

UNESP
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá

« Influência das Condições do Ataque
Químico para Revelação Metalográfica sobre
Investigação Quantitativa por Sistemas de
Processamento Digital e Análise de Imagens »

Guaratinguetá
1999



1110000415



***"Influência das Condições do
Ataque Químico para Revelação
Metalográfica sobre Investigação
Quantitativa por Sistemas de
Processamento Digital e Análise de
Imagens "***

ROSINEI BATISTA RIBEIRO

109



**INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DO ATAQUE QUÍMICO PARA
REVELAÇÃO METALOGRAFICA SOBRE INVESTIGAÇÃO
QUANTITATIVA POR SISTEMAS DE PROCESSAMENTO DIGITAL
E ANÁLISE DE IMAGENS.**

ROSINEI BATISTA RIBEIRO

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá da
Universidade Estadual Paulista, para a
obtenção do título de Mestre em
Engenharia Mecânica .

415

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de O. Hein.

Co-orientador: Prof. Dr. Alain Laurent M. Robin.

Guaratinguetá – S.P.

1999

415



24/04/00

R\$30,00

Doação

Ficha catalográfica preparada na Seção de Aquisição e Tratamento da
Informação da Biblioteca -FEG-UNESP.

Ribeiro, Rosinei Batista

R484i Influência das Condições do Ataque Químico para Revelação
Metalográfica sobre Investigação Quantitativa por Sistemas de
Processamento Digital e Análise de Imagens/Rosinei Batista Ribeiro.
Guaratinguetá, 1999.

130f.:il.; 30cm

Bibliografia: f.119-125

Inclui apêndice

Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá, 1999.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein

1. Metalografia,

I. Título

CDU 620.18

T620 18/043

R 484e

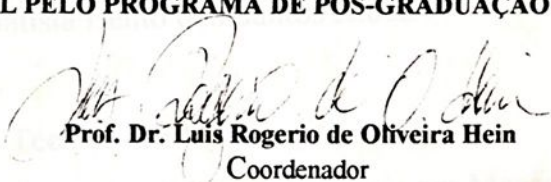
**"INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DO ATAQUE QUÍMICO PARA REVELAÇÃO
METALOGRÁFICA SOBRE INVESTIGAÇÃO QUANTITATIVA POR SISTEMAS DE
PROCESSAMENTO DIGITAL E ANÁLISE DE IMAGENS"**

ROSINEI BATISTA RIBEIRO

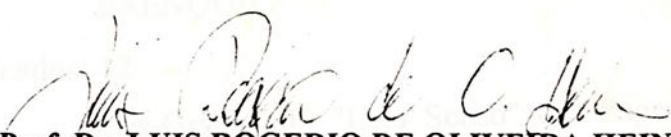
**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
"MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA"**

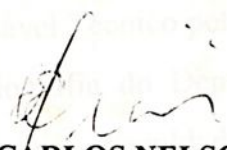
**ESPECIALIDADE: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS**

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN
Orientador / Unesp-Feg


Prof. Dr. CARLOS NELSON ELIAS
UFF


Prof. Dr. DURVAL RODRIGUES JÚNIOR
FAENQUIL

Agosto de 1999

DADOS CURRICULARES

ROSINEI BATISTA RIBEIRO

NASCIMENTO: 15.06.1971

FILIAÇÃO	Jorge Antonio Ribeiro Ana Batista Bento dos Santos Ribeiro
1986/1988	Curso Técnico em Metalurgia.
1992/1994	Curso de graduação em Tecnologia em Mecânica- Processo de Produção.
1996	Curso de Adaptação Curricular em Engenharia- FAENQUIL.
Artigos Publicados: 12.	
1999	Pós-Graduando "Latu Senso" em Engenharia da Qualidade - FAENQUIL.
1989/data Presente	Responsável Técnico pelo Laboratório de Materialografia do Departamento de Engenharia de Materiais - Faculdade de Engenharia Química de Lorena- DEMAR/FAENQUIL.

DEDICATÓRIA

*Aos meus pais, Jorge e Ana, e a minha noiva, Daniela, pela
motivação e incentivo.*

*À toda minha família e em especial ao meu Avô **Sr. Argemiro
Antonio Ribeiro** (in Memoriam).*

AGRADECIMENTOS

- *A Deus;*
- Ao Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein pela orientação de maneira ética e paciente, pela oportunidade, incentivo, amizade e pelas excelentes condições de trabalho oferecidas durante o desenvolvimento da dissertação;
- Ao Prof. Dr. Alain Laurent M. Robin (Co-orientador) pela colaboração, motivação, companheirismo, ajuda;
- As meus pais Jorge A. Ribeiro e Ana B. B. dos Santos Ribeiro pela motivação, ajuda em todo âmbito e orientação durante a realização da dissertação;
- À minha irmã Rosana Batista Ribeiro e seus filhos Renam Miller Batista Ribeiro, Jorge Luis Batista Ribeiro e Rayana Ribeiro Lourenço devido ao respeito e sempre me refiro aos bate papas realizados naquelas horas tão cruciais;
- Ao meus tios Ademar Albino "In Memoriam" e Maria Aparecida Albino "*família*" devido à minha educação familiar no início da minha vida no desrespeito foi fundamental, respeito pessoal e por sempre acreditar em mim mesmo, quando sendo criticando por várias pessoas;
- Ao Prof. Dr. Tomaz M. Hashimoto pela idealização de minha vida profissional ;
- Aos Técnicos do DMT/FEG/UNESP pela atenção e disposição dedicada, em especial aos senhores Wilson Roberto Monteiro, Célio José de Souza e Manoel Francisco dos Santos Filho;
- A senhora Maria Aparecida Alckmin, secretária do DMT-FEG/UNESP pela amizade;

- As excelentes profissionais do DFQ-FEG/UNESP, Engenheira Conceição e a Técnica em Química Ana pela ajuda na preparação das soluções químicas.
- Aos Engenheiros Emerson A. Raymundo e Ana Lúcia Horovistiz (LAIMat-DMT-FEG/UNESP) pela amizade, motivação e incentivo ocorridos durante os momentos (dia a dia) que envolveram o desenvolvimento deste trabalho;
- A Todos funcionários do DEMAR-FAENQUIL e em especial ao especialista em Engenharia da Qualidade Jorge Luis Rosa e ao Mestrando Gilbert Silva pela amizade, convivência profissional e colaboração nos ensaios eletroquímicos e difração de Raio-X, respectivamente;
- Aos Projetistas Nacir Izidoro e Especialista em Eng. da Qualidade Everaldo P. Bruno pela presteza e alta qualidade das figuras ;
- A M.Sc. Rosemile Fukuoka pela amizade e ajuda nos trabalhos durante a adaptação curricular na FAENQUIL;
- Ao Prof. Osvaldo Guimarães Cobra pela dedicação e motivação durante a realização da minha adaptação curricular na FAENQUIL e também ao estudante de Engenharia Química Alden C. da Silva pela ajuda e cooperação no desenvolvimento dos trabalhos de Cálculo Numéricos e Computacionais;
- Aos membros do Conselho do Departamento de Engenharia de Materiais (CD-DEMAR), que contribuíram com a aprovação do meu afastamento.;
- Ao Prof. Dr. Durval Rodrigues Júnior que sempre me apoiou em todas as formas;
- A todos os alunos do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da FAENQUIL (DEMAR), em especial ao casal Alfeu Saraiva Ramos e Erika Coaglia Trindade Ramos, que sempre me deram aquela força e motivação extra, bem como aos colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da FEG/UNESP, pela compreensão e apoio durante a realização do trabalho ;

- A toda família da minha noiva, Sr. Antonio Carlos da Silva, Dona Lourdes, Júnior, Luciano, Gabriele e claro a Daniela Aparecida Silva por sempre acreditar no meu potencial e não posso de esquecer pelo apoio financeiro *naquelas horas difíceis*;
- Agradeço também a meus *avós Benedita Maria e Argemiro pelo apoio financeiro*;
- Às minhas tias Dita e Cida, que a cada momento difícil de minha vida contavam uma estória diferente, que sempre mudavam meu modo de pensar, agir e criando motivação, força espiritual a cada novo dia de trabalho;
- Ao pessoal da equipe de futebol da Oficina Esporte Clube que sempre me apoiou com seus pensamentos positivos e em especial ao Tenente João Toledo;
- Todas as demais pessoas que de direta ou indiretamente colaboraram com o desenvolvimento desta dissertação de Mestrado.

LISTAS DE FIGURAS

Fig.- 1 Método de designação e localização da área a ser apresentada na Fotomicrografias.	5
Fig. 2- Representa o desenvolvimento da técnica do ataque químico "imersão".	14
Fig. 3- Vista Tridimensional de um cristal contendo uma discordância em cunha.	34
Fig. 4- Mostra uma microestrutura polifásica, vista em três dimensões.	37
Fig. 5- Características microestruturais da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al: (a) Envelhecida a 350°C durante duas horas ; (b) ídem, porém, Envelhecida a 600°C .	46
Fig. 6- Condições de tratamento térmico impostas: (a) metodologia Realizada; (b) maneira supostamente incorreta.	48
Fig. 7- Representa a variação do tempo de ataque químico, utilizando o Eletrólito: 1mL HF –6mL HNO ₃ -100mL água. (a) 20% a menos do tempo ideal de ataque químico; (b) tempo ideal e (c) 20% a mais.	57
Fig. 8- Representa a variação do tempo de ataque químico, utilizando o eletrólito: 3mL HF –6mL HNO ₃ -100mL água. (a) 20% a menos do tempo ideal de ataque químico; (b) tempo ideal e (c) 20% a mais.	58
Fig. 9- Tempos de ataque em dois tipos de soluções (1mL HF- 6mL HNO ₃ -100mL água e 3mL HF –6mL HNO ₃ -100mL água) para a revelação microestrutural da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida.	59

Fig. 10—Microestrutura de amostra da liga Ti 15-3 solublizada e envelhecida a 350°C por 2 horas.	64
Fig. 11- Efeito da aplicação do filtro da média 11x11 na imagem mostrada na figura 10.	68
Fig. 12- Efeito da aplicação do filtro da ,média 15x15, três vezes	69
Fig. 13- Cópia da Imagem original e extração da luminosidade (original menos imagem filtrada)	70
Fig. 14- Imagem filtrada menos a imagem original	71
Fig. 15- A ampliação do contraste imagem.	72
Fig. 16- Segmentação e aplicação sucessivas de erosão e dilatação na imagem.	73
Fig. 17- Esqueletização da Imagem	73
Fig. 18- Comportamento do brilho junto a borda.	75
Fig. 19- Efeito da derivação nas relações de contraste	76
Fig. 20- Ação de um filtro espacial derivativo nas suas oito rotações possíveis.	74
Fig. 21- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 0°	81
Fig. 22- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 45°	82
Fig. 23- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 90°	82
Fig. 24- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 135°	83
Fig. 25- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 180°	83
Fig. 26- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 225°	84
Fig. 27- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 270°	84
Fig. 28- Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 315°	85
Fig. 29- Composição das imagens A add (0° e 45°).	86
Fig. 30- Composição das imagens B add (A e 90°).	87
Fig. 31- Composição das imagens C add (B e 135°).	87
Fig. 32- Composição das imagens D add (C e 180°).	88

Fig. 33 - Composição das imagens E add (D e 225°).	88
Fig. 34- Composição das imagens F add (E e 270°).	89
Fig.35- Inverso de G= add (F, 315°).	89
Fig. 36 – Segmentação "Threshold", filtragem binária e inversão do LUT.	90
Fig. 37 – Esqueletização da imagem.	91
Fig. 38- Difrátogramas de Raios-X da liga Ti-15-3 envelhecida 350°C,450°C e 600°C durante duas horas.	99
Fig. 39 - Apresentam a influência da temperatura de envelhecimento em Relação a morfologia da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al tratada durante duas horas: (a) a 350°C; (b) 450°C; (c) 500°C e (d) 550°C.	100
Fig. 40- Relação entre tempo ideal de ataque químico e a temperatura de envelhecimento da liga Ti-15-3 para diferentes soluções de Ataque.	101
Fig. 41- Tempos ideais de ataque químico utilizando o reagente Kroll (2mL HF –6mL HNO ₃ -100mL H ₂ O) em relação a temperatura de envelhecimento da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-Al.	102
Fig. 42- Evolução do potencial de corrosão da liga Ti-15-3 envelhecida A 350°C durante duas horas, soluções " reagente Kroll " contendo 2mL HF –4mL HNO ₃ e 6mL HF –6mL HNO ₃ em 200mL H ₂ O.	103
Fig. 43 - Curva de polarização da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida À 600°C durante duas horas.	104
Fig. 44 - Curvas de polarização da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecidas a 350°C e 600°C, na solução "reagente Kroll" (2mL HF – 4mL HNO ₃ em 200mL água) com velocidade de corrosão de 1mV ⁻¹ .	106
Fig. 45 - Objetos com geometria diferenciada e contornos com espessuras variadas, figura teste original.	110

Fig. 46- Objetos analisados através da aplicação da rotina de Processamento digital de imagem "intensidade"	111
Fig.47- Objetos analisados através da aplicação da rotina de Processamento digital de imagem, "Scharr"	112

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Estrutura cristalina dos principais metais puros	32
Tabela 2- Apresenta os valores típicos de reflectividade	39
Tabela 3- Condições de envelhecimento avaliadas	53
Tabela 4- Composição da solução de ataque químico	52
Tabela 5- Relação dos fatores e níveis utilizados na construção da matriz experimental	53
Tabela 6- Matriz experimental	53
Tabela 7- Solução utilizada no estudo eletroquímico	53
Tabela 8- Composição das soluções para os ataques químicos- <i>Reagente Kroll</i>	60
Tabela 9- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (2mL HF- 6mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	93
Tabela 10- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (3mL HF- 4mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C , 400°C, 450°C, 500°C, 550 °C e 600°C durante duas horas.	94
Tabela 11- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (1mL HF- 2mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	94
Tabela 12- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (1mL HF- 4mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	95

Tabela 13- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (1mL HF-6mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	95
Tabela 14- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (2mL HF-2mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	96
Tabela 15- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (2mL HF-4mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	96
Tabela 16- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (3mL HF-2mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	97
Tabela 17- Tempos do ataque químico " <i>reagente Kroll</i> " - (3mL HF-6mL HNO ₃ –100mL H ₂ O) amostras envelhecidas a 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C e 600°C durante duas horas.	97
Tabela 18- Valores das densidades de corrente crítica e na região passiva (mA.Cm ⁻²) para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida a 350°C e 600°C utilizando o reagente Kroll	105
Tabela 19- Indicam as condições, rotinas de processamento digital de imagens e as soluções de ataque químico adequadas a liga Ti-15-3 envelhecida, definidas por um nível de significância menor ou igual a 5% em relação as medidas feitas manualmente pelo método dos interceptos de Heyn.	109

Tabela 20- Figura original com dados calculados 113

Tabela 21- Valores calculados após a aplicação da rotina de processamento digital
de imagem "intensidade" 113

Tabela 21- Valores calculados após a aplicação da rotina de processamento digital
de imagem "Schar" 114

LISTA DE ABREVIATURA E SÍMBOLOS UTILIZADOS

ASTM	"American Society for Testing and Materials"
ASTM, E 3 – 1998	Refere-se a metodologia da preparação metalográfica dos Materiais segundo a ASTM.
DUR, OP-CHEM, OP-NAP	Tipos de panos para o processo de polimento em amostras metalográficas.
Å	Angstroms.
nm	Nanometro
CCC	Estrutura cristalina: Cúbica de Corpo Centrado.
CFC	Estrutura cristalina: Cúbica de Face Centrada.
HC	Estrutura cristalina: Hexagonal Compacta.
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão.
Pixels	Picture Elements.
CCD	(Charge Coupled Device) Dispositivo a Carga Acoplado.
CID	(Charge Injection Device) Dispositivo por Injeção de Carga.
AMS	American Military Society.
Dp-9	Modelo da politriz (Equipamento que se realiza o processo de lixamento e polimento).
HF-48%	Ácido fluorídrico em relação ao grau de pureza.
HNO₃-65%	Ácido nítrico em relação ao grau de pureza.
H₂O	Água deionizada
mL	Mililitro.
PAR 327 A	Modelo do potenciostato.
M 352	Software utilizado nos ensaios eletroquímicos.

β	Estrutura alotrópica CCC da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al.
α	Estrutura característica HC da fase envelhecida da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al

RIBEIRO, R. B. *Influência das Condições do Ataque Químico para a Revelação Metalográfica sobre a Investigação Quantitativa por Sistemas de Processamento Digital e Análise de Imagens*. Guaratinguetá - São Paulo, 1999 118p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista.

RESUMO

A principal motivação deste trabalho é avaliar o conceito de que o processamento digital de imagens na metalografia depende, na prática, os próprios procedimentos da preparação metalográficas. Assim, tomando-se como exemplo o ataque químico pelo reagente Kroll para a revelação de microestruturas da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, é estudada a relação entre a composição do reagente, o tempo de ataque e a eficiência de rotinas de processamento digital de imagens. Este caso é particularmente interessante pois os grãos são revelados em planos com diferentes elevações, produzindo tanto contornos claros como escuros, sendo uma situação não prevista na norma ASTM E1382-97 e que exige o uso intenso de ferramentas de processamento para sua análise por sistemas automáticos.

Para tanto, em primeiro lugar, estudou-se a relação entre a cinética de ataque e a microestrutura presente, avaliando-se os tempos de reação e o comportamento eletroquímico de amostras envelhecidas a temperaturas entre 350°C e 600°C por duas horas. Observou-se, com as diferentes composições de ataque empregadas, que a cinética é mais rápida com a precipitação da fase α (hcp) na matriz β (ccc), que ocorre mais intensamente no envelhecimento a partir de 450°C. Também foi observado que o aumento na concentração de ácido fluorídrico acelera o ataque químico, enquanto que a concentração de ácido nítrico, que é o agente oxidante, não influencia o processo de maneira significativa.

Em segundo lugar, foi avaliada a relação entre a condição de ataque e a eficiência, tomando-se como base medidas do tamanho de grão ASTM pelo método

manual de contagem de interceptos de Heyn, de duas rotinas de processamento digital criadas com base em conceitos diferentes. Observou-se que para tempos mais elevados de ataque e/ou para concentrações mais elevadas de ácido fluorídrico, a eficiência das rotinas foi maior, especialmente para aquela baseada em filtros espaciais derivativos.

Palavra Chave: Metalografia, Eletroquímica, Análise de Imagem, Processamento Digital de Imagem; Ataque Metalográfico.

RIBEIRO, R. B. Influence of the Chemical Etching for Metallographic Revealing Condition on Quantitative Investigation by Digital Processing and Image Analysis Systems. Guaratinguetá - São Paulo, 1999 118p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista.

ABSTRACT

The main motivation of this work is to avail the concept that digital image processing for materialography includes, in a practical sense, the procedures of materialographic surface preparation. Then, taking the example of Ti-15V3Cr-3Sn-3Al alloy microstructural revealing by chemical attack with Kroll's reagent, the relation among reagent composition, immersion time and the efficiency of digital image processing routines is studied. This case is quite interesting because the grains are revealed for planes with local different elevations, producing dark and light contour marks, that is not predicted by ASTM E 1382-97 standard and implies in a heavy use of processing tools for quantitative analysis by automatic systems.

To understand it, at first, the relationship of chemical kinetics and the microstructure was studied, by availing of reaction times and electrochemical behaviour of samples aged at temperatures from 350°C to 600°C for 2 hours. It was observed that the faster kinetics occurs with the precipitation of α (hcp) phase particles into β (bcc) phase, increased for ageing treatments above 450°C. It was also observed that the increasing on fluoridric acid concentration accelerates the chemical attack. In the other way, the concentration of nitric acid, acting as the oxidant agent, does not alter the whole process by a significant amount.

Finally, the relation between attack conditions and the efficiency of two digital image processing routines based on different fundamentals was availed using ASTM grain size measurements by Heyn's manual intercept counting method. It was observed that for large immersion times and/or for higher fluoridric acid

concentrations, the routines efficiency was more effective, specially for that based on spacial derivative filters.

Keywords: Metallographic, electrochemical, Image Analysis, Digital Image Processing, Metallographic Etching.



SUMÁRIO

<i>SUMÁRIO</i>	<i>i</i>
<i>RESUMO</i>	<i>1</i>
 <i>1-Introdução</i>	 <i>2</i>
 <i>2-Revisão bibliográfica</i>	 <i>3</i>
 2.1- Preparação superficial das amostras	 3
Cortes Macro-Micrográficos	3
Identificação	6
Embutimento ou Montagem	6
Lixamento	7
Limpeza e Secagem	8
Polimento	8
2.2- Ataque Metalográfico	10
Introdução	10
Mecanismo e cinética de ataque metalográfico	11
2.3- Técnica de Ataque	13
Tipos de ataque	15
Ataque Químico	15
Ataque colorido	16
Coloração térmica	21
Ataque térmico	21
Anodização	22
Ataque potencioestáticos	23
Ataque eletrolítico	24

2.4- Técnicas de Contraste na Microscopia Óptica	24
Iluminação em campo claro	26
Iluminação oblíqua	26
Iluminação em campo escuro	26
Iluminação em contraste de fase	27
Iluminação em contraste de interferência diferencial	27
Iluminação com luz polarizada	28
2.5- Conceitos Básicos da Descrição Morfológicas de Microestrutura	30
Estrutura cristalina	31
Defeitos cristalinos	32
Defeitos Puntiformes	33
Discordância	34
Defeitos bidimensionais	34
Defeitos empilhamento	35
Defeitos de macla	35
Contornos de sub-grãos	36
Contornos de grãos	36
Interfaces	36
Classificação das microestruturas polifásicas	37
2.6- Processamento e Análise de Imagens	38
Definições básicas	38
Introdução	40
Operações Básicas de um Sistema de Análise de Imagem	40
Principais aplicações	41
Aquisição das Imagens por Câmeras CCD	42
Parâmetros e Controle de Medidas	42

3- Materiais e Métodos	44
3.1- Objetivos do Experimento	44
3.2- Avaliação da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al	45
3.3- Condições de tratamento térmico Impostas	47
3.4- Tratamento Térmico	48
3.5- Análise por Difração de Raio-x	49
3.6- Preparação da Superfície para o Ataque	50
3.7- Técnicas de Otimização do Planejamento de Experimento	52
3.8- Estudo do Comportamento Eletroquímico da liga Ti- 15V 3Cr- 3Sn- 3Al Envelhecida no Reagente Kroll	54
3.9- Controle das Variáveis e Ataque Químico	55
3.10- Aquisição e Digitalização das imagens por Microscopia ótica	62
3.11-Processamento Digital de Imagens	62
4- Resultados e Discussão	92
4.1- Condições de Tratamento Térmico Impostas	92
4.2- Tempo de Ataque Químico x Microestrutura	92
4.3- Comportamento Eletroquímico da Liga Ti- 15V- 3Cr- 3Sn- 3Al Envelhecida em função do Reagente Kroll	102
4.4- Processamento digital de Imagem x Condições de ataque químico	107
5- Conclusões e Comentários finais	116
6- Referências bibliográficas	118
Apêndice	125

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

1. Considerações Gerais:

A metalografia pode ser definida como arte e ciência dedicadas à caracterização microestrutural dos materiais metálicos. Considera-se que a mesma se iniciou com SORBY em 1863, quando a primeira amostra foi observada em um microscópio. A metalografia é, dentro da metalurgia física, uma técnica que permite investigar as microestruturas com o objetivo de caracterizá-las quantitativa e qualitativamente, através do estudo das estruturas internas dos metais e suas ligas, e da relação dessas com suas propriedades físicas, químicas e mecânicas.

A caracterização microestrutural de uma liga metálica, de maneira geral, envolve quatro processos distintos: a seleção das regiões de interesse, preparação da superfície a ser seccionada, o desenvolvimento da estrutura da superfície seccionada para o processo de um ataque apropriado e um exame microscópico profundo da superfície. Os quatro estágios globalizam e integram todo o processo metalográfico, caracterizando os fatores morfológicos da microestrutura.

O presente trabalho caracteriza-se pela análise da influência das variáveis do ataque químico utilizando o reagente Kroll, onde investiga-se a relação entre a evolução microestrutural e os parâmetros de ataque químico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al tratada termicamente, identificando e quantificando os fatores microestruturais que foram analisados por microscopia ótica, processamento digital de imagens e a determinação do comportamento eletroquímico.

O objetivo deste projeto de pesquisa consistiu em se estudar os efeitos das condições de ataque para revelação de microestruturas previstas nas normas ASTM



E 3- 98, E 407-97, E 1382-98 e a E 112-96 sobre os resultados obtidos na análise quantitativa dos parâmetros morfológicos, dentro do contexto da aplicação de ferramentas de processamento e análise de imagens. Deste modo, busca avaliar e explorar o uso das técnicas de ataque para a aplicação de processamento e análise quantitativa de imagens microestruturais.



Capítulo 2-

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2- *Materialografia*

As novas técnicas de preparação superficial dos materiais e os parâmetros de microscopia relacionados com a aplicabilidade para a caracterização de maneira adequada dos fatores microestruturais são denominados técnicas ceramográficas, metalográficas e/ou petrográficas.

A materialografia é a extensão do termo metalografia e das outras técnicas de caracterização microestrutural e é definida como uma disciplina da Ciência dos Materiais, limitando somente a caracterização dos aspectos microestruturais através de sua preparação e investigação microscópica aplicados em diversos grupos de materiais [Exner, H.E., 1999].

2.1-*Preparação Superficial das amostras*

2.1.1-*Seccionamento:*

Cortes Macrográficos:

Os cortes para realização de ensaios macrográficos podem ser *longitudinais*, quando seccionados ao longo do eixo do corpo de prova para identificar e caracterizar grandes deformações, ou *transversais*, quando realizados perpendicularmente ao eixo, definido pela menor dimensão, para avaliar pequenas deformações dos grãos e normalmente sem o alinhamento.



A figura 1 ilustra as maneiras da designação proposta, quanto ao seccionamento das amostras, onde A é definido como a superfície a ser laminada, B direção de laminação, C ângulo de laminação, D a seção longitudinal e paralela a superfície laminada, E seção longitudinal e perpendicular a superfície a ser laminada, F seção transversal, H seção longitudinal radial e D seção longitudinal tangencial (ASTM, E 3-1998).

Os seccionamentos geralmente são realizados por serra manual, e ou por discos abrasivos ou diamantados. O ponto crítico é a refrigeração da amostra pois, em alguns casos, o calor gerado entre a amostra e o disco abrasivo pode elevar a temperatura a 600°C e a 300°C por exemplo aos aços, o que altera qualquer macroestrutura e/ou microestrutura, através da oxidação, deformação da superfície da amostra e absorção de gases.

Existem outros tipos de cortes especiais como: microtomia (onde são permitidos pequenos avanços e baixas pressões de cortes), por ácido (onde o objetivo é obter uma superfície isenta de deformações) e o corte por eletroerosão (que consiste em dois eletrodos, sendo um deles a peça a ser estudada) [Vander Voort, 1984, Petzow, 1978].

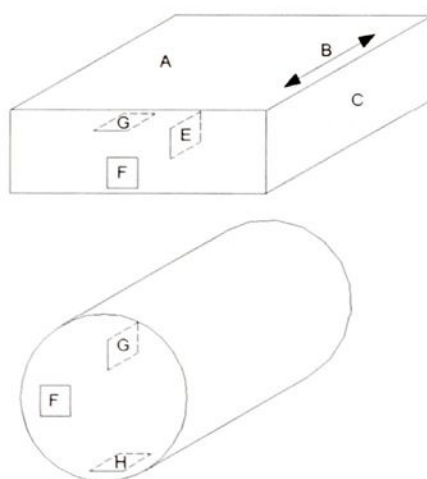


Figura 1- Método de designação e localização da área a ser apresentada na fotomicrografias (ASTM E 3-1998).

