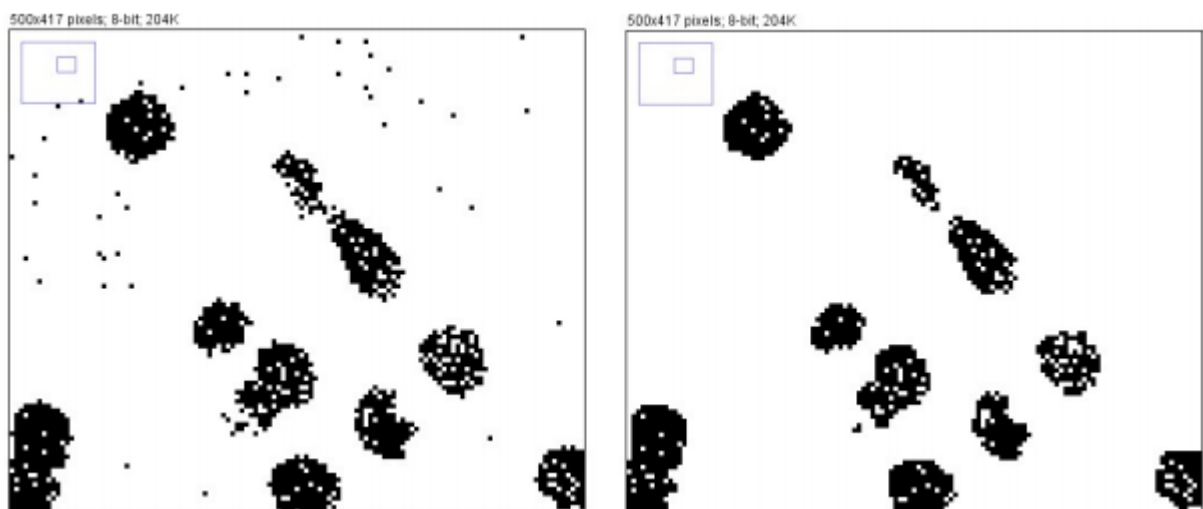
As funções dessas operações são explicadas abaixo:

- Erosão: Remove pixel na borda de objeto preto, reduzindo o tamanho geométrico dos objetos.

- Dilatação: Adiciona pixel na borda de objeto preto, aumentando o tamanho geométrico dos objetos.
- Abertura: Geralmente suaviza o contorno de uma imagem. Consiste de erosão seguida de dilatação.
- Fechamento: Geralmente suaviza o contorno dos objetos. Consiste de dilatação seguida de erosão.
- Preenchimento: preenche a área interna de objetos, desde que os contornos estejam fechados.

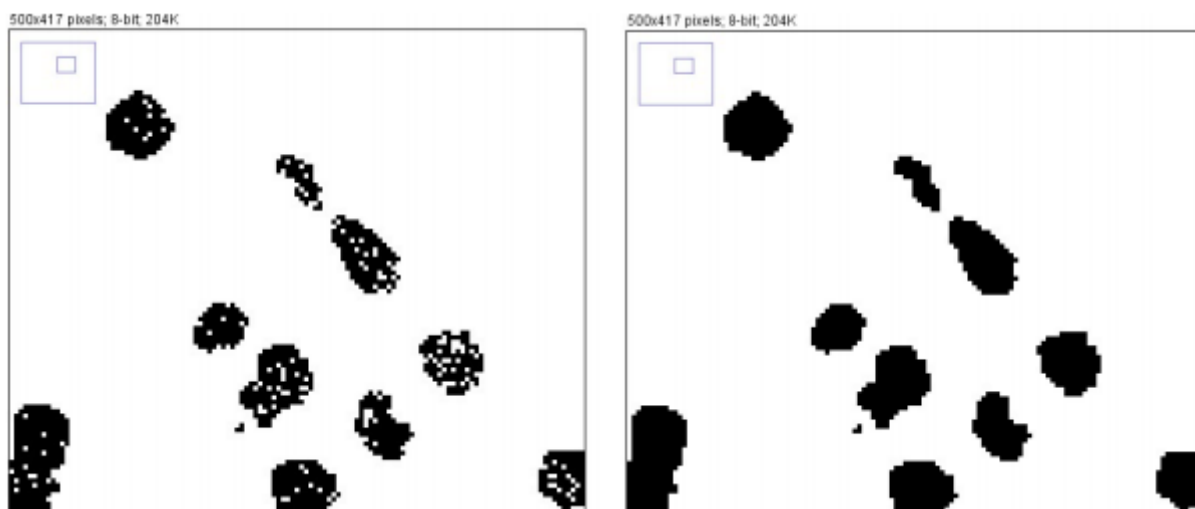
Como demonstrado em Garcia (2017) [11], nas figuras 20 – 23 são exemplificados os pós-processamentos citados acima utilizando uma imagem padrão do software FIJI (que será mencionado nas próximas seções).

Figura 20 - Imagem original do resultado da segmentação (à esquerda) e imagem pós-processada com erosão (à direita).



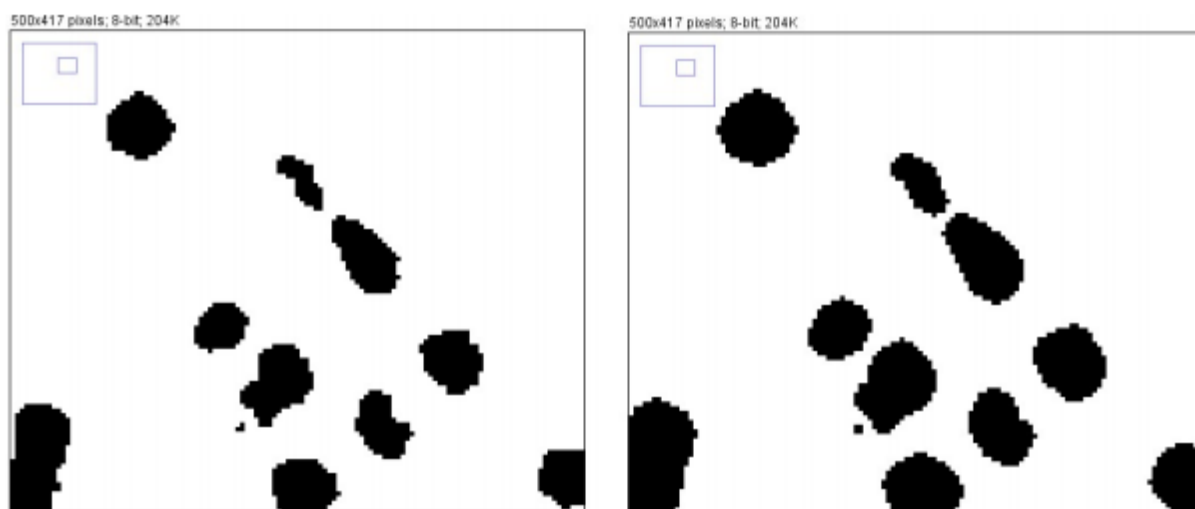
Fonte: Adaptado de [11].

Figura 21 - Imagem pós-processada com erosão (a esquerda) e imagem pós processada com fechamento (a direita).



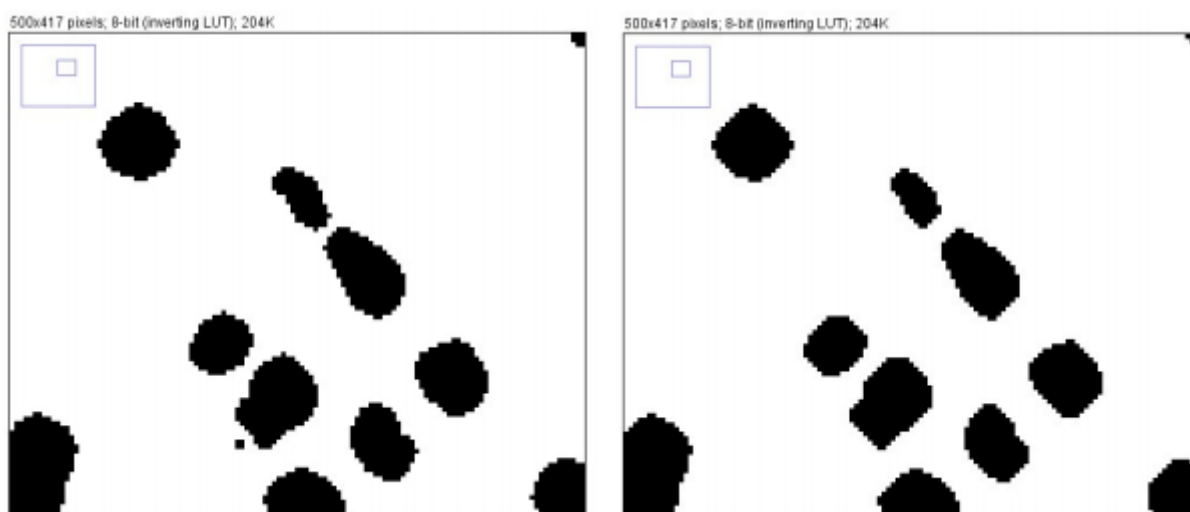
Fonte: Adaptado de [11].

Figura 22 - Imagem pós-processada com fechamento (a esquerda) e imagem pós-processada com dilatação (a direita).



Fonte: Adaptado de [11].

Figura 23 - Imagem pós-processada com dilatação (a esquerda) e imagem pós-processada com abertura (a direita).



Fonte: Adaptado de [11].

2.3.6 Extração de Atributos

Extração de Atributos é a etapa da sequência padrão onde se inicia a análise da imagem. Nela são realizadas medidas sobre a imagem segmentada e/ou sobre a imagem em tons de cinza, extraindo-se atributos característicos. Existem dois tipos de medidas: Medidas de campo e Medidas de região [3,5,14].

As medidas de campo são aquelas feitas na imagem, ou campo, como um todo, a fim de caracterizá-la integralmente. Podem ser feitas também em subcampos da imagem, caracterizando-os individualmente como imagens diferentes. As medidas de campo são geralmente divididas em medidas de: Contagem de objetos, área, interceptos e interseções, intensidade e textura [11].

2.3.6.1 Estereologia quantitativa (EQ)

A estereologia quantitativa (EQ) é definida como um conjunto de procedimentos geométricos e estatísticos que permitem obter informações sobre estruturas tridimensionais. A EQ trabalha a partir da análise de imagens planas (bidimensionais), como aquelas obtidas em cortes metalográficos preparados para a microscopia de luz eletrônica [39, 40].

Empregando-se regras simples de medições e contagens estereológicas, obtêm-se informações sobre número, volume, comprimento e área de superfície das estruturas

em imagens obtidas em microscópios. Estas medidas e contagens são feitas nos cortes, assumindo como base o perfil bidimensional dos componentes de interesse. Portanto ao se analisar os parâmetros das estruturas observáveis em cortes podem-se extrapolar informações sobre as estruturas no espaço tridimensional [32, 41].

Sales (2014) [42] e Guimarães (2016) [32] afirmam que as principais vantagens da EQ são: eficiência, simplicidade, validade e aplicabilidade ampla do método. Admitindo serem as propriedades dos materiais influenciadas por sua estrutura, que são tridimensionais e microscópicas e apresentam uma ampla complexidade em sua observação, as técnicas estereológicas se tornam de extrema importância, pois oferecem maneiras altamente eficientes de se estimar alguns parâmetros numéricos. Os mais comuns em estudos são: áreas, tamanhos, volumes, densidades e números de populações de um material sólido com seções planas [41, 42].

2.3.6.2 Estereologia quantitativa e PADI

Segundo Sales (2014) [42], as medições manuais necessitam de diversas validações, uma vez que estão sujeitas a erros humanos, causando com isso ampla demanda de trabalho e tempo. Estas medições podem ser realizadas de forma mais fácil e precisa por meio de programas computacionais.

Os programas de EQ fornecem suporte às pesquisas, pois tornam o processo dinâmico, automatizando medições e eliminando erros introduzidos pelo fator humano tais como: i) Espessura das linhas; ii) Imprecisão na aferição da circunferência; iii) Incerteza se o ponto está ou não dentro da fase de interesse; iv) Incerteza se a fronteira está ou não tangente a fase de interesse; v) Imprecisão na medição dos interceptos lineares e vi) Erros de arredondamentos [9,42].

2.3.6.3 Fração Volumétrica de fases

O procedimento estereológico mais simples é a medição da fração de volume que alguma estrutura ocupa em um sólido. Pode ser o volume de núcleos nas células, uma fase específica de um metal, porosidade em cerâmica, mineral em minério etc. Em suma, se um material é isotrópico e sua microestrutura for uniforme e aleatória, qualquer imagem representativa desse material fornece uma fração de área que representa a fração de volume que ocupa no sólido [14].

Destaca-se aqui que em qualquer imagem única o resultado obtido não é o real. Em algumas imagens a estrutura de interesse pode até não estar presente, enquanto em outras pode ocupar todo o campo de visão. Como padrão é necessário selecionar uma ampliação apropriada para: destacar de forma visível, mensurável, examinar vários campos de visão e calcular a média das medições. A média aproxima-se do valor real à medida que mais medidas são incluídas

2.3.6.4 Fração de Área

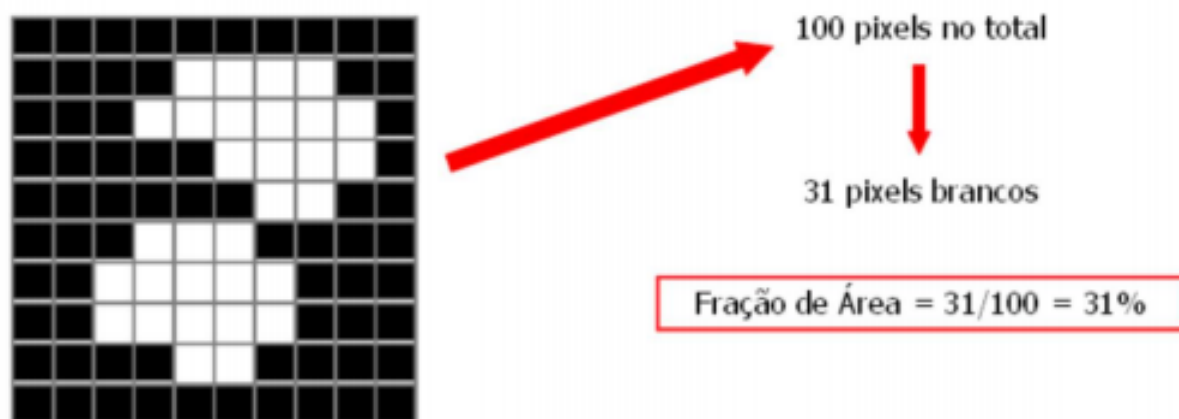
Um método de medição da fração da área de uma estrutura está associado ao uso do histograma da imagem. Se a fase tiver um valor exclusivo de escala de cinza ou cor, a área do pico correspondente no histograma fornecerá uma medida direta do número de pixels cobertos, portanto, a área total, independentemente de ocupar uma ou várias regiões grandes na imagem [3,7,21].

No entanto, como mostrado nas seções anteriores, é comum exigir algum processamento de imagem antes que o limiar possa delinear seletivamente uma estrutura e exigir edição adicional da imagem binária após o limiar. Essas etapas também podem afetar a medição da área; portanto, na maioria dos casos, a determinação da fração da área deve ser feita a partir da imagem binária final. Tudo o que é necessário é contar os pixels em preto e branco.

Portanto a área ocupada por objetos é uma tarefa fácil e rápida para ser executada por um computador, sendo que ela é associada a simples contagem dos pixels brancos na imagem binária. Da quantificação da área ocupada derivam-se outras medidas importantes, como a fração de área do campo ocupada por objetos e a área média dos objetos [3,7,21].

Com a imagem binária calcula-se uma fração de área através da razão entre o número de pixels brancos (ou pretos) e o número total de pixels. A figura 24 demonstra como é calculada a fração de área média de objetos, utilizando a razão entre a área com pixels brancos e o número total de pixels coletados no campo.

Figura 24 – Cálculo da Fração de Área de uma imagem binária.



Fonte: [21].

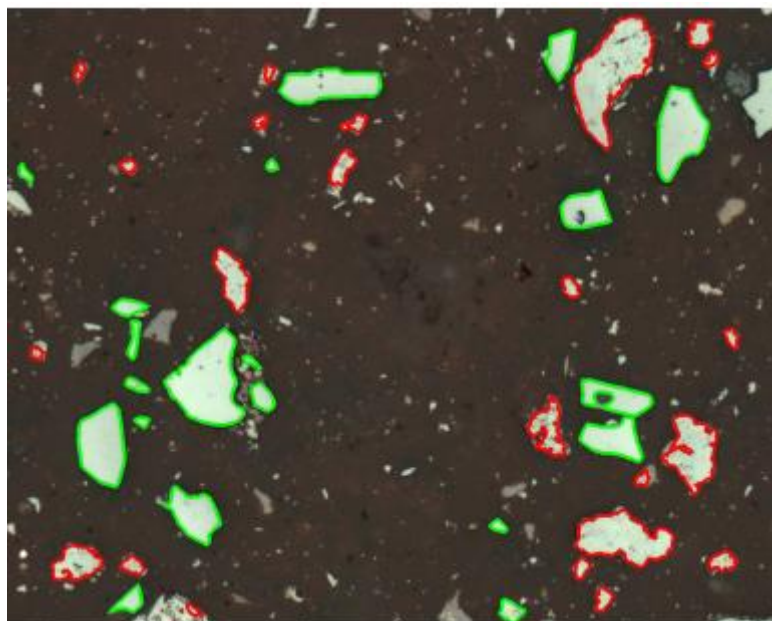
2.3.7 Reconhecimento de Padrões e Classificação

O Reconhecimento de Padrões é o campo da ciência que tem por objetivo a classificação de objetos em um determinado número de categorias ou classes a partir da observação de suas características. O Reconhecimento de Padrões visa construir uma representação mais simples de um conjunto de dados através de suas características mais relevantes, possibilitando sua partição em classes [33].

As técnicas de Reconhecimento de Padrões podem ser usadas para classificar os objetos (pixels, fases, regiões, etc.) presentes em uma imagem. Esta é a abordagem empregada no presente trabalho. Contudo, suas aplicações podem ser tão variadas quanto os objetos e dados em questão. A análise digital de imagens constitui-se em uma ferramenta utilizada para a extração de atributos (características) dos objetos, ou seja, para a obtenção de medidas. Em suma, o Reconhecimento de Padrões tem como objetivo realizar de forma automática a identificação e a classificação dos segmentos já destacados na imagem [33].

A figura 25 apresenta a imagem das partículas de hematita classificadas segundo sua forma. As marcadas em verde foram classificadas como hematita especular e as em vermelho como hematita porosa.

Figura 25 – Imagem de hematita após o reconhecimento e classificação.



Fonte: [33].

O fluxograma padrão (detalhado na Figura 12) é uma generalização do PADI. Portanto destaca-se o seu alto grau de adaptabilidade, uma vez que depende da complexidade da imagem a ser analisada. Qualquer etapa do fluxograma pode ser repetida ou retirada.

A partir da segmentação e do pós-processamento, a imagem estará pronta para ter valores quantitativos extraídos, entretanto uma análise feita pelo pesquisador pode fazer com que os processos sejam repetidos considerando até mesmo a etapa de aquisição, reciclando os procedimentos até aprimorá-los.

O trabalho desenvolvido avaliou imagens do aço AID UNS S32304 baseando-se nas etapas detalhadas do Processamento e Análise Digital de Imagens e utilizando o programa FIJI. As próximas seções descrevem o programa e as características básicas do aço AID UNS S32304.

