

A Metalografia Quantitativa Automática de Aços

Resumo

Através do emprego de diferentes equipamentos e aliado a modernas técnicas, pode-se analisar pequenas e microscópicas estruturas.

O aprimoramento das técnicas de caracterização microestrutural é necessário, pois o desenvolvimento de bons produtos requer, cada vez mais, o real domínio das relações entre os parâmetros dos seus processos de obtenção e suas características microestruturais.

A metalografia quantitativa vem sendo beneficiada pelas técnicas de processamento digital de imagens, no que se refere a medições como, tamanho de grão, fração volumétrica de fases e microdureza, devido a um considerável aumento na confiabilidade estatística dos resultados e na velocidade de análise.

Introdução

O conhecimento da composição microestrutural de um material é de fundamental importância nas suas propriedades mecânicas. A quantificação dessas microestruturas permite um melhor controle de qualidade do material.

Atualmente com a possibilidade da utilização de uma placa de digitalização targa adaptada a um microcomputador e com o programa exclusivo do analisador de imagem que se processa em ambiente Windows, obtém-se as quantificações das microestruturas com precisão e rapidez.

Uma imagem torna visível para o olho humano tal como uma série contínua de brilho e cor. Basicamente, o procedimento para a análise de imagens realiza transformações sobre três tipos de imagem : a) imagem de vídeo, que é um conjunto de sinais eletrônicos; b) imagem digitalizada, que é uma tradução padronizada e congelada da imagem de vídeo ou analógica; c) imagem binária, a partir da qual a informação desejada poderá ser extraída.

Quando uma imagem é digitalizada esta é convertida em valores numéricos, isto é, transformada em um padrão de elemento de imagem, ou pixel. Cada pixel tem um valor numérico correspondente a sua posição, brilho e/ou cor. Usando esses valores, a imagem pode ser medida e analisada matematicamente, modificada e armazenada como um arquivo de imagem. O processo é baseado em modificações da localização do pixel e brilho.

A passagem da imagem digitalizada para imagem binária se faz através de uma discriminação : os valores dos pixels, que podem variar de 0 a 255, são reduzidos para dois únicos valores : (0 e 1 ou preto e branco). Esta redução é feita através de algoritmos de segmentação. Geralmente, as regiões brancas correspondem aos objetos e as regiões pretas ao fundo, podendo ser também o inverso.

Metalografia Quantitativa

A metalografia quantitativa é uma ferramenta extremamente útil no estudo de fenômenos metalúrgicos, gerando informações que eventualmente podem embasar o correto dimensionamento de processos industriais. A seguir, alguns exemplos da aplicação desta técnica no estudo de fenômenos metalúrgicos.

- recristalização e crescimento de grão: determinação do tamanho e da superfície específica dos grãos cristalizados, bem como medida da fração recristalizada, após laminação a quente ou tratamento térmico;
- precipitação: determinação de fração volumétrica, tamanho e grau de dispersão dos precipitados;
- transformação de fases: determinação de fração volumétrica e dureza de fases como auxílio na determinação de diagramas TRC ou após a laminação a quente de aços bifásicos;
- solidificação: determinação da morfologia da grafita e da microestrutura dos ferros fundidos em termos gerais.

Quanto à caracterização da microestrutura e sua correlação com as propriedades mecânicas, há mais de uma década estão sendo feitos estudos sistemáticos, particularmente no caso dos aços. Tais trabalhos são de fundamental importância, pois não só a dureza e as frações das fases presentes na microestrutura definem a resistência mecânica e a ductilidade do material: a morfologia – ou formato – das fases, bem como a natureza e a densidade dos contornos presentes podem atuar de maneira fundamental. Dentro desta linha de pesquisa há estudos voltados para diversos tipos de aços:

- ⇒ microligados: relação entre resistência mecânica, ductilidade e propriedades de impacto em função do tamanho de grão ferrítico e fração volumétrica de perlita;
- ⇒ bifásico *dual phase*: caracterização topológica da microestrutura *dual*; relações estatísticas entre as propriedades mecânicas e o tamanho de grão e fração volumétrica das fases; modelamento matemático da microestrutura e propriedades mecânicas; relações estatísticas entre o espaçamento da segunda fase e sua fração em volume como o coeficiente de encruamento do material;
- ⇒ inclusões não metálicas: determinação do grau de limpeza do aço, caracterizando a fração em volume e a morfologia das inclusões não metálicas – óxidos, sulfetos, nitretos – que ele possa conter.