Cortes Micrográficos:

Os cortes micrográficos são os mais comumente empregados em laboratórios metalográficos, onde as amostras devem apresentar dimensões em torno de 10x10x10mm e a sua aplicabilidade refere-se a características e dimensões específicas como: ductilidade e espessura da amostra, entre outras. A grande vantagem deste método é o excelente acabamento superficial, devido à utilização de discos diamantados delgados e baixa velocidade de corte, caracterizando-se pela manutenção dos aspectos microestruturais e por facilitar a preparação superficial da amostra [Vander Voort, 1984].

2.1.2- Identificação:

As amostras são convenientemente conhecidas através de sua identificação e da determinação de sua origem. Os corpos de prova deverão ser claramente identificados a fim de que não ocorra nenhum extravio durante as preparações subsequentes.

Os métodos mais utilizados são: estampagem ou gravador elétrico. O método de estampagem baseia-se em deformações locais, o gravador elétrico consiste no aquecimento e erosão.

A marcação deve ser feita no lado oposto da face a ser preparada, a fim de evitar danos. A identificação também pode ser feita por etiquetas no momento do embutimento a frio, para resinas transparentes [Petzow, 1978].

2.1.3- Embutimento ou montagem:

O embutimento consiste na montagem de corpos de prova após o corte, onde o objetivo principal é facilitar o manuseio para a execução da preparação metalográfica. A montagem deve situar-se entre 1/2 e 2/3 da sua maior dimensão para maior equilíbrio e para evitar-se problemas quanto ao lixamento e polimento, como por exemplo: abaulamento, rasgamento das lixas e etc.

O embutimento a quente (compressão) pode ser de dois tipos básicos:

- resinas termo-moldáveis, são aquelas que requerem pressão e calor durante o ciclo de moldagem, sendo o tipo mais comum denominado Bakelite;
- as resinas termoplásticas são aquelas que requerem calor e pressão durante processo de moldagem, porém, são fundidas a temperatura ambiente, são exemplos a Lucite ou transóptica.



Antes das montagens e/ou embutimento das amostras metalográficas, elas devem geralmente ser cortadas ou até sofrerem um pré-lixamento a fim de obter-se uma superfície plana para facilitar os processos subsequentes.

O embutimento a frio tornou-se bastante popular desde sua introdução em 1950. Em geral este processo é caracterizado por dois componentes (líquido ou sólido), onde um deles é a própria resina e outro o endurecedor (catalisador), sendo misturados em proporções adequadas, até que se obtenha uma solução homogênea [Vander Voort, 1984].

2.1.4- Lixamento

O lixamento é uma etapa mais importante na preparação de amostra, devido à possibilidade de danos causados pelo corte da superfície. O processo de lixamento, depende da intensidade de rugosidade e/ou profundidade (dano) do corte .

O método clássico da preparação metalográfica consiste na utilização de lixas na seguinte seqüência: #180, 220, 320, 400, 600, 1000, 1200, 2400 e 4000. No processo, utilizam-se lixas de carbetto de silício impermeável sob fluxo de água, para remover os resíduos e lubrificação. Além da água, outros lubrificantes podem ser usados, como: querosene, vaselina, glicerina, álcool etílico, óleos vegetais.

As clássicas rotações a 90° entre as lixas de diferentes granulações podem ser modificadas conforme as formas, dimensões e as condições estruturais do material. A observação periódica em um microscópio ótico é recomendável [Vander Voort, 1984, Samuels, 1982].



2.1.5- Limpeza e Secagem:

A limpeza e a secagem dos corpos de prova são etapas importantes na preparação metalográfica, e tem por objetivo removerem os resíduos e artefatos decorrentes do lixamento, aumentando a eficiência dos processos.

A etapa crítica da limpeza ocorre após o lixamento fino anterior ao polimento grosseiro, devido à diferenciação dos abrasivos. Os métodos mais comuns de limpeza de amostras são:

- Molhamento: é mais usado e consiste em utilizar fluxo de água em corrente contínua e, em seguida, limpando-se a amostra com escova ou algodão;
- Cuba de ultra-som: é mais efetivo, porém, nem toda contaminação é removida, o tempo de ensaio é da ordem de 10 a 30 segundos.

A secagem deve ser feita utilizando álcool, benzeno ou líquidos de baixo ponto de fusão com auxílio de ar quente [Petzow, 1978].

2.1.6- Polimento:

O processo de polimento é baseado na produção de superfícies planas e na remoção dos riscos livres das superfícies com alta reflectividade. Os polimentos podem ser classificados como:

a)-*Mecânico*: onde a finalidade é obter superfícies planas sob quaisquer aspectos. Os riscos, deformações e manchas são características conseqüentes do polimento mecânico e a finalidade do processo é produzir uma superfície satisfatória para que se possa medir passo a passo a remoção dos defeitos superficiais do material.

b)-*Deslizamento (Skidding)*: Quando o deslizamento da amostra polida é feito por movimentos em um único sentido com giros periódicos em 180° sobre feltros apropriados.



c)-*Mecânico múltiplo*: A maior mecanização dos processos de polimento torna o processo mais atraente, em relação a outros métodos, por permitir controle da velocidade, tempo e da força (pressão) de polimento, caracterizando-se pela remoção das camadas alternadas com menor trabalho e experiência operacional.

d)-*Vibratório*: Consiste em um pêndulo torcional, movimentado, à quase-ressonância por um eletromagneto alimentado por corrente alternada. O movimento provoca o deslocamento do corpo de prova montado dentro de cápsulas metálicas ao redor da periferia do prato, sem rotação significativa, de modo semelhante ao polimento convencional.

e)-*Eletrolítico*: Quando um metal é imerso em soluções químicas aquosas adequadas, passa à solução como íons metálicos M^+ deixando os elétrons no metal. A proposta do polimento eletrolítico é a utilização de misturas ácidas como ácidos fosfórico, sulfúrico e outros em soluções ionizantes como a água ou álcool. Os principais parâmetros que influenciam o polimento eletrolítico são: a densidade de corrente, voltagem, composição, temperatura e a taxa de fluxo do eletrolítico, tempo de polimento e as condições iniciais da superfície da amostra.

f)-*Químico*: O polimento químico por dissolução anódica de uma superfície metálica pode ser obtido sem aplicação de uma fonte de corrente, provendo-se de um reagente catódico adequado. O polimento químico abrange essa hipótese quando ocorre a corrosão uniforme e espontânea, acontecendo de maneira que se satisfaçam as condições adequadas para o polimento da amostra.

O polimento por abrasivos pode ser classificado como: *grosso* e *fino*. O polimento grosso é aquele que utiliza de abrasivos na faixa de 30 a 3 μm , enquanto que para o polimento fino usa-se abrasivos finos de 1 μm e até granulometrias menores. No polimento manual, a amostra é forçada firmemente contra a rotação (movimento giratório) usando alta pressão e rotação oposta à direção de movimento giratório.



Geralmente a pressão torna-se moderadamente alta durante a fase inicial do polimento, a fim de eliminar toda deformação ocasionada pelo lixamento, com a pressão tendendo a diminuir gradualmente no estágio final do processo.

Para a etapa do polimento final existem outros abrasivos ou agentes polidores como sílica coloidal, que são atualmente usados com frequência. Os polimentos são realizados em politrizes apropriadas, onde as pastas de diamante e suspensões de alumina são impregnadas em feltros especiais, como os da marca Struers tipo DUR, OP-CHEM, OP-NAP [Vander Voort, 1984, ASTM E 3- 1998, Coutinho, 1980].

2.2- Ataques Metalográficos:

2.2.1- Introdução:

O ataque metalográfico tem como finalidade revelar os aspectos morfológicos microestruturais da superfície da amostra devidamente polida. Todos os aspectos que exibem diferenças significativas na refletividade, podem ser observados sem ataque como, por exemplo, fissuras, poros, pites e inclusões não metálicas. Isto ocorre devido a fortes diferenças de cores ou ampla diferença do plano superficial de polimento (relevos).

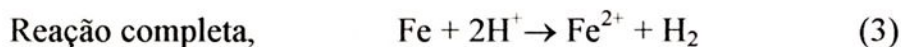
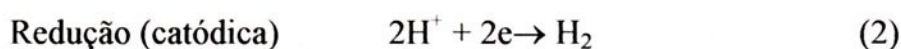
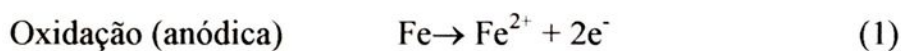
Os ataques metalográficos podem ser classificados em duas categorias: *técnicas destrutivas e não destrutivas*. Os ataques metalográficos não destrutivos baseiam-se nos ataques óticos, que são aqueles que revelam as diferenças microestruturais sem alteração da superfície polida, como por exemplo, o princípio de iluminação de Kohler.

Os ataques metalográficos destrutivos (físicos e eletroquímico) são aqueles que induzem a mudanças da superfície da amostra, devidos aos fatores químicos e/ou físicos [Petzow, 1985].

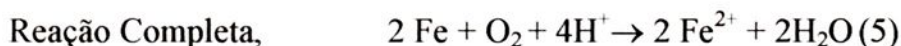
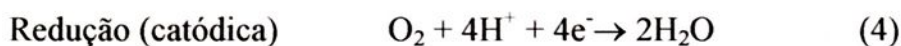
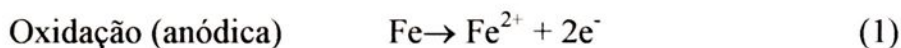


2.2.2- Mecanismo e Cinética dos Ataques Metalográficos:

O ataque metalográfico é basicamente um processo de corrosão realizado pela ação eletrolítica entre superfícies com potenciais diferentes e consiste na reação entre a superfície polida e o eletrólito, resultando numa alteração ou variação estrutural da superfície [Kelh et. al., 1954]. O ataque químico utilizando soluções aquosas é baseado em reações eletroquímicas para corrosão nos metais nas quais ocorrem simultaneamente reações de oxidação (geralmente, metal dissolvido ou formação de óxidos) e redução catódica (prótons ou redução do oxigênio). Por exemplo, a corrosão do ferro em soluções ácidas é expressa da seguinte maneira:



Como segundo exemplo, para corrosão do ferro em soluções contendo oxigênio dissolvido, as seguintes expressões podem ser usada:



A reação para dissolução do metal ($M \rightarrow M^{n+}$) é dirigida para a reação catódica $O \rightarrow R$, como:



Onde M é o metal, O é o oxigênio ou outro reagente oxidante, $n+$ é a carga múltipla e R é o metal reduzido ou redução. O processo de corrosão tem sido descrito como duas reações separadas, ocorrendo em dois locais distintos na mesma superfície, e estes dois locais são conhecidos como: ânodo ou local de dissolução do metal, e cátodo ou local da reação de redução.

A corrosão em meio aquoso é um processo de difícil entendimento que pode ocorrer em várias formas e é afetado por inúmeras variáveis químicas, eletroquímicas e metalúrgicas, incluindo:

- composição e propriedades metalúrgicas dos metais e suas ligas;
- propriedades químicas (composição) e físicas (temperatura e condutividade);
- a presença e ausência de filmes superficiais;
- as propriedades dos filmes superficiais como resistividade, espessura, natureza do defeito e coerência [Shoesmith, 1985].

Em metais puros e ligas monofásicas, o potencial eletrolítico é estabilizado entre os grãos com diferenças de orientações, entre a matriz e o caminho da segunda fase ou de uma impureza, contorno e o interior dos grãos e ao longo do gradiente de concentração da fase heterogênea. Em ligas polifásicas este fenômeno ocorre entre a variação das fases presentes, como: composição, geometria, tamanho e etc.

A reatividade eletrolítica é definida como a heterogeneidade química ou física que favorecem os aspectos anódicos e catódicos, ocorrendo as reações de transferência de elétrons (absorção e emissão). As soluções de ataque químico usualmente possuem

três componentes, nas quais se destacam: o *agente corrosivo* (ácido clorídrico, fluorídrico, sulfúrico, fosfórico e ou ácido acético), o *agente modificador* (como água, álcool ou glicerina) e os *agentes ionizantes e/ou oxidantes* (como peróxido de hidrogênio e ácido nítrico) [Vander Voort, 1984].

2.3- Técnicas de Ataque:

Todo processo de ataque químico caracteriza-se pelas soluções químicas e seletivas que requerem uma maior prudência e atenção ao uso. A qualidade do polimento influencia diretamente na resposta de corrosão do ataque químico e na quantificação dos parâmetros estereológicos.

Existem dois métodos para realizar-se a técnica de ataque químico:

- *imersão*
- *molhamento.*

O ataque químico executado pela técnica de imersão é realizado na condição em que a amostra devidamente polida é imergida com a face de interesse num eletrólito adequado e ocorrendo então modificação estrutural na superfície, caracterizando a revelação microestrutural.



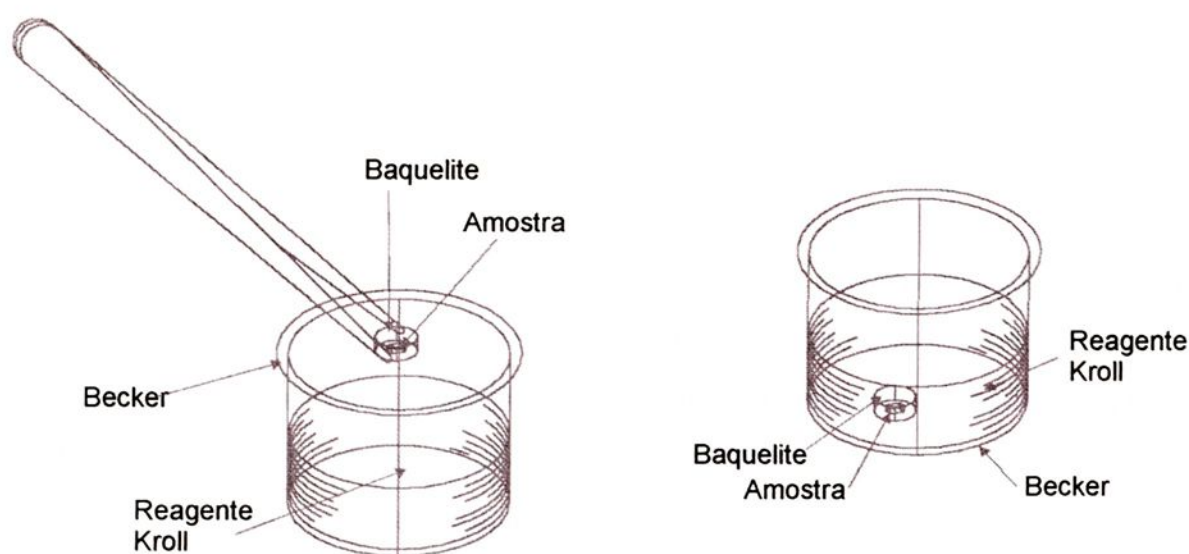


Figura 2- Apresenta o desenvolvimento da técnica do ataque químico "*imersão*".

O método de molhamento consiste em esfregar ou enxaguar, através de chumaços ou cotonetes de algodão, a face polida da amostra. O método baseia-se em prender o algodão nas extremidades de uma pinça, enxaguando-o em meio ácido até que se torne saturado e aplicando-o sobre a superfície da amostra, devendo-se tomar o máximo de cuidado quando for atacar materiais menos duros como Pb, Sn e etc, pois poderá ocasionar riscos e danos na superfície do metal. O método é pouco difundido e somente é utilizado em casos em que o manuseio da amostra seria dificultado num ataque por imersão, como para amostras de grandes dimensões.

O controle do tempo de ataque químico (corrosão) é importante para obtenção de imagem perfeita, pois a formação de sulcos permite a boa resolução dos detalhes microscópicos. Quando a solução é concentrada, o ataque torna-se mais eficaz, aumentando-se a cinética da reação e diminuindo-se o tempo de ataque [Vander Voort, 1984].

2.3.1- Tipos de Ataque:

Ataque Químico:

O ataque químico é definido como o delineamento dos aspectos morfológicos de uma microestrutura através do processo simultâneo de redução e oxidação devido à interação eletrolítica com a superfície da amostra, apresentando redução ou absorção de elétrons (redução catódicas) e oxidação através da emissão de elétrons (reação anódica). Todos os metais em contato com o eletrólito possuem tendência a se tornar ionizados, onde liberam ou perdem elétrons. O grau de reação do ataque químico pode ser relacionado com o potencial eletroquímico e observado através do potencial do metal em relação ao potencial padrão (eletrodo de referência). A força eletromotriz para os seguintes elementos, é dada, pela ordem:

$Li^+, Na^+, K^+, Ca^{++}, Ba^{++}, Be^{++}, Mg^{++}, Al^{+++}, Mn^{++}, Zn^{++}, Cr^{+++}, Cd^{++}, Tl^+, Co^{++}, Pb^{++}, Fe^{+++}, H^+, Sn^{++++}, Sb^{+++}, Bi^{+++}, As^{+++}, Cu^{++}, Ag^+, Hg^{++}, Au^{+++}, Pt^{+++}$.

Os elementos são listados em ordem decrescente através da eletroafinidade. Todos os elementos anteriores ao H^+ são atacados por soluções ácidas, ocorrendo evolução ou formação de H_2 , e os elementos após o H^+ não podem ser atacados sem adição de um agente oxidante. Assim, os elementos microestruturais, como as fases ou precipitados, que possuem diferentes potenciais eletroquímicos são atacados em diferentes taxas de corrosão.

As heterogeneidades microestruturais resultam em regiões de diferentes comportamentos em corrosão e não se originam apenas da diferença na composição química, mas também de irregularidades na estrutura cristalina como, por exemplo, a presença de contornos de grãos, interfaces e regiões encruadas, que são menos



resistentes ao ataque do que o material não deformado, assim como das diferenças nas propriedades superficiais como, por exemplo, a formação desigual de películas de óxidos (passivação), já que áreas recobertas possuem menor resistência.

Por causa da diferença no potencial dos fatores microestruturais, a dissolução da superfície produz grãos de alturas diferentes, ocasionado a formação de relevos ou degraus entre os grãos.

O contraste origina-se da seguinte maneira:

- através da dissolução de algum microconstituente,
- formação de película ou produto da corrosão, que ocorre na presença de eletrólitos dos ataques eletroquímicos como, por exemplo, ataques coloridos, anodização, etc [Vander Voort, 1984, Vander Voort, 1986].

Ataques Coloridos:

Nos últimos 20 anos, houve consideráveis progressos no desenvolvimento dos ataques que têm como finalidade produzir o contraste entre cores e são freqüentemente seletivos através da formação de um filme fino sobre a superfície do corpo de prova, visível sob iluminação de campo claro.

Em muitos casos, o melhoramento do contraste da imagem é obtido através da iluminação com luz polarizada.

Os reagentes, conhecidos usualmente como atacantes químicos coloridos, são normalmente ácidos em soluções aquosas ou alcoólicas, quimicamente balanceadas para depositar um filme fino, à base de sulfato, molibdato complexo, selênio elementar ou cromato.

Os atacantes químicos coloridos são desenvolvidos para depositar um filme estável, sendo que os produtos de corrosão sobre a superfície não são dissolvidos e nem



transferidos para a solução, ao contrário dos ataques químicos convencionais, nos quais os produtos de corrosão durante o ataque são redissolvidos pela solução.

O ataque químico colorido foi desenvolvido para colorir ligas e metais, tais como ferro fundido, aço inoxidável, aço carbono, ligas a base de níquel, ligas à base de cobre, molibdênio, tungstênio, chumbo, estanho e zinco.

Dos métodos existentes, aqueles que utilizam ataques químicos ou eletroquímicos são os mais utilizados, uma vez que são reativos e especificamente eficientes quanto ao seu desenvolvimento e à facilidade da aplicação, feitos à temperatura ambiente e sem a utilização de equipamentos especiais.

Com a deposição de um filme fino, a formação da cor é provocada pelo fenômeno de interferência. Na deposição por reagente químico, parte ou todo o material dissolvido é precipitado na forma de camadas não-metálicas, sendo que a espessura da camada e as cores resultantes são dependentes não somente das condições do ataque, mas também da composição química, estrutura e orientação cristalográfica das várias regiões microestruturais.

A coloração é obtida pela interferência dos raios de luz refletidos pela superfície interna (da superfície da amostra) e pela superfície externa (superfície do filme), da mesma maneira como na coloração térmica (ataque térmico) ou deposição à vácuo de composto de alto índice de refração.

A espessura do filme controla as cores produzidas, de forma que, quando a espessura do filme cresce, dá-se origem às cores de interferência, ao serem observadas sob luz branca, de acordo com a seqüência: amarelo, vermelho, violeta, azul e verde.

Com sistemas anódicos, o filme forma-se apenas sobre as fases anódica, mas sua espessura pode variar com a orientação cristalográfica da fase. Para sistemas catódicos, devido à espessura uniforme do filme das fases catódicas, apenas uma cor é produzida e esta varia com o crescimento do filme durante o ataque. Portanto, para se obter reprodutibilidade, o tempo de ataque deve ser constante. Os filmes de interferência na



metalografia colorida precipitam sobre os metais por processos químicos ou eletroquímicos e podem ser classificados de acordo com sua espessura em 3 categorias, que são:

- a) filmes muito finos (0 a 40nm)
- b) filmes finos (40 a 500nm)
- c) filmes espessos (acima de 500nm)

O grupo (a) inclui os filmes passivos sobre o alumínio e aços inoxidáveis que são muito finos e transparentes, sem coloração observável. No grupo (b) incluem-se os filmes finos de óxidos, sulfetos e molibdetos, que dão diferentes contrastes devido a efeitos de interferência. No grupo (c) incluem-se os filmes de óxido (de alta temperatura, químicos e anódicos) que são muito espessos para produzirem colorações diferentes.

Consideremos um filme crescendo progressivamente numa superfície metálica iluminada por luz branca. Inicialmente, com o filme muito fino, a interferência ocorrerá na região ultravioleta (3500 angstrom) e nenhuma cor será observada. Com o aumento da espessura do filme, a interferência alcançará a região azul-violeta (4500 angstrom) e alcançar-se-á uma espessura de filme tal que a luz azul refletida na superfície estará fora da fase e a cor complementar amarela será observada. As ondas verdes sofrerão interferência e a cor complementar púrpura será observada, a interferência na região amarela (6000 Å) fornecerá a complementar azul.

Finalmente, alcança-se o final da banda 1 e a interferência passa para fora do espectro visível e entra na região infravermelha (isto ocorre antes que as espessuras dos filmes, compreendendo a banda 2 e, em seguida, a banda 3 da interferência, sejam alcançadas).

Os ataques químicos mais utilizados são aqueles desenvolvidos por Klemm, que colorem a ferrita nos aços, e aqueles desenvolvidos por Beraha, que depositam um fino



filme de sulfeto sobre uma grande variedade de metais, tais como aços, aços inoxidáveis, cobre e ligas de cobre.

Os diferentes sistemas de reagentes químicos podem ser classificados, em geral, como:

- anódicos, nos quais se precipita um fino filme nas regiões anódicas da amostra, colorindo os constituintes anódicos;
- catódicos, que colorem os constituintes catódicos;
- complexos, nos quais a precipitação do filme é devida a uma reação mais complexa, combinando os mecanismos anódicos e catódicos.

Os constituintes comuns utilizados nos ataques coloridos incluem: metabissulfato de sódio e metabissulfito de potássio, que são dissolvidos em água e geralmente colorem as fases anódicas.

Reagentes à base de soluções metabissulfito-tiosulfato: Nos reagentes metabissulfito-tiosulfato, o principal componente é o íon metabissulfito $S_2O_5^{2-}$ (pirossulfito), que está presente como um sal de sódio ou potássio, ao qual ácidos ou sais de tiosulfato podem ser adicionados. O cátion no filme de sulfetos (Fe^{++} , Ni^{++} , Co^{++}) vem da amostra enquanto que o ânion sulfeto (S^{2-}) vem do reagente após sua decomposição. O sal metabissulfito se decompõe em solução aquosa acidificada na presença de metais, produzindo SO_2 , H_2S e H_2O . A H_2O fornece S^{2-} para formação do filme de sulfeto com íon do metal do corpo de prova (Fe, Ni, Co). O íon tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$), quando presente, decompõe-se em meio ácido para formar S e SO_2 o qual na presença do metal, fornecem o S^{2-} necessário para formação do filme de sulfeto e as condições de dessapassivação requeridas para o ataque de aços inoxidáveis.

Reagentes à base de soluções complexas de tiosulfatos: O filme é produzido por um complexo metal-tiosulfato na solução, que se decompõe na presença da amostra com a mesma atuando como um catalisador. Tal reação consiste de uma solução aquosa, como um catalisador, contendo tiosulfato de sódio, ácido cítrico e



acetato de chumbo ou cloreto de cádmio, sendo o filme formado de sulfeto de chumbo ou sulfeto de cádmio.

Como o tiosulfato está em excesso, forma-se uma solução, onde o chumbo contorna as moléculas de tiosulfatos e assim não reage diretamente como um cátion de chumbo. O ácido cítrico ataca os diferentes constituintes da superfície do corpo de prova e íons liberados dos metais pesados (Fe^{++} , Cu^+ , Ni^+) decompõem o tiosulfato de chumbo complexo, liberando cátions Pb^{++} , que precipitam como PbS na superfície metálica. O mecanismo desta reação é diferente da reação do metabissulfito, porque o cátion formador do filme (Pb^{++}) é proveniente do reativo e não da superfície metálica. Esse reagente é adequado para identificação de inclusões de sulfetos de ferro e aços e a diferenciação entre fosfetos e cementita em ferros fundidos.

Reagentes à base de soluções de molibdatos: No íon molibdato (MoO_4^-), o molibdênio tem valência +6 e em certas condições pode ser reduzido parcialmente para a valência +4 por compostos redutores. Em meios ácidos, obtém-se o ácido molíbdio, o qual, por redução parcial, produz uma solução coloidal azul.

Com agente fortemente redutor como o SnCl_2 produz-se uma coloração azul e com um redutor mais suave, como o FeSO_4 , a cor marrom. A redução da solução de molibdato nos cátodos microscópicos precipita um filme complexo de molibdato, cuja coloração depende do poder redutor do microconstituente catódico e da espessura dos filmes, que é também uma função do tempo [Oliveira, 1992, Vander Voort, 1985, Vander Voort, 1990].



Coloração térmica:

Quando a amostra metálica é polida e tratada ao ar sob temperaturas relativamente baixas, a superfície poderá ser oxidada totalmente. Em ligas de múltiplas fases, a taxa de oxidação dos constituintes varia de acordo com as composições, produzindo variações nas espessuras das camadas, que, por fim, formam óxidos que possuem diferentes características de coloração. A interferência das cores é obtida quando os filmes alcançam uma certa espessura, em torno de 30nm.

Os óxidos dos filmes finos são invisíveis e necessitam de técnicas apropriadas para observação. As cores produzidas pelo filme de espessuras satisfatórias são causadas pela interferência entre os raios de luz refletidos internamente e externamente pela diferença exata de 180° do comprimento de onda da luz [Vander Voort, 1984].

Ataques Térmicos:

O ataque térmico foi descoberto por Osmond em 1888. Entretanto, Oberrhoffer em 1909, foi o primeiro a se utilizar do ataque térmico a vácuo, que é muito usado para revelar os óxidos dos materiais. Este método se caracteriza pela revelação dos contornos dos grãos e os riscos não são evidentes desde que eles tendem a ser ocupados durante o ataque térmico, determinando uma superfície mais aplainada do que o ataque químico.