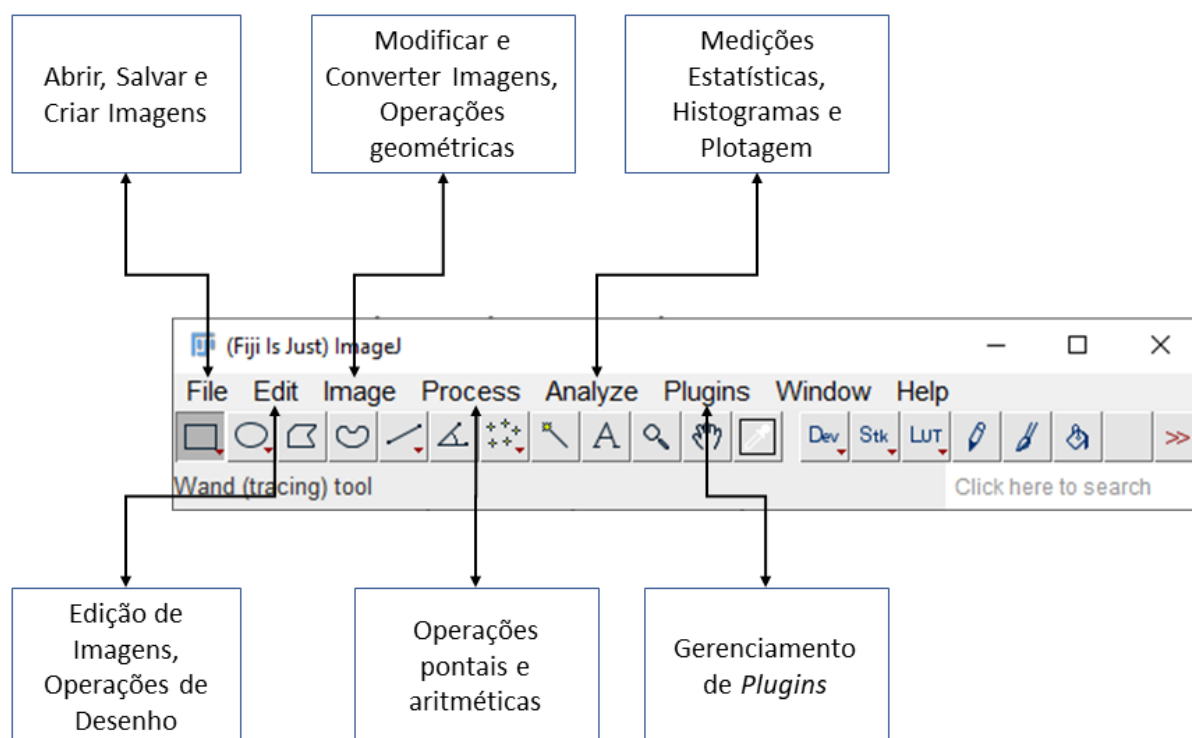
2.4 FIJI (IMAGEJ)

O software *ImageJ* foi desenvolvido por Wayne Rasband no Instituto Nacional de Saúde Mental em *Bethesda, Maryland*, nos EUA em 1997. O *ImageJ* é um programa de processamento e análise de imagem escrito em linguagem Java, o qual também possui domínio público, assim possui seu código aberto possibilitando que a

comunidade de usuários desenvolva *plugins* e macros de acordo com suas necessidades [11, 43 - 46].

O software Fiji (Figura 26), foi desenvolvido em 2007 por Johannes Schindelin, e manteve a interface do seu antecessor, adicionando nova arquitetura e ferramentas, removendo assim algumas limitações. Há versões disponíveis para Windows, Mac OS, Mac OS X e Linux.

Figura 26 - Janela principal do FIJI e suas principais funcionalidades.



Fonte: Adaptado de [21, 46].

Com ele pode-se exibir, editar, analisar, processar, salvar e imprimir imagens de 8-bit, 16-bit e 32-bit. Os formatos para leitura incluem JPEG, TIFF, GIF, BMP, DICOM, FITS e "raw". A leitura dos arquivos e processamento dos mesmos pode ser feita paralelamente a outras atividades, sendo a limitação apenas por memória RAM. As extrações de atributos são de acordo com critérios pré-estabelecidos pelo usuário. Os resultados podem ser salvos e exportados no formato XLS, assim podendo ser trabalhados no Microsoft Excel ou similares [21, 43 - 46].

Também apresenta possibilidade de criação de plugins e macros, além de extensa biblioteca destes disponíveis para download. Plugin é um programa usado para adicionar algum recurso a outro programa, geralmente usado sob demanda. Macro é

uma sequência de comandos possíveis de serem salvos, sendo que, quando solicitados, executam-se estes comandos na mesma sequência em que foram desenvolvidos, automatizando uma rotina [46].

Nos casos de análise de imagens através de programas, a precisão e acurácia relativa dos resultados dependem da representatividade das amostras e da preparação delas (técnica de ataque utilizada e polimento utilizado), visto que tais características influem na revelação dos grãos. O observador também deve se atentar à realização de etapas de pré-processamento (por exemplo: filtragens) para que sua intervenção não influencie tendenciosamente nas análises realizadas.

Apesar das facilidades em poder realçar características de interesse através de programas, como por exemplo completar contornos de grãos quando estes não estão completamente revelados, tais procedimentos devem ser utilizados com cautela. Como as diversas etapas que compõem o PADI não estarem sujeitas a subjetividade do operador, os resultados da análise automática apresentam desvios menores que aqueles realizados manualmente [47].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

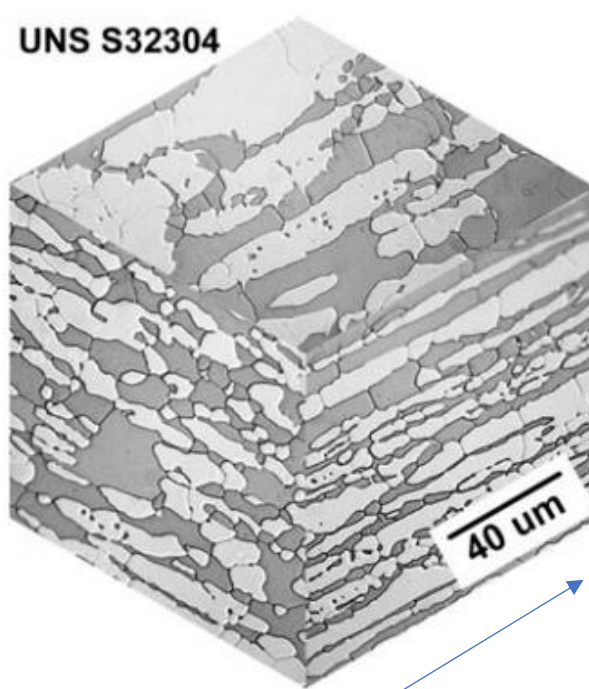
3.1 MATERIAL

3.1.1. Aço Inoxidável Duplex (AID)

Os aços inoxidáveis são designados como aços à base de ferro com teor de cromo de no mínimo 12%, o que garante a esse grupo de materiais uma elevada resistência à corrosão. Além disso, boas propriedades mecânicas a temperaturas elevadas e tenacidade tem tornado esses aços de grande interesse para engenharia [48]. Para fins de classificação e discussão, os aços inoxidáveis são agrupados em cinco categorias: martensíticos, ferríticos, austeníticos, duplex e endurecidos por precipitação.

No aço duplex existe uma estrutura mista de fases sendo uma ferrita (α) e outra austenita (γ). A maioria dos aços inoxidáveis duplex industriais apresenta uma microestrutura bifásica composta por ilhas de austenita em uma matriz ferrítica (Figura 27) em proporções aproximadamente iguais, sendo que comercialmente é aceito que o teor de ferrita varie de 30 a 70% [48 – 51].

Figura 27 - Microestruturas 3D, típica de um aço inoxidável duplex, na condição como recebido, obtida por microscopia óptica. A ferrita é a região atacada, mais escura, a austenita a região clara.



Fonte: Adaptado de [50]. Nota: A seta indica a direção de Laminação do material.

Os aços inoxidáveis podem ser referenciados através de várias normas internacionais ou utilizando-se de especificações internas de fabricantes. Uma das designações mais utilizadas é a UNS (*Unified Numbering System*), classificação da ASTM (*American Society for Testing and Materials*) e SAE (*Society Automotive Engineers*), onde o grupo dos aços é composto de uma letra, que identifica a classe, seguida de cinco algarismos. Como norma, os aços inoxidáveis são identificados pela letra “S”, e os aços inoxidáveis duplex comumente referidos em função de sua composição química, como por exemplo, 2304, (aproximadamente 23% de cromo e 4% de níquel), recebem a identificação de UNS S32304 [52].

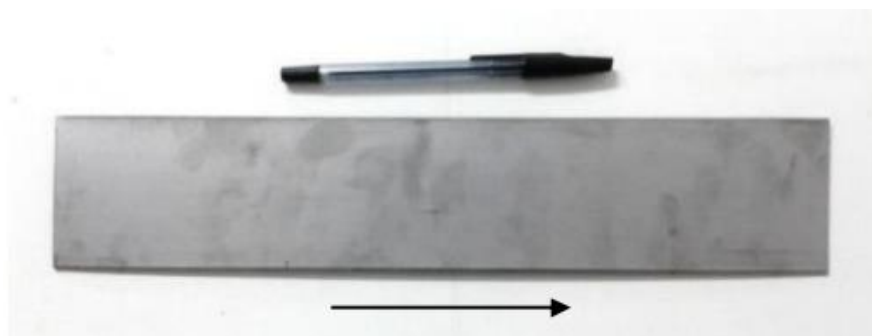
A microestrutura tem efeito dominante sobre o desempenho dos aços inoxidáveis e depende diretamente da composição química e tratamento térmico realizado [12,48]. A maioria das ligas duplex se solidifica em ferrita e sofre uma transformação parcial para austenita por resfriamento. As frações volumétricas das duas fases dependem do controle simultâneo da composição química e da temperatura de recozimento [48,49,53].

Portanto, a microestrutura final formada depende da composição química, do tratamento térmico e mecânico e das condições de resfriamento. Contudo, é difícil prever a microestrutura de uma liga duplex devido à presença de alguns elementos de liga, que podem influenciar no balanço final das fases ferrítica e austenítica, além de levarem à formação de segundas fases.

3.1.2 Material Analisado

O aço inoxidável duplex UNS S32304 foi recebido em forma de longas tiras oriundas de três lotes diferentes (Denominados de B1, B2 e B3), todos com espessura de 1,8 mm x 72,0 mm de largura x 400 mm de comprimento (Figura 28). As tiras foram produzidas pelo processo de laminação a quente seguido de tratamento térmico a 1050 °C e resfriamento ao ar. Vale ressaltar que os materiais usados neste trabalho são originados do lote B2.

Figura 28 – Tira de aço inox duplex UNS S32304 como recebido (CR).



Fonte: Autor.

Na tabela 1 encontra-se a composição química estipulada pelo fabricante, que foi comparada com a composição obtida através do ensaio de fluorescência de raios X (FRX). O espectrômetro utilizado foi o da marca Shimadzu, modelo EDX-720, pertencente ao laboratório de Engenharia Ambiental da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), onde foram utilizados padrão de calibração interno do equipamento para a quantificação das medidas realizadas.

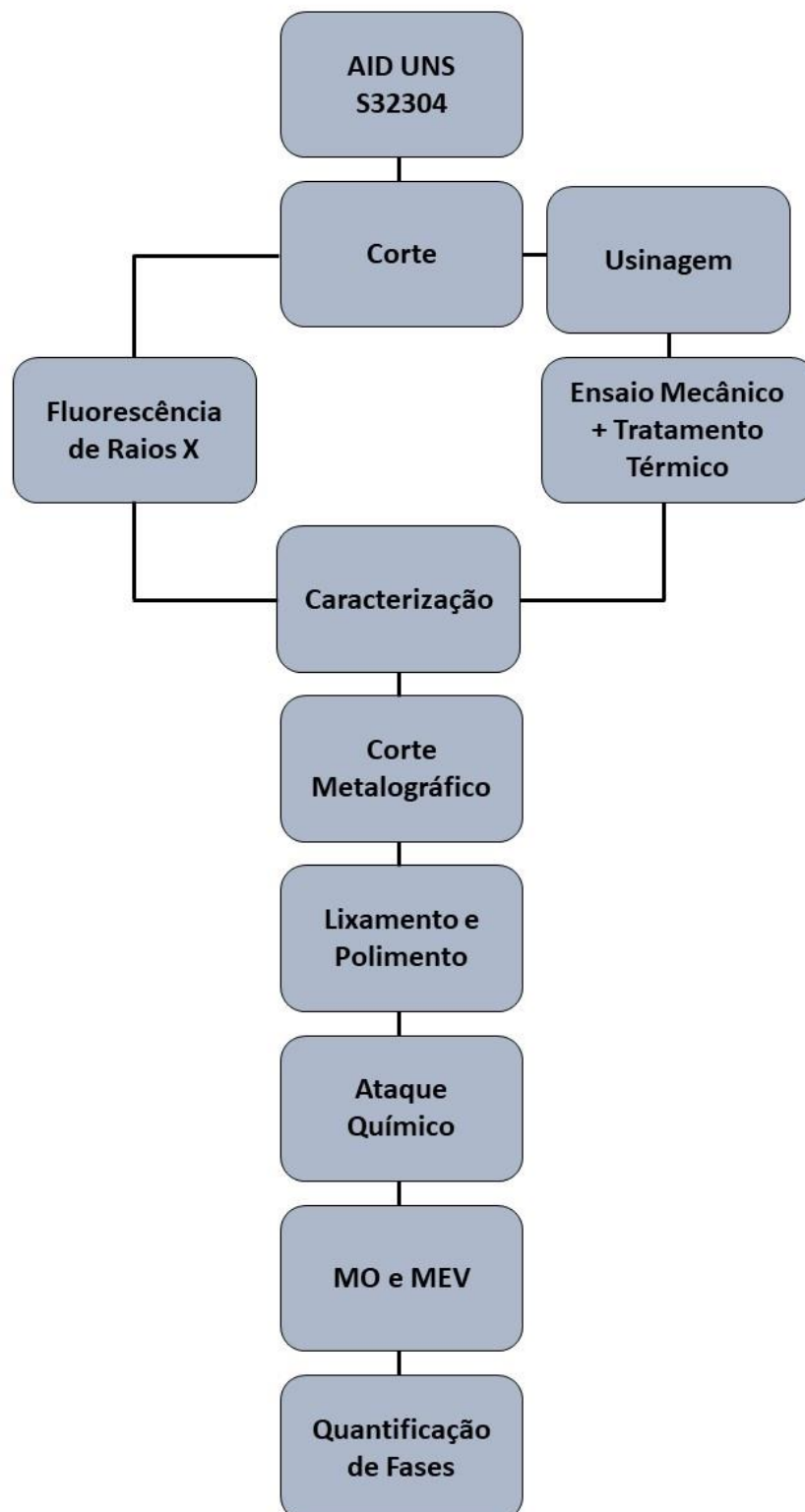
Tabela 1 – Composição química comparativa entre os valores fornecidos pelo fabricante e a técnica FRX da amostra B2.

Amostra	%Cr	%Ni	%Mn	%Cu	%Mo	%C
B2 (Fabricante)	22,200	3,520	1,400	0,417	0,255	0,016
B2 (FRX)	22,994	3,622	1,382	0,367	0,240	Não detectado

3.2 MÉTODOS

O fluxograma a seguir (Figura 29), exhibe a metodologia realizada na parte experimental deste trabalho de forma resumida.

Figura 29 – Etapas experimentais realizadas no trabalho.



Fonte: Autor.

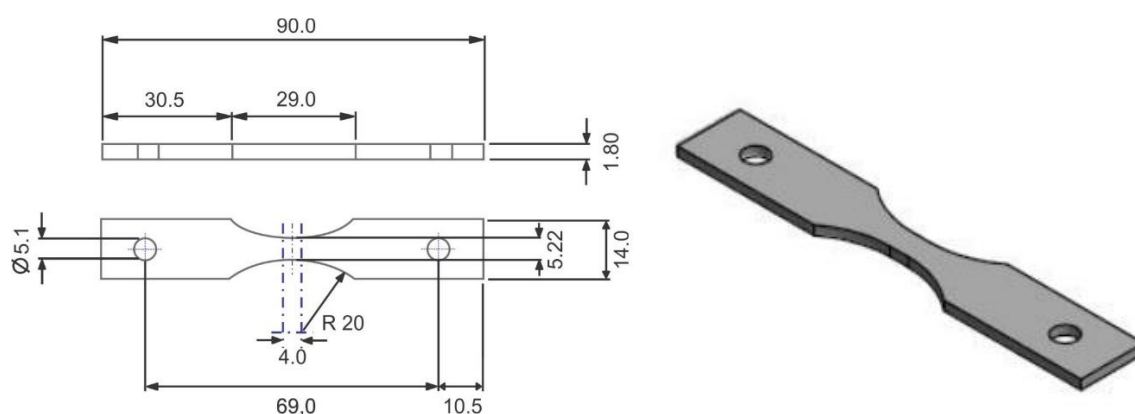
3.2.1 Corte das amostras

Inicialmente as tiras foram cortadas na dimensão de 90 x 18 mm para facilitar a usinagem dos corpos de prova para os ensaios mecânicos e de tratamento térmico. O restante do material não usinado passou pelo ensaio de fluorescência e, posteriormente, a caracterização microestrutural. Todos os cortes iniciais foram realizados em uma guilhotina Newton, modelo TM 5 no Laboratório de Tecnologia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da UFES.

3.2.2 Usinagem

A usinagem dos corpos de prova seguiu as dimensões do desenho técnico pelo LNNano (Figura 30), atendendo às especificações do simulador termomecânico Gleeble®. Os corpos de prova (CP's) foram desbastados lateralmente para atingir a dimensão de 90 x 14 mm em um centro de usinagem da marca Romi, modelo D600, os furos foram realizados em furadeira de coluna manual da marca Kone, modelo KM32, e o raio de 20 mm foi usinado em uma fresadora ferramenta da marca WMW. O corte, usinagem e furação dos CP's (Figura 31) foram realizados no Laboratório de Tecnologia Mecânica do DEM da UFES.

Figura 30 – Croqui dos corpos de prova.



Fonte: Autor.

Figura 31 – Amostra usinada e pronta para os ensaios termomecânicos.

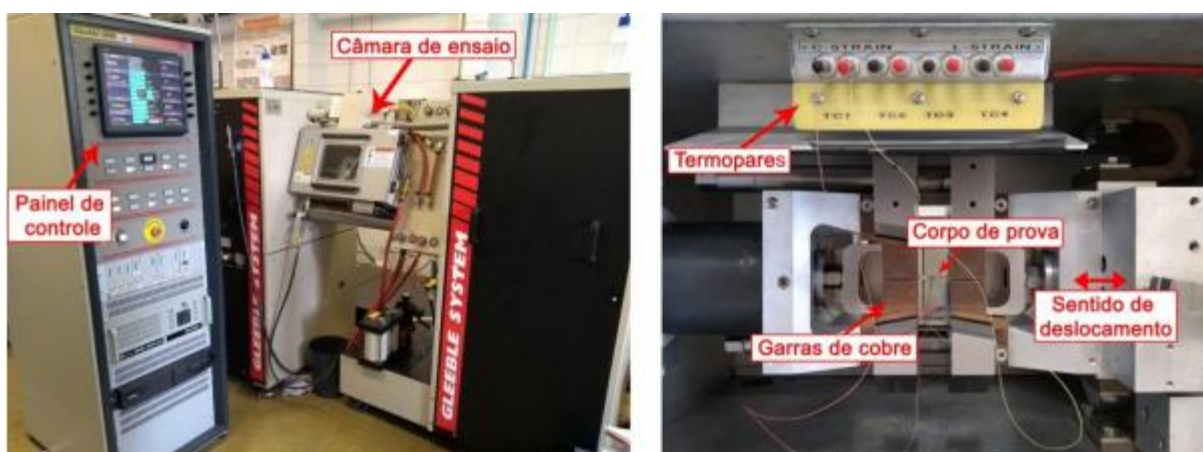


Fonte: Autor.