Em metais não cúbicos os grãos se expandem e o contraste anisotrópico produz linhas nos contornos dos grãos durante o tratamento e o resfriamento, resultando na variação da distribuição anisotrópicas.

Metais e ligas podem ser induzidas à formação de um fino filme de interferência, que é depositado epitaxialmente sobre a amostra pelo aquecimento através da atmosfera oxidante. A temperatura e tempo de aquecimento são diferentes e



variam de acordo com os metais e suas ligas. Este método é pouco usado, porque nem todos os metais e ligas reagem a este tipo de ataque [Lay, 1991, Vander Voort, 1984].

Anodização:

O processo de anodização é um método de ataque eletrolítico usado especificamente para produzir filmes de óxido sobre a superfície metálica da amostra e caracterizado pelo desenvolvimento das cores de interferência nos fatores microestruturais, ocasionando alterações em toda a superfície da amostra.

Esta técnica é amplamente aplicada em ligas de alumínio para caracterizar sua estrutura granular e é também usada para identificação das fases no titânio, nióbio, zircônio, urânio e suas ligas.

A aplicação desta técnica de ataque para as ligas de zircônio, é particularmente útil no que cabe à identificação de carbeto de zircônio. Esses precipitados são facilmente distintos da matriz através da sua coloração característica.

O processo de anodização também é usado para identificação de óxidos, carbetos e nitretos de nióbio e suas ligas, assim como também podem ser utilizados para revelar defeitos superficiais como inclusões, em materiais metálicos e não metálicos [Vander Voort, 1984; Petzow, 1978].

Ataques Potenciostáticos:

O ataque potenciostático é um processo de corrosão seletiva de um ou mais aspectos morfológicos das fases de uma microestrutura, consistindo num metal a ser atacado em um eletrólito adequado através de um potencial controlado.

O potenciostato tem a capacidade de manter o potencial do metal e os valores determinados pelo eletrodo de referência colocado no ambiente da solução. O potencial



selecionado determina se pode ocorrer a dissolução. Assim, este método baseia-se no fato de que o produto da reação, a dissolução química e a cinética de formação desses produtos em um dado eletrólito são função do potencial no qual um metal, ou liga metálica, é mantido em relação a um eletrodo de referência adequado.

O contraste de cor por interferência, obtido pela deposição do filme, é resultado da variação da taxa de crescimento do filme sobre os componentes estruturais individuais. As diferentes taxas de crescimento são causadas pela diferença na energia cristalina das fases individuais [Stansbury, 1986].

Ataques de Vapor à Vácuo:

O método foi desenvolvido por Pepperhoff, em 1960, e consiste na revelação microestrutural devido a interferências das camadas. É definido através do mecanismo de contraste ótico, sem alteração mecânica ou morfológica da superfície da amostra. A amostra é revestida com uma camada fina e transparente, de modo que as fases, com diferentes constantes óticas, aparecem com coloração e brilho diferentes.

Este método é utilizado para demonstrar o contraste microestrutural, que pode ser desenvolvido sem auxílio do ataque químico, utilizando filmes finos com alto índice reflectivo e depositados em vácuo. O método é bastante utilizado na metalografia quantitativa, uma vez que o tamanho e forma das fases podem ser reproduzidos com maior exatidão do que outras técnicas químicas ou físicas destrutivas.

Através deste método, pequenas diferenças na reflectividade podem delinear os detalhes tornando-os visíveis através do filme de interferência depositado. Os materiais mais comuns usados para a deposição são telureto de zinco, seleneto de zinco e sulfato de zinco, devido ao seu alto índice refratado, e podem ser utilizados para caracterização de diversos materiais [Vander Voort, 1984].



Ataques Eletrolíticos:

No ataque eletrolítico, aplicam-se potenciais elevados ao locais de oxidação utilizando reagentes químicos, onde a amostra (ânodo) e um contra-eletródo (cátodo) são imersos numa solução de ataque. O ensaio de ataque eletrolítico é realizado através de um circuito externo (fonte de corrente) submetendo a amostra juntamente com o cátodo, geralmente de Pt e/ou aço inoxidável, a um potencial definido.

Usualmente as amostras podem ser atacadas e examinadas, ou reatacadas sucessivamente, sem que sejam polidas. Nem sempre isto é possível com reagentes químicos.

As soluções para o ataque eletrolítico são freqüentemente apropriadas para os ataques seletivos de constituintes específicos, como os contornos dos grãos, fases e outros aspectos microestruturais. O processo é simples e o uso é bastante seguro, devido à produção de excelentes resultados que são freqüentemente superiores aos obtidos com ataques químicos [Vander Voort, 1984, Petzow, 1978].

2.4- Técnicas de Contraste na Microscopia Óptica

As técnicas de contraste são usadas para revelar as componentes estruturais, através da utilização de parâmetros de microscopia ótica. O desenvolvimento do processo de contraste físico oferece novas possibilidades que freqüentemente proporcionam bons resultados e significativa economia de tempo. O reconhecimento e o estudo dos fatores microestruturais necessariamente deverão se iniciar por uma observação ótica, que determina a análise através da quantificação dos fatores morfológicos microestruturais.

As observações são rápidas e eficazes, comparadas com outras técnicas, e permitem a definir dos elementos microestruturais presentes, tais como: tamanho,



forma e a quantificação dos constituintes. Geralmente utilizam-se ampliações entre 50 e 2000x, para as investigações microestruturais.

As principais técnicas de microscopia ótica para o melhoramento de imagens compreendem [Williams *et. al.*, 1991]:

- Iluminação em campo claro;
- Iluminação em campo escuro;
- Luz polarizada;
- Contraste de fase;
- Métodos de interferência;
- Filtros.

Embora a observação metalográfica seja conduzida à utilização da incidência de iluminação em campo claro, outras aplicações das técnicas de iluminação são imperativas em materiais com baixo nível de contraste e opticamente anisotrópicos, especialmente quanto à dificuldade de certos ataques em metais.

Os aspectos ou fatores microestruturais examinados pela técnica de microscopia definem alguns detalhes, por exemplo utilizando a técnica por iluminação em campo claro:

- Superfície polida (inclusões e precipitados);
- Metais opticamente anisotrópicos de superfície polida;
- Superfície com relevo e não atacada;
- Superfície atacada;



Iluminação em Campo Claro

É o método predominante de observação de amostras polidas e/ou atacadas. A iluminação em campo claro baseia-se na incidência do feixe de luz na superfície de um corpo (perpendicular ao eixo ótico). Esse feixe é refletido através da objetiva para o sistema de lentes, que ocasiona o brilho [Williams et.al, 1991].

Iluminação Oblíqua

A iluminação oblíqua é obtida pelo lançamento de sombras que resultam em alguns relevos ou diferentes alturas, às quais prevê o aparecimento das 3 dimensões [Williams et. al., 1991].

Iluminação em Campo Escuro

A técnica de iluminação de campo escuro é largamente empregada para observações de irregularidades superficiais tais como trincas, riscos, pites, inclusões e/ou contornos de grãos e algumas fases, que são dificilmente detectadas através da iluminação convencional.

Este método realça a irregularidade superficial, permitindo a identificação precisa da natureza dos aspectos microestruturais.

Na iluminação em campo escuro baseia-se, o feixe luminoso incide sobre a superfície do corpo de prova e nenhuma luz direta é refletida espetacularmente na objetiva e, sendo que apenas os raios de luz refletidos por espalhamento difuso à direção do eixo ótico do microscópio é que são utilizados para formação da imagens. Os aspectos perpendiculares ao eixo óptico, que são luminosos, ficarão escuros ao serem observados e a superfície inclinada aparecerá iluminada [Bradbury et. al. 1998].



Iluminação em Contraste de Fases

Este método de iluminação metalográfica foi desenvolvido por Zernicke, e baseia-se na observação das imperfeições cristalográficas, como: maclas, contornos de grãos, precipitados e etc. Esta técnica de iluminação permite a observação dos detalhes estruturais que não podem ser observados em um microscópio convencional, uma vez que apresentam pequeno ou nenhum contraste, uma vez que estas pequenas variações de altura provocam apenas diferenças de fases entre os raios de luz refletidos.

O contraste na microscopia convencional depende da variação na coloração ou na intensidade da luz refletida da superfície da amostra. O método de observação ótica em contraste de fase é de grande utilidade na diferenciação topográfica, onde o contraste de cor e reflectividade são semelhantes [Bradbury *et. al.*, 1998].

Iluminação em Contraste de Interferência Diferencial

O contraste em interferência diferencial é o método que se utiliza na metalografia colorida. O sistema, consiste em um prisma, denominado prisma de Wollaston, que divide o feixe de luz polarizada incidente em duas componentes coerentes de intensidades iguais, mas linearmente polarizadas.

O prisma de Wollaston, consiste em duas arestas similares de cristal birrefringente cimentado. O contraste em interferência diferencial pode ser usado para revelação das fases com diferentes níveis ou planos nas microseções polidas de materiais metálicos em camadas superficiais ou em juntas metálicas.

A técnica também pode ser muito efetiva em certas circunstâncias, principalmente, metais e ligas que apresentam certo grau de rugosidade [Bradbury *et. al.*, 1998].



Iluminação com Luz Polarizada:

O uso da iluminação com luz polarizada, na metalografia é baseado nas diferentes colorações produzidas por condições tais como: metais opticamente anisotrópicos, metais isotrópicos com filmes anisotrópicos, fases em ligas multifásicas, inclusões não metálicas e diferenças topográficas.

Com relação ao comportamento sob luz polarizada, as superfícies de corpos de prova podem ser divididas em duas categorias:

a) Superfícies anisotrópicas: Os metais anisotrópicos apresentam diferentes características óticas para diferentes orientações cristalográficas. Quando um corpo de prova de um material policristalino opticamente anisotrópico é analisado sob luz polarizada, cada grão do metal aparece com uma determinada cor, em uma dada posição da platina giratória, uma vez que as propriedades óticas de uma superfície opticamente anisotrópica variam de acordo com as direções cristalográficas. Após a deformação, os mesmos grãos, não têm uma cor homogênea como no caso das regiões recristalizadas, uma vez que, devido à deformação, os grãos apresentam regiões que sofreram rotação em relação à vizinhança. Este efeito possibilita a identificação e a quantificação das regiões recristalizadas e não recristalizadas.

b) Superfície isotrópica: As superfícies dos metais cúbicos, que são opticamente isotrópicas, podem se tornar opticamente anisotrópicas de duas maneiras, sob luz polarizada, que são:

- Por meio de ataque da superfície do material;
- Através da deposição de uma película epitaxial na superfície do material.

No primeiro caso, o ataque da superfície do material é realizado por meio de agentes químicos ou eletrolíticos. No segundo caso, a deposição da película epitaxial é realizada por meio de processos físicos. O filme depositado, além de se comportar



anisotropicamente, tem uma relação de orientação definida com o metal base, possibilitando o estudo sob luz polarizada, a exemplo dos metais não cúbicos.

Camadas superficiais opticamente anisotrópicas produzidas por ataque químicos ou anodização em metais isotrópicos (ex. Al) e ligas metálicas produzem excelentes contrastes dos grãos, quando observados sob luz polarizada.

O contraste sob luz polarizada a partir de filmes anódicos ocorre devido à dupla refração da luz no filme. A razão física da natureza da dupla refração do filme não é estabelecida definitivamente, devido: à estrutura cristalina, à topografia do filme e às tensões mecânicas que podem se desenvolver no filme durante o estágio inicial do crescimento epitaxial.

As ligas multifásicas sob luz polarizada podem ser consideradas em três categorias:

- Ligas contendo duas fases isotrópicas;
- Ligas contendo uma fase isotrópica e uma fase anisotrópica;
- Ligas contendo duas fases anisotrópicas.

No exame metalográfico sob luz polarizada, quando as ligas contém duas fases isotrópicas, não é possível separá-las, a não ser que seja algum tipo de ataque que aumente a atividade ótica de uma em relação à outra.

Também no caso em que a liga contém duas fases anisotrópicas, sendo as mesmas de composições diferentes, estas serão facilmente separadas, porque apresentam respostas óticas diferentes sob luz polarizada.

O exame dos metais sob luz polarizada requer uma superfície livre de riscos e com ótimo acabamento superficial (lixamento e polimento), uma vez que as irregularidades superficiais e sujeiras influenciam o estado de polarização da microestrutura, podendo reduzir o efeito anisotrópico da superfície do material.



Portanto, os métodos de polimento químico e eletroquímico evitam a deformação plástica nas regiões superficiais e são mais adequados para este fim do que o método de polimento mecânico.

c) *Fonte de luz polarizada*: Atualmente, os dispositivos são construídos na forma de cristais dicróicos ou sulfato de idoquinona-dicróico depositados sobre uma película de plástico.

O fenômeno da polarização é conseguido no microscópio através destes dispositivos que possuem as denominações específicas de polarizador e analisador, respectivamente. O primeiro polariza a luz que incide sobre a superfície da amostra, enquanto que o segundo, gira de 0 à 90°. Quando o analisador e o polarizador estão alinhados em 90°, a luz é completamente extinta, a menos que os detalhes opticamente ativos na superfície da amostra girem o plano de polarização [Vander Voort, 1984, Oliveira, 1992].

2.5- Conceitos Básicos da Descrição Morfológicas de Microestruturas

A ciência dos materiais é o campo científico que concentra a atenção nas relações entre microestrutura e propriedades mecânicas. O termo microestrutura, dependendo do contexto, é usado para descrever as características dos elementos que possam ser identificados quanto ao seu arranjo atômico e molecular, assim formando um dado material.

Os materiais são definidos pela sua composição química, processamento (solidificação e conformação mecânica, entre outros) e pelo seus próprios defeitos e arranjos cristalinos ou amorfos. A microestrutura dos materiais apresenta defeitos, como: vazios, trincas, contornos de grãos, contornos de subgrãos, contornos de macla, falhas de empilhamento, discordâncias, defeitos puntiformes e de constituintes microestruturais, tais como fases, inclusões, precipitados, entre outros.



O conhecimento da estrutura, composição, quantidade, tamanho, morfologia, relações de orientação e distribuição destes constituintes, assim como a natureza, densidade e distribuição dos defeitos, é de extrema valia para o entendimento e, às vezes, até para previsão, determinação e caracterização das propriedades dos materiais [Hornbogen, 1984, Padilha, 1985, Padilha, 1997].

2.5.1- Estrutura Cristalina

Um cristal é geralmente definido como um sólido com seus átomos arranjados em uma estrutura periódica tridimensional. Idealmente, o arranjo mais estável dos átomos em um cristal será aquele que minimiza a energia livre por unidade de volume ou, em outras palavras, aquele que:

- preserva a neutralidade elétrica,
- satisfaz o caráter direcional das ligações covalentes,
- minimiza as repulsões íon-íon e, além disto,
- agrupa os átomos o mais compactamente possível.

Os metais e a maioria dos sólidos não metálicos são cristalinos, isto é, os seus átomos estão arranjados em uma estrutura que se repete nas três dimensões. Idealmente, os arranjos são chamados reticulados espaciais e cada estrutura cristalina é baseada num dos possíveis reticulados espaciais.

As estruturas cristalinas na maioria dos metais puros (tabela 1); as três mais freqüentes são: cúbica de corpo centrado (CCC), cúbica de faces centradas (CFC) e hexagonal compacta (HC) .



Tabela 1- Estrutura cristalina dos principais metais puros [Padilha, 1985, Padilha, 1997].

CCC	Ba, Cr, Fe α , Fe δ , Hf δ , K, Li, Mo, Na, Nb, Rb, Ta, Ti β , V, W, Zr, β .
CFC	Ag, Al, Au, Ca, Co β , Cu, Fe γ , Ni, Pb, Pd, Pt, Rh, Sr
HC	Be, Cd, Co α , Hf α , Mg, Os, Re, Ru, Ti α , Y, Zn, Zr α

2.5.2- Defeitos Cristalinos

Os defeitos cristalinos são classificados em puntiformes (lacunas, substitucionais, intersticiais), lineares (discordância), bidimensionais (defeitos de empilhamentos, contornos de macla, contornos de sub-grão, contornos de grãos e interfaces entre fases diferentes) e tridimensionais, como, por exemplo vazios.

Para seu estudo é necessário um conjunto de técnicas complementares e dentre as técnicas utilizadas destaca-se a microscopia. Atualmente existem vários tipos de microscópios, sendo os mais conhecidos o microscópio ótico, o microscópio eletrônico de varredura, o microscópio eletrônico de transmissão, o microscópio de campo iônico e o microscópio de tunelamento. Com auxílio destes diversos tipos de microscopia, pode-se observar as características morfológicas e estudar as quantidades e distribuições dos defeitos cristalinos [Padilha, 1985].

2.5.2.1- Defeitos Puntiformes

Em um metal puro existem três tipos de defeitos puntiformes: lacunas, substitucionais e intersticiais. Lacunas e átomos intersticiais podem ser criados nos materiais através da deformação plástica ou por meio de irradiação com partículas de alta energia.



Os intersticiais também são defeitos de equilíbrio, isto é para cada material existe uma concentração de equilíbrio de intersticiais, a qual aumenta com o aumento da temperatura. A energia de formação de intersticiais de um material é muito maior do que a energia de formação de lacunas.

Uma alta concentração de lacunas também pode ser mantida por intermédio de um resfriamento rápido em um cristal. Este efeito aparece porque a contribuição entrópica de uma lacuna é comparável ao aumento que ela causa na energia interna, isto é, existe um número de lacunas de equilíbrio que é função da temperatura e do material.

Átomos de impurezas são considerados defeitos puntiformes, os quais desempenham um papel importante na deformação dos metais (endurecimento por solução sólida, envelhecimento dinâmico, envelhecimento estático) [Padilha, 1994].

2.5.2.2- Discordância

As discordâncias são defeitos lineares relacionados a formação de um plano extra incompleto. A deformação plástica de um cristal perfeito pode ocorrer pelo deslizamento de um plano de átomos em relação ao outro. Em princípio, o deslocamento de planos deve ocorrer em meio ao movimento simultâneo e cooperativo de todos os átomos (do plano que está deslizando) de uma posição atômica de equilíbrio para a posição vizinha.

A discordância é a fronteira entre a parte do cristal que deslizou ou escorregou e a parte que não escorregou. O caso mais geral é a linha de discordância e o vetor de Burgers formarem um ângulo qualquer entre si. Nestes casos diz-se que a discordância é mista, pois ela pode ser decomposta geometricamente em um componente cunha e outro hélice, como pode ser visto na figura 3. Quando a discordância se movimenta no plano de deslizamento, diz-se aparentemente que o movimento é conservativo.



A maneira mais comum de introduzir discordâncias em um material é através da deformação plástica através de esforços mecânicos (conformação mecânica), quando ocorre o movimento e multiplicação de discordância [Padilha, 1985, Padilha, 1997].

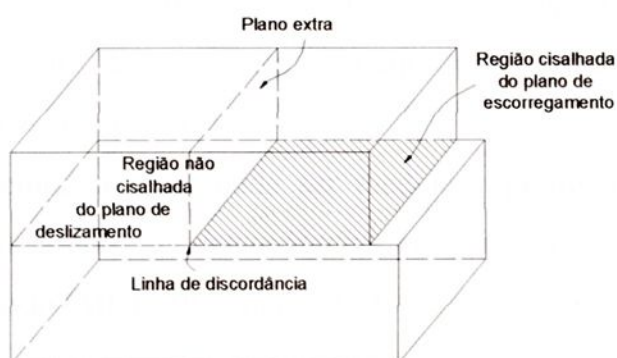


Figura 3 - Vista tridimensional de um cristal contendo uma discordância em cunha [Padilha, 1997].

2.5.2.3- Defeitos Bidimensionais

Os defeitos bidimensionais que ocorrem comumente nos materiais cristalinos são: defeitos de empilhamento, contornos de macla, contornos de subgrão, contornos de grão e interfaces entre fases diferentes. Além destes, deve-se mencionar a superfície externa dos cristais, que também é um defeito bidimensional [Padilha, 1985].

2.5.2.4- Defeitos de Empilhamento

A seqüência regular de empilhamento atômico em um cristal pode ser localmente alterada por deformação plástica, têmpera ou irradiação, dando origem a um defeito de empilhamento. A energia de defeito de empilhamento é um dos mais importantes parâmetros indicativos que influenciam as propriedades dos materiais. Quando a energia de defeitos de empilhamentos torna-se baixa há várias conseqüências: maior densidade de discordâncias, arranjo mais uniforme de discordâncias, maior taxa de encruamento e outros.

A energia de defeitos de empilhamento pode ser medida experimentalmente através da determinação da distância entre as discordâncias parciais com auxílio do microscópio eletrônico de transmissão (MET) [Padilha, 1994].

2.5.2.5- Defeitos de Macla

Este tipo de imperfeição ocorre durante a solidificação, deformação, recristalização ou durante o crescimento de grão. Normalmente, distinguem-se dois tipos de macla: macla de recozimento e macla de deformação. As maclas de recozimento ocorrem durante a recristalização e/ou durante crescimento de grãos que são mais freqüentes quanto menor for a energia dos defeitos de empilhamento do material, e ocorrem freqüentemente nos seguintes metais: Cu, Ag e Au.

Maclação mecânica ou de deformação é uma maneira alternativa de deformação plástica. Ela ocorre em situações em que a deformação plástica por deslizamento de planos torna-se mais difícil, devido ao baixo número de sistemas de deslizamento ou escorregamento [Padilha, 1985].



2.5.2.6- Contornos de Subgrão (Contornos de pequeno ângulo)

Um monocristal ou grão pode estar subdividido em regiões (sub-grãos) que têm entre si pequenas desorientações ($< 5^\circ$); estas regiões estão separadas através de fronteiras denominadas contornos de pequeno ângulo. Em geral, os contornos de pequenos ângulos podem ser descritos em arranjos convenientes das discordâncias [Padilha, 1985].

2.5.2.7- Contornos de Grãos

Os contornos de grãos são imperfeições bidimensionais que separam cristais de diferentes orientações em um agregado policristalino. A região do contorno (duas a cinco distâncias interatômicas de espessura) é bastante defeituosa e seus átomos têm um número menor de coordenação do que os átomos no interior dos grãos.

A energia dos subcontornos depende fortemente da diferença de orientação, ao contrário da energia dos contornos de grão. Esta energia depende também da natureza do subcontorno, ou seja, do tipo e do arranjo de discordância [Padilha, 1985].

2.5.2.8- Interfaces

A grande maioria dos materiais da engenharia apresentam na sua microestrutura mais de uma fase, isto é, eles são polifásicos. Em materiais polifásicos estão lado a lado diferentes fases, as quais freqüentemente diferem tanto em composição quanto em estrutura. A fronteira que separa as duas fases é denominada de interface, como apresentado na figura 4. Quanto maior for o grau de desajuste entre as duas fases maior

será a energia da interface. As interfaces podem ser classificadas como coerentes, semicoerentes e incoerentes [Padilha, 1985].

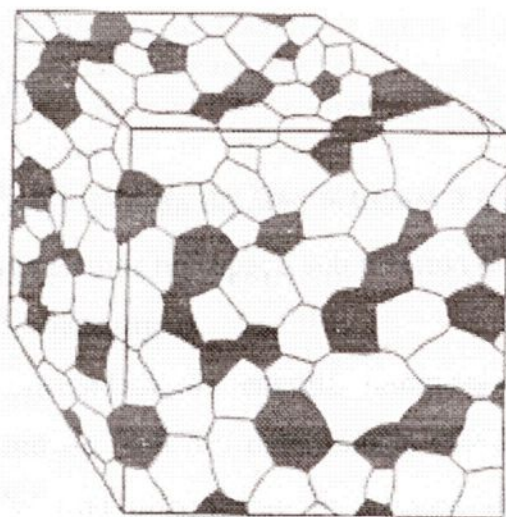


Figura 4 - Mostra uma microestrutura polifásica, vista em três dimensões [Padilha, 1997].

2.5.3- Classificação das Microestruturas Polifásicas

As microestruturas são classificadas sobre o ponto de vista experimental em quatro tipos: [Hornbogen, 1984]

Tipo A: Em metais puros e soluções sólidas.

Tipo B: Em ligas contendo duas ou mais fases.

Tipo C: Em ligas contendo dispersões médias de precipitados ou inclusões.

Tipo D: Em ligas contendo dispersões finas de precipitados.

2.6- Processamento e Análise de Imagem

2.6.1- Definições Básicas

A imagem, do ponto de vista do olho humano, é a projeção num plano (retina) das energias luminosas presentes no espaço sob a forma de radiações eletromagnéticas que interferiram com os objetos reais.

Neste caso, a intensidade da energia luminosa (I) de um objeto puntual percebida pelo olho humano, sob um determinado ângulo de observação, pode ser definida como o produto da distribuição de energia luminosa incidente (L) pela reflectividade (ρ) do objeto, dadas em função dos comprimentos de onda (λ) do espectro eletromagnético visível, de 350 nm a 780 nm, isto é:

$$I(\lambda) = L(\lambda) \cdot \rho(\lambda) \quad (7)$$

Onde a distribuição de energia luminosa incidente $L(\lambda)$ é uma função direta da fonte externa geradora de luz. A reflectividade $\rho(\lambda)$ é determinada pelas características físicas dos objetos reais. Desta forma, os valores de reflectividade de definem no seguinte intervalo:

$$0 \leq \rho(\lambda) \leq 1 \quad (8)$$

Sendo o valor “0” para a condição de absorção total e o valor “1” para reflectividade total. Como exemplos dos valores típicos de reflectividade, podem ser observados na tabela 2.



Tabela 2- Valores típicos de reflectividade [Silva, 1996].

Material	$\rho(\lambda)$
Tecido de veludo preto	0,01
Aço inoxidável	0,65
Parede branco-fosca	0,80
Metal revestido com prata	0,90
Neve	0,93

Uma imagem real é, em princípio, contínua tanto em termos de sua representação espacial (coordenadas espaciais) como em relação ao seu brilho(amplitude). Todavia, uma imagem contínua, monocromática, ou simplesmente imagem, também, pode ser definida e representada através de uma função matemática com duas variáveis $f(x,y)$ da intensidade de energia luminosa. Os elementos que definem essas funções são chamados de *pixels*, abreviação de *picture elements*.

Um pixel será então um ponto qualquer no espaço amostrado, isto é, um ponto avaliado no plano bi-dimensional (x,y) com intensidade luminosa conhecida.

Em outras palavras, um pixel é a projeção de uma pequena parte da imagem que reduz essa parte a um valor unitário. Este valor é a medida da intensidade de luz para esse elemento. As imagens são obtidas através de um dispositivo de visão ou de aquisição de imagem, tais como: uma câmera de vídeo, câmeras de estado sólido que incluem dispositivos a carga acoplado (*Charge coupled devices – CCD*) e dispositivos por injeção de carga (*Charge injection devices – CID*), ou scanner de mesa [Silva,1996].



2.6.2- Introdução

O termo análise de imagem é usualmente reservado para processos automáticos e consiste na aquisição de imagem, seguida da quantificação e a classificação dos fatores ou objetos de uma microestrutura [Pover, 1987].

A análise de imagem é definida como a extração das informações e dados estatísticos através da medida dos fatores microestruturais. Modernos analisadores usam microcomputadores para processar as imagens usando o alto desempenho dos programas computacionais para o melhoramento das imagens e para determinar as medidas estereológicas [Wojnar, 1998].

A técnica de análise de imagens é usada para obter e quantificar os fatores geométricos devido à sua relação por exemplo, com propriedades mecânicas [Morris, 1993; Vander Voort, 1984, Vander Voort, 1985 b].

2.6.3- Operações básicas de um sistema de análise de imagem

As imagens são obtidas através do microscópio ótico e geralmente usam o sistema de iluminação por campo claro. O procedimento básico para analisar os fatores microestruturais num sistema de análise de imagem consiste de várias etapas: [Cole, 1993]

- A imagem é capturada pela câmera de vídeo acoplada à um computador , após a preparação metalográfica;
- A imagem é digitalizada, resultando numa representação numérica dos sinais eletrônicos e é armazenada no computador;
- A imagem é processada, em escala de tons de cinza ou colorida;



- Realiza-se a segmentação e transforma-se as imagens em binárias, definindo e identificando as regiões de interesse;

- A imagem binária é processada;
- Definição e extração das medidas dos fatores específicos;
- Definição dos parâmetros na imagem e dos atributos,
- Medição dos parâmetros selecionados;
- Obtenção dos dados e armazenamento;
- Análise e discussão dos dados obtidos.

2.6.4- Principais Aplicações da Análise de Imagens

A aplicação da análise de imagem é bastante ampla. Muitos programas que realizam análise de imagens são usados nas indústrias têxtil e eletrônica simplesmente como ferramenta de medida, atuando na área de metrologia .

Em Ciência dos Materiais a principal aplicação da análise de imagem é na medição dos aspectos microestruturais para avaliação dos processos de produção, controle da qualidade e a quantificação dos parâmetros para o entendimento global, relacionando a mudança do processo, que afeta diretamente a microestrutura, e os valores dos parâmetros microestruturais em função do comportamento e propriedades mecânica , física ou química.

As medidas quantitativas são de grande valia na metalurgia física, onde se estuda a cinética das transformações de fases. A análise de falhas também pode ser relacionada com a determinação dos parâmetros de análise de imagem através da metalografia e fractografia, assim havendo o entendimento da natureza de suas falhas e causas.



As análises de tamanho de grãos também têm recebido considerável atenção. O principal problema é quanto à preparação da amostra e a revelação microestrutural dos fatores morfológicos, de maneira adequada.

O uso dos parâmetros estereológicos possui o objetivo de determinar a influência do processamento microestrutural ou para relacionar a microestrutura com as propriedades. Tais investigações requerem grande conhecimento dos princípios de estereologia e cuidados com planejamento experimental.

2.6.5- Aquisição de Imagens por Câmeras CCD

O sistema de aquisição de imagem por câmeras de vídeo baseia-se em converter uma imagem ótica para sinais eletrônicos.

As câmeras de vídeo dispõem de vários dispositivos de aquisição como: lentes, fonte de potência, sensores, chips e outros acessórios eletrônicos. Existem três tipos de dispositivos, que são: dispositivo de acoplamento por carga (CCD), dispositivo por injeção de carga (CDI) e o dispositivo fotodiodo. Todos são de alta tecnologia e portanto, com alta capacidade de resolução e sensibilidade.

Os sistemas de aquisição de imagem que empregam câmeras de estado sólido usam chips semicondutores para cada pixel dentro dos campos, onde o dispositivo de carga de transferência (CCD) é a tecnologia mais comum e aplicada para a aquisição.

Usualmente a resolução é de 640x480 pixels, entretanto, as câmeras mais novas chegam acima de 1 milhão de pixels, devido à sensibilidade dos espectros da câmera de estado sólido com o alto comprimento de onda [Vander Voort, 1985 ; Silva, 1999].

2.6.6- Parâmetros e Critérios para Medição

As etapas básicas para a medição dos parâmetros estereológicas consistem em :



- Obtenção da amostra e da sequência a ser examinada;
- Cumprir todas os requisitos sobre a preparação metalográfica;
- Determinar os parâmetros de controle;
- Selecionar as grandezas estereológicas a serem medidas;
- Escolha realística, quanto a precisão do objeto a ser medido;
- Escolha da ampliação para realização das medidas;
- Seleção do tamanho das grades, se as medidas forem realizadas manualmente;
- Realizar as medidas estereológicas, pré-determinando o número de corpos de prova a serem analisados;
- Comparar o intervalo de confiabilidade com a precisão das propriedades geométricas medidas, continuar se necessário ou modificar o alvo, e analisar o desvio padrão dos resultados computados;
- Finalmente interpretar os resultados obtidos [Cole, 1993].



3-MATERIAIS e MÉTODOS

3.1- Objetivos dos Experimentos

Com a finalidade de relacionar os aspectos morfológicos microestruturais, cinética de ataque químico e a utilização de parâmetros de processamento digital de imagem, em diferentes condições de envelhecimento determinadas, os procedimentos experimentais empregados nesta dissertação tiveram, basicamente, as seguintes funções:

- Caracterização microestrutural da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida;
- Avaliação do comportamento metalográfico e utilização de parâmetros de processamento digital de imagens;
- Determinação do comportamento eletroquímico da liga diante do reagente Kroll;

Para a caracterização microestrutural, as técnicas utilizadas visaram investigar, a cada condição de envelhecimento determinada, o tipo, a distribuição e a morfologia das fases presentes. Foram realizadas investigações utilizando técnicas de microscopia ótica, difração de raios-X e processamento digital de imagens.

A avaliação metalográfica da liga consistiu na preparação superficial, dando ênfase ao polimento e à exploração do ataque químico dentro dos limites especificados, em cada condição de envelhecimento definida, para determinação da cinética e tempo ideal de ataque da liga Ti-15-3.

Foi investigada também a influência da temperatura de envelhecimento sobre o comportamento eletroquímico da liga Ti-15-3 utilizando o reagente Kroll, que consistiu na realização de ensaios eletroquímicos num potenciostato monitorado por um microcomputador.

3.2- Avaliação da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al

Com o aumento do emprego das ligas de titânio em estruturas aeronáuticas, a preocupação com a sua adequação aos processos de fabricação tornou-se mais efetiva, visando a redução dos custos de produção de componentes. Dentre as classes das ligas de titânio, a classe β apresenta as melhores condições de conformabilidade e, por isto, é a mais empregada no desenvolvimento dos processos de conformação.

Nesta dissertação, estudou-se a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, que pertence à classe β das ligas de titânio. Os teores adequados de elementos betagênicos (V e Cr) permitem a manutenção da estrutura cúbica de corpo centrado em equilíbrio metaestável à temperatura ambiente após a solubilização. A adição de cromo tem ainda a finalidade de restringir o campo de estabilidade da fase intermediária, cuja presença traria, como efeito, uma sensível redução na tenacidade. O Al e Sn favorecem a nucleação e precipitação da fase α (hcp) no interior e nos contornos dos grãos.

A liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al caracteriza-se por ter o deslizamento como o seu mecanismo primário de deformação a frio e é economicamente interessante por ter uma alta conformabilidade a frio, de acordo com a figura 5 a, reunindo condições propícias para substituir os aços inoxidáveis na produção de componentes mecânicos por processos de conformação plástica.

A liga foi desenvolvida especificamente para aplicações em peças obtidas por processo de conformação plástica a frio, como dobramento, estampagem e embutimento. Portanto, apresenta alta ductilidade a frio na condição solubilizada, alcançando elevada resistência mecânica com a precipitação finamente dispersa de agulhas da fase α durante o envelhecimento, de acordo com a figura 5 b [Hein, 1993, Hein et. al., 1994].



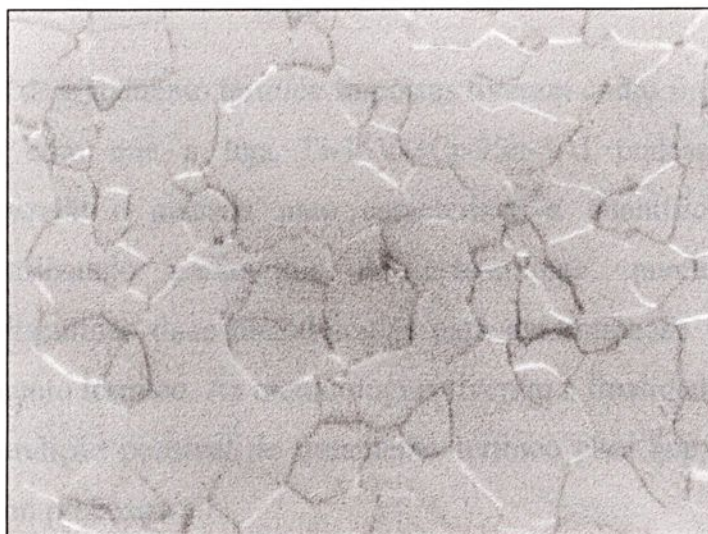


Figura 5 a - Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al- envelhecida à 350°C durante 2 horas,
(aumento 200x).



Figura 5 b -Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida à 500°C durante 2 horas,
(aumento 400x).

3.3- Condições de Tratamento Térmico Impostas

As condições de tratamento térmico impostas tiveram como finalidade definir a melhor maneira com que a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al pudesse ser tratada termicamente, preparada e atacada para caracterizar e quantificar os fatores microestruturais, utilizando parâmetros de estereologia quantitativa. Nesta dissertação foram discutidas duas metodologias para determinação das condições adequadas de tratamento térmico. As metodologias tiveram a finalidade de garantir e manter a melhor condição possível de tratamento térmico para que não ocorresse nenhuma anomalia no processo.

A primeira condição baseou-se em colocar o corpo de prova dentro de um cadinho de Al_2O_3 na região central do forno, como mostra a figura 6 a . A grande vantagem desta metodologia é que não há alteração na morfologia microestrutural, devido a amostra estar posicionada adequadamente e à homogeneidade na temperatura, tornando o ensaio ou condição de tratamento térmico mais vantajosa e adequada, quanto ao tempo e a preparação metalográfica reduzida de amostras.

A grande desvantagem dessa metodologia é que as amostras sofrem várias etapas de preparações superficiais e ataque químico, resultando em possíveis deformações, artefatos e entre outros defeitos superficiais. A Segunda etapa baseou-se em confeccionar várias amostras e posicioná-las no interior do forno, como mostrado na figura 6 b.

Os problemas foram diagnosticados como: não homogeneização da temperatura das amostras posicionadas no interior do forno, número excessivo de amostras a serem preparadas, atacadas e processadas, possíveis alterações nos parâmetros morfológicos microestruturais da liga Ti-15-3 envelhecida.



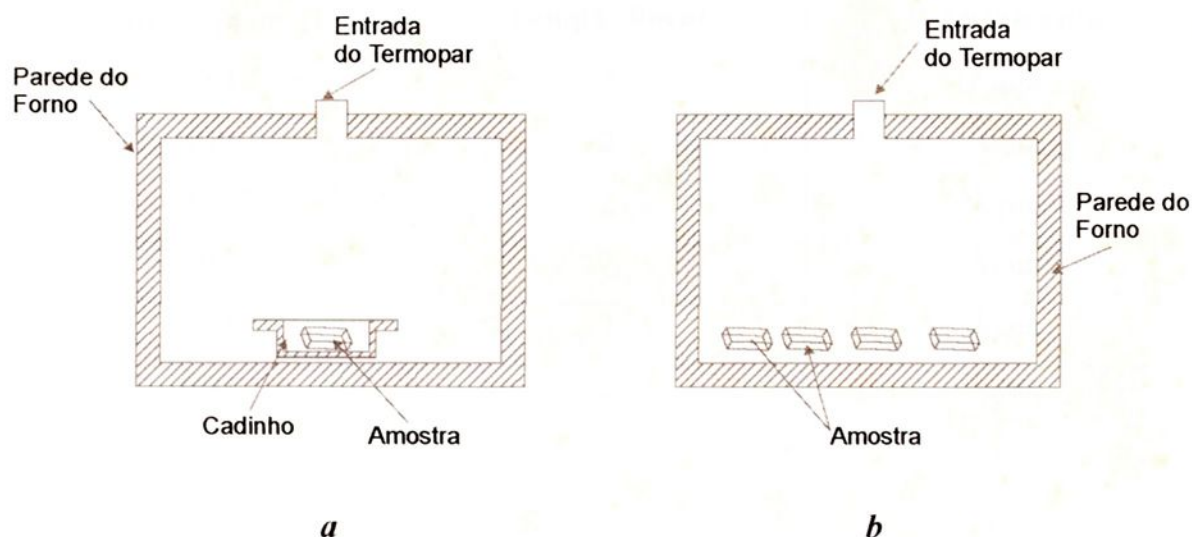


Figura 6 - Condições de Tratamento Térmico Impostas.

3.4- Tratamento Térmico

As amostras foram cortadas de chapas com 1,0 mm de espessura na condição de fornecimento descrita pela norma AMS 4914, isto é, solubilizada a 790-815°C por 3-30 minutos com resfriamento ao ar, após ser laminada e decapada.

O envelhecimento foi feito em forno mufla, sem controle de atmosfera, com rampa de aquecimento de 10°C/ minuto e resfriamento em água. Foram efetuadas várias combinações de temperaturas em função do tempo como mostra a tabela 3.

Tabela 3- Condições de envelhecimento avaliadas:

Temperatura- °C	Tempo- horas	Resfriamento
350	2	Água
400	2	Água
450	2	Água
500	2	Água
550	2	Água
600	2	Água

3.5- Análise por difração de Raios-X da liga Ti-15-3 envelhecida

O objetivo específico desta análise foi caracterizar as fases presentes nas condições de envelhecimento dadas, de forma qualitativa. As amostras após o envelhecimento (350°C, 450°C e 600°C durante duas horas), foram embutidas em resina transparente a frio e lixadas com papéis de abrasivos de SiC na sequência: # 320, 400, 600, 1000 e 4000.

Após a preparação superficial iniciou-se a análise de difração por Raios-X (ISO-DEBYEFLEX 1001- Reich. Seifert & Co) no DEMAR-FAENQUIL, utilizando os seguintes parâmetros: ângulo de varredura de 20 a 80°, passo de 0,05°, tempo de integração de 1 segundo e o tubo de Cu.

Na amostra tratada a 600°C/ 2horas, utilizou-se o tempo de integração de 3 segundos, devido à área ser relativamente pequena e também para reduzir a influência do ruído de fundo (background) na interpretação da fase α .



3.6- Preparação superficial das amostras para o ataque

O objetivo principal da preparação superficial das amostras foi obter uma superfície em perfeito estado, ou seja, plana com alto índice de reflectividade e isenta de quaisquer defeitos ou imperfeições superficiais tais como: riscos, artefatos, vestígios, cometas, abaulamento.

A preparação superficial da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida consistiu nas seguintes etapas:

- Seccionamento ou corte;
- Identificação;
- Embutimento;
- Lixamento;
- Polimento;
- Limpeza e secagem.

Seccionamento: O corte das amostras foi realizado em uma cortadeira de precisão (Isomet 1- Buehler), utilizando disco de diamante nas dimensões de Ø4"x 0,012" e usando lubrificante (óleo solúvel). A área padrão das amostras foi de 1cm², o que é suficiente para realizar as análises metalográficas.

Identificação: Como as amostras foram embutidas a frio, os corpos foram identificados com etiquetas, durante o processo de embutimento.

Embutimento: Após os corpos de prova serem cortados, realizou-se o embutimento a frio, com uma mistura de dois líquidos, sendo uma resina à base de poliéster e um catalisador ou endurecedor. Os dois líquidos foram misturados em



recipiente adequado e, em seguida, a mistura foi despejada em moldes apropriados. O tempo de cura ou solidificação foi de aproximadamente 2 horas.

Lixamento: O processo de lixamento consistiu na preparação clássica através do uso de lixas de carbetto de silício na seguinte seqüência: # 220, 320, 400, 600, 1000, 2400 e 4000; a grande dificuldade que se observou foi quanto à espessura da amostra (1mm) que obrigou a exercer o mínimo de pressão. À cada etapa do processo de lixamento, as amostras foram observadas no microscópio ótico a fim de se verificar a uniformidade da superfície durante o lixamento, o alinhamento (retiliniedade) dos riscos, o nível de deformação ocasionado pelo processo de abrasão, etc. O lixamento foi realizado com uma politriz mecânica (Dp-9) e utilizou-se água como meio refrigerante durante todo o processo.

Polimento: As amostras foram polidas em politriz mecânica utilizando uma suspensão de polimento composta por: 65 ml de sílica coloidal (OP-S), 10 ml de peróxido de hidrogênio (30 vol.), 0,25 ml de HF(48%) e 0,12 ml de HNO₃(65%) impregnados em feltro de nylon (OP-CHEM). A opção pelo polimento mecânico-químico é para produzir uma superfície plana e isenta de riscos, minimizando as deformações e imperfeições ocasionadas pelo processo de lixamento.

Limpeza e Secagem: A limpeza das amostras foi feita através de água corrente e esfregando algodão encharcado durante os intervalos de lixamento. Ao se iniciar o processo de polimento as amostras foram limpas em uma cuba de ultra-som durante aproximadamente 40 segundos, para remover todos os vestígios e abrasivos decorrentes do processo de abrasão. Em seguida a secagem foi feita através de secadores comuns, utilizando jato de ar frio.

No processo de ataque químico, as amostras foram limpas da seguinte maneira: utilizou-se água corrente e detergente concentrado a fim de neutralizar a ação ácida e manter a superfície lisa, para facilitar o escoamento da água e favorecer o processo de secagem.



3.7- Técnicas de Otimização do Planejamento de Experimento

Antes da realização do processo de ataque químico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, buscou-se estudar e avaliar um método para otimizar o processo de ataque.

O objetivo principal da aplicação da técnica de planejamento de experimento nesta dissertação consistiu em ordenar e simplificar os experimentos, garantindo a precisão e exatidão das informações fornecidas durante a realização dos ensaios.

Definiu-se a aplicação da ferramenta de planejamento de experimento para elaboração das soluções do ataque químico, para o reagente Kroll (solução de ataque) que é composto por três componentes e dois fatores: o ácido fluorídrico (HF- 48%), ácido nítrico (HNO₃ - 65%) e a água deionizada (que não é um fator, por sua proporção ser constante para todos os ensaios) e seus intervalos ou níveis determinados, conforme tabela 4.

Tabela 4 - Composição da solução de ataque químico - *Reagente Kroll [ASTM E-407-93, 1998]*.

Agentes (Reagentes)	Quantidade – mL
Ácido Nítrico- 65%	2 – 6
Ácido fluorídrico- 48%	1 – 3
Água Deionizada	100

A elaboração destes experimentos necessitou a construção de uma matriz 3², que determinou a realização de 9 condições diferentes de ataque, definida pela ferramenta de planejamento de experimento que envolveram dois fatores, o ácido fluorídrico (HF-48%) e o ácido nítrico (HNO₃-65%) e três níveis denominados de



O objetivo da aplicação da ferramenta de planejamento de experimento foi desenvolver uma metodologia de ataque químico de forma simplificada e ordenada, para melhor entendimento quanto à preparação das soluções, obtendo os ataques químicos de maneira precisa e exata, caracterizando a influência dos componentes do ataque químico da liga Ti-15-3 envelhecida e a cinética de reação.

3.8-Estudo do Comportamento Eletroquímico da Liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Envelhecida Utilizando o Reagente Kroll

Corpos de prova de dimensões de $0,5\text{ cm}^2$ foram cortados a partir das amostras de uma chapa da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecidas a 350°C e 600°C durante duas horas. Um fio de cobre foi fixado numa das faces das amostras com pasta condutora a base de prata a fim de realizar o contato elétrico e o conjunto foi embutido em resina a frio.

A segunda face da amostra que constitui a área a ser exposta ao meio HNO_3 e HF (área aproximadamente de $0,5\text{ cm}^2$) foi lixada com papel abrasivo até # 600 poucos minutos antes do início de cada teste eletroquímico.

As soluções foram preparadas com água deionizada (volume 200 mL de H_2O) e os reagentes HNO_3 (densidade=1,4 e 65% pureza) e HF (densidade=1,16 e 48% pureza) de grau analítico. As soluções escolhidas são apresentadas na tabela 7.



Tabela 7- Soluções utilizadas no estudo eletroquímico.

HNO₃- Quantidade (mL)	HF- Quantidade (mL)
4	2
12	2
4	6
12	6

Para o estudo do comportamento eletroquímico foi utilizada uma célula típica com três eletrodos, a amostra da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida sendo o eletrodo de trabalho, uma chapa de platina de área de 10cm² como contra-eletrodo e o eletrodo de calomelano saturado, o eletrodo de referência. Para os testes eletroquímicos foram realizados no DEMAR-FAENQUIL e utilizando um potenciostato/galvanostato PAR 273 A monitorado por um microcomputador 386 através do software M352.

Foram medidos os potenciais em circuito aberto dos corpos de prova durante 10 minutos a partir da sua imersão nas soluções e em seguida traçadas as curvas de polarização catódica e anódica com velocidade de varredura do potencial de 1mV.s⁻¹. A temperatura de trabalho foi a ambiente e nenhuma agitação, nem aeração, das soluções além das naturais foram operadas.

3.9- Ataque Químico e Controle das Variáveis

3.9.1- Controle das Variáveis do ataque químico: O grande problema para se realizar um ensaio adequado e se caracterizar uma microestrutura é a falta freqüente de conhecimentos dos mecanismos e das condições dos ataques químico. Durante o



processo, numerosas influências e condições de ataque químico devem ser consideradas, dentre as quais destacam-se:

- Tempo de ataque;
- Temperatura;
- Erros;
- Limpeza;
- Estocagem;
- Concentração dos reagentes.

Tempo de ataque: O tempo de ataque químico é de grande importância no processo, pois ele define a revelação da microestrutura de maneira adequada. No caso da liga Ti-15-3 envelhecida, foi investigada a evolução do ataque químico em intervalos curtos de tempo (5 a 5 segundos até o tempo ideal), de maneira a caracterizar o tempo ideal de ataque em cada condição de envelhecimento.

O termo empregado neste trabalho como tempo ideal de ataque químico é definido como aquele que permite a melhor definição dos elementos microestruturais (contornos, precipitados, etc.) sem apresentar problemas como oxidação excessiva e descontinuidade de contornos ou pites, isto é, a condição visual mais adequada qualitativamente.

Para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, foram adotadas três faixas de tempo de ataque, que correspondem ao tempo ideal e a valores 20% maiores e 20% menores em relação ao tempo ideal como ilustrado nas figuras 7a, b e c ambas com aumentos de 200x.



Figura 7a- Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas e atacada 20% abaixo do tempo ideal, solução de ataque: 1 mL HF- 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O (200x).



Figura 7b- Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas, atacada no tempo ideal, solução de ataque: 1 mL HF- 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O (200x).

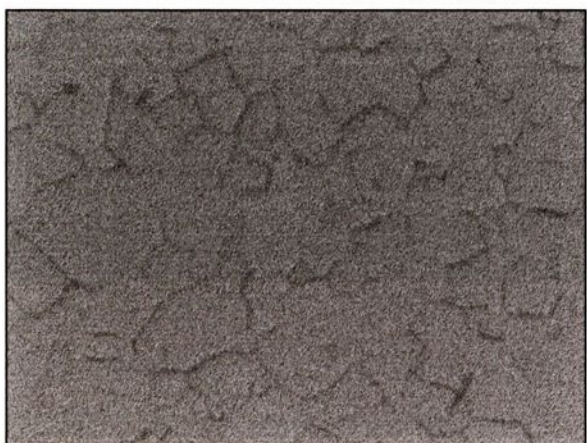


Figura 7c- Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas, atacada 20% acima do tempo ideal, solução de ataque: 1 mL HF- 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O (200x).

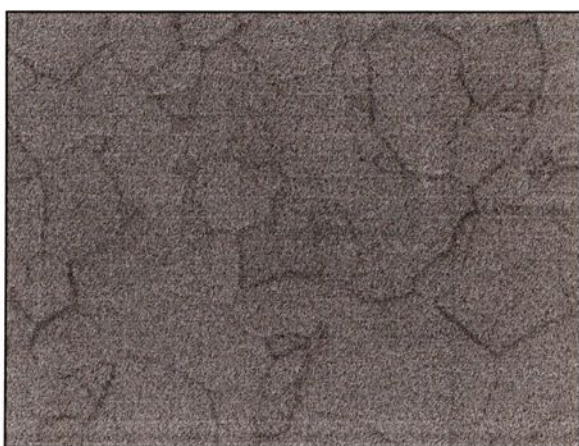


Figura 8 a- Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas, atacada 20% abaixo do tempo ideal, solução de ataque: 3 mL HF – 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O - (200x). **Figura 8 b-** Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas, atacada no tempo ideal, solução de ataque: 3 mL HF – 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O (200x).

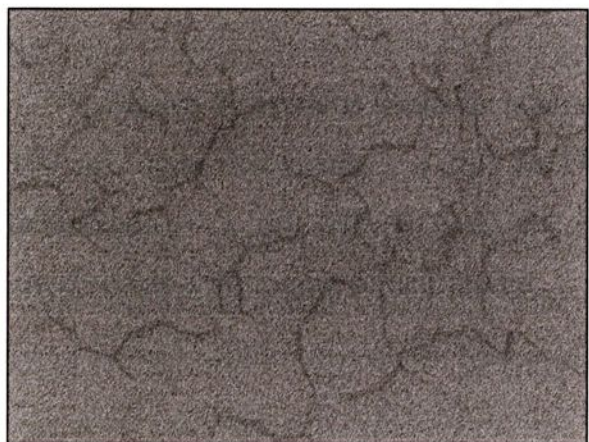


Figura 8 c- Ti-15-3 tratada a 350°C durante 2 horas, atacada 20% acima do tempo ideal, solução de ataque: 3 mL HF – 6 mL HNO₃ – 100 mL H₂O (200x).

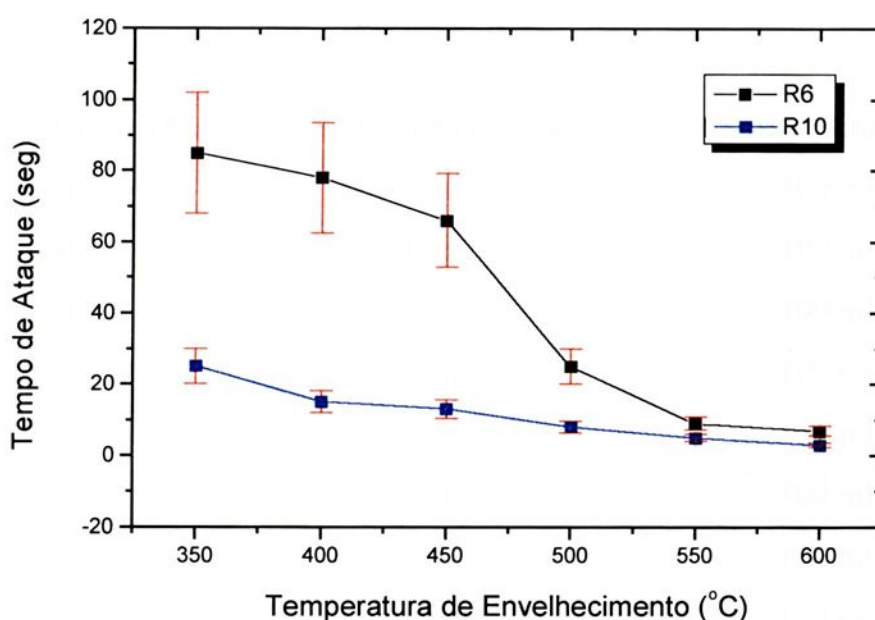


Figura 9- Tempos ideais de ataque químico em dois tipos de soluções (R 6 – 100 mL água deionizada – 1 mL de HF e 6mL de HNO₃ e R10 –100mL água deionizada - 3 mL HF e 6mL de HNO₃) para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida a diferentes temperaturas.