3.2.3 Ensaio Termomecânico

As simulações físicas são capazes de replicar condições reais em um laboratório, através da combinação de ciclos mecânicos e térmicos, permitindo simular condições de processamento de materiais. Os ensaios de tração foram realizados em um simulador termomecânico Gleeble® modelo 3800 (Figura 32), instalado no LNNano - CNPEM.

Figura 32 - Simulador termomecânico Gleeble® 3800 localizado no LNNano.

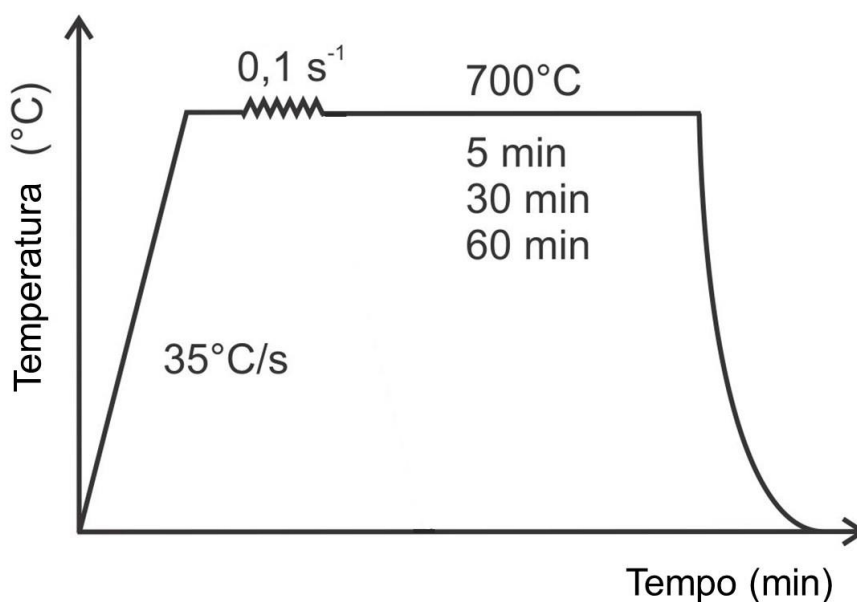


Fonte: Adaptado de [45].

Os ensaios ocorreram de forma interrompida, seguindo 9 condições diferentes como mostrado na Tabela 2, com variação em três parâmetros: Deformação, taxa de deformação e tempo de permanência. O tratamento térmico (figura 33) ocorreu de forma simultânea ao ensaio mecânico, os materiais eram aquecidos até a temperatura

de 700°C, permaneciam nessa temperatura por 2 minutos e posteriormente era realizado a deformação nas diferentes condições, depois permaneciam na temperatura até o final de cada tempo de ensaio.

Figura 33 – Diagrama dos ensaios termomecânicos realizados.



Fonte: Autor.

Tabela 2 – Condições de tratamento termomecânico e identificação de amostras.

Grupo	Condição Experimental	Taxa de Deformação (s ⁻¹)	Deformação	Tempo de permanência a 700°C (min)	Identificação
P8	Tração interrompida. Amostras tratadas termicamente.	0,1	0,03	5	T01003-5
		0,1	0,04	5	T01004-5
		0,1	0,06	5	T01006-5
		0,1	0,03	30	T01003-30
		0,1	0,04	30	T01004-30
		0,1	0,06	30	T01006-30
		0,1	0,03	60	T01003-60
		0,1	0,04	60	T01004-60
		0,1	0,06	60	T01006-60

Foi acoplado um termopar no centro de cada amostra a fim de verificar a real mudança de temperatura (Essa região foi preservada e analisada posteriormente).

3.2.4 Caracterização Microestrutural

Para a etapa de caracterização microestrutural os materiais foram analisados em dois grupos, o primeiro deles consiste das amostras que passaram pelo processo de usinagem a fim de serem realizados processos termomecânicos (Amostras da tabela 2), a esse foi denominado: amostras usinadas. Além das amostras usinadas, o segundo grupo consiste em uma amostra do material como recebido (CR), que não passou por nenhuma etapa de usinagem e nem tratamento termomecânico: amostra não usinada.

Sendo assim, as amostras encaminhadas para caracterização microestrutural foram preparadas no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) do DEM, UFES.

O quadro 2 abaixo, apresenta um resumo dos procedimentos realizados na caracterização.

Quadro 2 – Procedimentos experimentais realizados.

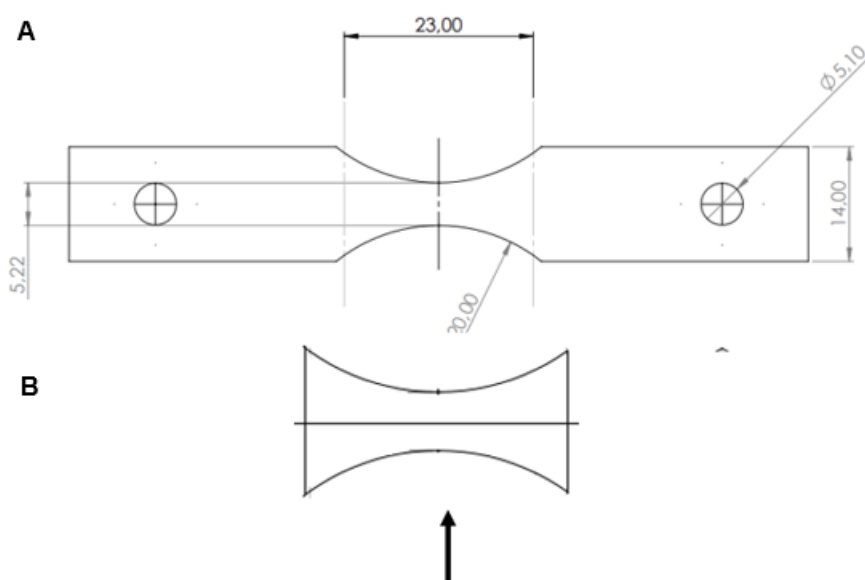
Procedimentos	Amostra como recebida (B2)	Amostras Ensaaiadas e Tratadas termicamente (P8)
Corte Metalográfico (Labotom)	X	X
Corte Metalográfico (Minitom)	-	X
Embutimento	X	X
Lixamento (Manual)	X	X
Polimento Manual	X	-
Polimento Automático	-	X
Ataque Químico	X	X
Ataque Eletrolítico	-	X

3.2.5 Corte Metalográfico

Amostras não usinadas: Cortadas no sentido longitudinal, em cortadeira metalográfica Labotom-3 da marca Struers.

Amostras usinadas: Após os ensaios, as amostras foram cortadas conforme a figura 34 (A), e após essa etapa, foi necessário um terceiro corte na direção transversal ao sentido de laminação (Figura 34 B), utilizando a cortadeira de precisão *Minitom* da marca Struers, a região analisada está indicada com a seta.

Figura 34 - Seções de corte das amostras.



Fonte: Autor.

Em seguida, todas as amostras passaram pelo procedimento de embutimento à quente, em baquelite (Polímero termofixo) condutora, na embutidora metalográfica Arotec, modelo PRE 30Mi, para deixar as superfícies da amostra planas e paralelas, evitar abaulamento e facilitar o manejo durante o lixamento e as análises seguintes (Figura 35).

Figura 35 - Seção da amostra analisada e embutida.



Fonte: Autor.

3.2.6 Lixamento

Amostras não usinadas: o procedimento de preparação das amostras iniciou-se com a etapa de lixamento manual com lixas (Carbeto de Sílico), de granulometrias de 180, 220, 320, 500, 800 e 1200 *mesh*, manuseando a politriz semiautomática Panambra, modelo DP-3.

Amostras usinadas: repetiu-se as mesmas etapas de lixamento, entretanto foi empregado um procedimento específico no polimento dessas amostras.

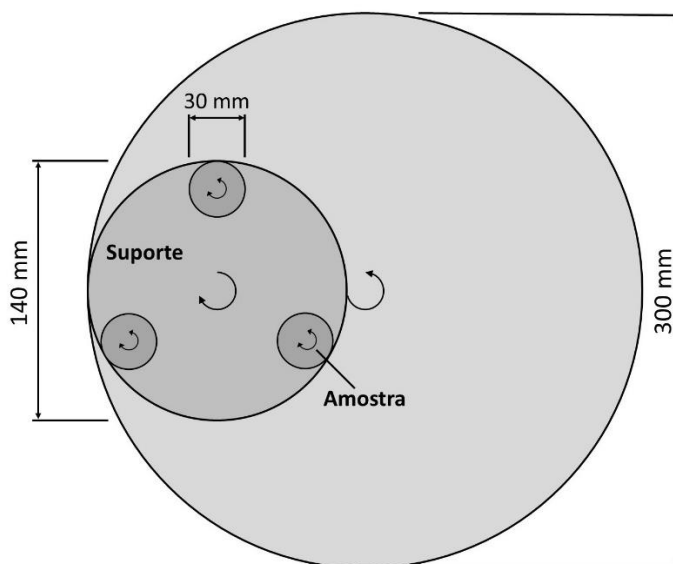
3.2.7 Polimento

Amostras não usinadas: O polimento foi realizado com alumina de granulometria 1 μ m, manuseando a Politriz semiautomática Panambra, modelo DP-10.

Amostras usinadas: Para essas amostras tomou-se um cuidado especial, pois elas seriam analisadas no MEV e posteriormente em MO, e sua preparação deveria ficar o mais isenta de riscos possível. Com isso, o polimento das amostras foi realizado em dois estágios:

MEV: Preparadas em uma politriz automática Struers TegraPol-25, equipada com um cabeçote TegraForce-5 (controle de força e rotação das amostras) e um dosador automático de abrasivo TegraDoser-5. A configuração geométrica/cinemática do processo de polimento é mostrada na Figura 36.

Figura 36 - Esquema da configuração geométrica e cinemática do aparato de polimento (vista superior). Rotação é imposta ao disco e ao suporte independentemente. A posição do eixo central do suporte em relação ao disco é fixa. As amostras giram solidárias ao suporte e podem girar livremente em torno de seus respectivos eixos.



Fonte: Autor.

O processo de polimento foi realizado então em 3 etapas, usando 3 amostras de cada vez. A força normal configurada no cabeçote foi de 50 N em todo o procedimento, modificando apenas os fluídos abrasivos e tipos de panos. Etapa 1, suspensão à base d'água de partículas de diamante monocristalino e lubrificante Struers DiaDuo-2 de granulometria 6 μm . Etapa 2, mesma suspensão, mas granulometria 3 μm e etapa 3, com granulometria de 1 μm . Para os panos foram usados a sequência Struers MD-Largo, MD-Mol e MD Nap.

A configuração geométrica/cinemática foi a mesma em todos os casos, com velocidades de rotação do disco e do suporte de 200 rpm e 150 rpm, respectivamente, e com o sentido de rotação contrário. Cada uma das etapas de polimento foi realizada durante um tempo de 9 min, exceto a etapa 3, com 6 min de duração.

MO: O polimento foi realizado de forma manual, com alumina de granulometria 1 μm e depois 0,03 μm , manuseando a Politriz semiautomática Panambra, modelo DP-3.

3.2.8 Ataque químico

As amostras não usinadas foram analisadas apenas por microscopia óptica, para isso foi realizado apenas um tipo de ataque. As amostras usinadas passaram por microscopia eletrônica e óptica, com isso foi realizado dois tipos de ataque. Uma série de tentativas foi realizada até encontrar os parâmetros ideais de ataque, a tabela 3 detalha o tempo e tipo de ataque realizado para cada amostra.

Tabela 3 – Tempo e tipos de ataque químico realizados em cada amostra.

Identificação	Tempo de ataque químico (min)	Tempo de ataque eletrolítico (s)
B2	10	Não Realizado
T01003-5	8	15
T01004-5	8	15
T01006-5	8	15
T01003-30	8	12
T01004-30	8	12
T01006-30	8	12
T01003-60	5	18
T01004-60	5	18
T01006-60	5	18

Fonte: Autor.

Amostras não usinadas: O ataque químico foi realizado por imersão, usando o reagente *Behara* modificado (HCl + H₂O + metabissulfito de potássio), com a finalidade de analisar os percentuais de fase de sua microestrutura.

Amostras usinadas: Primeiramente foi realizado o ataque eletrolítico (Figura 37) para a visualização e quantificação de nitretos de cromo usando o reagente Hidróxido de potássio 10% (100 mL de H₂O + 10 g de hidróxido de potássio), usando uma tensão de 3,0 V por 15s.

Posteriormente, as amostras foram lixadas e polidas novamente, e foi realizado o ataque químico por imersão, usando o reagente *Behara* modificado (HCl + H₂O +

metabissulfito de potássio), com o intuito de quantificar as fases presentes na microestrutura.

Figura 37 - Aparato para ataque eletrolítico.



Fonte: Autor.

3.2.9 Microscopia Óptica e Microscopia eletrônica de Varredura (MO e MEV)

Para obter imagens de caracterização metalográfica foi utilizado microscópio óptico digital (MO) Nikon Eclipse MA200, pertencente ao TRICORRMAT e microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss Evo 40, com detector EDS Oxford X-ManN, pertencente ao Instituto Federal do Espírito Santo (IFES).

No caso do MO detalha-se que as imagens foram feitas utilizando luz branca em campo claro e, ampliação 500x. Para a quantificação de fase, as imagens foram exportadas em formato TIFF (2560 x 1920 pixels). Foram obtidas 10 imagens para cada amostra varrendo toda a superfície vertical de 1,8 mm de espessura na região central (onde foi acoplado o termopar).

No caso do MEV detalha-se que a obtenção das imagens ocorreu utilizando a técnica de elétrons retroespalhados (BSE). O microscópio operou à 30kV e com magnificação de 5000x. O objetivo era quantificar os nitretos presentes, para isso foram obtidas 12 imagens percorrendo a superfície da amostra, tomou-se o cuidado para que não houvesse superposição de região (ou área registrada).

3.2.10 Quantificação de Nitretos e Fases

Uma forma simples para quantificar fases pode ser desenvolvida por meio do processamento digital de imagens. A área da Metalografia Quantitativa aplicada às Ciências dos Materiais utiliza essa técnica para caracterização de frações de fases, tamanho de grãos, determinação de distribuição de inclusões, entre outros parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais [31].

A utilização de programas computacionais minimiza erros relacionados à determinação manual por técnicas de Metalografia Quantitativa e diminui o tempo de análise. Utilizando o programa FIJI para desenvolver um processamento digital das imagens obtidas pelos microscópios, podem-se calcular estatísticas de área e pixel de seleções definidas, com o propósito de quantificar as fases das amostras e dos nitretos [54].

Para a análise das microfotografias obtidas por MEV foram executados processamentos (detalhados no apêndice A) com a finalidade de quantificar as 12 imagens obtidas em cada condição de ensaio utilizando a ferramenta de segmentação *Auto Local Threshold*, método de limiar de *Sauvola*.

Esse método separou as regiões das imagens baseando-se nos níveis de cinza (Imagem 8 *bits*), convertendo os pixels em preto e branco considerando a média e o desvio padrão das diferentes regiões e diferentes níveis de cinza da imagem. A fração de pixels pretos remanescentes foi considerada a fração de nitretos, que foram quantificados através do processamento *measure* no próprio programa.

As microfotografias obtidas por MO passaram por processamentos (Detalhados no apêndice B) com a finalidade de segmentar as 10 imagens de cada condição tratada termomecânicamente e da amostra como recebida (CR), todas utilizando a ferramenta de segmentação *Auto Local Threshold*, método de limiar de *Bernsen*. Os pixels foram convertidos em preto e branco considerando somente a média das diferentes regiões e diferentes níveis de cinza da imagem.

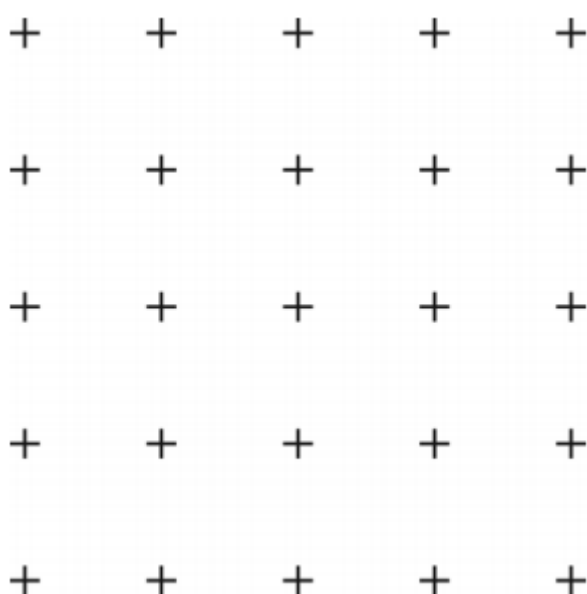
Definiram-se, visualmente, que as regiões claras seriam contabilizadas como fração de grãos austeníticos e as regiões pretas, grãos ferríticos. A fração de pixels pretos foi quantificada, novamente, através do processamento *measure*.

Vale salientar que os processamentos realizados e detalhados nos apêndices A e B foram testados previamente e de forma semiautomática, a fim de, encontrar a melhor sequência de PADI possível. Após a definição do PADI foi criada uma *macro* que permitiu toda a automatização do processo de quantificação.

3.2.10.1 Quantificação de fases – Norma ASTM E562

Outra forma para verificar a proporção de fases das amostras é a utilização do método de pontos que está de acordo com a norma ASTM E562. Para essa técnica foram utilizadas as mesmas 10 imagens de cada condição e, de acordo com a norma, a grade escolhida foi de 100 pontos de forma quadrada (Figura 38) sobreposta nas imagens.

Figura 38 - Grade quadrada para quantificação de fases.



Fonte: Adaptado de [55].

3.2.11 Comparação de métodos

3.2.11.1 Quantificação convencional (Norma ASTM E562-2019)

Os valores encontrados pelo método automático proposto (automático) foram comparados com os resultados obtidos com o método manual de contagem de fases da Norma ASTM E562 para todas as 10 amostras de cada condição.

A fase escolhida para contagem foi a austenita, sendo assim, as medidas foram realizadas sobrepondo uma malha com 100 pontos igualmente espaçados sobre as 100 imagens. Contando visualmente o número de pontos que incidiram sobre o constituinte de interesse, ou seja, a austenita, cada ponto que caiu na borda da fase de interesse foi contado como 0,5 e dentro da fase como 1,0. Uma vez contados os pontos, seu valor é dividido pelo total de pontos, tendo assim a fração volumétrica da fase selecionada.

3.2.11.1.1 *Análise de Variância (ANOVA)*

A análise de variância (ANOVA) é uma técnica estatística utilizada para comparar a distribuição de grupos de amostras independentes e, verificar se pelo menos uma média se difere das demais. Essa técnica analisa a variância que existe entre os grupos amostrais e a variância dentro de cada grupo.

Para se afirmar com confiança estatística que, pelo menos uma média é diferente precisa-se realizar o teste de hipótese que leva em consideração o nível de significância (α), os graus de liberdade de cada grupo e o grau de liberdade de todo conjunto de amostras. São estabelecidas duas hipóteses, a hipótese nula (H_0) que indica que as médias são iguais e a hipótese alternativa (H_1) indicando que pelo menos uma média é diferente.

A partir o nível de significância (α) e dos graus de liberdade (de todo conjunto e de cada grupo de amostras), consultar-se-á a Tabela que contém os dados da distribuição F e assim obter-se o $F_{\text{crítico}}$. Também, será necessário obter o F_{obs} , que é calculado por equações do método ANOVA. Ao obter esses resultados, o próximo passo é verificar se o F_{obs} é maior ou menor que o $F_{\text{crítico}}$. Se $F_{\text{obs}} > F_{\text{crítico}}$ então será aceita a hipótese H_1 (pelo menos uma média é diferente), caso $F_{\text{obs}} < F_{\text{crítico}}$ então será aceita a hipótese H_0 (as médias são iguais).