Na figura 9, apresentam duas situações diferentes em relação à quantidade de ácido fluorídrico em solução e quanto maior quantidade de ácido menor será o tempo ideal e extensão das faixas adotadas de ataque químico.

Tabela 8 - Composições das soluções para os ataques químicos- *Reagente Kroll*

<i>Ácido Fluorídrico-48%</i>	<i>Ácido Nítrico-65%</i>	<i>Água deionizada</i>
1 ml	2 ml	100 ml
1 ml	4 ml	100 ml
1 ml	6 ml	100 ml
2 ml	2 ml	100 ml
2 ml	4 ml	100 ml
2 m	6 ml	100 ml
3 ml	2 ml	100 ml
3 ml	4 ml	100 ml
3 ml	6 ml	100 ml

3.9.2- Ataque Químico: O ataque químico tem como objetivo revelar as fases presentes numa microestrutura, no caso da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, tendo em vista que apresentam duas morfologias de aspectos e estruturas cristalográfica diferentes (α e β) e o reagente utilizado foi o Kroll (HF, HNO₃ e água deionizada) empregando os limites determinados.

A ferramenta de planejamento de experimentos adotada para realização do ataque químico na liga Ti-15-3 envelhecida determinou 9 (nove) condições diferentes de ataque químico, mostradas na tabela 8.

Erros de ataque: As origens dos erros no ataque químico são numerosas. Por exemplo, quando o tempo de ataque ideal é ultrapassado, os defeitos mais comuns que surgem na superfície da amostra são: pites, deslocamento dos contornos, formação de relevos (degraus) entre os grãos e outros defeitos, podendo ser



observado através de um exame ótico criterioso. Outros erros podem ser descritos como: concentração dos reagentes, ácidos com datas de validade vencidas e conduzindo a falsas interpretações das microestruturas.

Limpeza e secagem: As amostras foram limpas com fluxo constante de água corrente e com detergente, encharcando um pedaço de algodão e a secagem feita com jato de ar frio.

Estocagem ou Armazenamento das amostras: As amostras foram armazenadas em dessecadores de vidro, evitando danos na superfície como pela corrosão atmosférica, poeiras e outros.

Temperatura de ataque químico e Concentração dos reagentes: Os ataques químicos "Reagente Kroll" foram realizados à temperatura ambiente e a concentração dos ácidos empregando os limites determinados, de acordo com a norma ASTM E 407-98 para revelação dos fatores microestruturais da liga Ti-15-3 envelhecida.

3.10- Aquisição e Digitalização das Imagens obtidas por Microscopia Ótica

Alguns metais como zircônio, urânio e/ou titânio e suas ligas são difíceis de serem atacados quimicamente e as microestruturas resultam em imagens digitalizadas inadequadas em algumas situações, devido ao baixo contraste apresentado.

A técnica empregada para a observação foi a iluminação em campo claro e o contraste da superfície da liga Ti-15-3 envelhecida caracterizado pela dissolução da superfície ser atacada quimicamente, com a formação de degraus entre os grãos.

As amostras foram preparadas adequadamente, atacadas e, em seguida, observadas num microscópio ótico (NEOPHOT-30) caracterizando e quantificando os fatores morfológicos da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al tratada termicamente.



Foram definidos dois critérios de observações para diferenciar os parâmetros a serem caracterizados e medidos na microscopia ótica. A primeira etapa baseou-se na utilização de ampliações de 200 vezes nas amostras tratadas termicamente entre 350 - 450°C durante 2 horas e observar 10 campos de medidas em torno da superfície.

No segundo critério, para as amostras tratadas termicamente entre 500 - 600°C durante 2 horas, foram investigados 15 (quinze) campos de medidas, 10 com ampliações de 200 vezes e, para os últimos 5 campos utilizou-se ampliações de 400 vezes, devido à dimensão e ao tipo da fase α (precipitados, colônias e sítios). Em todas as investigações por microscopia ótica foi usada luz de tungstênio a 9 volts.

As aquisições das imagens foram realizadas através de uma câmera digital (PIXERA PROFESSIONAL) acoplada ao microscópio ótico. As imagens foram capturadas no tamanho 640x480 e em escala de cinza (8 bits). A cada etapa de aquisição movimentava-se o cursor nos eixos X e Y do microscópio de maneira ordenada e em seguida realizava-se uma nova aquisição.

O processo foi cíclico entre preparação superficial, observação e análise microscópica e aquisição das imagens para a quantificação dos fatores da microestrutura da liga Ti-15-3 envelhecida.

3.11- Processamento Digital de Imagens

3.11.1- Método Manual

O método determinado para contagem manual dos interceptos foi o de Heyn, de acordo com a norma E 112-96 ASTM, implementado com suporte do programa Media Cybernetics Image pro Plus 4.0 / Materials-Pro Analyzer 3.1 disponível no Laboratório de Análise de Imagens de Materiais (LAIMat) do Departamento de



Materiais e Tecnologia (DMT) da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá/UNESP.

3.11.2-Desenvolvimento das Rotinas de Processamento Digital de Imagens

3.11.2.1-Descrição do problema e objetivo da análise

Para estudar a influência do ataque químico sobre os resultados obtidos por processamento e análise de imagens, foi escolhido um dos casos que não foram previstos na norma ASTM E 1382-97, onde a microestrutura é revelada sob iluminação em campo claro com os grãos em relevo, visualizando-se degraus nas regiões de fronteira entre os grãos. Esse efeito produz contornos mais escuros e mais claros que a matriz para um mesmo grão, o que, apesar de ser esteticamente agradável, não permite a identificação automática dos contornos por um analisador de imagens sem o emprego de uma extensa sequência de ferramentas de processamento digital.

O cenário acima descrito corresponde ao verificado para a ação das soluções de Kroll para as amostras da liga Ti 15-3 envelhecidas entre 350°C e 450°C por 2 horas após a solubilização. A microestrutura revelada em campo claro (figura 10) é constituída por uma matriz de grãos claros da fase β com precipitação heterogênea de partículas escuras da fase α em seus contornos e no interior. Os grãos aparentam estar em planos de elevação distintos, tal que os contornos de grão se apresentam ora brilhantes, com a reflexão da luz seguindo através da objetiva, ora escurecidos, com a reflexão em direção fora do alcance da lente.



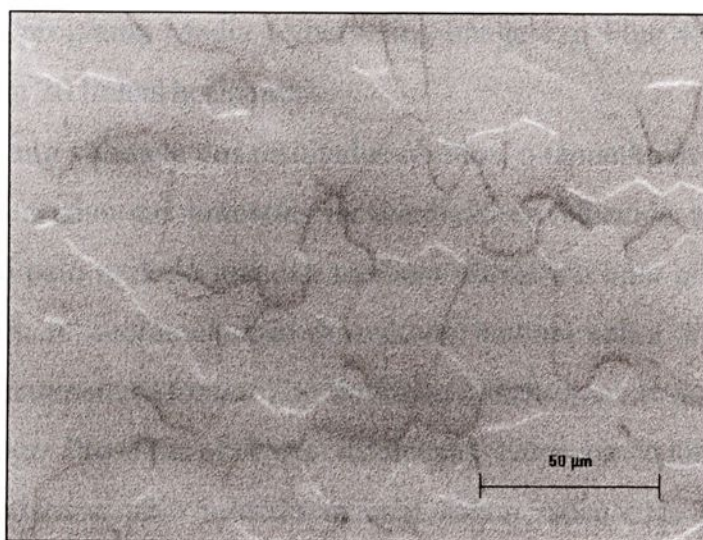


Figura 10- Microestrutura de amostra da liga Ti 15-3 solubilizada e envelhecida a 350°C por 2 horas.

A medição do tamanho de grão ASTM em imagens de microestruturas como esta é inviável na configuração comum de sistemas de análise de imagens, como o Media Cybernetics Image pro Plus 4.0 / Materials-Pro Analyzer 3., que, para atender à ASTM E 112-96, empregam o conceito da medida do comprimento médio de intercepto, com a interseção do sistema de linhas com a imagem segmentada da microestrutura, com um único nível de limiarização (*threshold*), já que, na segmentação, há a perda da informação sobre um dos padrões de contornos (isto é, brilhantes ou escurecidos).

Para contornar este problema, foram desenvolvidas duas rotinas para o tratamento das imagens, utilizando a linguagem de programação de macros do programa Scion Image Beta 3b, de domínio público (disponível em <http://www.scioncorp.com>). Essas rotinas, de complexidade e conceitos distintos, foram empregadas para o processamento das imagens com o Scion Image Beta 3b, para posterior medição do tamanho de grão ASTM com o módulo Materials-Pro

Analyzer 3.1 do programa Media Cybernetics Image Pro Plus 4.0, utilizando uma grade regular com 20 linhas horizontais.

Para avaliar a validade dos resultados obtidos, o tamanho de grão em cada um dos campos observados nas amostras na condição envelhecida a 350°C por duas horas foi medido pelo método manual, também utilizando uma grade regular de 20 linhas horizontais. A implementação do método manual sobre as imagens digitais foi feita com a ferramenta *Manual Tag* do menu *Measurements* do programa Media Cybernetics Image Pro Plus 4.0. As diferenças entre os valores obtidos pelos métodos automáticos e pelo método manual foram calculadas para cada campo individualizado, observando-se os efeitos das condições de tempo de ataque e concentração dos reagentes sobre a eficiência das rotinas de processamento digital.

3.11.2.2 - Sobre as rotinas de processamento desenvolvidas

As rotinas de processamento desenvolvidas podem ser diferenciadas pelos conceitos empregados. A primeira busca inverter a relação de contraste entre os contornos e a matriz, tornando escuros os contornos mais claros que a matriz. Para tanto, emprega uma ferramenta de comparação entre duas imagens, *pixel a pixel*, como seu principal mecanismo. Já a segunda emprega o conceito da direcionalidade de filtros derivativos espaciais, combinando a ação de um filtro de forte intensidade nas oito direções possíveis. Uma descrição detalhada do projeto destas rotinas é apresentada a seguir.



3.11.2.3 - Rotina baseada na comparação das intensidades dos pixels "intensidades"

Esta rotina é baseada numa idéia muito simples: como os contornos são mais claros ou mais escuros que a matriz, que é descrita por uma faixa de intensidades de cinza na região mediana da escala de cinza, então, se os pixels mais claros que a matriz forem transformados para uma tonalidade mais escura, todos os contornos serão escuros. Isto pode ser feito fazendo-se uma cópia, $g(x,y)$, da imagem original, $f(x,y)$, e extraindo suas informações de alta frequência para, em seguida, obter duas novas imagens com as operações $f(x,y)-g(x,y)$ e $g(x,y)-f(x,y)$. Comparando-se as duas novas imagens, deve-se selecionar os pixels de tonalidade mais escura, compondo uma imagem em que todos os contornos apareceriam com brilho menos intenso que a matriz, sem provocar deslocamentos nas posições iniciais dos detalhes da imagem.

Isto pode ser feito facilmente na maioria dos programas de processamento de imagens, que dispõem de ferramentas de matemática matricial e de comparação, tipo "mínimo entre $f(x,y)$ e $g(x,y)$ " ou "máximo entre $f(x,y)$ e $g(x,y)$ ", que selecionam os valores de menor ou maior intensidade para qualquer par de coordenadas (x,y) tomado sobre ambas as imagens f e g .

Os problemas na implementação desta idéia estão:

- a) na textura presente no interior dos grãos e
- b) na qualidade da imagem adquirida.

No caso das imagens analisadas, com o envelhecimento entre 350° e 450°C por duas horas, há a ocorrência de precipitados no interior dos grãos. Como estes precipitados são de pequeno tamanho, existe a possibilidade de filtrá-los por meio de operadores morfológicos, com ciclos sucessivos de erosões e dilatações após a segmentação [Wojnar, 1999], o que não é uma alternativa totalmente desejável pois



altera as informações originais sobre a morfologia dos grãos, arredondando cantos vivos e ampliando regiões como de pontos triplos.

Este efeito torna necessária a operação de *esqueletização* ao final do processamento, que consiste em reduzir a larga espessura dos contornos, verificada após os ciclos de erosões e dilatações, em linhas de 1 *pixel* de espessura, que correspondem ao "esqueleto" da rede de contornos. A esqueletização consiste numa operação morfológica complexa, em escala binária, que combina a aplicação de erosões com um teste iterativo da espessura do objeto erodido, terminando-se localmente o processo quando a espessura chega ao mínimo de 1 *pixel* [Parker, 1997].

Quanto à qualidade, dois problemas foram verificados nas imagens obtidas: ruído e variação da iluminação.

O ruído verificado é do tipo "sal e pimenta", como nas imagens de televisão, que ocorre durante o processo de digitalização pela câmera digital Pixera Professional. Este problema é inevitável e também ocorre em câmeras de melhor qualidade. Sua atenuação é feita comumente com a aplicação de um filtro de mediana de tamanho 3x3, que consiste numa matriz ou máscara de convolução 3x3 que é "deslizada" por toda a extensão da imagem, substituindo-se o valor do *pixel* central na máscara pelo valor da mediana entre os nove *pixels* verificados na mesma, em cada passo do processo de varredura [Jain, 1989]. Esta ferramenta é muito utilizada e está presente em todos os programas comerciais e de domínio público para aquisição ou tratamento de imagens.

Já a variação de iluminação consiste num problema derivado de um desalinhamento entre eixo óptico do sistema de objetivas do microscópio e seu sistema de iluminação, que provoca uma diferença na distribuição de brilho entre as bordas e o centro da imagem [Inoué e Spring, 1997]. Para resolver este problema, a solução típica é subtrair da imagem original as informações de baixa frequência, que



correspondem à luminosidade ao longo do fundo da imagem ("*background*"). A alternativa adotada nesta rotina foi a de utilizar o resultado da aplicação de um filtro passa-baixa em uma cópia da imagem original. No caso, foi adotado o filtro da média com dimensão 15x15 para remoção das informações de alta frequência, para, então, realizar a subtração do "*background*". O filtro da média consiste numa matriz onde todos os seus elementos tem intensidade igual a 1 e sua convolução com uma imagem qualquer implica na substituição, a cada passo da varredura, do valor do elemento central pela média de sua vizinhança. A figura 11 ilustra a aplicação do filtro da média 11x11 na imagem da figura 10.



Figura 11.- Efeito da aplicação do filtro da média 11x11 na imagem mostrada na figura 10.

Assim, a seqüência de comandos da rotina de macro criada pode ser explicada da seguinte forma:

- Sub-rotina para criação do filtro da média 15x15:

```
Procedure Smoothing;  
begin  
  NewTextWindow('filtro da media 15x15',300,100);
```



```

writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
writeln(1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1);
Convolve('');
Dispose;
end;

```

Em seguida será demonstrado o efeito do filtro na microestrutura;



Figura 12- Efeito da aplicação do filtro da média 15x15, três vezes.

- Apresentação da macro e definição das variáveis:

```

macro 'Contornos de grãos em relevo';
var  pic1,pic2,pic3,pic4,pic5,i: integer;

```

- Aplicação do filtro da mediana 3x3 na imagem original (*pic1*):

begin

```
pic1 := pidNumber;  
Filter('median');
```

- Cópia da imagem original (*pic2*) e extração da luminosidade do *background*, com a aplicação tripla do filtro da média 15x15:

```
Duplicate('Cópia');  
pic2 := pidNumber;  
Smoothing;  
Smoothing;  
Smoothing;
```



Figura 13- Cópia da imagem original e extração da luminosidade (original - imagem filtrada) .

-
-
- Obtenção das imagens $f(x,y)-g(x,y)$ e $g(x,y)-f(x,y)$, subtraindo-se a imagem original do *background* (*pic3*) e a imagem de *background* da imagem original

(pic4). O filtro da mediana é aplicado para atenuar efeitos ocasionados pela presença de precipitados na matriz:

```
ImageMath('sub',pic1,pic2,1,0,'pic3');  
pic3:=pidNumber;  
Filter('median');  
ImageMath('sub', pic2,pic1,1,0,'pic4');  
pic4:=pidNumber;  
Filter('median');  
SelectPic(pic2);  
Dispose;
```



Figura 14 - Imagem filtrada menos a imagem original.

- Separação dos pontos mais escuros entre as duas imagens, com a *função "máximo entre pic3 e pic4"* (ao contrário da maioria dos programas, o Scion Image atribui o valor "0" ao branco e "255" ao preto na sua escala de cinza) , resultando na imagem *pic5*. O filtro da mediana é aplicado novamente, pelo mesmo motivo, e o contraste é ampliado pela multiplicação escalar de *pic5* por 8

```
ImageMath('max',pic3,pic4,1,0,'pic5');  
pic5:=pidNumber;
```

```
SelectPic(pic3);  
Dispose;  
SelectPic(pic4);  
Dispose;  
SelectPic(pic5);
```

```
Filter('median');  
MultiplyByConstant(8);
```




Figura 15 - A ampliação do contraste da imagem .

- É feita a segmentação, a conversão para a escala binária e são realizados 10 ciclos de dilatações e erosões, para remoção das informações dos precipitados no interior dos grãos e para melhor definição dos contornos:

```
AutoThreshold;  
MakeBinary;  
i:=1;  
for i:=1 to 10 do begin  
i:=i+1;  
Dilate;  
Erode;  
end;
```

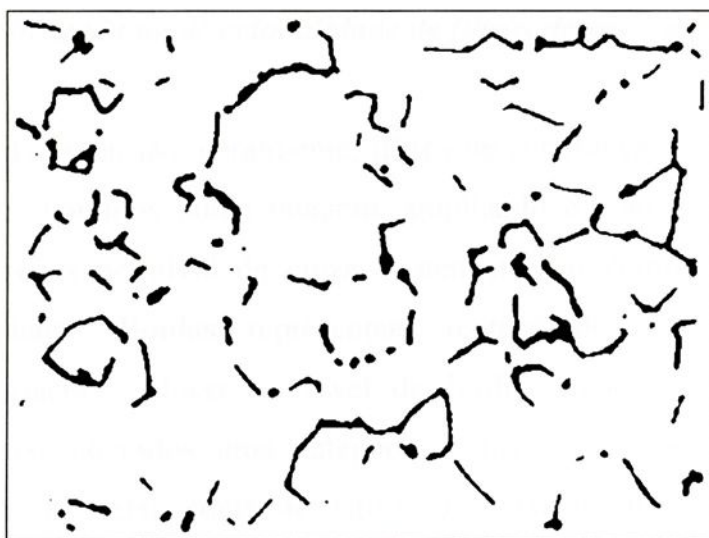


Figura 16- Segmentação e aplicação sucessivas de erosão e dilatação na imagem.

- É feita
- a esqueletização e o processamento é concluído:

```
AutoThreshold;
MakeBinary;
Skeletonize;
ChoosePic (pic1);
Dispose;
end;
```

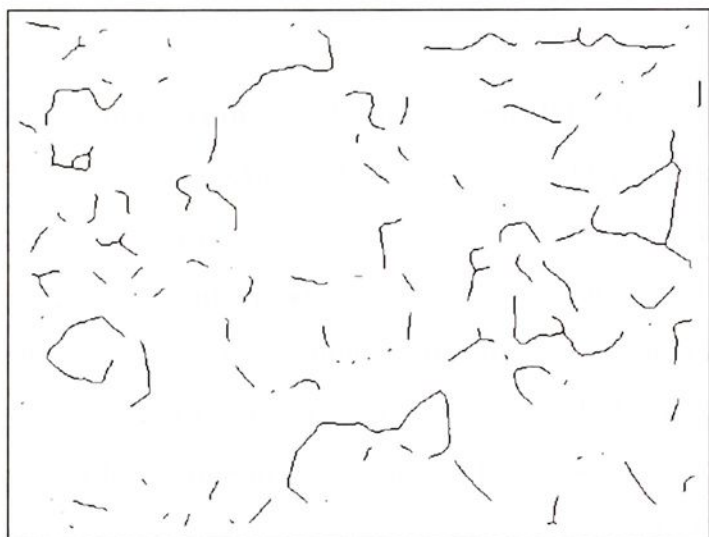


Figura 17 - Esqueletização da imagem .

3.11.1.4- Rotina baseada na direcionalidade de filtros derivativos "Scharr"

Filtros derivativos são, geralmente, filtros de convolução usados para realçar bordas de objetos contidos numa imagem, ampliando o contraste de regiões que apresentam variações no nível de cinza e atenuando o contraste de regiões de tonalidade constante. Bordas representam regiões de alta frequência, por apresentarem variações súbitas no nível de brilho. Então, os filtros espaciais derivativos são considerados uma categoria dentre os filtros "passa-alta", por atenuarem regiões de baixo contraste, isto é, de baixa frequência (Jain, 1989). A forma geral dos filtros derivativos de primeira ordem é dada por:

$$\nabla g = \left[\frac{\partial g}{\partial x}, \frac{\partial g}{\partial y} \right]^T, \text{ onde } g(x,y) \text{ é a função imagem;} \quad (9)$$

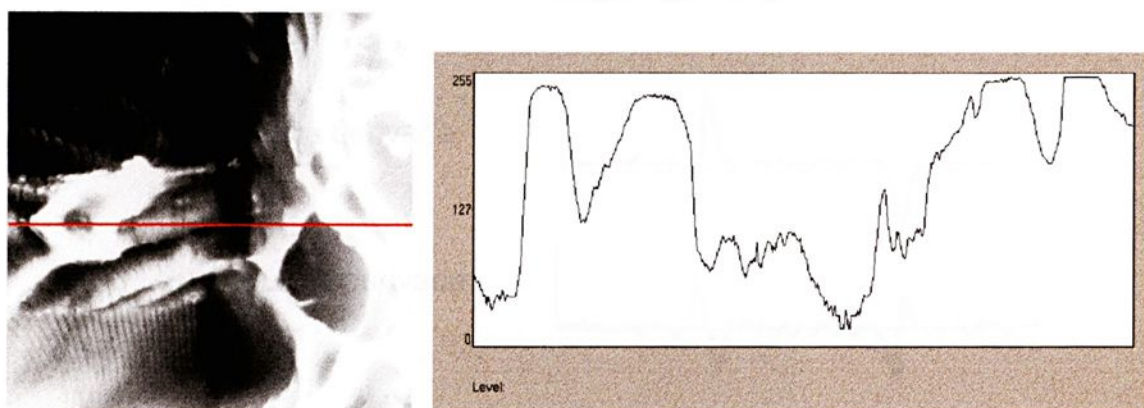
Já os filtros de segunda ordem são descritos por:

$$\nabla^2 g = \left[\frac{\partial^2 g}{\partial x^2}, \frac{\partial^2 g}{\partial x \partial y}, \frac{\partial^2 g}{\partial y^2} \right]^T \quad (10)$$

Uma "borda", então, pode ser definida como uma região de alto contraste local. A figura 18 mostra o perfil de brilho extraído de uma imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura, apresentando o comportamento da intensidade de brilho nas regiões que contem bordas. Idealmente, uma borda ideal seria uma região de contraste perfeitamente definido, como função de onda quadrada, como a mostrada na figura 18a. Já a figura 18b traz uma curva de brilho mais realista, que contém informações sobre componentes como ruídos e sombras.

A primeira derivada da função em 19b, mostrada na figura 19c, ilustra o efeito de um filtro derivativo de convolução: quando o filtro varre de uma região de

menor brilho para outra de brilho mais intenso, então a imagem derivada apresentará elevada intensidade no ponto correspondente à esta transição, enquanto que, ao passar de uma região brilhante para outra escura, a fronteira correspondente será demarcada, na imagem filtrada, por um ponto mais escuro.



a) Extração de perfil

b) Perfil de brilho extraído da região marcada em a.

Figura 18- Comportamento do brilho junto a bordas (Hein, 1998).

A aplicação de uma derivada de segunda ordem produzirá, para cada borda detectada, uma fronteira dupla, formada por uma faixa clara e outra escura, cuja ordem dependerá, como mostra a figura 19d, da relação original de contraste (figura 19b).

Estes efeitos dão aos filtros derivativos uma característica bastante singular: a direcionalidade [Russ, 1998]. Na figura 20, têm-se exemplos das conseqüências das oito rotações possíveis de um filtro espacial derivativo, onde o efeito apresentado teoricamente na Figura 19b é claramente visualizado.

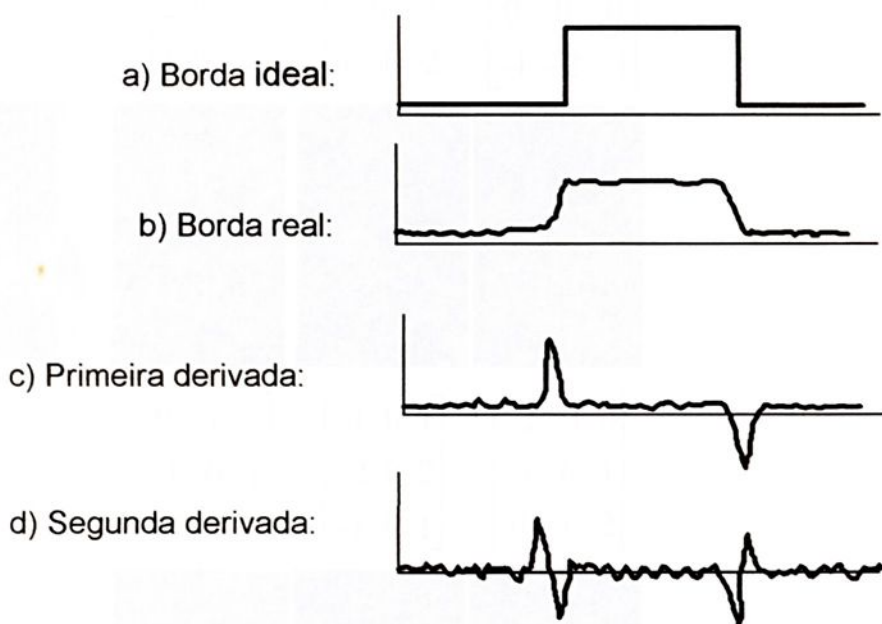


Figura 19- Efeito da derivação de bordas nas relações de contraste.

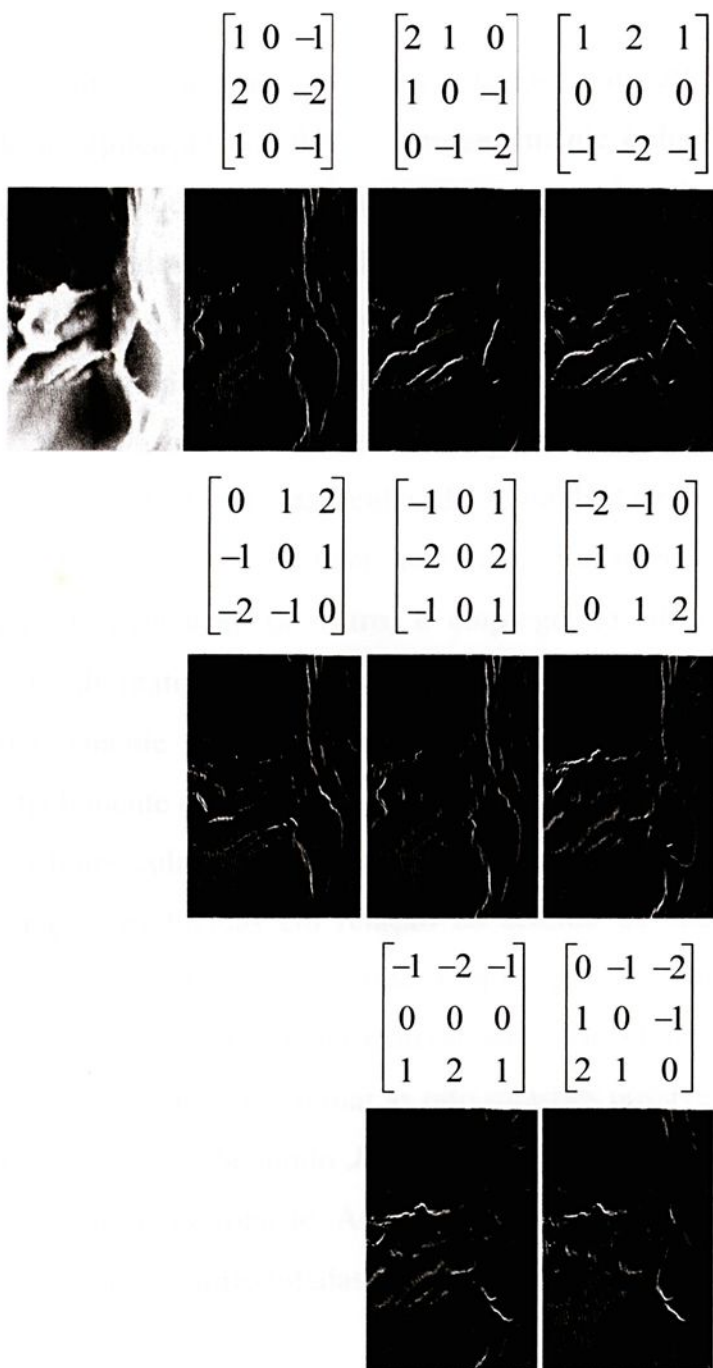


Figura 20 - Ação de um filtro espacial derivativo nas suas oito rotações possíveis [Hein, 1998].

Assim, como pode ser observado na figura 20, as bordas são realçadas no sentido de aplicação dos filtros, ortogonalmente à disposição dos valores nulos na matriz. Deste modo, a combinação das imagens geradas pela derivação da imagem original em todas as 8 direções possíveis produzirá uma imagem completa das bordas, claras ou escuras, dos objetos. Esse é o princípio da rotina criada com filtros derivativos para o processamento de microestruturas com grãos em relevo.

Quanto à textura no interior dos grãos, a ação dos filtros derivativos tende a ampliar o contraste das partículas de segunda fase, o que não é desejável. Para atenuar este efeito e também amenizar a influência do ruído, que também é amplificada pela ação do filtro, o emprego do filtro da mediana é uma boa, e clássica, alternativa [Russ, 1990]. Já a variação do brilho no *background* é automaticamente compensada pela ação de um filtro derivativo, por atenuar consistentemente os contrastes de baixa frequência [Jähne, 1997^a]).

Efeitos colaterais do emprego de um filtro espacial derivativo são a translação e a rotação produzidas em relação ao sentido de sua ação. Para compensar este efeito, Jähne, 1997b sugere que a aplicação de filtros derivativos em sentidos opostos tende a reduzir significativamente este efeito de translação, o que vai de encontro à idéia de se combinar as oito rotações possíveis e não apenas quatro, como sugere Russ, 1998. Segundo Jähne, 1997b, o filtro proposto por Scharr provocaria um erro mínimo de rotação. As matrizes do filtro derivativo de Scharr, para todas as oito rotações, são apresentadas a seguir:

Horizontal (0°)

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} -3 & 0 & 3 \\ -10 & 0 & 10 \\ -3 & 0 & 3 \end{bmatrix}$$

Inclinada a 45°

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} 0 & 3 & 10 \\ -3 & 0 & 3 \\ -10 & -3 & 0 \end{bmatrix}$$

Vertical (90°)

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} 3 & 10 & 3 \\ 0 & 0 & 0 \\ -3 & -10 & -3 \end{bmatrix}$$

Inclinada a 135°

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} 10 & 3 & 0 \\ 3 & 0 & -3 \\ 0 & -3 & -10 \end{bmatrix}$$

Horizontal (180°)

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} 3 & 0 & -3 \\ 10 & 0 & -10 \\ 3 & 0 & -3 \end{bmatrix}$$

Inclinada a 225°

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} 0 & -3 & -10 \\ 3 & 0 & -3 \\ 10 & 3 & 0 \end{bmatrix}$$

Vertical (270°)

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} -3 & -10 & -3 \\ 0 & 0 & 0 \\ 3 & 10 & 3 \end{bmatrix}$$

Inclinada a 315°

$$\frac{1}{32} \begin{bmatrix} -10 & -3 & 0 \\ -3 & 0 & 3 \\ 0 & 3 & 10 \end{bmatrix}$$

Assim, a macro criada emprega o filtro de Scharr nas oito rotações, intercalando aplicações do filtro da mediana 3x3 para atenuação do ruído e da textura do interior dos grãos após cada passo, somando as oito imagens produzidas. Além disso, da mesma forma que na rotina anterior, operações de erosão e dilatação binárias são empregadas para remover sinais inerentes à precipitação de partículas de segunda fase e para preencher o espaço entre bordas duplas. Após este processamento morfológico, a operação de esqueletização é realizada, com os mesmos objetivos descritos na rotina anterior.

A rotina aqui criada para o programa Scion Image Beta 3b, baseada no operador derivativo proposto por Scharr, é explicada a seguir:

- Apresentação da macro e declaração das variáveis:

```
macro 'máximo nas 8 direções - SCHARR';
var pic0,pic1,pic2,pic3,pic4,pic5,pic6,pic7,pic8,A,B,C,D,E,F,G,H,i:
integer;
```

- Derivação nas oito rotações com o operador de Scharr:

```
begin
Filter ('Median');
pic0:=pidNumber;
Duplicate('vertical 90');
begin
  NewTextWindow('vertical 90',120,120);
  writeln('3 10 3');
  writeln('0 0 0');
  writeln('-3 -10 -3');
```



```

    Convolve('');
Dispose;
end;
pic1:=pidNumber;
Selectpic(pic0);
Duplicate('45');
begin
    NewTextWindow('45',120,120);
    writeln('0 3 10');
    writeln('-3 0 3');
    writeln('-10 -3 0');
    Convolve('');
Dispose;
end;
pic2:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('0');
begin
    NewTextWindow('0',120,120);
    writeln('-3 0 3');
    writeln('-10 0 10');
    writeln('-3 0 3');
    Convolve('');
Dispose;
end;
pic3:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('315');
begin
    NewTextWindow('315',120,120);
    writeln('-10 -3 0');
    writeln('-3 0 3');
    writeln('0 3 10');
    Convolve('');
Dispose;
end;
pic4:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('270');
begin
    NewTextWindow('270',120,120);
    writeln('-3 -10 -3');
    writeln('0 0 0');
    writeln('3 10 3');
    Convolve('');
Dispose;
end;
pic5:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('225');
begin
    NewTextWindow('225',120,120);
    writeln('0 -3 -10');

```



```

writeln('3 0 -3');
writeln('10 3 0');
Convolve('');
Dispose;
end;
pic6:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('180');
begin
  NewTextWindow('180',120,120);
  writeln('3 0 -3');
  writeln('10 0 -10');
  writeln('3 0 -3');
  Convolve('');
Dispose;
end;
pic7:=pidNumber;
Choosepic(pic0);
Duplicate('135');
begin
  NewTextWindow('135',120,120);
  writeln('10 3 0');
  writeln('3 0 -3');
  writeln('0 -3 -10');
  Convolve('');
Dispose;
end;

```

Aplicação dos filtros direcionais Scharr:

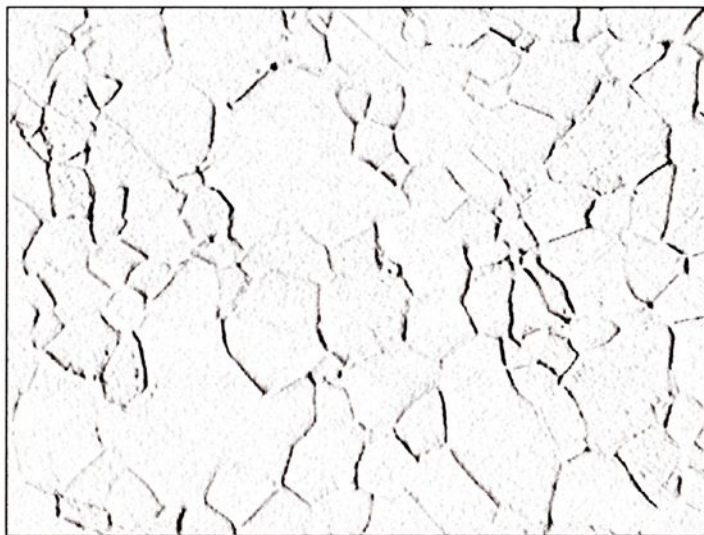


Figura 21 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 0° .

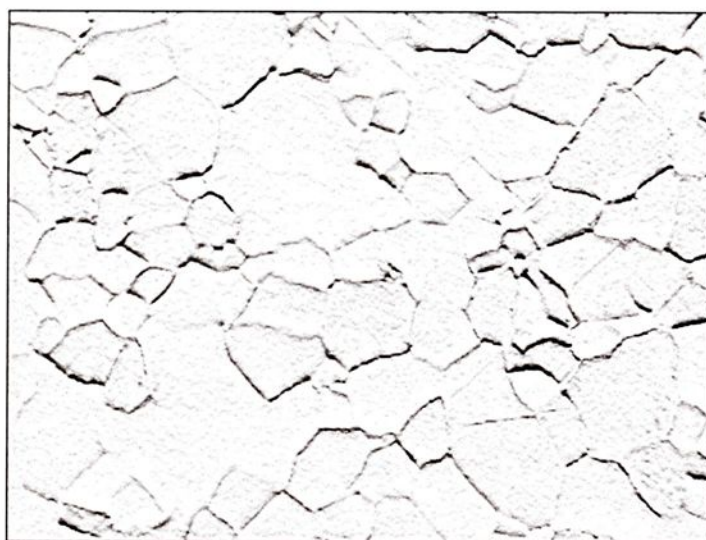


Figura 22 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 45° .

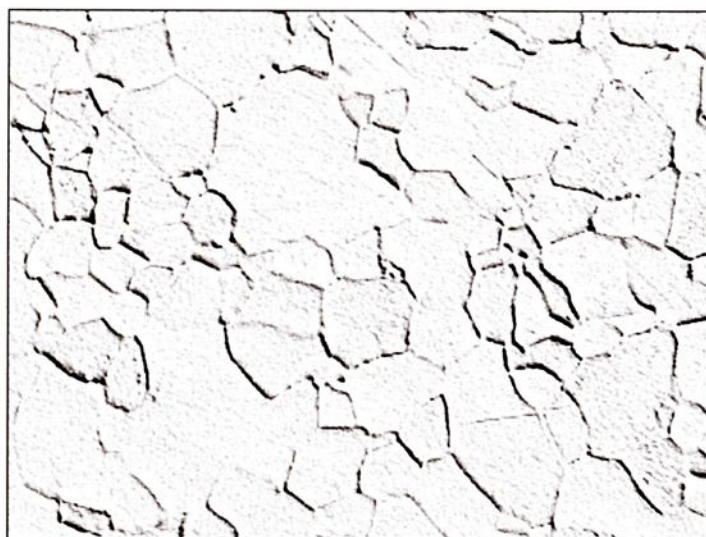


Figura 23 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 90° .



Figura 24 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 135° .

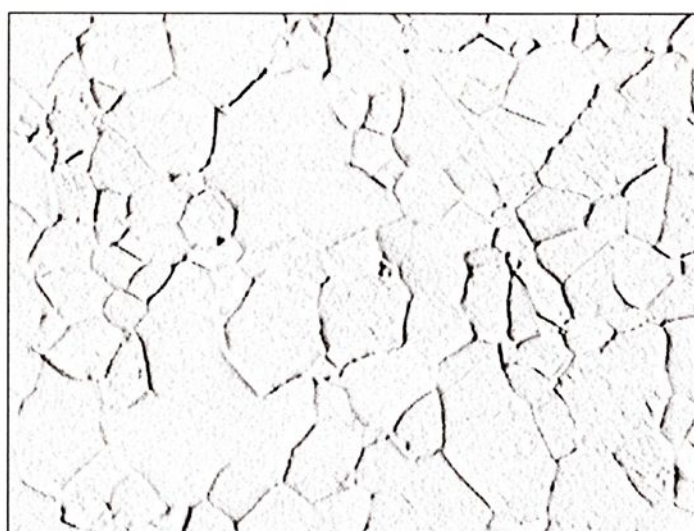


Figura 25 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 180° .



Figura 26 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 225° .



Figura 27 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 270° .



Figura 28 - Aplicação do filtro derivativo Scharr na direção 315°.

- Adição das imagens e aplicação do filtro da mediana 3x3:

```

pic8:=pidNumber;
ImageMath('add', pic1,pic2,1,0,'A');
Filter ('Median');
A:=pidNumber;
Choosepic (pic1);
Dispose;
Choosepic (pic2);
Dispose;
ImageMath('add', A,pic3,1,0,'B');
Filter ('Median');
B:=pidNumber;
Choosepic (A);
Dispose;
Choosepic (pic3);
Dispose;
ImageMath('add', B,pic4, 1,0,'C');
Filter ('Median');
C:=pidNumber;
Choosepic (B);
Dispose;
Choosepic (pic4);
Dispose;
ImageMath('add', C,pic5,1,0,'D');
Filter ('Median');
D:=pidNumber;

```



```

Choosepic (C);
Dispose;
Choosepic (pic5);
Dispose;
ImageMath('add', D,pic6,1,0,'E');
Filter ('Median');
E:=pidNumber;
Choosepic (D);
Dispose;
Choosepic (pic6);
Dispose;
ImageMath('add', E,pic7,1,0,'F');
Filter ('Median');
F:=pidNumber;
Choosepic (E);
Dispose;
Choosepic (pic7);
Dispose;
ImageMath('add', F,pic8,1,0,'G');
Filter ('Median');
G:=pidNumber;
Choosepic (F);
Dispose;
Choosepic (pic8);
Dispose;
Choosepic (G);

```

Composição das Imagens:



Figura 29 - Composição das imagens A= add (0° e 45°) .



Figura 30 - Composição das imagens $B = \text{add}(A, 90^\circ)$.

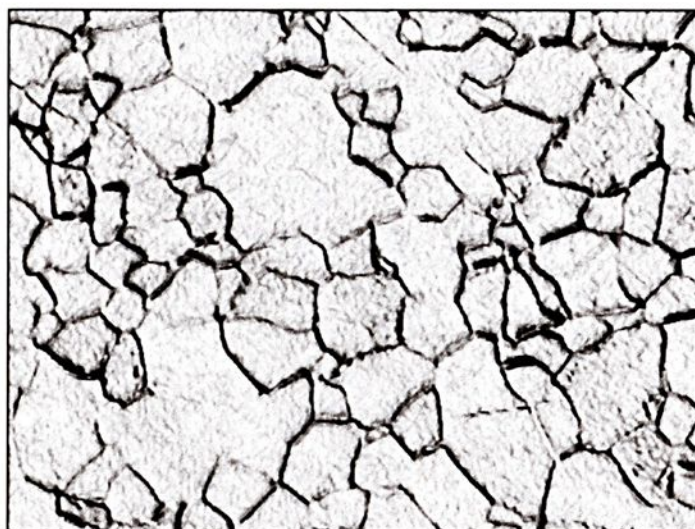


Figura 31 - Composição das imagens $C = \text{add}(B, 135^\circ)$.

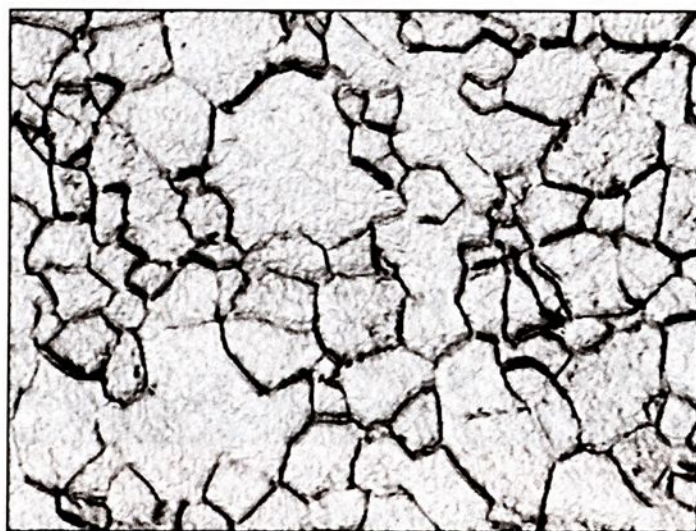


Figura 32 - Composição das imagens $D = \text{add}(C, 180^\circ)$.



Figura 33 - Composição das imagens $E = \text{add}(D, 225^\circ)$.

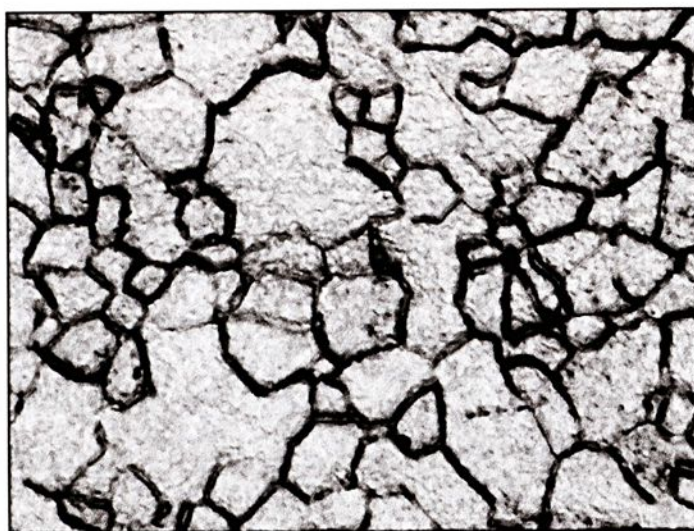


Figura 34 - Composição das imagens $F = \text{add}(E, 270^\circ)$.

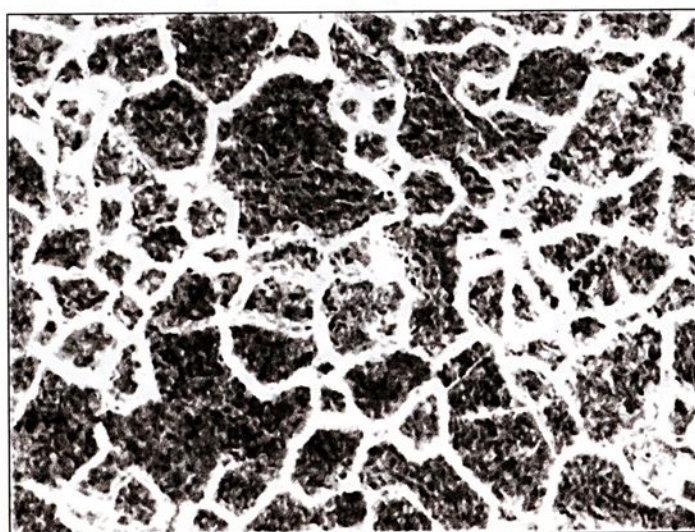


Figura 35 - Inverso $G = \text{add}(F, 315^\circ)$.

- Amplificação do contraste pela multiplicação por escalar, segmentação, binarização e correção por erosões e dilatações sucessivas:

```

MultiplyByConstant(2);
AutoThreshold;
Invert;
ImageMath('min',G,pic0,1,0,'H');
H:=pidNumber;
AutoThreshold;
MakeBinary;
i:=1;
for i:=1 to 10 do begin
i:=i+1;
Dilate;
Erode;
end;

```

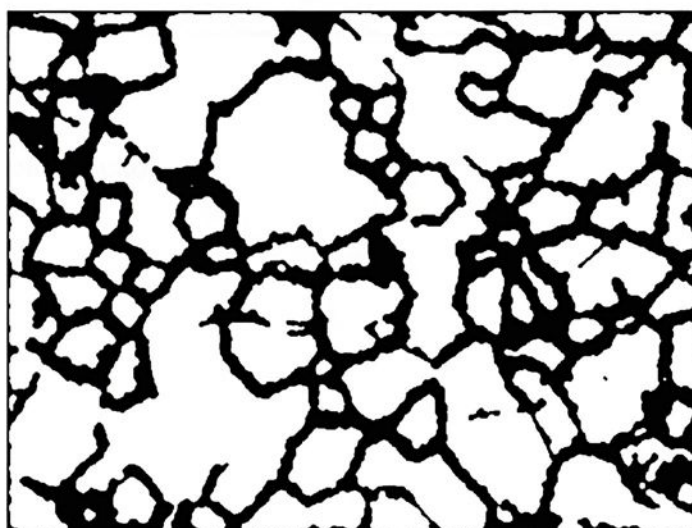


Figura 36 - Segmentação "threshold, filtragem binária e inversão do LUT .

- Esqueletização:

```

Invert;
AutoThreshold;
MakeBinary;
Skeletonize;
ChoosePic (G);
Dispose;
end;

```

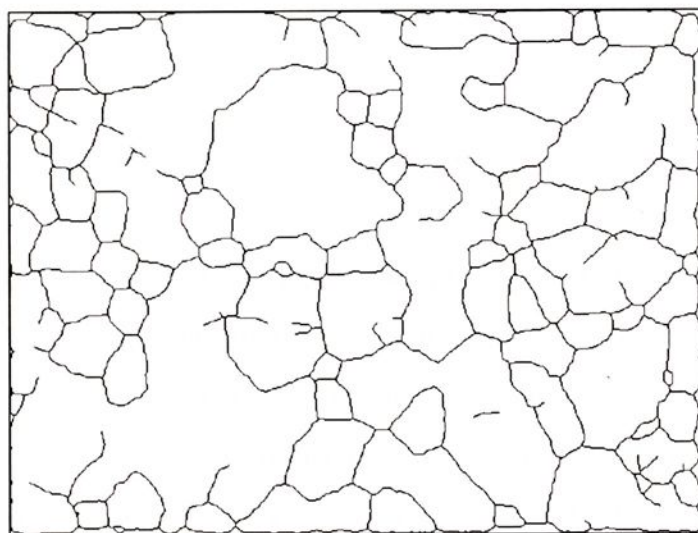


Figura 37 - Esqueletização.

Capítulo 4

4-Resultados e Discussão

4.1- Condições de Tratamento Térmico Impostas:

Inicialmente o critério da condição adequada de tratamento térmico adotado teve como finalidade que não houvesse mudança em toda microestrutura, que através da realização do tratamento térmico em pequenas amostras e sempre utilizando a região em que a temperatura permanecesse homogênea.

Esta condição tornou o processo mais viável e confiável, devido ao controle do processo térmico e ao posicionamento correto da amostra dentro do forno. A rota de preparação superficial adotada nas etapas de preparação foi a clássica. Somente o polimento precisou ter uma atenção especial o que levou à utilização de polimento mecânico-químico na liga Ti-15-3, formando durante o processo uma camada frágil de óxido, facilitando a preparação e eliminando qualquer deformação, garantindo boa reprodutividade dos resultados.

4.2- Tempo de Ataque Químico versus Microestrutura

Após a preparação superficial da liga Ti-15-3 envelhecida, foram adotados critérios quanto à técnica de ataque químico, como: a aplicação do planejamento de experimento na elaboração das soluções em comparação com os métodos convencionais e os limites de tempo de imersão mínimo e máximo para observar as diferenças nas características microestruturais da liga. O tempo ideal de ataque químico da liga Ti-15-3 envelhecida teve como critério de elaboração primeiramente a norma da ASTM E 407-98, que define que o titânio e suas ligas são atacados



quimicamente durante 10 a 30 segundos de imersão, posteriormente as amostras foram atacadas de 5 em 5 segundos até o tempo ideal de ataque independente do tempo estabelecido pela norma e os resultados são apresentados conforme as tabelas 9 a 17 mostrando os tempos e as soluções de ataque químico adequadas.

Tabela 9- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 1 mL, HNO₃- 2 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	72	90	108
400	58	70	84
450	48	60	72
500	16	20	24
550	4	5	6
600	3	4	5



Tabela 10- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 1 mL, HNO₃- 4 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	48	60	72
400	34	42	50
450	26	30	36
500	12	15	18
550	6	8	10
600	1	2	3

Tabela 11- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 1 mL, HNO₃- 6 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	68	85	102
400	62	78	94
450	53	66	79
500	20	25	30
550	7	9	11
600	6	7	8



Tabela 12- Tempos de imersão solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 2 mL, HNO₃- 2 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	32	40	48
400	22	27	32
450	16	20	24
500	6	8	10
550	3	4	5
600	2	3	4

Tabela 13- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 2 mL, HNO₃- 4 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	28	35	42
400	17	22	26
450	12	15	18
500	5	6	7
550	2	3	4
600	1	2	3



Tabela 14- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 2 mL, HNO₃- 6 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	21	26	31
400	20	25	30
450	19	24	29
500	12	15	18
550	6	7	8
600	4	5	6

Tabela 15- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 3 mL, HNO₃- 2 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	26	30	36
400	16	20	24
450	12	15	18
500	5	6	7
550	2	3	4
600	1	2	3



Tabela 16- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 3 mL, HNO₃- 4 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	21	26	31
400	14	18	22
450	12	15	18
500	6	7	8
550	3	4	5
600	1	2	3

Tabela 17- Tempos de imersão na solução de ataque químico “*reagente Kroll*” – (HF- 3 mL, HNO₃- 6 mL, H₂O- 100 mL) amostras envelhecidas a 350, 400, 450, 500, 550, 600°C durante 2 horas.

Temperatura (°C)	Tempo/Mínimo [s]	Tempo Ideal [s]	Tempo/Máximo [s]
350	20	25	30
400	12	15	18
450	10	13	16
500	6	8	10
550	4	5	6
600	2	3	4



Em relação as tabelas 9, 12 e 15 observamos que com o aumento da concentração de HF o tempo de ataque ideal da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al diminui em todo processo, o que evidencia o poder corrosivo e redutor do HF, onde sua característica principal é de atacar a superfície, de modo que, quanto maior sua presença (proporção) na solução, menor será o tempo de ataque químico para revelação microestrutural da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida.

O ácido nítrico possui a influência na formação da camada passivadora ou filme de óxido, podendo modificar o contraste (brilho) da superfície ao ser atacada. Podemos concluir que o ácido nítrico possui um papel importante no processo de ataque químico, quanto as suas propriedades oxidantes, já que na cinética não houve nenhuma alteração como mostram as tabelas 15,16 e 17 quanto à sua concentração.

Observamos que, sua resistência ao ataque químico é diminuída através do aparecimento das fase α e suas variantes que são mais nobres e que favorecem a corrosão ao longo dos contornos dos grãos, caracterizando a diminuição do tempo de ataque em relação a liga tratada a temperaturas mais baixas.

Fica caracterizado que as soluções de ataque metalográfico adequadas para revelação microestrutural da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, de acordo com os limites determinados pela norma E 407 - 93 ASTM foram os casos representados nas tabelas 10,16 e 17, por estarem dentro dos limites especificados.

Os resultados das análises de difração são apresentados na figura 38. Quando a liga Ti-15-3 é envelhecida a 350°C durante duas horas apresentam-se apenas picos de intensidade da fase β , enquanto a 450°C apresentam-se dois picos relativos à fase α e a 600°C três picos da fase α aparecem no difratograma de Raio-X.