Os valores calculados para as quantificações foram organizados de forma tabular e a análise de variância (ANOVA) foi realizada (Apêndice C), a fim de determinar se estatisticamente existem diferenças entre as quantificações automática e manual para um nível de significância (α) igual a 0,05. Os cálculos foram realizados no software Microsoft Excel® com o suplemento de ferramentas de análise.

3.2.11.2 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

A técnica de EBSD tem sido utilizada para estudar as microestruturas dos aços. Com essa técnica é possível realizar medidas de tamanho de grão/ sub grãos, análises de textura, características de contorno de grão, orientação de grão e identificação de fases. Essas medidas são baseadas em mapas de orientação cristalográfica, diferenças na estrutura cristalográfica ou nas imperfeições da célula. Com isso, além da análise automática e manual de percentual de fases (α/γ) foram realizados ensaios de Difração de elétrons Retroespalhados (EBSD) para as amostras CR, T01003-30, T01004-30 e T01006-30.

No caso deste trabalho a técnica de EBSD utilizou a orientação dos grãos e baseado em parâmetros especificados previamente quantificou as fases presentes no material. Os valores obtidos foram tabelados e depois comparados com os valores médios encontrados pelo método de segmentação automática proposta.

3.2.11.3 Difração de Raios X (DRX)

Através da análise de difratogramas obtidos da técnica de DRX, e utilizando o refinamento de *Rietveld* de trabalhos anteriores, pode-se comparar o valor encontrado da fração volumétrica das fases do material como recebido (CR) com os resultados encontrados na técnica de processamento automático proposto.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

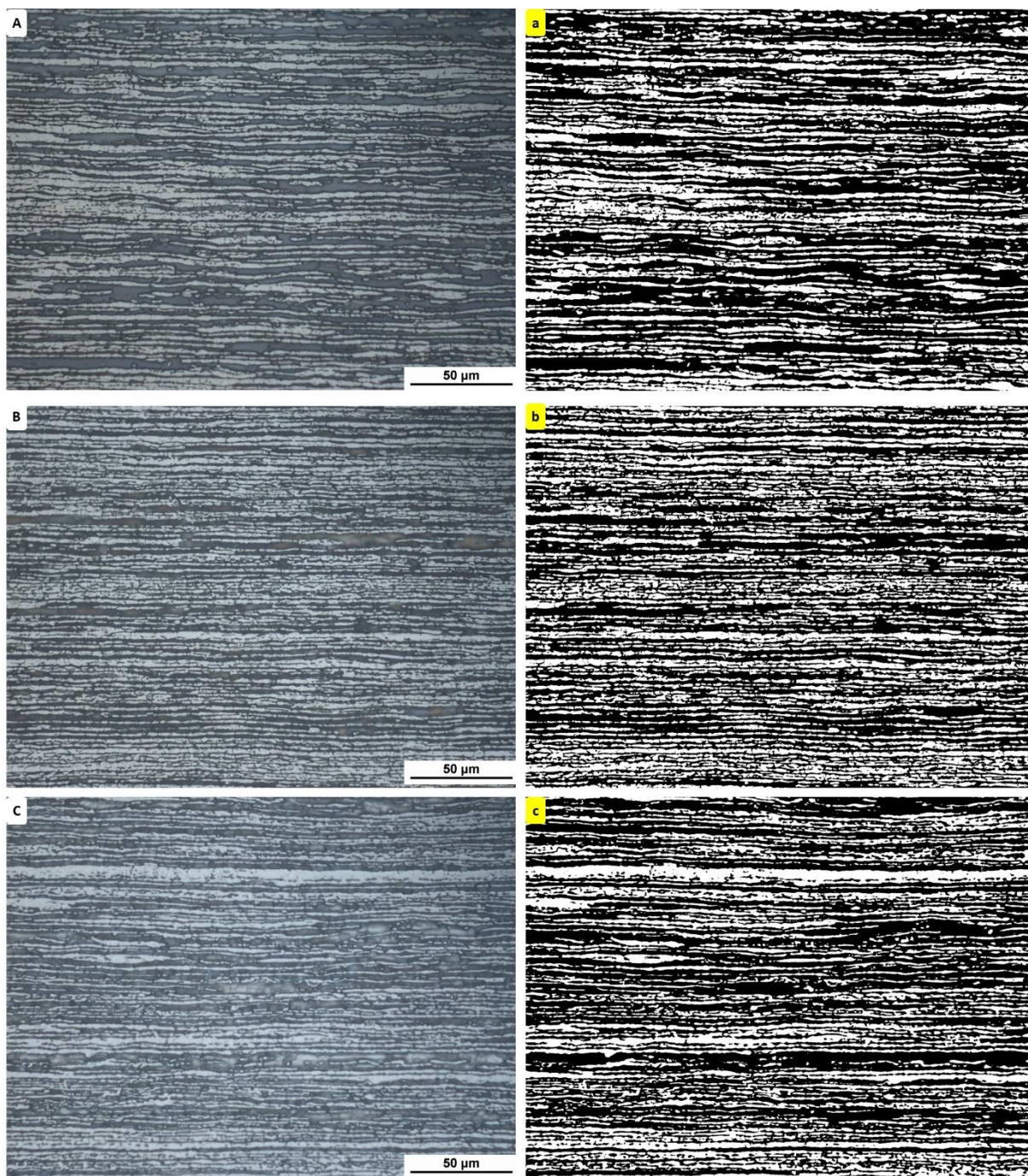
4.1 SEGMENTAÇÃO DE FASES

A qualidade das micrografias apresentadas (figuras 39 - 42) é resultado do processo criterioso da preparação metalográfica executada neste trabalho. A identificação e quantificação com maior exatidão das fases, dos constituintes, de suas eventuais inclusões e das segundas fases (entre elas os nitretos de cromo Cr_2N), provenientes de tratamentos termomecânicos, por meio de microscopias ópticas e eletrônica de varredura são viáveis quando as etapas de preparação são bem executadas. Ademais, a escolha adequada de um ataque químico deve revelar uma micrografia que apresente um contraste e nível de brilho adequado para aprimoramento posterior em um processo de PADI.

A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex é bem definida, apresentando grãos alongados na direção de laminação alternando-se entre ferrita e austenita, como mostrado nas figuras 39 (A-C), 40 (A-C), 41 (A-C) e 42 (A). Os grãos mais escuros correspondem à matriz ferrítica e os mais claros à fase austenítica. Não foi possível observar a presença de fases deletérias nas imagens de MO.

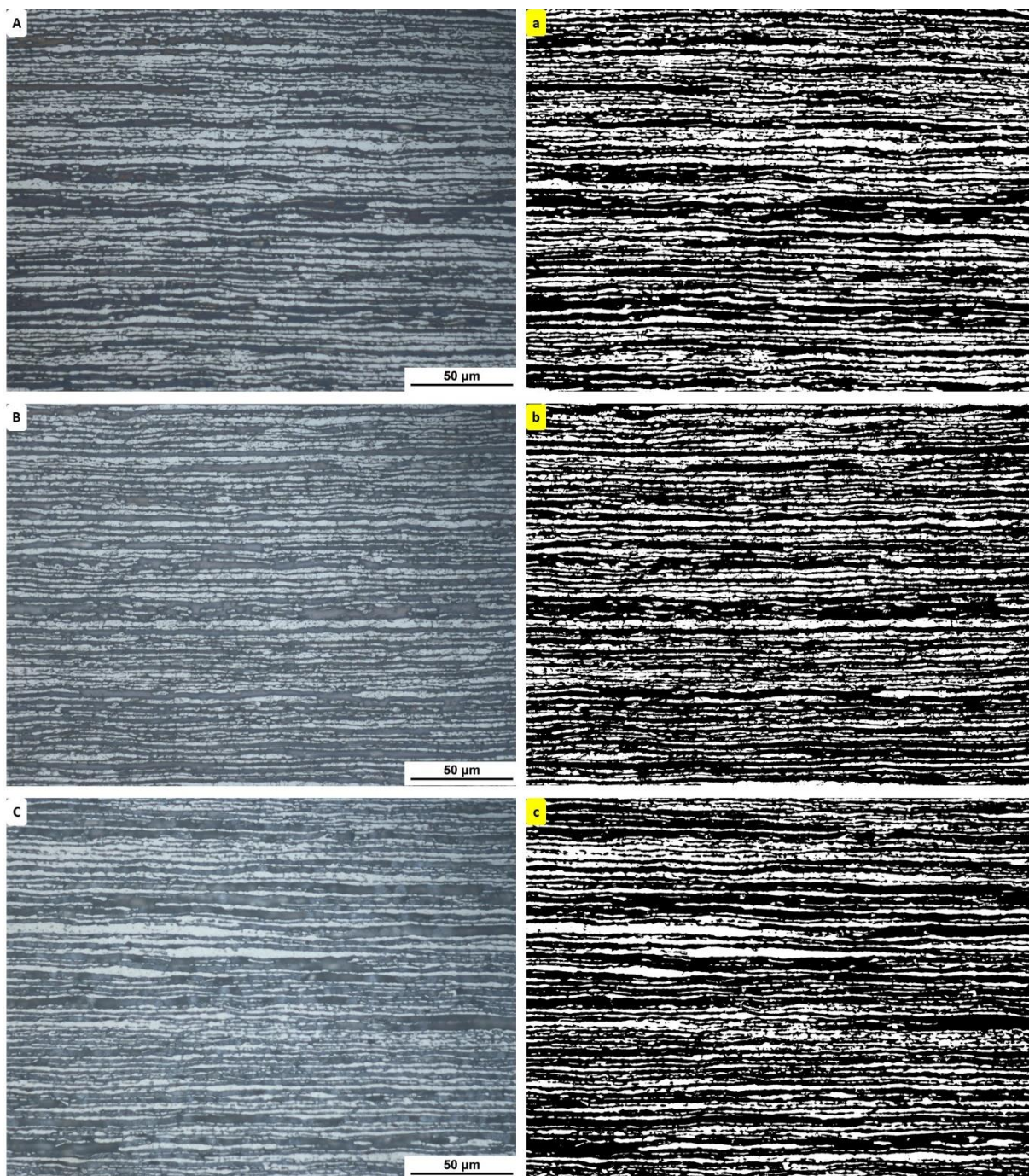
O ataque com o reagente *Behara* Modificado gerou um contraste ideal das fases na maioria das amostras utilizadas. Além disso, todas as imagens passaram pela sequência de PADI (detalhada no apêndice B) com a finalidade de aprimorar a segmentação e quantificação das fases presentes, os resultados da segmentação são mostrados nas figuras 39 (a-c), 40 (a-c), 41 (a-c) e 42 (a) onde a ferrita foi convertida para o preto e austenita branca. Após a segmentação, as amostras passaram pelo pós-processamento e, enfim, tiveram seu teor de austenita e ferrita quantificados.

Figura 39 - Microestrutura da amostra T01003 e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.



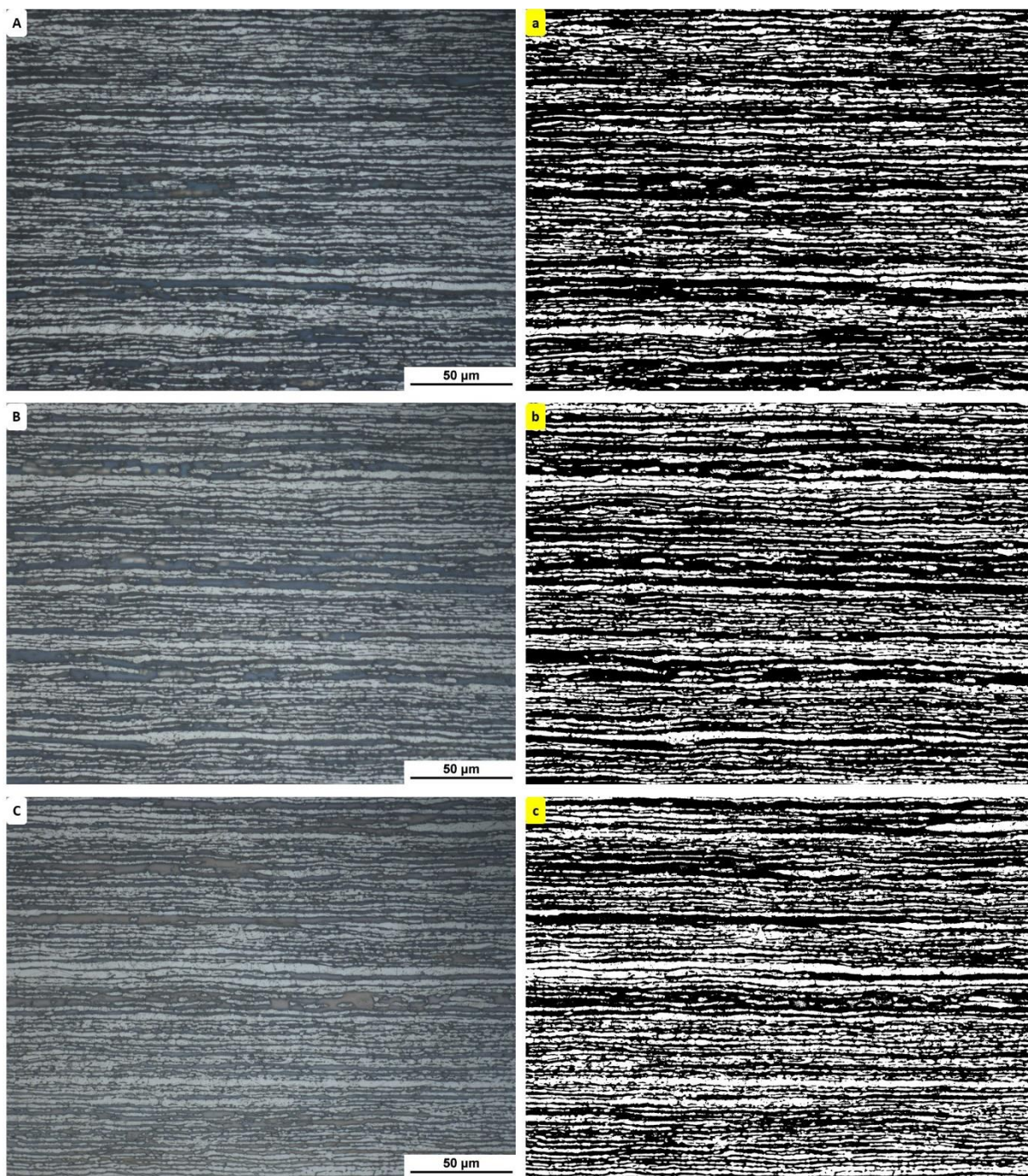
Fonte: Autor.

Figura 40 - Microestrutura da amostra T01004 e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.



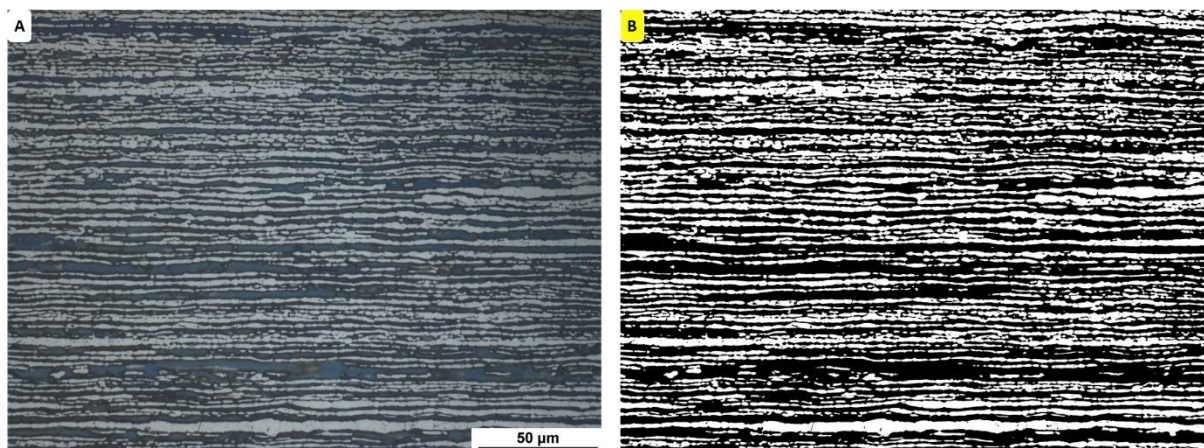
Fonte: Autor.

Figura 41 - Microestrutura da amostra T01006 e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.



Fonte: Autor.

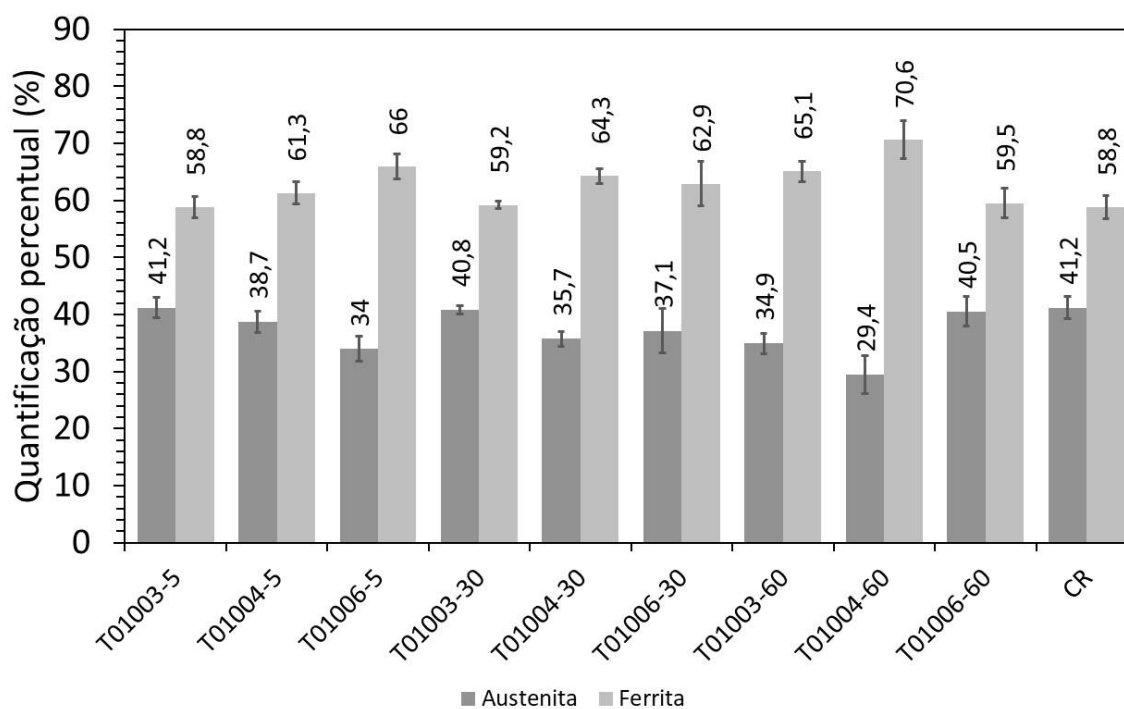
Figura 42 - Microestrutura da amostra CR e sua respectiva binarização. (A)CR, (B) CR binarizada.



Fonte: Autor.

A figura 43 mostra o gráfico da quantificação percentual média obtida através do programa FIJI. A ferramenta de seleção do objeto de interesse do programa permite fazer uma análise simultânea de um conjunto de imagens a partir de um procedimento pré-estabelecido (Apêndice B). Outra vantagem da adoção desse método é a possibilidade de usar imagens em diferentes aumentos e com diversas resoluções.

Figura 43 - Quantificação percentual das fases em cada condição estudada do AID UNS S32304, através do FIJI (ImageJ). Nota: A barra de erro indica um desvio padrão.



Fonte: Autor.

4.2 COMPARAÇÃO DE MÉTODOS

A utilização de outras técnicas, como os raios X e EBSD, foram sugeridas por Caetano (2019) [12] para fim de comparação. Portanto, os valores encontrados pelo processo automático de segmentação proposto foi comparada com o método convencional, a técnica de EBSD e a difração de raios X.

4.2.1 Quantificação Manual (Norma ASTM E562)

As mesmas imagens processadas e analisadas automaticamente pelo software FIJI foram analisadas usando o método manual de grade com 100 pontos regularmente espaçados (Figura 44).

Figura 44 - Demonstração do método manual pela técnica de grade de 100 pontos.



Fonte: Autor.

Os resultados médios de quantificação de cada condição estudada e seus respectivos desvios estão expostos na tabela 4, para efeito comparativo os valores do processo automatizado estão na mesma tabela.

Tabela 4 - Quantificação percentual das fases ferrítica e austenítica do AID UNS S32304 das condições estudadas pelo método automático e manual, e valores do teste ANOVA.

Amostras	FIJI		Manual		ANOVA
	(%) Ferrita	(%) Austenita	(%) Ferrita	(%) Austenita	Fobs
T01003-5	41,2 ± 1,8	58,8 ± 1,8	37,9 ± 2,3	62,1 ± 2,3	12,72
T01004-5	38,7 ± 1,9	61,3 ± 1,9	36,5 ± 3,4	63,5 ± 3,4	3,27
T01006-5	34,0 ± 2,2	66,0 ± 2,2	35,0 ± 1,9	65,0 ± 1,9	1,17
T01003-30	40,8 ± 0,7	59,2 ± 0,7	37,1 ± 1,8	62,9 ± 1,8	37,13
T01004-30	35,7 ± 1,3	64,3 ± 1,3	32,1 ± 1,1	67,9 ± 1,1	43,23
T01006-30	37,1 ± 3,9	62,9 ± 3,9	37,9 ± 4,0	62,1 ± 4,0	0,18
T01003-60	34,9 ± 1,8	65,1 ± 1,8	31,5 ± 1,5	68,5 ± 1,5	21,66
T01004-60	29,4 ± 3,3	70,6 ± 3,3	25,7 ± 4,0	74,3 ± 4,0	5,02
T01006-60	40,5 ± 2,6	59,5 ± 2,6	42,7 ± 3,0	57,3 ± 3,0	2,85
CR	41,2 ± 2,0	58,8 ± 2,0	36,0 ± 3,2	64,0 ± 3,2	19,52

Fonte: Autor

Para afirmar que, do ponto de vista estatístico, as médias de quantificação percentual de fase do processo manual e automático são diferentes, foi realizado a análise de variância (ANOVA), conforme já mencionado na seção 3.2.11.1. Os seus resultados são demonstrados com detalhes no apêndice C.

Através da análise de variância nas amostras T01004-5, T01006-5, T01006-30 e T01006-60, obtiveram-se os seguintes valores de F_{obs} (destacados em negrito na tabela 4) respectivamente $F(1,18) = 3,27$; $F(1,18) = 1,17$, $F(1,18) = 0,18$ e $F(1,18) = 2,85$. Com o $F_{obs} < F_{critico}$ pode-se afirmar com confiança estatística que as médias são iguais, para um nível de significância (α) igual a 5%, ou seja, com uma confiança de 95%.

Já a análise de variância das amostras T01003-5, T01003-30, T01004-30, T01006-30, T01003-60, T01004-60 e CR obtiveram os seguintes valores respectivamente $F(1,18) = 12,73$; $F(1,18) = 37,14$, $F(1,18) = 43,23$, $F(1,18) = 21,67$, $F(1,18) = 5,01$ e $F(1,18) = 19,52$ (destacados em vermelho na tabela 4). Com o $F_{obs} > F_{critico}$ pode-se

afirmar com confiança estatística que as médias são diferentes, para um nível de significância (α) igual a 5%.

As diferenças entre as médias podem ser atribuídas à subjetividade de quem está analisando as imagens, o não aprimoramento e correção de erros durante a aquisição de imagens e o processo cansativo da quantificação de microestruturas através da metalografia convencional. Esses fatores geram uma imprecisão nas medidas executadas, podendo ser facilmente eliminadas ao utilizar o método computacional e automático.

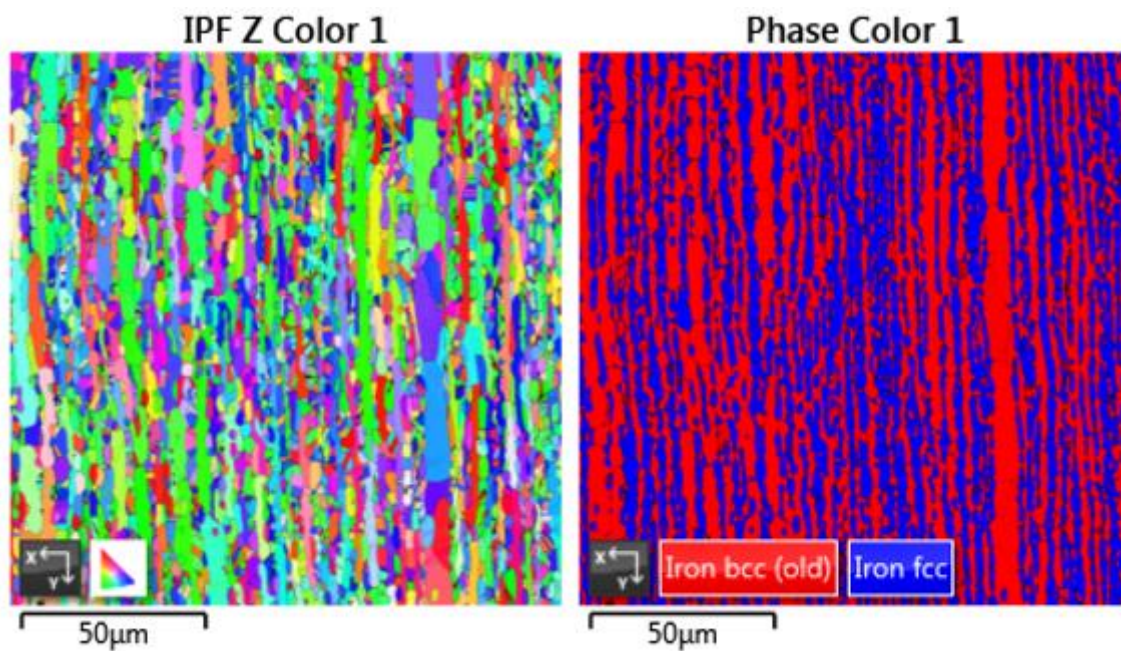
Segundo as análises de Albuquerque et al. (2007) [31], os valores entre o método automatizado proposto (Segmentação Via Rede Neural Artificial - SVRNA) e o convencional (manual) também divergem pelos mesmos motivos apresentados ao se comparar com o FIJI, evidenciando a obsolescência do método manual.

Outro ponto importante é o tempo necessário para a realização das análises manuais, uma vez que, para obterem-se dados estatísticos similares ao processo automático foi preciso analisar a mesma quantidade de imagens. O método manual requer um tempo médio de 10 min por imagem e o método automático, para um conjunto de 10 imagens, 45 s.

4.2.2 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

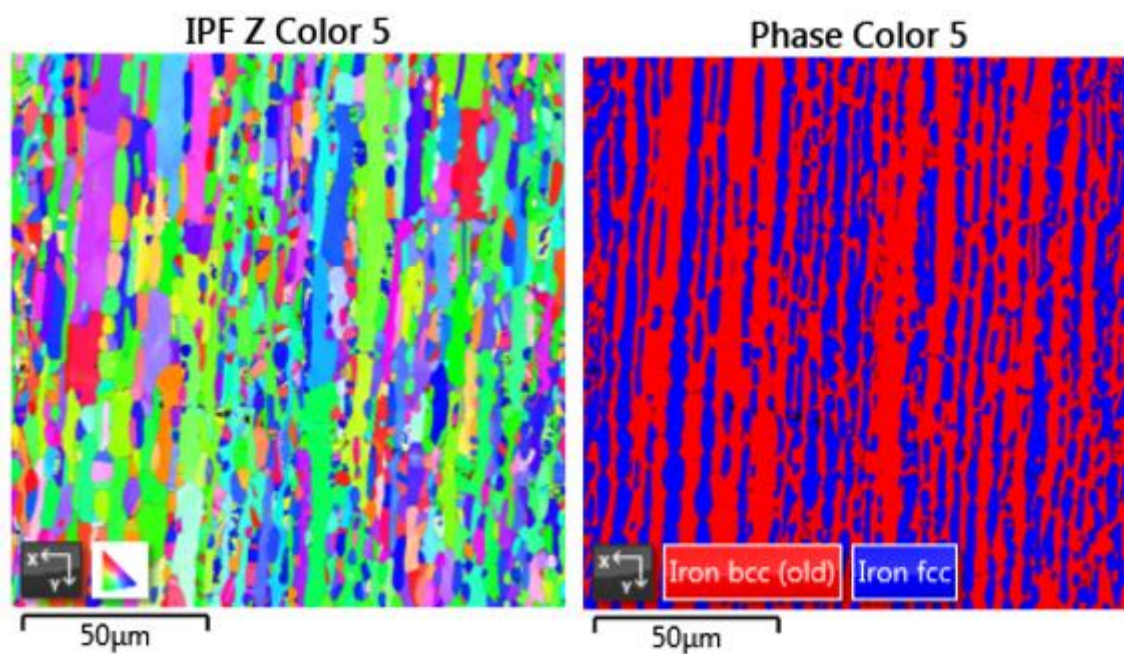
O mapeamento de fases sobreposto com o mapeamento de qualidade de imagem é mostrado nas figuras 45 - 48. A microestrutura de lamelas alternadas de ferrita e austenita (vermelho e azul respectivamente) já observada através de microscopia óptica, pôde ser, também, verificada por essa técnica. A fração de ferrita e austenita determinada pela análise de EBSD bem como sua comparação com o método automático proposto neste trabalho são mostradas na figura 49.

Figura 45 - Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra CR.



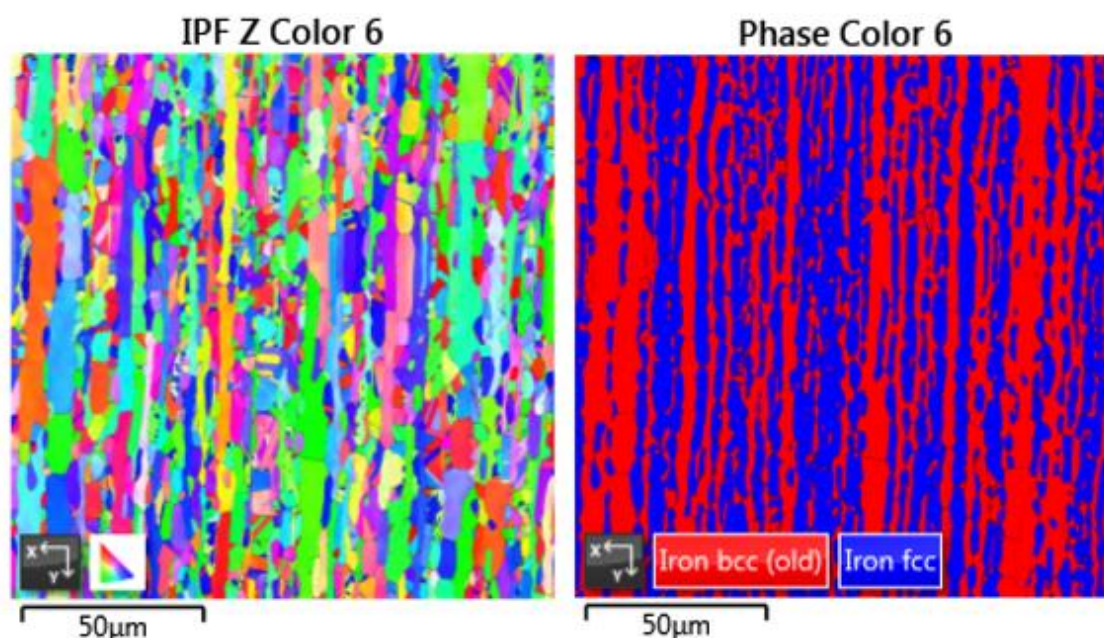
Fonte: Autor.

Figura 46 - Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01003-30.



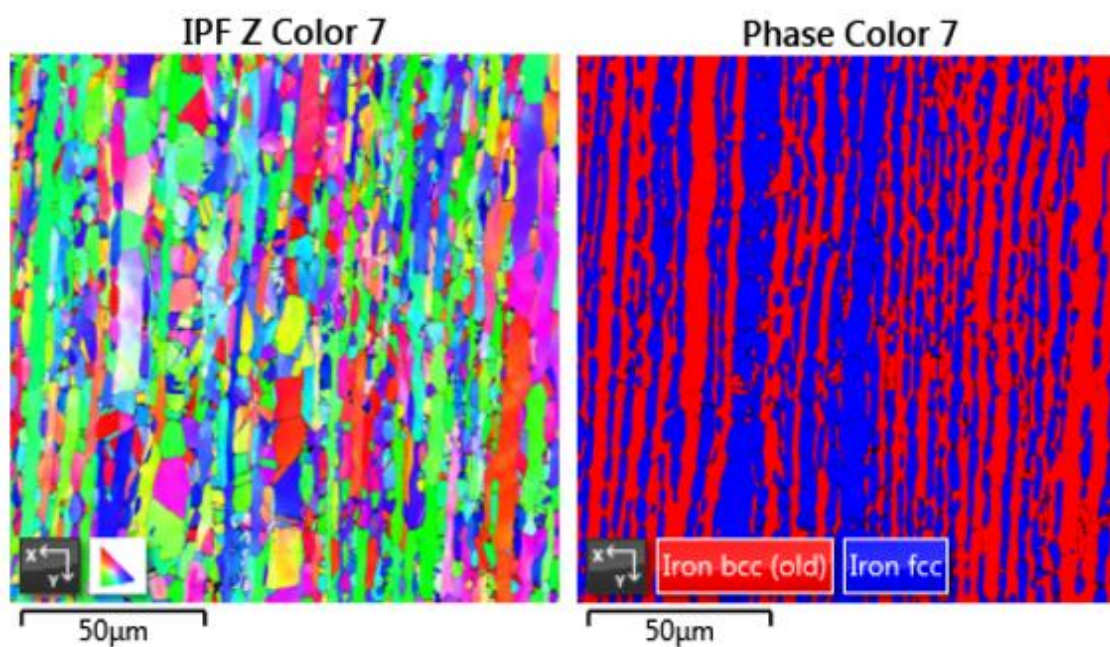
Fonte: Autor.

Figura 47 – Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01004-30.



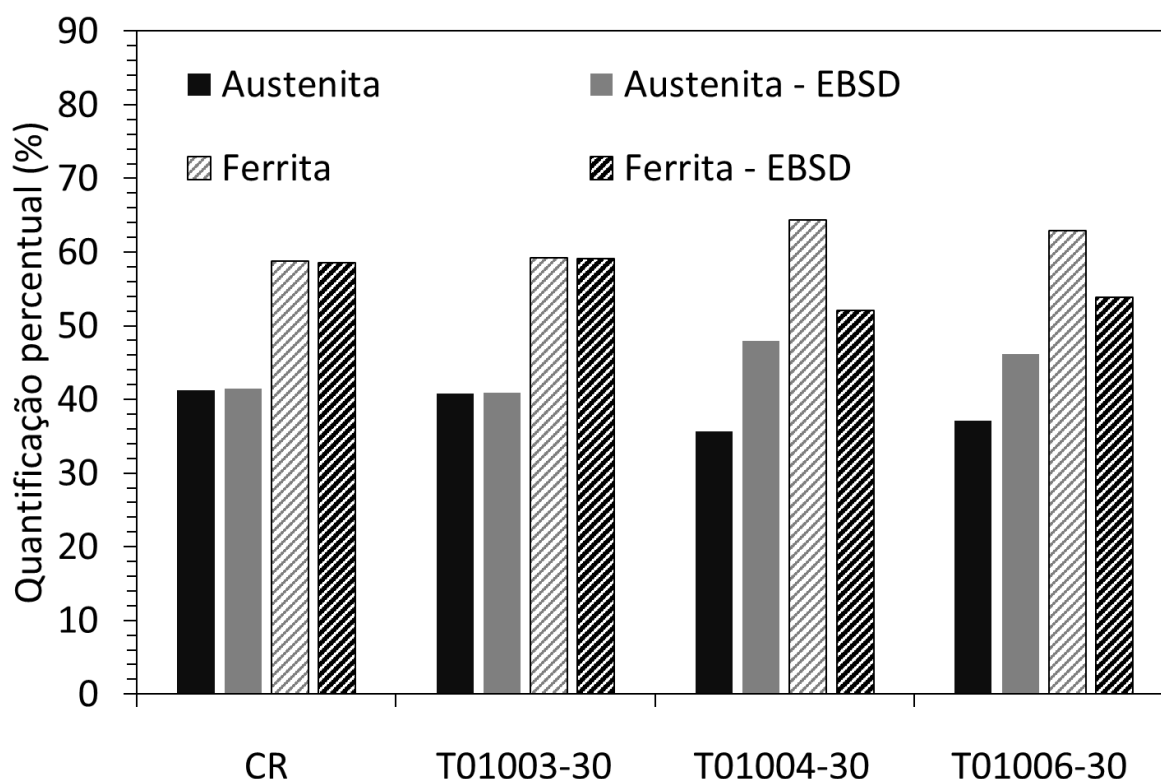
Fonte: Autor.

Figura 48 – Mapeamento de fases através da técnica de EBSD para a amostra T01006-30.



Fonte: Autor.

Figura 49 - Gráfico comparativo entre os resultados encontrados utilizando a técnica de EBSD e o software FIJI.



Fonte: Autor.

Os resultados de quantificação de fases do método automático, para a amostra CR e T01003-30, estão de acordo com os valores encontrados pela técnica de EBSD. Já para as amostras T01004-30 e T01006-30, os resultados de EBSD divergem do método automático proposto.