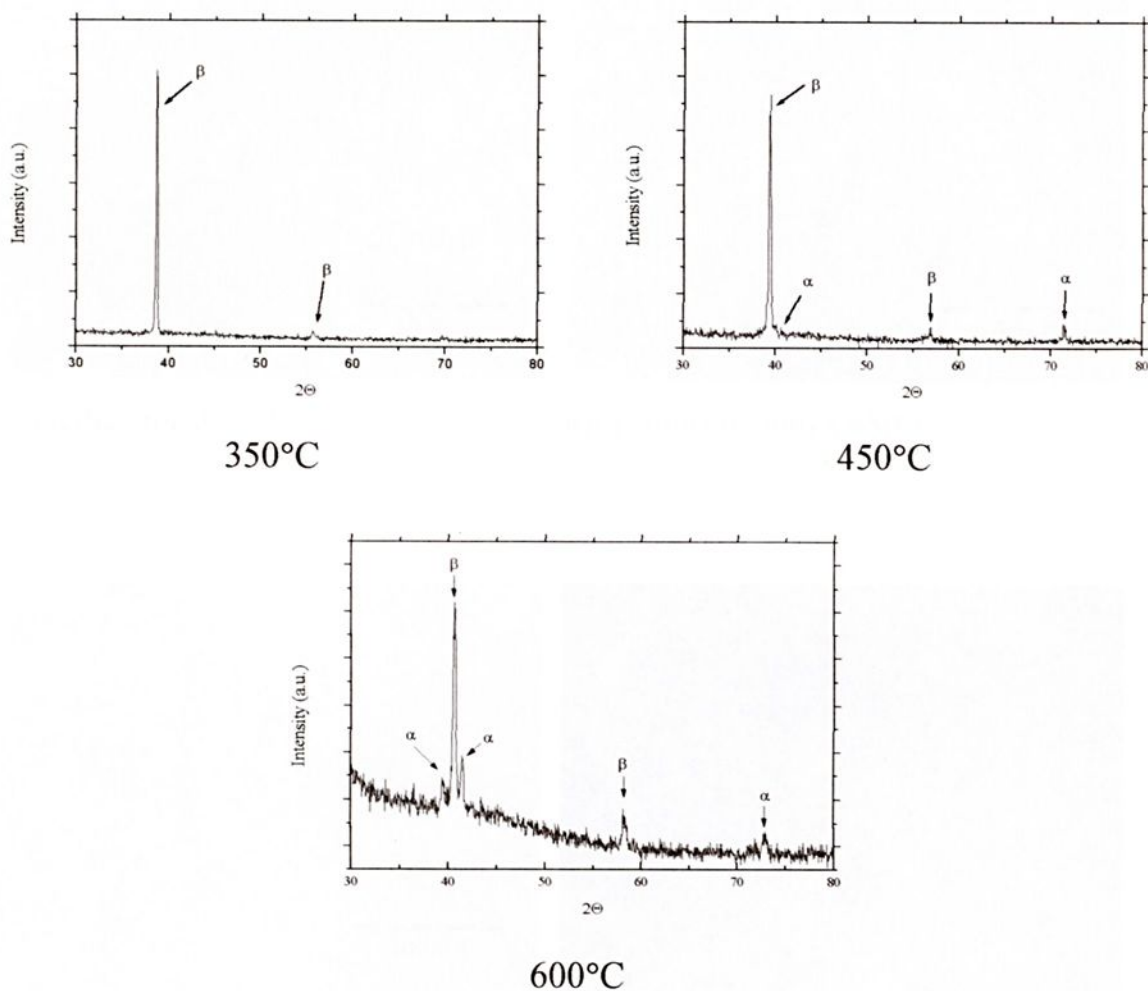
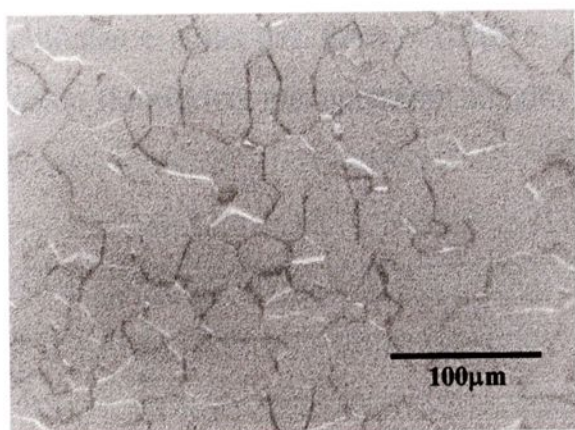
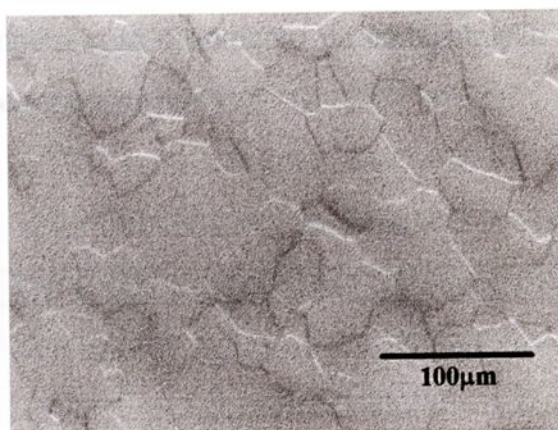


Figura 38- Difractogramas de Raio-X da liga Ti-15-3 envelhecida 350, 450 e 600°C durante duas horas.

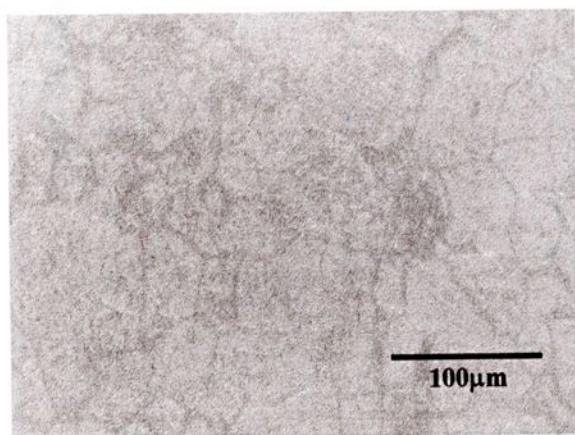
A evolução da microestrutura das amostras envelhecidas é caracterizada na figura 39. Esta figura mostra as diferentes microestruturas formadas, notabilizando-se a forte precipitação de colônias da fase α acicular escura de forma envelhecida a partir de 500 °C (figuras 39c e 39d), contrapondo-se à predominância da fase β entre 350 °C e 450 °C, na forma de grãos equiaxiais (figuras 39a e 39b).



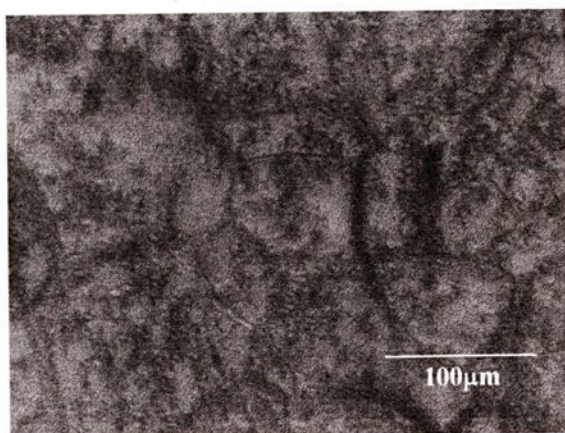
a) Envelhecimento a 350°C



b) Envelhecimento a 450°C



c) Envelhecimento a 500°C



d) Envelhecimento a 550°C

Figura 39- Influência da temperatura de envelhecimento em relação a morfologia microestrutural da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al tratada durante 2 horas.

A figura 40 ilustra a evolução do tempo de ataque ideal em função da composição do reagente Kroll e da temperatura de envelhecimento da liga Ti-15-3. Nota-se uma forte queda nos tempos ideais de ataque com o aumento da temperatura de envelhecimento, devido ao aparecimento e aumento da fração de precipitados,

colônias e sítios das fases α (hcp) e também com o aumento da concentração de ácido fluorídrico, que apresenta um alto poder corrosivo.

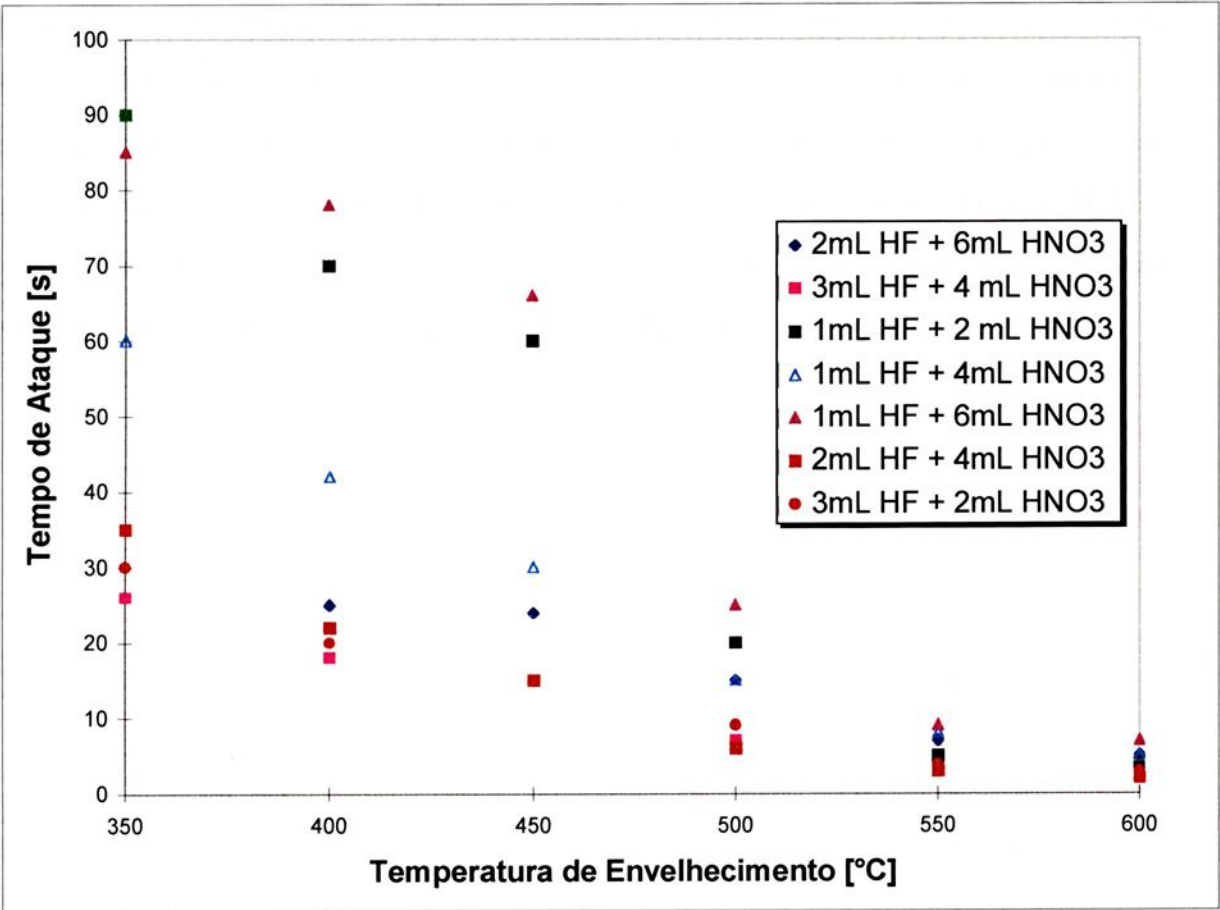


Figura 40- Relação entre tempo de ataque químico e a temperatura de envelhecimento da liga Ti-15-3 para diferentes soluções de ataque [Ribeiro *et. al.*, 1998].

A figura 41 mostra que existem dois estágios de ataque químico para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida. O primeiro estágio é evidenciado para temperaturas de envelhecimento de 350°C a 450°C para as quais a microestrutura é caracterizada por grãos equiaxiais β (ccc). Isto é traduzido por uma maior resistência ao processo de ataque metalográfico (figuras 39a e 39b), devido à ausência de segregação nos contornos de grãos. No segundo estágio a microestrutura é caracterizada pela presença de precipitados, colônias e sítios da fase α (hcp) acicular envelhecida que ocasionam um aumento da velocidade de ataque na liga Ti-15-3 tratada termicamente. A presença da fase α , e de seus constituintes e suas morfologias, favorece a corrosão ao longo do interior e contornos dos grãos.

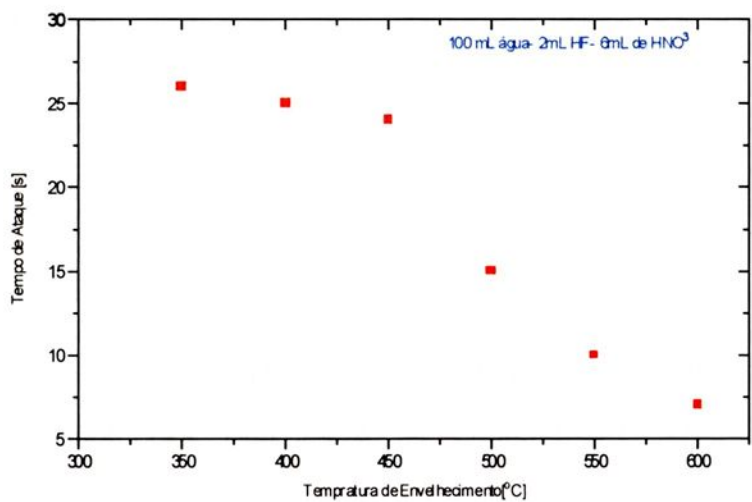


Figura 41- Tempos ideais de ataque químico utilizando o reagente Kroll (2mL HF- 6mL HNO₃ 100mL H₂O) em relação a temperatura de envelhecimento da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al [Ribeiro *et. al.*, 1998]

4.3- Comportamento Eletroquímico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida em função do reagente Kroll

A figura 42 apresenta a evolução do potencial de corrosão em função da temperatura da liga envelhecida a 350°C nas soluções contendo 4 mL de ácido nítrico e 2 e 6 mL de ácido fluorídrico, mas em 200mL H₂O deionizada.

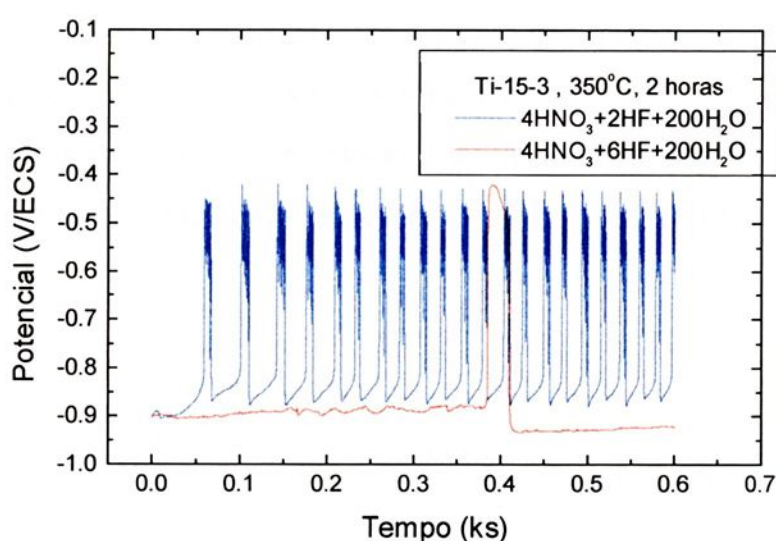


Figura 42- Evolução do potencial de corrosão da liga Ti-15-3 envelhecida a 350°C durante 2 horas em soluções “reagente Kroll” contendo 4 HNO₃ + 2HF e 4 HNO₃ + 6 HF em 200mL H₂O.

Observa-se que o potencial oscila entre -0,85 e -0,45 V/ECS e que se mantém no patamar mais negativo por mais tempo quando a concentração de HF é maior. Estas flutuações do potencial são atribuídas à instabilidade da superfície metálica nestes meios, que passa de um estado ativo (potencial mais negativo) para um estado

passivo, porém instável, a um potencial mais alto. O fato de que para maiores concentrações de ácido fluorídrico o potencial se mantém mais tempo ativo, é devido ao caráter redutor do ácido fluorídrico. Um comportamento similar foi observado para a liga envelhecida a 600°C.

As curvas de polarização da liga Ti-15-3 tratada a 600°C, mostradas na figura 43, confirmam o caráter redutor do ácido fluorídrico (HF). De fato, quando o volume do ácido fluorídrico (HF) adicionado é aumentado de 2 para 6 mL mantendo a quantidade de ácido nítrico constante a 12 mL, a densidade de corrente crítica (máximo pico anódico) e a densidade de corrente na região passiva (após o pico de transição ativa-passiva) tem seus valores aumentados.

Este comportamento é observado para as outras concentrações de ácido nítrico e para a liga envelhecida a 350°C como mostra a tabela 18.

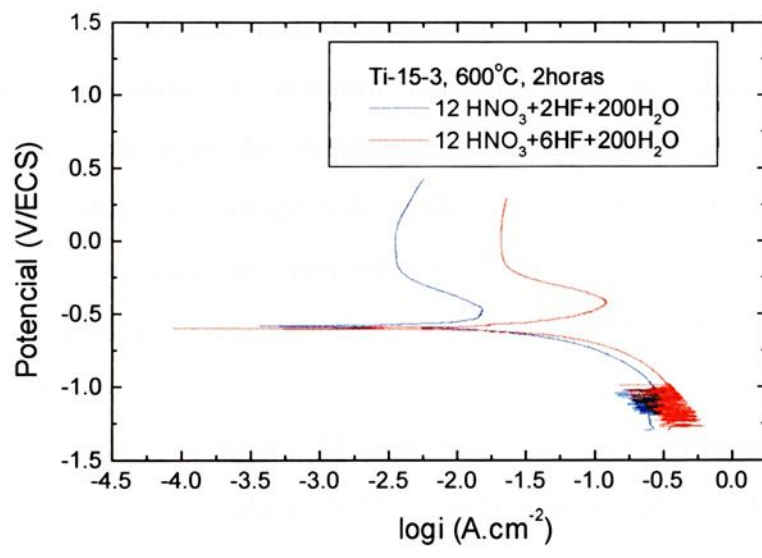


Figura 43- Curva de polarização da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida a 600°C durante 2 horas.

Tabela 18- Valores médios das densidades de corrente crítica e na região passiva em (mA.cm^{-2}) para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida a 350°C e 600°C utilizando o reagente Kroll:

Temperatura (°C)	HNO ₃ -(mL)	HF-(mL)	i crítica	I passiva
350	4	2	13,3	2,9
350	12	2	14,3	2,8
350	4	6	59,1	10,6
600	4	2	20,1	4,4
600	12	2	15,0	3,5
600	4	6	81,8	17,9
600	12	6	121,9	20,8

Pode-se observar também nesta tabela 18 que, para as amostras tratadas na mesma temperatura quando se mantém constante a concentração do ácido fluorídrico, há pouca variação das densidades de corrente crítica e de corrente passiva com aumento das concentrações do ácido nítrico. Este resultado mostra que, no caso do ataque químico no reagente Kroll da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, as propriedades oxidantes do HNO₃ têm um papel mais importante do que suas propriedades ácidas.

A tabela 18 e a figura 44 permitem fazer uma comparação entre o comportamento da liga envelhecida a 350°C e 600°C em soluções de *reagente Kroll* idênticas. Observa-se para todas as concentrações ácidas estudadas que as densidades de corrente crítica e na região passiva apresentam valores maiores para a liga envelhecida a 600°C.



Este fato atesta da menor resistência da liga envelhecida a 600°C e confirma os resultados anteriormente apresentados sobre os tempos ideais de ataque químico.

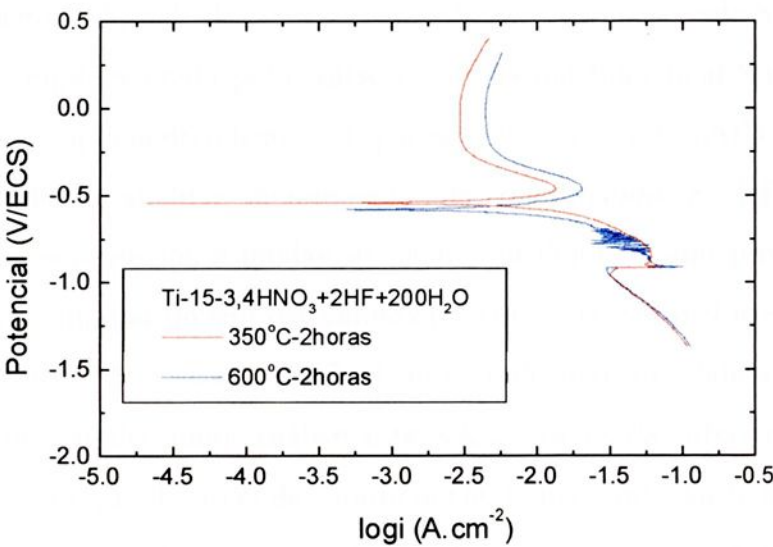


Figura 44 – Curvas de polarização da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecidas a 350°C e 600°C, na solução “reagente Kroll” (2mL HF - 4mL HNO₃ em 200mL H₂O) com velocidade de corrosão de 1mVs⁻¹.

4.4 - Processamento Digital de Imagens Versus Condições de ataque químico

4.4.1- Descrição da Análise Estatística

A análise estatística baseou-se na determinação do tamanho de grão G-ASTM da liga Ti-15-3 envelhecida, através da comparação do método manual e das rotinas de processamento digital de imagem diante de várias condições de ataques metalográfico, implementada pelo software SigmaStat Statistical Software Version 2.0 for Windows, aplicando o teste de t- pareamento ("*Paired t-test*").

O método estatístico denominado de *pareamento* é definido como a observação das ocorrências e mudanças "antes ou depois" num processo, onde os dois membros de um par devem dar valores próximos da variável medida [Paradine et. al., 1974; Owen, L.D. et.al., 1977]. Este método investiga também as respostas individuais, consistindo numa análise estatística através da diferença das médias, levando à determinação do nível de significância. O nível de significância (α) possui a função de testar uma hipótese diante de alguma situação ou experimento. Este valor geralmente corresponde a $\alpha = 0,05$ ou 5% da hipótese ser rejeitada, cabendo o restante (ou seja 95 %) de confiança dos resultados das análises estatísticas de uma distribuição normal [Spiegel, 1985].

Investigou-se o tamanho de grão G-ASTM da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, diante das duas rotinas de processamento digital apresentadas e o método manual da contagem de interceptos de Heyn, aplicando o método estatístico de *pareamento* (Paired-test) para determinar através dos parâmetros estatísticos os níveis de significância em todas as situações de ataque químico e rotinas e testar a eficiência das rotinas de processamento digital em função das condições de ataque.

Os testes estatísticos demonstram a tendência de que as condições de ataque realizadas em tempo maior de imersão ou atacadas intensamente (faixa T3),



apresentam melhores resultados, isto é, melhor a eficiência das rotinas de processamento digital comparadas ao método manual.

O mesmo comportamento foi observado para as soluções com maior quantidade de ácido fluorídrico, onde o HF atua como agente redutor que é responsável pela agressividade total da superfície formando contornos com espessuras adequadas para a análise de imagem, eliminando os efeitos indesejáveis, como formação de relevos suaves e contornos de grãos com níveis de cinza variados.

O valor medido através do processamento digital de imagem apresentou –se o seguinte valor do tamanho de grão G ASTM 8,14 e em comparação ao método manual 8,41 isto é, corresponde ao aproveitamento das medidas devido a diferença relativa entre os métodos da análise estatística, que evidenciou uma diferença de 3,21%.

A tabela 19 indica as condições, rotinas de processamento digital de imagem e as soluções de ataque químico adequados para a liga Ti-15-3 envelhecida, definidas por um nível de significância.



Para a avaliar a relação entre as eficiência das rotinas de processamento digital de imagens e a extensão do ataque químico, foi criada uma figura teste com objetos de geometria e espessuras de contornos variadas, como: (a) 1 pixel, (b) 3 pixels e (c) 5 pixels, como mostra a figura 45.

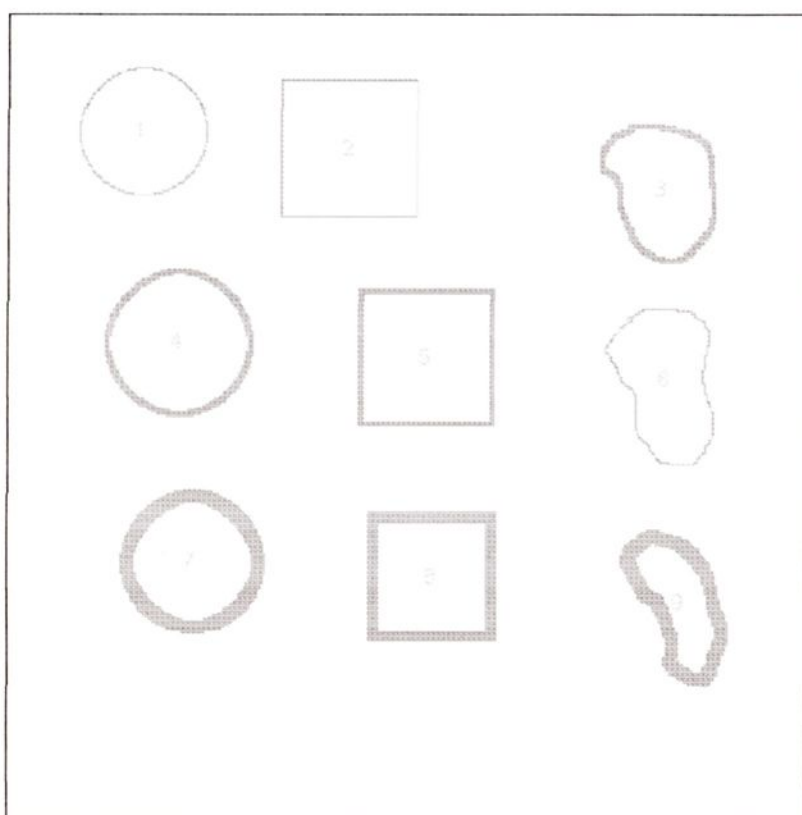


Figura 45- Objetos com geometrias diferentes e contornos com espessuras variadas, figura teste original.

Na figura 46 observamos que após a aplicação dos filtros de convolução da rotina "intensidade" ocorre a perda total dos objetos de contornos finos, o arredondamento nas bordas e o estreitamento total dos objetos de geometria não definida, devido está ineficiência em relação aos resultados obtidos, a qual tornou-se

inviável a sua aplicabilidade da rotina. Numa microestrutura em que os contornos dos grãos apresentam variações na sua intensidade de brilho, os efeitos da rotina "intensidade" são similares aos observados na figura 46.