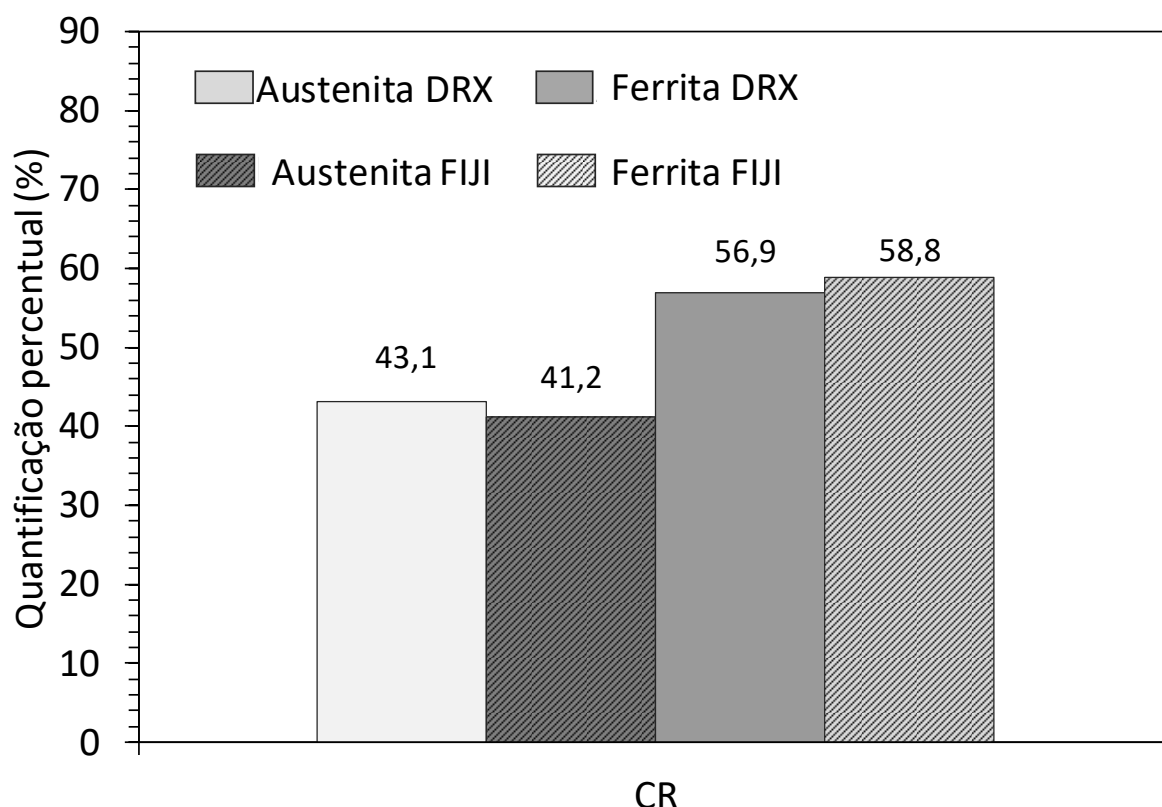
Vale salientar que, para as análises por EBSD, só foi verificada uma imagem de cada uma das condições CR, T01003-30, T01004-30, T01006-30, acarretando uma perda de confiabilidade estatística e gerando apenas valores absolutos. Sendo assim, as imagens podem não refletir a distribuição volumétrica real das fases, predominando apenas uma fase específica.

Apesar dessa divergência de resultados, o método automático proposto é uma alternativa para se realizar análises de mais imagens em menos tempo e com menos custo de equipamento, visto que o uso de um MEV com EBSD em alguns casos não é uma técnica acessível. Ressalta-se aqui que um fator relevante a ser considerado sobre a divergência foi a impossibilidade de realizar imagens de EBSD nas outras 6 condições que foram analisadas pelos métodos automático e manual.

4.2.3 Difração de Raios X e Refinamento de Rietveld

A figura 50 mostra os valores de quantificação percentual de fases encontrados pela técnica de DRX e pelo método automático proposto.

Figura 50 - Gráfico comparativo das análises realizadas por DRX e por PADI através do software FIJI para amostra CR.



Fonte: Autor.

As análises de DRX das amostras do aço AID UNS S32304 foram realizadas por Machado (2015) [8] e Milagre (2015) [9] utilizando amostras do mesmo material deste trabalho, lote B2 na forma como recebida (CR), e assim comparados com os resultados obtidos pelo programa FIJI.

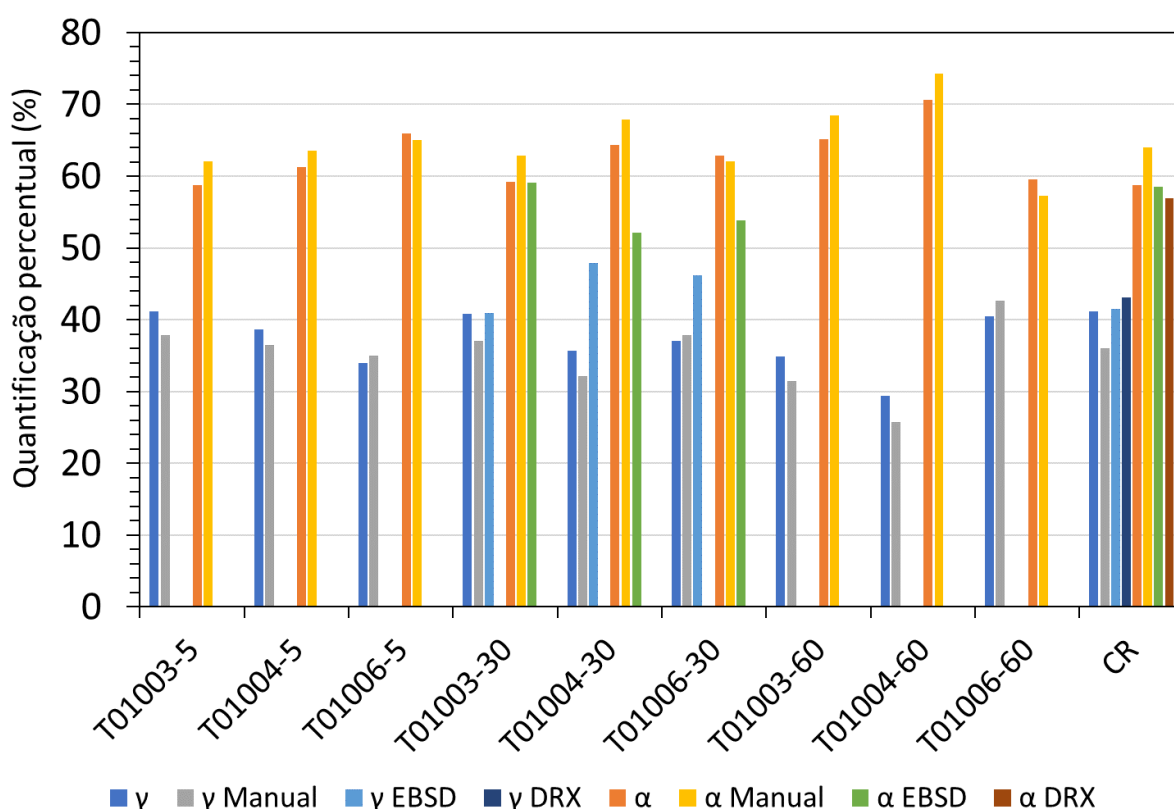
Os valores encontrados pelo método automático, considerando o desvio padrão, estão de acordo aos encontrados através do DRX, validando, através dessa comparação, o uso do software FIJI. Além disso, é importante ressaltar que o método de refinamento de *Rietveld* utilizado baseia-se na difração de raios X, que por sua vez, apresenta uma acurácia de 5% devido ao princípio físico da reflexão dos planos cristalinos e não em

análise de imagens, como é no caso do automático proposto, corroborando, assim, a robustez do método de PADI proposto.

4.2.4 Resumo das técnicas

A figura 51 mostra um gráfico comparativo entre todas as técnicas de medição comparadas.

Figura 51 - Quantificação percentual comparativa das fases.



Fonte: Autor.

A figura 51 resume a comparação entre todas as técnicas. Pode-se verificar que os valores de fração volumétrica das fases da amostra CR não apresenta divergência para as técnicas de EBSD, DRX, que são técnicas mais robustas e com grau de confiança maior, o que representa que o método automático proposto (FIJI) validado e confiável.

4.3 QUANTIFICAÇÃO DE NITRETOS

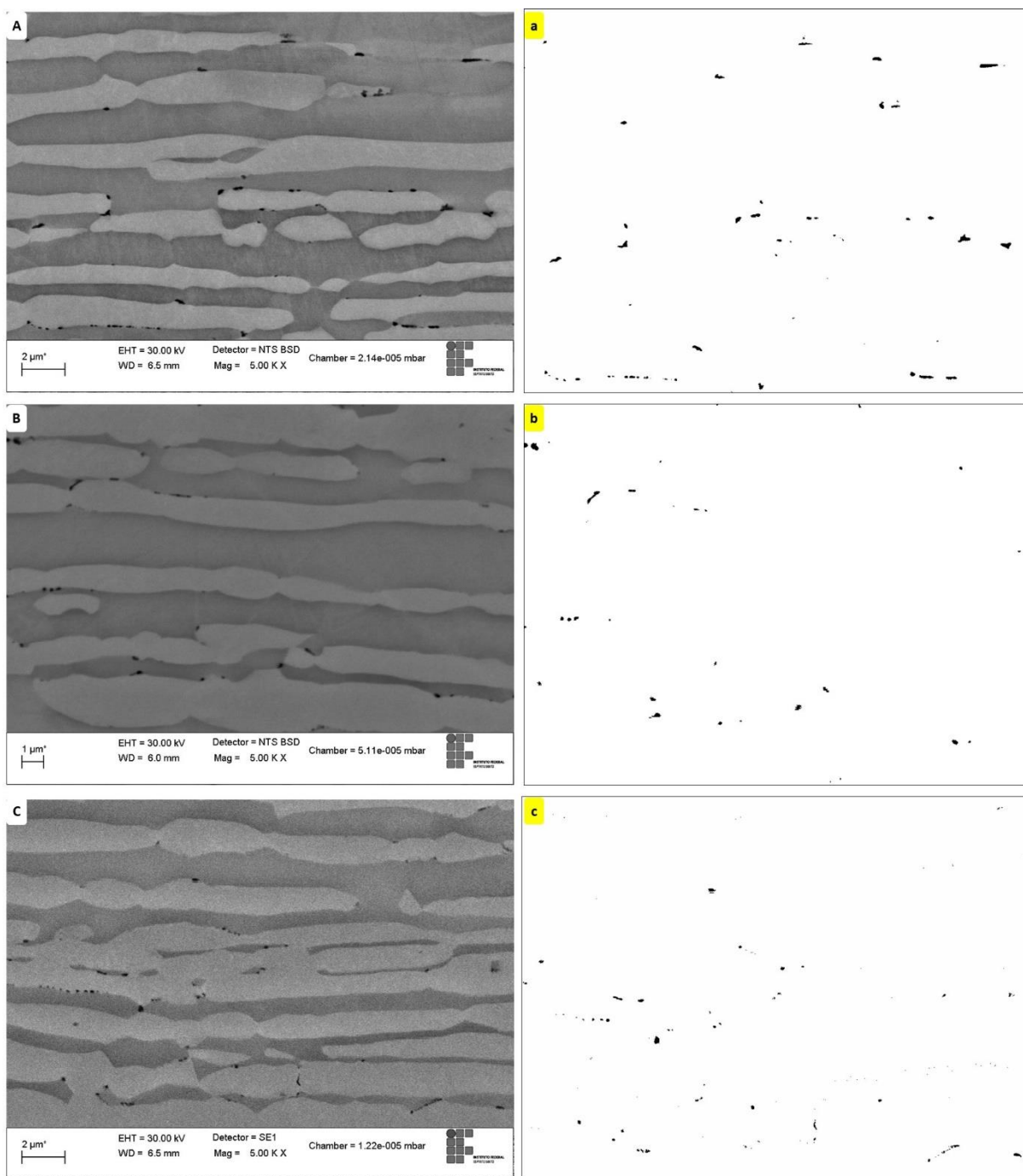
De acordo com Gunn (1997) [40], Ramirez, Lippold e Brandi (2005) [41] e Machado (2015) [43], alterações microestruturais, como a precipitação de diversas fases secundárias, eram previstas nesses aços após os tratamentos termomecânicos em temperaturas elevadas. A formação de carbonetos, nitretos e fases intermetálicas ocorrem, preferencialmente, na ferrita devido à maior taxa de difusão e à menor solubilidade desses elementos intersticiais nessa fase [49 – 51,56].

Como já mencionado, a preparação metalográfica adequada facilitou a aquisição de imagens. Neste caso o ataque químico com solução aquosa de hidróxido de potássio 10% revelou com pouca intensidade as fases presentes no material (Austenita e Ferrita) e destacou os possíveis nitretos presentes nos aços.

As figuras 52 (A-C), 53 (A-C) e 54 (A-C) apresentam as micrografias das amostras tratadas termicamente e mecanicamente obtidas por microscopia eletrônica de varredura e seu respectivo processamento digital. Observa-se em todas as micrografias a presença de precipitados que, nessas condições, podem ser nitretos de cromo ou carbonetos de cromo. No entanto segundo Gunn (1997) [49], nos aços duplex com um teor de carbono inferior a 0,02% raramente são observados carbonetos, assim, devido ao baixo teor de carbono do aço utilizado neste trabalho, indicam-se que sejam nitretos.

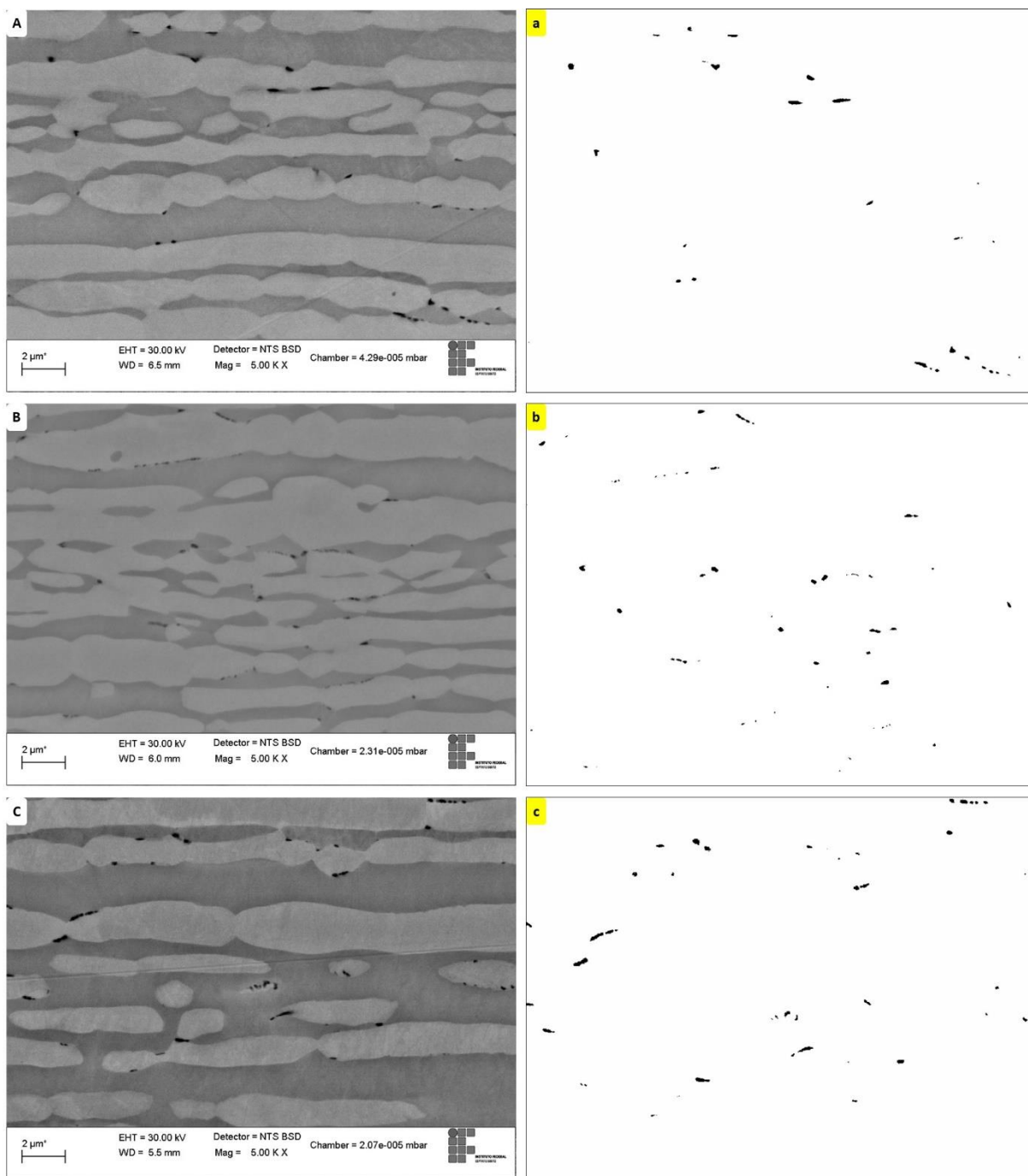
Após o ataque químico, os indícios de nitretos de cromo presentes nos contornos dos grãos do material apresentaram tonalidade escura, facilitando as medidas quantitativas realizadas. Entretanto, a fim de aumentar a precisão na extração dos dados de fração de área dos nitretos e corrigir eventuais defeitos na aquisição das imagens, foram realizadas etapas de pré-processamento e segmentação (detalhados no Apêndice A).

Figura 52 - Microestrutura da amostra T01003 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.



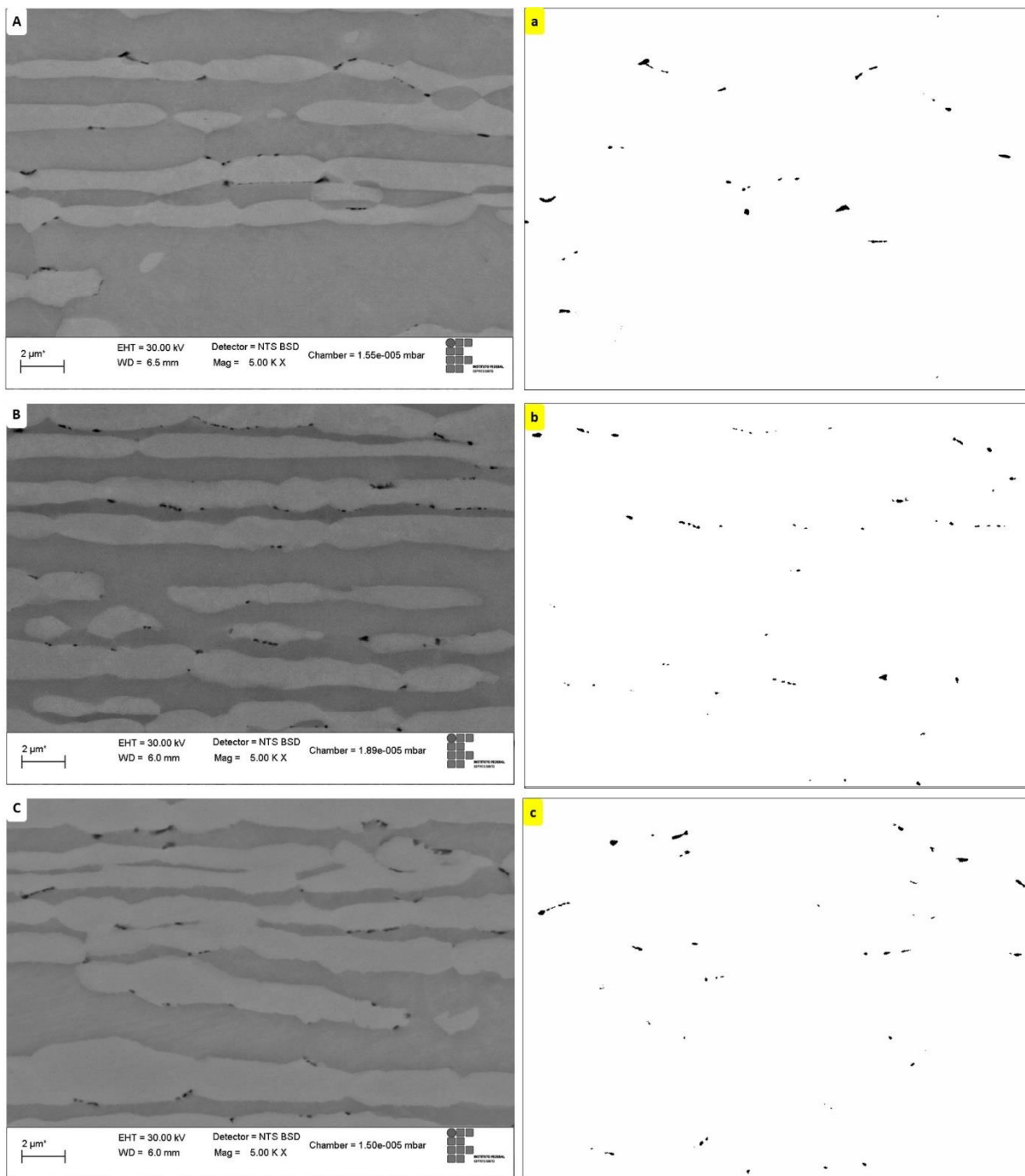
Fonte: Autor.

Figura 53 - Microestrutura da amostra T01004 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.



Fonte: Autor.

Figura 54 - Microestrutura da amostra T01006 com ataque eletrolítico KOH 10% e sua respectiva binarização. (A) 5 min, (B) 30 min, (C) 60 min, (a) 5 min, (b) 30 min e (c) 60 min.

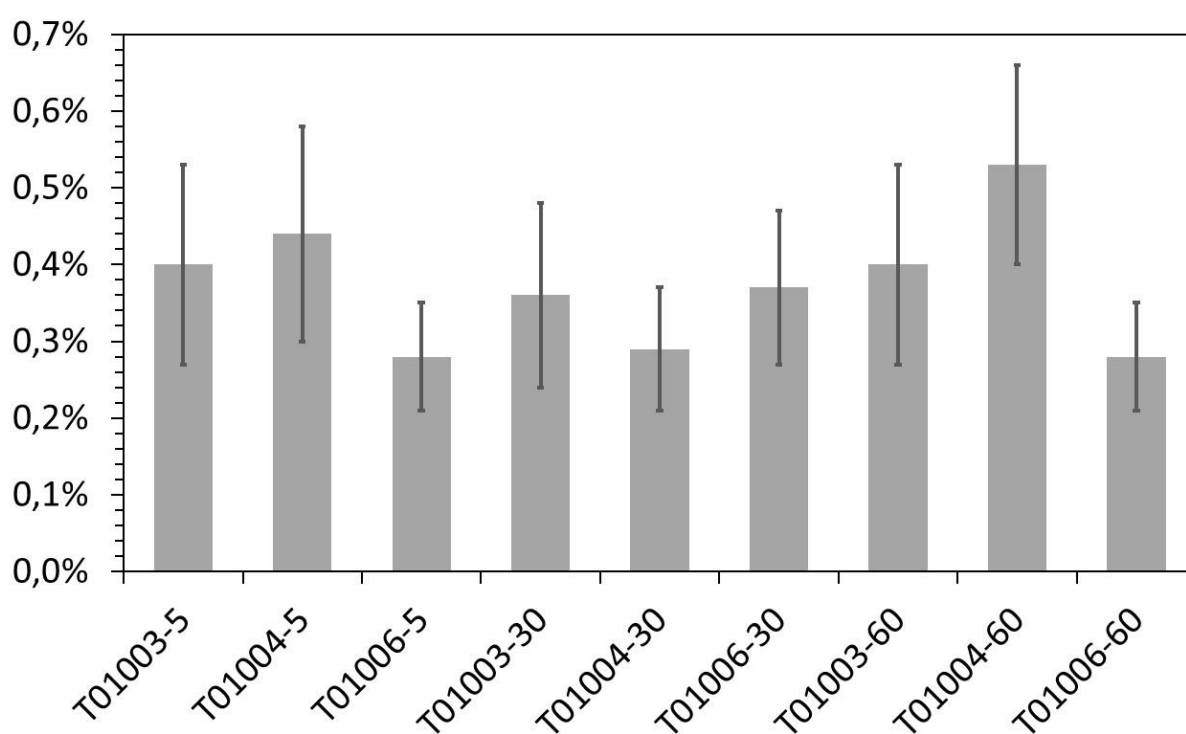


Fonte: Autor.

A etapa de segmentação faz com que sejam geradas imagens binarizadas, conforme mostrado nas figuras 52 (a-c), 53 (a-c) e 54 (a-c). Após a binarização, as imagens se possuem duas cores, o preto e o branco. O reconhecimento e a classificação dos pixels dessas duas cores foi feito de forma automática no programa FIJI utilizando a ferramenta de segmentação *auto local threshold* e o método de *Sauvola*. Através desse último, os nitretos foram reconhecidos e quantificados como os pixels mais escuros (pretos) e todo o resto da imagem foi classificada como tons mais claros (brancos).

A figura 55 mostra a quantificação percentual média e o erro obtido através do software FIJI (*ImageJ*) dos nitretos.

Figura 55 - Quantificação percentual dos nitretos em cada condição analisada.



Fonte: Autor.

Os valores encontrados de fração de área de nitretos variam de 0,21% a 0,68%, nas figuras 52 – 54. Pode-se observar que, de fato, esses precipitados representam uma pequena área do total da imagem, sendo as fases primárias (austenita e ferrita) predominantes. O que, por sua vez, corrobora a eficiência do método, que mesmo com os nitretos representando uma área mínima, quantificou tal fase com tempo de processamento consideravelmente inferior.

Após a quantificação dessa pequena fração de nitretos, pode-se afirmar também que não existe uma variação significativa na quantidade de nitretos ao se variar o tempo de tratamento térmico (5 min, 30 min e 60 min), conforme mostrado na figura 55.

Pode-se concluir que a contabilização de fases ferrítica e austenítica não foi comprometida ao utilizar somente imagens de microscopia óptica no qual os nitretos não eram visíveis, pois o valor de nitretos tem a mesma ordem de grandeza da incerteza associada a quantificação das fases. Ou seja, o volume de nitretos é detectável pelo método, porém seu valor absoluto não influencia a quantificação da proporção entre as fases austenita e ferrita.

5 CONCLUSÃO

- O programa FIJI (*ImageJ*) mostrou-se uma importante ferramenta para avaliação da microestrutura de AID's. Por ser um programa de domínio público possui um vasto banco de complementos e modificações (simples de serem inclusos) fornecidos pela sua comunidade de usuário.
- A área de processamento e análise digital de imagens possui diversos filtros e operações que permitem analisar imagens, entretanto não existe uma regra única para analisar uma imagem, a experiência do operador pode melhorar a eficácia dos filtros e operações utilizadas.
- O limiar de segmentação de *Bernsen* é utilizado para a análise de quantificação de fases pois realiza a binarização considerando a média das intensidades máxima e mínima dos pixels que ideal para regiões bem definidas e com grãos grandes.
- O limiar de segmentação de *Sauvola* é utilizado para a análise de quantificação de nitretos pois leva em consideração a média e desvio padrão das intensidades dos pixels sendo ideal para regiões de análise de objetos pequenos.
- As análises comparativas entre os resultados obtidos pelo PADI, proposto neste trabalho, e o método manual evidenciaram problemas de medição proveniente do efeito humano que são corrigidos com o uso de processos computacionais.
- Os resultados das análises automáticas, quando comparados, aos valores encontrados com as técnicas de EBSD e DRX mostraram valores próximos com variações máximas de 2% e 4% respectivamente, mesmo para um número reduzido de medidas realizadas dessas técnicas.
- A baixa dispersão entre os valores encontrados das técnicas automática, EBSD e DRX, evidenciam a precisão, segurança e confiabilidade de dados extraídos de imagens adequadamente preparadas e analisadas.

REFERÊNCIAS

- [1] GONZALEZ, R. C.; WOODS, R.E. Digital image processing, Prentice Hall, New Jersey, 2008.
- [2] FILHO, O. M.; NETO, H. V. Processamento Digital de Imagens, Brasport, ISBN 8574520098, Rio de Janeiro, 1999.
- [3] GOMES, O. F. M. Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais. 2001. Dissertação (Mestrado em Ciências da Engenharia Metalúrgica). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.
- [4] ESQUEF, I. A.; ALBUQUERQUE, M. P; ALBUQUERQUE, M. de P. Processamento digital de imagens. Rio de Janeiro, v. 12, 2003
- [5] SILVA, F. de A. Aplicação das técnicas de processamento digital de imagens na caracterização de materiais. 1996. Tese de Doutorado. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [6] IGNACIO, Juliano da Silva. Processamento e análise digital de imagens em estudos da cinética de recristalização de ligas Al-Mg-X. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo
- [7] UIRÁ, M. S. R. Quantificação de Defeitos por Processamento Digital de Imagens em Revestimentos obtidos por Aspersão Térmica. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica). Universidade Estadual do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro
- [8] MACHADO, C. D. S. C. Perfis de tensão residual do aço duplex UNS S32304 submetido a diferentes processos de soldagem TIG e condições de tratamento térmico. Dissertação de Mestrado: Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2015.
- [9] MILAGRE, M. X. Perfis de Tensão Residual do Aço Duplex UNS S32304 Submetido à Processo de Soldagem TIG e Diferentes Condições de Tratamento Térmico de Têmpera. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória.
- [10] GRIPA, V.L. Método de caracterização microestrutural da junção SmBa₂Cu₃O_{7- δ} / Aço inoxidável 304L por Imagiamento. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória.

- [11] GARCIA, C. B. Caracterização Micro-estrutural de Cerâmicas Supercondutoras do Tipo SmBaCuO Através do Software Imagej. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória.
- [12] CAETANO, G. A. Avaliação das Propriedades Mecânicas do Aço Inoxidável Duplex UNS S32304 Submetido à Soldagem TIG e Diferentes Temperaturas de Tratamento Térmico. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória.
- [13] C. M. SÁ. A análise digital de imagem na caracterização de microestruturas e superfícies de materiais. 1991. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica). Universidade do Porto, Porto.
- [14] RUSS, John C. The image processing handbook. CRC press, 2016.
- [15] DE QUEIROZ, J. E. R.; GOMES, H. M. Introdução ao processamento digital de imagens. RITA, v. 13, n. 2, p. 11-42, 2006.
- [16] ACHARYA, T., RAY, A. K. *Image Processing- Principles and Applications*. John Wiley & Sons, Inc. 2005
- [17] CULLITY, B. D; STOCK, S. R. *Elements of X-ray Diffraction*, Third Edition. New York: Prentice-Hall,2014.
- [18] FREEDMAN, R. A; YOUNG, H. D. Física IV: Ótica e física moderna. Pearson, 2016
- [19] VAN DER HEIJDEN, F. Image based measurement systems. New York: John Wiley & Sons, 1994
- [20] WEEKS, Jr. A. R. *Fundamentals of Electronic Image Processing*. SPIE / IEEE, 1996
- [21] PACIORNIK, S., MAURICIO, M.H.P., "Digital imaging", In: ASM Handbook: Metallography and Microstructures, ASM International, Materials Park, pp. 368-402, 2004.
- [22] LEAL, Luiz Henrique Monteiro. Fundamentos de microscopia. Rio de Janeiro: EDUERJ, 2000.

- [23] PACIORNIK, S. 2010. Notas de aula do professor Sidnei Paciornik: Processamento Digital de Imagens. Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio, 2010.
- [24] SCURI, A. E. Fundamentos da imagem digital. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, p. 13, 1999.
- [25] DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscopia Eletrônica de Varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: *EdiPUCRS*, 2007. 60 p.
- [26] GOLDSTEIN, J. I. et al. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. Springer, 2017.
- [27] MANNHEIMER, Walter A. Microscopia dos materiais: uma introdução. Editora E-papers, 2006.
- [28] MALISKA, A. M. (2005). Microscopia eletrônica de varredura. *Florianópolis: Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens. Universidade Federal de Santa Catarina*. Notas de aula.
- [29] Microscópio eletrônico de varredura. USP. Disponível em: < <http://fap.if.usp.br/~lff/mev.html>>. Acesso em: 10 de Março de 2020.
- [30] BELAID, L.J., Mourou, W. (2009) Image segmentation: a watershed transformation algorithm. *Image Anal Estereol*, 28:93-102.
- [31] ALBUQUERQUE, V. H. C. D. *et al.* Sistema de segmentação de imagens para quantificação de microestruturas em metais utilizando redes neurais artificiais. *Revista Matéria*, v. 12, n. 2, p. 394-407, 2007.
- [32] GUIMARÃES E. R. S. G. Quanto, um software para auxiliar a caracterização de Imagens. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense. Rio de Janeiro.
- [33] GOMES, O. da F. M. Microscopia Co-Localizada: Novas Possibilidades na Caracterização de Minérios. 2007, 105p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e Materiais). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro.

- [34] KAUR, N.; KAUR, R. A review on various methods of image thresholding. *International Journal on Computer Science and Engineering*, v. 3, n. 10, p. 3441, 2011.
- [35] SAUVOLA, Jaakko; PIETIKÄINEN, Matti. Adaptive document image binarization. *Pattern recognition*, v. 33, n. 2, p. 225-236, 2000.
- [36] BERNSEN, J.: 'Dynamic thresholding of gray-level images'. *Proc. 8th Int. Conf. on Pattern Recognition*, Paris, 1986, pp. 1251 –1255
- [37] SINGH, T. R. *et al.* A new local adaptive thresholding technique in binarization. *arXiv preprint arXiv:1201.5227*, 2012.
- [38] E. Badekas; N. Papamarkos. Automatic evaluation of document binarization results. *Progress in Pattern Recognition, Image Analysis and Applications*, pages 1005–1014, 2005.
- [39] UNDERWOOD, E.E. (1970) *Quantitative stereology*. Reading, Massachusetts: Addison Wesley Publishing Company.
- [40] WEIBEL, E.R. (1979) *Stereological methods: Pratical methods for biological morphometry*. Londres: Academic Press.
- [41] PADILHA, A.F. (2007) *Materiais de engenharia: microestruturas e propriedades*. 3.ed. São Paulo – SP: Hemus, 352p.
- [42] SALES, D.D.S. *Desenvolvimento de um software livre para análise de imagens com estereologia quantitativa*. 2014. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense. Rio de Janeiro.
- [43] RASBAND, W., ImageJ documentation. Disponível em: <https://imagej.nih.gov/ij/docs/index.html>. Acesso em: 08 de Janeiro de 2020.
- [44] SCHNEIDER, Caroline A.; RASBAND, Wayne S.; ELICEIRI, Kevin W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. **Nature methods**, v. 9, n. 7, p. 671-675, 2012.
- [45] BROEKE, Jurjen; PÉREZ, José María Mateos; PASCAU, Javier. **Image processing with ImageJ**. Packt Publishing Ltd, 2015.
- [46] ABRÀMOFF, Michael D.; MAGALHÃES, Paulo J.; RAM, Sunanda J. Image processing with ImageJ. **Biophotonics international**, v. 11, n. 7, p. 36-42, 2004.

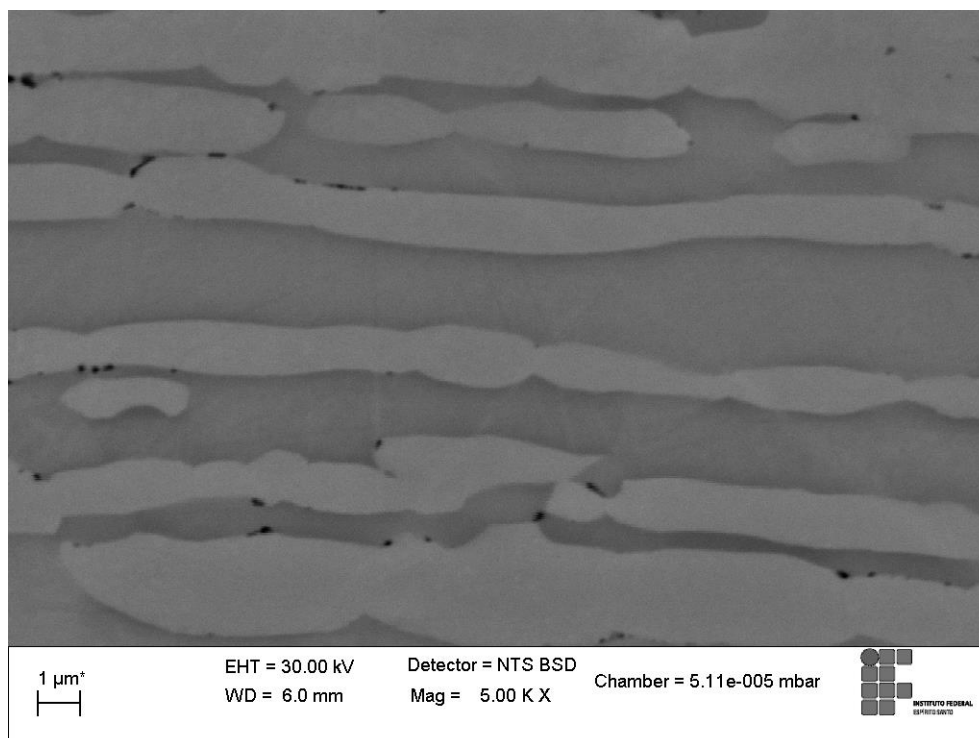
- [47] LATAŁA, Z.; WOJNAR, L. Computer-aided versus manual grain size assessment in a single phase material. *Materials characterization*, v. 46, n. 2, p. 227-233, 2001.
- [48] SILVA, A. L. V. D. C. E.; MEI, P. R. *Aços e ligas especiais*. 3ª. ed. [S.l.]: Blucher.
- [49] GUNN, R. N. *Duplex stainless steel: microstructure, properties and application*. Abington, England: Woodhead Publishing Ltd, 1997.
- [50] RAMIREZ, A. J.; LIPPOLD, J. C.; BRANDI, S. D. The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels. ***Metallurgical and materials transactions A***, v. 34, n. 8, p. 1575-1597, 2003.
- [51] KNYAZEVA, M; POHL, M. Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides. ***Metallography, Microstructure, and Analysis***. p. 343–351, 2013
- [52] SCI - STEEL CONSTRUCTION INSTITUTE. *Design manual for structural stainless steel*. 4. ed. Berkshire: [s.n.], 2017
- [53] IMO. *Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex*. International Molybdenum Association, Londres, 2012.
- [54] FERREIRA, T.; RASBAND, W. **ImageJ User Guide**.2012. Disponível em: <<https://imagej.nih.gov/ij/docs/guide/user-guide.pdf>>. Acesso em: 10 de março de 2020.
- [55] ASTM. (2019). *Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point*. E562-11. USA.
- [56] LONDOÑO, A. J. R. *Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex*. 2001. Tese de doutorado: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

APÊNDICE A – QUANTIFICAÇÃO DE NITRETOS

PROCEDIMENTOS PARA PROCESSAMENTO DIGITAL

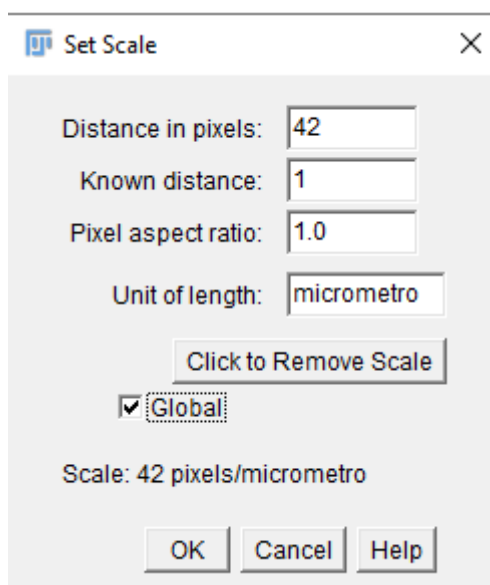
Imagem Original

Figura 56 – Imagem original obtida por microscopia eletrônica de varredura.



1. Ajuste de escala. Para isso seleciona-se a ferramenta straight (linha), desenha-se uma linha sobre a escala da imagem, seleciona-se Menu analyze, opção set scale. Abrirá um caixa para ajustar os parâmetros de *know distance* (tamanho da escala conhecido) e *unit of length* (unidade) conforme mostrado abaixo.