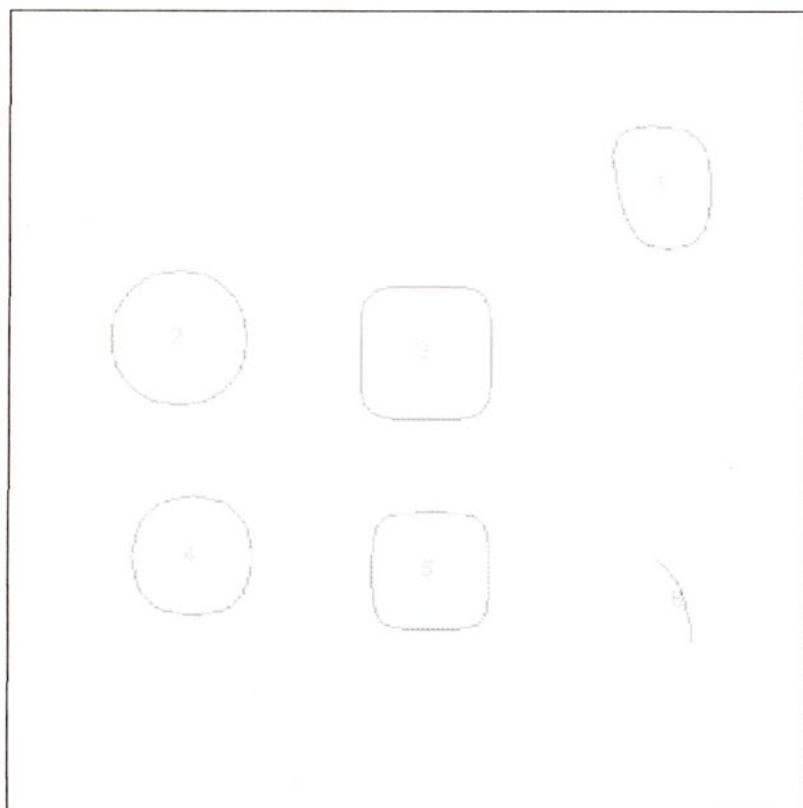


Figura 46 - Objetos analisados através da aplicação da rotina de processamento digital de imagem, "Intensidade" (contornos com variação das espessuras).

A figura 47, apresenta o resultado do processamento com a rotina Scharr, que evidenciou uma descontinuidade em relação aos contornos fracos com a perda parcial dos objetos, e nota-se o efeito de direcionalidade dos filtros derivativos orientados 45° , 135° , 225° e 315° . Esta rotina possui a característica na revelação de

não ser eficaz em objetos que possuem por exemplo, cantos ou a formação de ângulo reto.

Pode-se destacar que a rotina de processamento digital *Scharr* foi a que se apresentou com maior eficiência na detecção de degraus entre os grãos .

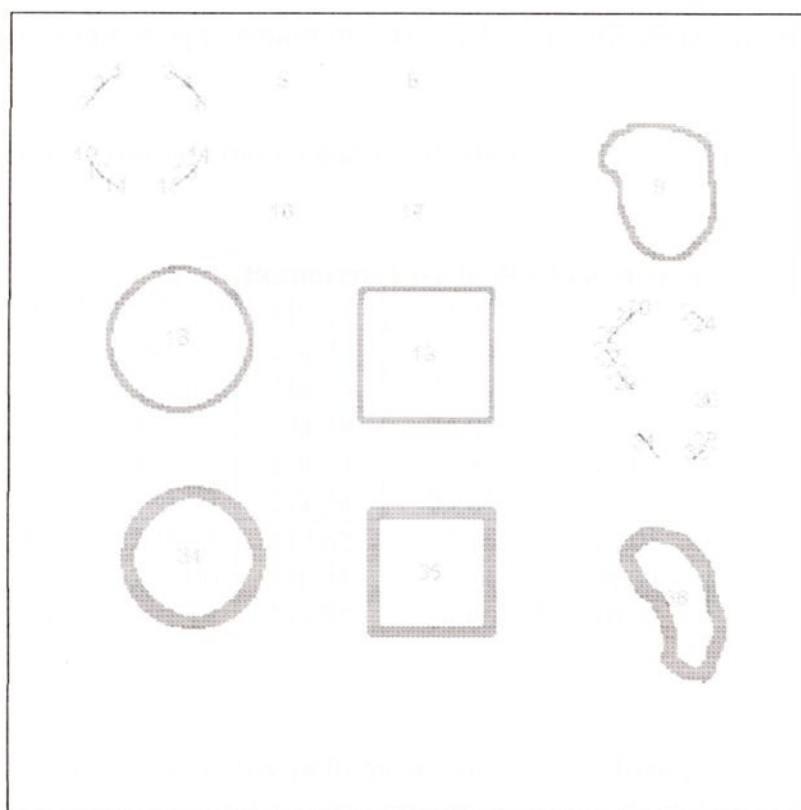


Figura 47- Objetos analisados através da aplicação da rotina de processamento digital de imagem "Scharr".

A tabela 20 apresenta os valores originais das dimensões e posicionamento dos centros de massa dos objetos, medidos pelo programa Scion Image Beta 3b, da figura 45.

Na tabela 21, os dados representados na forma em **negrito** demonstram grande variabilidade nos dados da rotina "intensidade", com expansão e contração nas dimensões dos objetos.

Na tabela 22, os dados apresentados em **negrito** demonstra a contração dos objetos e pequenas variações. A ferramenta de processamento digital de imagens Scharr foi a que mais se aproximou dos dados dos objetos da figura original.

Tabela 20—Figura original com os dados calculados.

	Área	X	Y	Perímetro	Eixo maior	Eixo menor
1	3214.00	66.50	57.75	210.31	63.97	63.97
2	4761.00	169.00	66.00	274.24	77.86	77.86
3	3200.00	326.54	86.15	219.34	73.97	55.08
4	4300.00	84.50	162.75	243.28	74.00	73.99
5	4761.00	208.00	170.00	274.24	77.86	77.86
6	3075.00	328.73	181.92	231.24	83.05	47.15
7	4078.00	91.50	271.75	237.62	72.06	72.05
8	4225.00	211.00	279.00	258.24	73.34	73.34
9	2656.00	335.31	292.14	223.72	84.60	39.97

Tabela 21- Valores calculados pelo programa Scion Image, após a aplicação da rotina de processamento digital "intensidade".

	Área	X	Y	Perímetro	Eixo maior	Eixo menor
1	2562.00	327.03	85.85	193.44	65.49	49.81
2	3671.00	84.32	162.70	225.38	68.61	68.12
3	4249.00	207.92	169.92	244.57	73.55	73.55
4	2966.00	91.33	271.57	203.58	61.48	61.43
5	3315.00	210.76	278.76	216.57	64.97	64.96
6	42.00	336.93	293.50	98.33	21.47	2.49

Tabela 22- Valores calculados pelo programa Scion Image, após a aplicação da rotina de processamento digital "Scharr".

	Área	X	Y	Perímetro	Eixo maior	Eixo menor
1	1.00	54.00	29.00	2.83	1.13	1.13
2	1.00	79.00	29.00	2.83	1.13	1.13
3	21.00	44.95	35.95	40.77	15.57	1.72
4	21.00	88.05	35.95	40.77	15.57	1.72
5	1.00	136.00	33.00	2.83	1.13	1.13
6	1.00	202.00	33.00	2.83	1.13	1.13
7	1.00	38.00	45.00	2.83	1.13	1.13
8	1.00	95.00	45.00	2.83	1.13	1.13
9	3200.00	326.54	86.15	219.34	73.97	55.08
10	1.00	38.00	71.00	2.83	1.13	1.13
11	1.00	95.00	71.00	2.83	1.13	1.13
12	19.00	44.47	79.53	37.36	14.28	1.69
13	19.00	88.53	79.53	37.36	14.28	1.69
14	1.00	53.00	86.00	2.83	1.13	1.13
15	1.00	80.00	86.00	2.83	1.13	1.13
16	1.00	136.00	99.00	2.83	1.13	1.13
17	1.00	202.00	99.00	2.83	1.13	1.13
18	4300.00	84.50	162.75	243.28	74.00	73.99
19	4757.00	208.00	170.00	271.31	77.83	77.83
20	1.00	316.00	147.00	2.83	1.13	1.13
21	14.00	309.86	151.71	26.04	11.53	1.55
22	5.00	343.20	149.40	11.90	5.04	1.26
23	2.00	347.00	152.50	4.24	2.26	1.13
24	2.00	349.00	155.50	4.24	2.26	1.13
25	9.00	301.56	160.67	20.38	9.07	1.26
26	4.00	299.25	168.25	7.66	3.19	1.60
27	4.00	302.00	172.50	9.90	4.44	1.15
28	1.00	305.00	179.00	2.83	1.13	1.13
29	9.00	309.00	184.00	19.80	8.56	1.34
30	1.00	350.00	193.00	2.83	1.13	1.13
31	19.00	319.58	214.68	34.53	16.27	1.49



32	3.00	349.33	213.00	7.07	3.21	1.19
33	9.00	345.11	219.44	15.56	7.40	1.55
34	4078.00	91.50	271.75	237.62	72.06	72.05
35	4221.00	211.00	279.00	255.31	73.31	73.31
36	2654.00	335.32	292.16	221.72	84.58	39.95

Estes comportamentos observados nas figuras 46 e 47 mostram que a rotina Scharr é favorecida pela presença de contornos com forte intensidade e espessura igual ou superior a 3 pixels. Assim, justifica-se o fato de que as condições de ataque químico mais agressivas, por propiciarem a revelação de contornos mais espessos e melhor definidos, foram as que melhor se aproximaram dos resultados obtidos manualmente.

Já a rotina "intensidade" não foi tão eficiente, embora também favorecida por condições de ataque químico mais agressivas, devido ao forte efeito de arredondamento das bordas e de contração dos objetos.



Capítulo 5

5-Conclusão e Comentários finais

A dissertação apresentou ênfase na abordagem da aplicação da técnica de ataque químico, explorando as dificuldades inerentes à cada etapa, onde se definiu e determinou novos parâmetros consistentes de preparação superficial, bem como os parâmetros de controle e as variáveis dimensionais para quantificação dos aspectos microestruturais da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida.

Conclui-se que a influência das variáveis "*reagentes*" do ataque químico (HF e HNO₃) da liga de Ti, no caso da Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, é bastante significativa na revelação microestrutural e também à evolução da morfologia microestrutural.

Quanto às faixas de concentração dos reagentes e do tempo ataque químico, são de grande importância para a quantificação, determinação e/ou dimensionamento das fases α e β , definidos através da utilização de parâmetros morfológicos de estereologia quantitativa.

Observou-se também que quanto maior a quantidade e/ou proporção de ácido fluorídrico em volume adicionado à solução, menor o tempo de ataque químico na liga Ti-15-3Cr-3Sn-3Al envelhecida em função da temperatura de envelhecimento. Isso pode ser observado em todo processo de ataque químico desenvolvido para a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida.

Caracterizou-se a formação de dois estágios do ataque químico, sendo o primeiro para as amostras tratadas nas temperaturas entre 350 e 450°C, onde predomina a presença de grãos equiaxiais β (ccc), e o segundo entre 500 e 600 °C, que é formado por uma estrutura envelhecida de aspecto acicular de variantes da



fase α que são mais nobres e possuem diferentes comportamentos eletroquímicos e estrutura cristalográfica hexagonal compacta - hcp. Ainda se define que a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida é caracterizada por uma mudança sensível na morfologia microestrutural em função da temperatura de envelhecimento e a alteração da estrutura cristalográfica (aparecimento dos precipitados e colônias) influencia diretamente a cinética do ataque químico e os parâmetros eletroquímicos.

Quanto ao comportamento eletroquímico da liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida, evidenciou-se que para maiores frações de ácido fluorídrico, o potencial se mantém mais ativo, caracterizando seu caráter redutor. O ácido nítrico possui a função de agente oxidante e não ácida no processo eletroquímico, utilizando o reagente Kroll. Concluímos que a liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, quando envelhecida a 600°C durante duas horas, possui menor resistência ao meio ácido em relação às tratadas a menores temperaturas.

No processamento digital e análise de imagens pode-se concluir que quanto mais concentrada a solução do ataque metalográfico melhor a eficiência das rotinas desenvolvidas, aplicadas à liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al envelhecida.

Quanto mais longo for o tempo de ataque metalográfico, melhor a eficiência das rotinas e dos resultados, devido à revelação de contornos.

No processamento digital de imagens concluímos que a rotina baseada em filtros derivativos "Scharf", foi a que obteve maior sucesso em comparação ao método manual na determinação do tamanho de grão G-ASTM, por melhor preservar as informações sobre a geometria dos contornos dos objetos.

Evidenciou-se que a concentração de HF influencia diretamente nas condições superficiais da liga Ti-15-3 envelhecida e que, quanto maior sua concentração, isto é melhor a aplicabilidade das rotinas de processamento digital e análise de imagem dos materiais.



6) Referências Bibliográficas:

Barros Neto, B., Scarmínio, I.S., Bruns, R.E., *Planejamento e Otimização de Experimentos*, Unicamp, Campinas- S.P., 1993

Bradbury et. Al., *Introduction to Light Microscopy*, ASM, Inglaterra, 1998.

Cole, G.S., *International Conference in Quantitative Microscopy Analysis Image*, EUA, pág. 1-11, 1993.

Coutinho, T.A., *Metalografia de Não Ferrosos: Análise e Prática*, Editora Edgard Blucher Ltda., São Paulo, 1980.

Da Silva, R. R., *Processamento de Imagens Radiográficas e Análise de Defeitos em Cordão de Solda*, Dissertação de Mestrado, COPPE/ Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, R.J., 1999.

DeHoff, R.T., *Problem Using Quantitative Stereology*, Applied Metallography, Editora McGraw-Hill Inc., pág. 89-98, 1986.

E 3 ASTM, *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 03.01, 1998.

E 407 ASTM, *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 03.01, 1998.

E 112 ASTM, *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 03.01, 1998.



E 1382 ASTM, *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 03.01, 1998.

Exner, H.E., *Metallography: Technique of Metallurgical Investigation or the Science of Describing Metals?*, Practical Metallography, vol. 36-03/99, p.115-137, 1999.

Facon, J., *Processamento e Análise de Imagem*, Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná VI Escola Brasileiro-Argentina de Informática, Universidad Nacional de Córdoba- Argentina, pág.198, 1993.

Fontana M.G.; Greene, N.D., *Corrosion Engineering*, McGraw-Hill Inc., EUA 2º Edição, 1978.

Gonzalez, R.C.; Woods, R.E.; *Digital Image Processing*, 1ª Edição, EUA, Addison-Wesley Publishing Company, 1992.

Gokhale A. M. et. al., *International Conference in Quantitative Microscopy Analysis Image*, EUA, pág. 73-83, 1993.

Hein, L.R.O., *Efeitos da Deformação a Frio sobre o Comportamento Mecânico da Liga Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al*, Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, 1993.



Hein, L.R.O., Kushima, M.E., Nazar, A.M.M., *Estudo da Evolução da Precipitação durante o Envelhecimento da Liga Ti-15-15V-3Cr-3Sn-3Al*, Anais do 49º Congresso Anual ABM, São Paulo, S.P., v.3, p.431-441, outubro/1994.

Hein, L.R.O., *Notas de aula da Disciplina "Processamento e Análise de Imagens de Materiais" do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá-UNESP área "Projetos e Materiais"*, 1998.

Hoffmann, M., *Image Processing in The Material's Laboratory, Tech-Notes*, Vol.1 Issue 4, Buehler Ltda., 1997.

Hornbogen, E., *On the Microstruture of Alloys*, Acta Metall., Vol.32, Nº 5, pág. 616-627, 1984.

Inoué; S., Spring; Kenneth R., *Video Microscopy The Fundamentals*, Plenum Press, Segunda Edição, EUA, p.741, 1997.

Jähne, Bernd, *Practical Handbook on Image Processing for Scientific Applications*, CRC Press, EUA, p. 589, 1997 a.

Jähne, Bernd, *Digital Image Processing*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Alemanha, Quarta Edição, p.555, 1997 b.

Jain , Anil K., *Fundamentals of Digital Image Processing*, Prentice-Hall International Inc., EUA, p. 569, 1989.



Jenkinson, G.W., *Application Developments for Quantitative Image Analysis in Metallurgy*, Microstructural Science, Vol. 17, pág. 03-10, 1989.

Kelch, G. L. and Metlay, M., *Mechanism of Metallographic Etching*, Journal of the Electrochemical Society, vol. 101, p.124-127, 03/1954.

Lay, L. A., *Metallographic Procedures for Advanced Ceramic*, Microscopy and Metallography, vol. 07, nº09, 1991.

Morris, A., *Recent Advances in the Image Analysis Technique Based on the Functions of Mathematical Morphology*, International Conference in Quantitative Microscopy Analysis Image, EUA, pág. 35-43, 1993.

Oliveira, M. A., *A Qualidade Metalográfica*, Dissertação de Mestrado, USP/ Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos S.P., 1992.

Owen L. D.; Goldsmith, L.P., *Statistical Methods in Research and Production*, for Imperial Chemical Industries Limited, Inglaterra, p.478, 1977.

Padilha, A.P., e Ambrosio Filho, F., *Técnicas de Análise Microestrutural*, Hemus Editora Ltda., São Paulo, 1985.

Padilha, A .P., *Ciência dos Materiais*, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, p.263, 1997.



Paradine, C.G.; Rivetti, B.H.P., *Métodos Estatísticos para Tecnologistas*, Editora da Universidade de São Paulo, p.350, 1974.

Parker; James R., *Algorithms for Image Processing and Computer Vision*, John Wiley & Sons, Inc., EUA, p.417, 1997.

Petzow, G., *Metallographic Etching*, ASM Metals Park, EUA, 1978.

Petzow, G., *Etching*, ASM, Vol. 9, pág. 57-69, 1985.

Pover, P.S., *Image Analysis in Materials Science*, Metals and Materials, Vol. 03, nº12, pág. 717-720, 1987.

Ribeiro, R.B.; Caçador, F.F., Hein, L.R.O., *Influência das Componentes do Ataque Químico nas Ligas de Ti*, 13º CBECIMAT, pág. 197-203, Curitiba, 1998.

Russ, J.C., *Computer-Assisted Microscopy: The Measurement and Analysis of Image*, Plenum Press, EUA, p.453, 1990.

Russ, J.C., *Practical Stereology*, Plenum Press, EUA, p.185, 1991.

Russ, J.C., *Image Analysis of Difficult Structures: The Separation of Touching Phase Regions*, Microstructural Science, Vol. 17, pág. 23-38, 1989.

Samuels, L. E., *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, ASM Metals Park, Terceira edição, EUA, p.389, 1982.



Silva, F. de A., *Aplicação das Técnicas de Processamento Digital de Imagens na Caracterização de Materiais*, tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, 1996.

Shoesmith, D.W., Kinetics of Aqueous Corrosion, ASM Vol. 3, pág. 29-37, 1985.

Spiegel, M. R., *Estatística*, Editora McGraw-Hill do Brasil, p.454, 1985.

SPSS Science, *SigmaStat Statistical Software for Windows Version 2.0 for Windows 95- User's Manual*, Editora SPSS Inc., Chicago, 1997.

Stansbury, E.E., Potentiostatic Etching, Applied Metallography, pág. 21-34, 1986.

Underwood, E.E., *Quantitative Metallography*, ASM vol. 9, pág.124-134, 1985.

Vander Voort, G. F., *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Inc., EUA, p.752, 1984.

Vander Voort, G.F., *Image Analysis*, ASM vol. 9, pág. 310-322, 1985.

Vander Voort, G.F., *Tint Etching*, Metals Progress, Vol. 127, nº4, pág. 31-33-36-38-41, 1985 b.

Vander Voort, G.F., *Applied Metallography*, Elsevier, p.297, EUA, 1986.



Vander Voort, G.F., *Progress in Metallography Standards, Advanced Materials & Process-* Vol.- 11, pág. 30-38, 1990.

Vander Voort, G.F., *Tech-Notes*, Vol.1 Issue 5, Published by Buehler Ltda., 1997.

Williams, D. B., Alan R. Pelton and Ronald Gronsky, *Image of Materials*, Oxford University Press Inc., EUA, p.375, 1991.

Wojnar, Leszek, *Image Analysis Applications in Materials Engineering*, CRS Press, EUA, p.245, 1999.



Apêndice

Microscopia Quantitativa: Conceitos sobre Processamento Digital de Imagens e Estereologia

Processamento Digital de Imagens

A aplicação do processamento digital de imagens visa o melhoramento dos detalhes importantes de uma imagem para o entendimento humano e o processamento de dados relativos.

Com o avanço tecnológico dos sistemas computacionais e de vídeo, criaram-se tendências quanto à aquisição eletrônica de imagens, que vêm sendo pesquisadas e sua aplicação está correlacionada à diversas áreas da ciência, dentre as quais se destacam: Arqueologia, Astronomia, Biologia, Botânica, Química, Demografia, Epidemiologia, Geografia, Geologia, Música, Patologia, Pintura, Física, Engenharia de Materiais, através das análises de imagens materialográficas de microscópios óticos e eletrônicos [Gonzales et al., 1993].

A materialografia ao longo dos anos tem sido documentada em forma de imagens, através da aquisição de imagens por microscopia ótica, estereoscópios, macro lentes, MEV (microscópio eletrônico de varredura) e MET (microscópio eletrônico de transmissão). A fotografia é o caminho mais empregado para obtenção de imagens e para a caracterização das macro e/ou microestrutura dos materiais, e as principais formas são:

- filmes de formato 35 mm, preto e branco ou colorido;
- filmes instantâneos, tipo Polaroid;



A qualidade final da aquisição das imagens depende dos seguintes fatores:

[Hoffmann M., 1997]

- Dispositivo de aquisição das imagens;
- Sistema computacional;
- Dispositivo de impressão.

Manuseio de Imagens Digitais

A imagem é uma função definida pelos seus intervalos $f(x,y)$ e pode ser digitalizada na forma espacial e em amplitude. A digitalização das coordenadas espaciais é chamada de amostragem, que consiste em escolher os valores D_x e D_y da máscara (grade). A outra maneira, a digitalização da amplitude, é baseada na quantização dos níveis de cor ou de cinza, que é definido em determinar o valor múltiplo de D_z para a imagem em relação a cada ponto.

A digitalização de imagens é obtida através de sensores que percebem sinais analógicos de brilho e os convertem para a forma digital. O processamento digital de imagens inclui várias operações, tais como:

- Captura da imagem;
- Processamento
- Armazenamento, arquivamento e recuperação;

Captura da Imagem: O termo aquisição, é definido como a maneira com que a imagem é capturada pela câmera e depende exclusivamente da interação entre a luminância que provém do objeto (superfície da amostra), suas propriedades de reflectância ou de transmitância próprias do objeto e também do sistema de



microscopia utilizado. O tipo de dispositivo de câmera mais utilizado é o CCD (dispositivo de carga acoplado), cabendo melhoramentos simples na imagem como, por exemplo, contraste.

Processamento das imagens: O processamento da imagem é dividido em duas categorias, como:

- Simples: Consiste em ajustes de contraste, cor (saturação), brilho, focalização e outros;
- Complexos: Baseiam-se nas aplicações de processos numéricos como, filtros lineares e não lineares visando o melhoramento dos contornos, efeitos de bordas e pequenos detalhes.

Os filtros operadores lineares efetuam geralmente adições e multiplicações ponderadas dentro de uma janela de convolução. Os filtros lineares podem ser classificados em dois grandes grupos:

- Passa-baixa;
- Passa-alta;

O filtro passa-baixa tem como efeito visual a suavização (smoothing) da imagem, uma vez que as altas frequências que correspondem às transições abruptas são atenuadas. A suavização tende a diminuir o efeito do ruído em uma imagem e também introduz efeitos indesejáveis como a perda da nitidez e do contraste da imagem.

O filtro passa-alta tem como objetivo no efeito visual a acentuação dos contornos (sharpening) da imagem, evidenciando o realce das bordas e de pequenos detalhes. Possui também o efeito indesejável que é o realce do ruído.

A característica mais importante dos filtros não lineares é a perda de informações em relação à imagem original, ao contrário dos filtros lineares. Os filtros não lineares podem ser classificados como passa-alta, que atua como realce de bordas e passa-baixa que atenua a imagem.



O filtro mais utilizado em processamento de imagens é o filtro da mediana, que corresponde a um passa-baixa que substitui o valor do pixel analisado pelo valor da mediana entre este e sua vizinhança. A mediana é eficiente para eliminar os ruídos de pulsos evitando o espalhamento do efeito do ruído para os pixels vizinhos [Da Silva, 1999 ; Gonzales e Woods, 1993].

Armazenamento, Recuperação e Arquivamento das Imagens

As imagens após serem capturadas devem ser propriamente armazenadas para subsequente recuperação para que possam ser utilizadas por outras aplicações. Programas gráficos, para este fim, podem ser classificados em duas maneiras: formato de varredura e o vetorial.

O formato de varredura baseia-se na formação de conjuntos de pixels que cobrem uma determinada região da imagem, que é definida por um feixe que é varrido periodicamente na imagem, por exemplo uma câmera de vídeo. O formato vetorial envolve segmentos de linhas e não de pixels para formar uma imagem.

Existem vários tipos de formatos entre os quais se destacam: TIFF, BMP, JPEG e outros. O formato TIFF (Target Image File Format), é o mais empregado nos meios computacionais para armazenamento, arquivamento e uso de imagens. O formato TIFF foi desenvolvido pela Microsoft e pela Aldus Corporation, é de domínio público e possui várias estruturas de dados.

O sistema de formato TIFF, em geral pode ser armazenado em três categorias: [Hoffmann M., 1997 ; Facon J., 1993]

- Imagens em preto e branco;
- Imagem em escala de cinza, a qual fornecem de 4 a 256 níveis de cinza por imagem;
- Imagem coloridas



Parâmetros de Medidas Estereológicas

A precisão e a reprodutibilidade das medidas estereológicas dos fatores microestruturais são influenciadas pela variação nas propriedades apresentada pelo material, qualidade da preparação metalográfica e do método abordado.

Quase toda microestrutura dos materiais contém os fatores básicos geométricos como: [GoKhale et. al., 1993]

- Volume;
- Superfície ou interface;
- linhas.

A estereologia é o campo que trata da geometria das microestruturas. As principais formas geométricas dos fatores microestruturais consistem em: áreas (partículas das fases, grãos), linhas (contornos de grãos e fases) e pontos (ponto triplo, centro das partículas), sendo caracterizadas num microscópio. Esses fatores representam uma seção contínua de elementos microestruturais em três dimensões de uma microestrutura de seção polida, a ser analisada e caracterizada.

Os fatores microestruturais que são observados através de perfis, como área (partículas ou grãos, linhas formadas pelo, através do seccionamento e apresentado pelo plano de polimento da superfície ou interface, e ponto. Esses fatores podem ser tratados como aspectos tridimensionais que possuem propriedades geométricas como:

- Partículas ou grãos- Volume;
- Interface- Área;
- Linhas- Comprimento;



A estereologia quantitativa permite determinar a estimativa destas propriedades geométricas reais e tridimensionais como: volume, área, comprimento e outros [De Hoff, 1986].

A estereologia quantitativa é definida como o estudo da estrutura tridimensional ao ser revelada em duas dimensões, usualmente a partir da seção polida. A essência da estereologia é a translação das medidas feitas em uma seção plana, determinando as características volumétricas da microestrutura.

Os parâmetros estereológicos podem ser relacionados com a forma ou tamanho dos aspectos morfológicos [Russ, 1991].

Através dos parâmetros estereológicos, pode-se caracterizar a microestrutura e relacioná-la com as propriedades do material, por um sistema de análise de imagem que possui capacidade de realizar as medidas de forma rápida e segura [Jenkinson, 1995].

As medidas das regiões de interesse numa imagem podem ser usadas para determinar valores dos parâmetros selecionados tais como, tamanho de grão, inclusões, precipitados e etc. Existem quatro tipos de medidas dos parâmetros estereológicos [Russ et al., 1995]:

- Medida de tamanho, como: área, perímetro e comprimento;
- Medida de forma, como: fator de rugosidade da superfície, dimensão fractal;
- Medida de posição;
- Medida de brilho, como: cor, densidade óptica e outros .