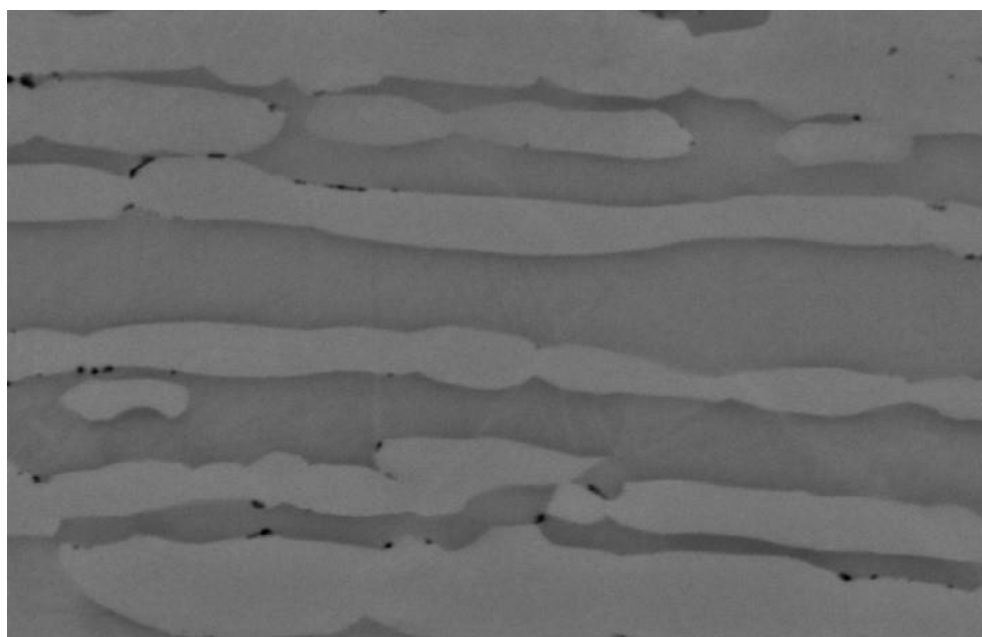
Figura 57 - Definição de Escala utilizando o programa FIJI



Após digitar os valores, é selecionado a opção *global*, que define essa mesma escala para todas as imagens subsequentes.

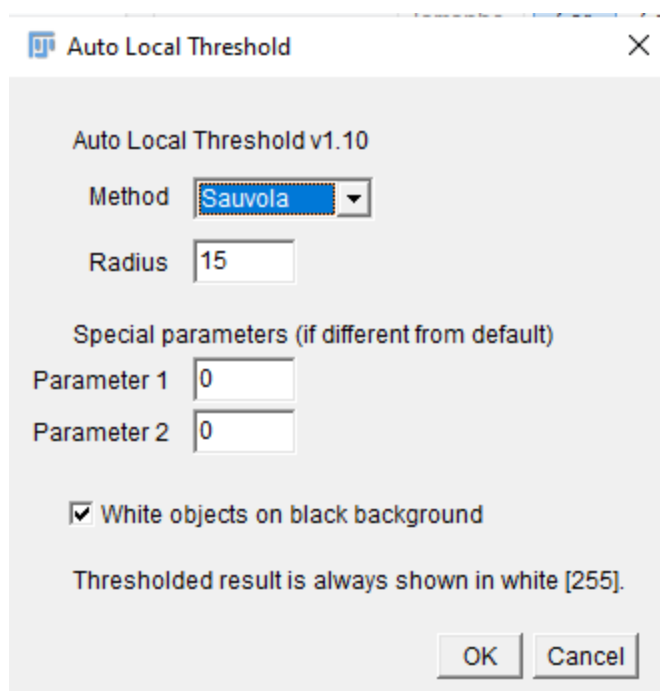
2. Exclusão da legenda. Para a exclusão seleciona-se *retangular* (retângulo) e é ajustado um desenho preservando apenas a área de interesse. Em seguida, o caminho será Menu *image*, opção *crop*. Neste momento teremos a imagem ajustada.

Figura 58 - Imagem cortada no programa FIJI



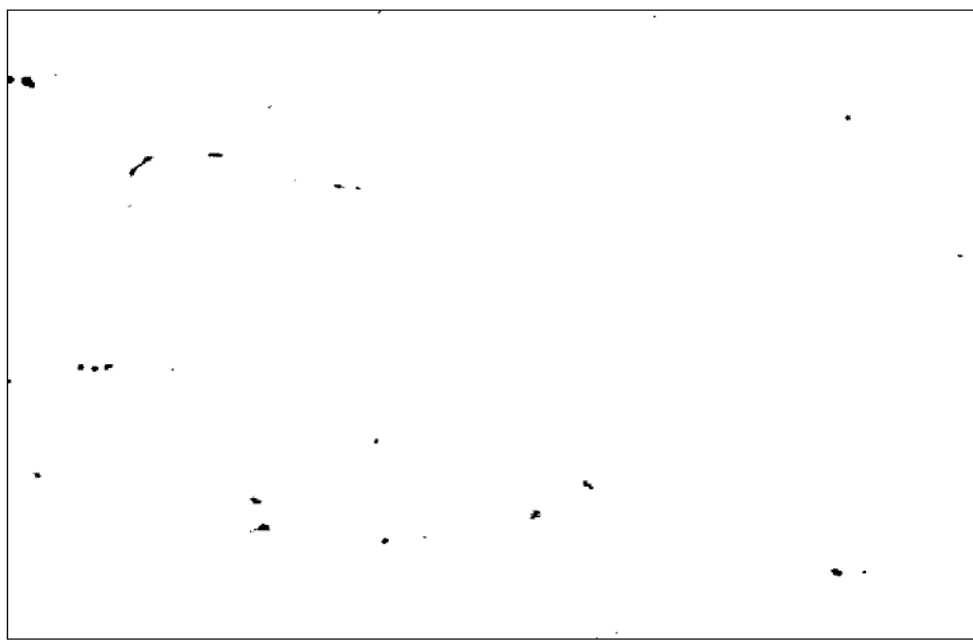
3. Transformar a imagem para 8-bits. Menu *Image*, opção *Type* e depois selecionar *8-bit*.
4. Para a quantificação dos nitretos é preciso usar o limiar da imagem (threshold), para isso escolha a opção menu *Image*, opção *Adjust* e depois *Auto Local Threshold*.

Figura 59 - Escolha do método de limiar local e definição do raio de atuação dos pixels



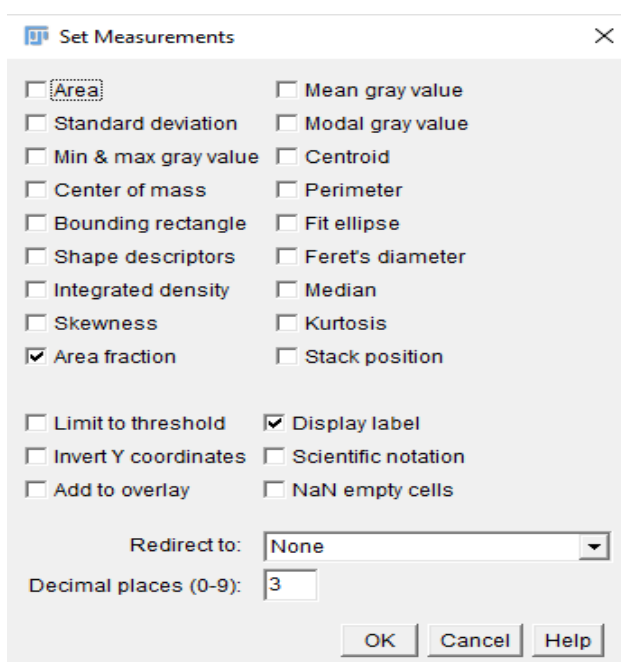
5. Na janela aberta acima, é escolhido o método de análise, *Method: Sauvola* e *Radius: 15*. Manter marcado a opção *White objects on black background* e manter zerado os demais parâmetros.

Figura 60 - Imagem binarizada.



6. A imagem será processada e terá como o resultado uma imagem binária.
7. A partir da imagem binarizada é possível realizar as medições de interesse. Para isso é selecionado no menu Analyze, opção Set Measurements. Abrirá uma nova janela onde será permitido selecionar as medidas a serem analisadas.

Figura 61 - Definição de medidas a serem extraídas no programa FIJI.



Como a medida de interesse é a fração de área (*Area Fraction*), só essa ficou selecionada, o programa permit, ainda, escolher a precisão da medida (0 a 9 casas decimais). A imagem abaixo representa um medida realizada.

1 01_003_30_11 - cortada-1.jpg 99.856

APÊNDICE B – QUANTIFICAÇÃO DE FASES

PROCEDIMENTOS PARA PROCESSAMENTO DIGITAL

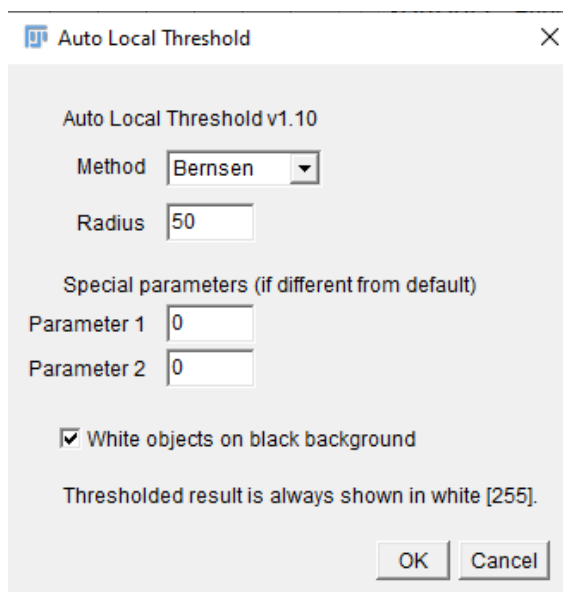
Imagem Original

Figura 62 - Imagem original obtida por MO.



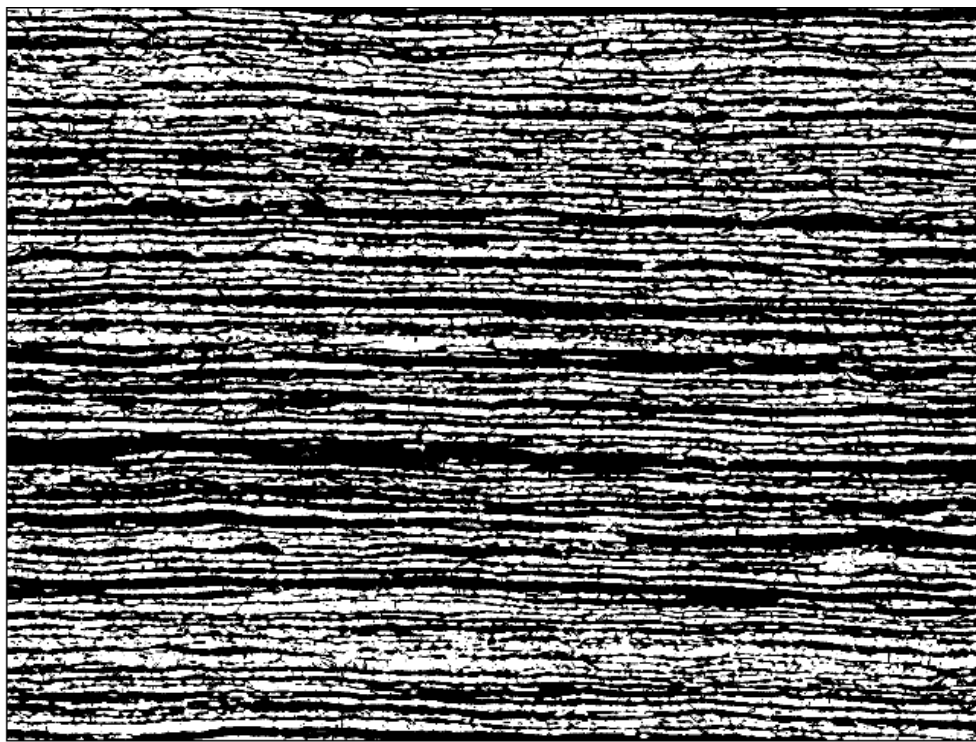
1. Transformar a imagem para 8-bits. Menu *Image*, opção *Type* e depois selecionar *8-bit*.
2. Para a quantificação das fases é preciso usar o limiar da imagem (*threshold*), para isso escolha a opção menu *Image*, opção *Adjust* e depois *Auto Local Threshold*.

Figura 63 - Escolha do método de limiar local e definição do raio de atuação dos pixels.



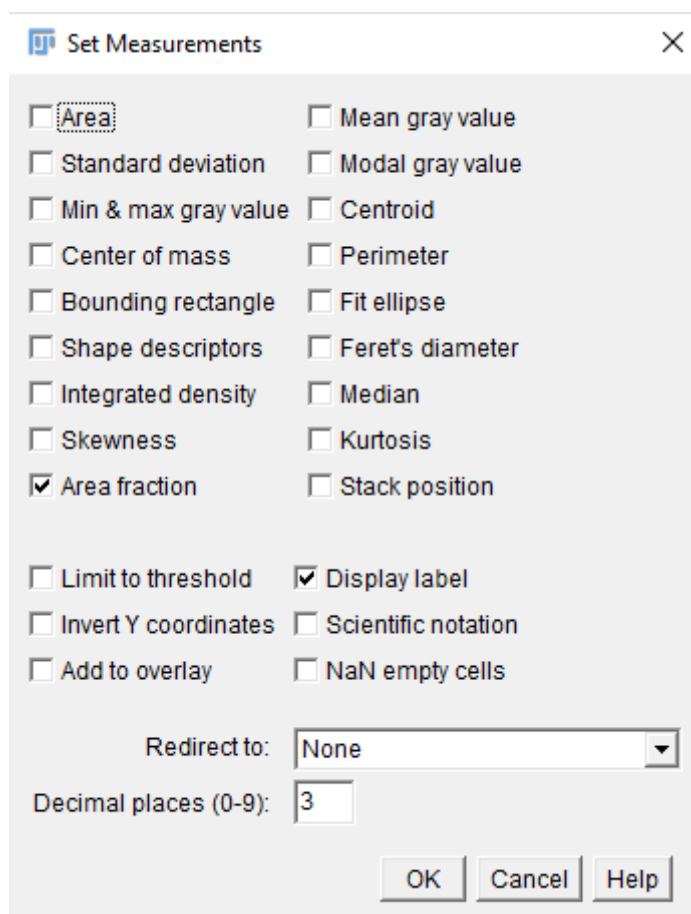
3. Na janela aberta acima, é escolhido o método de análise, Method: Bernsen e Radius: 50. Manter marcado a opção White objects on black background e manter zerado os demais parâmetros.

Figura 64 - Imagem binarizada.



4. A partir da imagem binarizada é possível realizar as medições de interesse. Para isso é selecionado no menu *Analyze*, opção *Set Measurements*. Abrirá uma nova janela onde será permitido selecionar as medidas a serem analisadas.

Figura 65 - Definição de medidas a serem extraídas no programa FIJI.



Como a medida de interesse é a fração de área (*Area Fraction*), só essa ficou selecionada, o programa permit, ainda, escolher a precisão da medida (0 a 9 casas decimais). A imagem abaixo representa um medida realizada.

1 0.01 - 0.03 - 5 min - Behara - 500x - 1.jpg 41.137

APÊNDICE C – DADOS E TESTES ESTATÍSTICOS PARA AS MEDIDAS MANUAIS E AUTOMÁTICA PARA QUANTIFICAÇÃO DE FASES.

Tabela 5 – Medidas manuais e automáticas de porcentagem volumétrica de austenita das amostras.
Nota: Os valores dentro da tabela estão em porcentagem (%).

MÉTODO	T01003-5	T01004-5	T01006-5	T01003-30	T01004-30	T01006-30	T01003-60	T01004-60	T01006-60	CR
MANUAL	38,46	42,31	35,38	39,62	31,54	43,46	29,62	30,77	46,92	42,69
	38,08	41,54	37,69	38,46	30,38	41,54	30,00	29,23	40,38	39,23
	35,77	35,77	35,00	38,85	31,54	36,15	31,54	26,92	39,23	35,77
	33,85	33,46	33,46	33,46	32,31	32,31	31,92	26,15	42,31	36,92
	41,15	34,62	32,31	36,54	32,69	31,15	31,54	20,38	39,62	31,54
	35,77	35,77	33,85	36,54	33,46	36,92	33,85	23,08	43,85	36,15
	37,31	36,54	37,31	37,31	32,31	37,31	33,46	22,31	41,54	35,77
	38,46	32,69	33,08	38,08	31,92	38,46	32,31	21,15	41,15	33,85
	38,85	38,85	34,62	36,54	33,85	39,23	30,00	31,54	43,08	34,62
	41,15	33,08	37,31	35,77	30,77	41,92	30,38	25,38	48,46	33,08
AUTOMÁTICO	37,62	39,70	33,29	40,87	35,34	39,71	38,32	34,73	43,15	39,75
	40,94	39,50	38,32	40,49	35,72	40,95	36,17	30,00	41,13	40,56
	39,51	42,70	33,83	40,42	35,61	37,94	37,37	25,15	38,87	41,15
	41,08	38,40	32,66	39,60	35,57	36,42	33,06	27,57	46,22	45,52
	43,48	37,70	32,76	41,61	34,64	34,82	33,03	26,55	38,47	39,66
	43,72	35,30	32,61	40,32	37,71	36,02	34,00	27,96	38,71	40,28
	41,41	39,60	32,44	40,27	38,02	39,40	34,91	27,10	39,49	40,18
	41,35	38,00	31,51	40,99	35,09	31,85	34,94	31,49	38,81	39,32
	40,90	38,60	35,84	41,82	33,44	30,94	33,94	28,31	42,07	42,03
	41,68	37,50	36,74	41,27	35,60	42,90	33,45	34,75	38,14	43,80

Tabelas ANOVA:

- Amostra: T01003-5:

Tabela 6 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-5.

Nota: SQ – Soma dos quadrados, GL – Graus de liberdade, MQ – Média dos quadrados.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	53,88994	1	53,88994	12,72521	0,002202	4,413873
Dentro dos grupos	76,22812	18	4,234895			
Total	130,1181	19				

- Amostra: T01004-5:

Tabela 7 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-5.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	25,05355	1	25,05355	3,274628	0,08709	4,413873
Dentro dos grupos	137,7146	18	7,650809			
Total	162,7681	19				

- Amostra T01006-5:

Tabela 8 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-5.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	4,998	1	4,998	1,171175	0,293445	4,413873
Dentro dos grupos	76,81517	18	4,267509			
Total	81,81317	19				

- Amostra T01003-30:

Tabela 9 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-30.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	66,70069071	1	66,70069	37,13932	9,3E-06	4,413873
Dentro dos grupos	32,32725897	18	1,795959			
Total	99,02794968	19				

- Amostra T01004-30:

Tabela 10 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-30.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	64,65525016	1	64,65525	43,23184	3,55E-06	4,413873
Dentro dos grupos	26,91984607	18	1,495547			
Total	91,57509623	19				

- Amostra T01006-30:

Tabela 11 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-30.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	2,821160503	1	2,821161	0,183222	0,673697	4,413873
Dentro dos grupos	277,1555459	18	15,39753			
Total	279,9767064	19				

- Amostra T01003-60:

Tabela 12 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01003-60.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	59,69761681	1	59,69762	21,66762	0,000197	4,413873
Dentro dos grupos	49,59276452	18	2,755154			
Total	109,2903813	19				

- Amostra T01004-60:

Tabela 13 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01004-60.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	67,25249913	1	67,2525	5,019271	0,037921	4,413873
Dentro dos grupos	241,1794203	18	13,39886			
Total	308,4319195	19				

- Amostra T01006-60:

Tabela 14 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra T01006-60.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	23,04903593	1	23,04904	2,854689	0,108353	4,413873
Dentro dos grupos	145,3337224	18	8,074096			
Total	168,3827583	19				

- Amostra CR:

Tabela 15 - ANOVA: Comparação entre medidas manuais e automáticas para a amostra CR.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	138,3886	1	138,3886	19,5212	0,000331778	4,413873
Dentro dos grupos	127,6046	18	7,089144			
Total	265,9932	19				