Descrição dos Programas

Os projetos sempre estipulam que as amostras devem ser analisadas em termos de:

- tamanho de grão da microestrutura
- fração volumétrica fase
- dureza Vickers (global ou de fases discretas);

Normalmente a microestrutura varia estatisticamente de um ponto a outro da amostra que está sendo analisada. Logo, para que o valor final do parâmetro em estudo tenha significado estatístico, é necessário que ele seja calculado a partir da média de um número mínimo de observações – ou campos metalográficos - , o qual é função grau de flutuação estatística das medidas na microestrutura e da precisão desejada. A necessidade de cálculos estatísticos motivou o desenvolvimento dos programas para microcomputador para o cálculo dos parâmetros acima e de sua análise estatística a partir de um número relativamente grande de campos metalográficos - o qual variou normalmente entre 20 e 130.

Tais programas permitem entrada flexível dos dados (via teclado e/ou arquivo em disco flexível, com recursos de supressão de dados errados e inserção de novos dados via teclado e/ou arquivo), sua listagem em monitor ou impressora e seu armazenamento em disco flexível. Como resultado estes programas calculam o respectivo parâmetro de metalografia quantitativa juntamente com sua análise estatística, que consiste no cálculo de sua média, desvio padrão, número de medidas necessário para se alcançar precisão de ± 1 ,

± 3 e $\pm 5\%$, a precisão percentual efetivamente obtida, precisão da média e sua faixa de variação. O relatório de resultados pode ser visto no monitor ou impresso.

Tamanho de grão da microestrutura– A determinação do tamanho é feita através da sobreposição de uma linha-teste sobre a imagem da microestrutura em estudo e contando-se o número de interseções dos contornos de grão da microestrutura com ela. Essa linha-teste pode ser um segmento de reta ou um círculo, com comprimento conhecido. Recomenda-se o uso de círculos quando se quer evitar o efeito da orientação preferencial dos grãos, minimizando-se desta forma o erro estatístico produzido.

Fração Volumétrica – A determinação da fração volumétrica de uma fase particular presente na microestrutura é feita através da aplicação de uma rede sobre a imagem da microestrutura, e contando-se o número de pontos coincidentes entre a rede e a fase em estudo. Essa contagem pode ser feita em fotos ou diretamente no microscópio. A fração volumétrica da fase é calculada a partir da média do quociente do número de pontos total da rede a partir das diversas medidas efetuadas.

Dureza Vickers – Como se sabe, o ensaio de dureza Vickers consiste em se aplicar, sob uma carga preestabelecida, um penetrador piramidal sobre a superfície polida do material em estudo. A impressão, assim, tem o aspecto de uma pirâmide, e o valor de dureza é calculado a partir da média das duas diagonais de sua base, que forma um losango regular. Essas diagonais são medidas através de uma ocular presente na máquina de dureza.

A magnitude da carga a ser aplicada no ensaio é função da dureza do material em estudo, gerando uma impressão regular, sem deformação e com tamanho adequado para medição através da ocular da máquina. Obviamente, para um mesmo material, quanto maior o valor da carga maior será a impressão produzida. A seleção do valor de carga permite ainda a medição da dureza de fases discretas da microestrutura, que devem ser reveladas previamente através de polimento e ataque metalográfico. Neste caso, o valor da carga tem de ser pequeno – 25 a 50g, ou até menos. A dureza assim medida representa um grande auxílio na identificação de fases ou dos mecanismos metalúrgicos que a geraram. O programa requer os seguintes dados: carga utilizada, e para cada ensaio, o tamanho das duas diagonais da impressão.

Cálculo e Levantamento dos Parâmetros de Metalografia Quantitativa

a) Tamanho de Grão e Fração Volumétrica de Fases – Para a determinação de parâmetros e implementação destes ao sistema, utiliza-se basicamente os conceitos de análise pontual e análise do número de configurações com respectivas equações.

- **Análise Pontual** : Onde o elemento geométrico usado para quantificar é o ponto e seu principal parâmetro é P_p (fração pontual, ou seja número de pontos que caem no interior da configuração de interesse, em relação ao número total de pontos de ensaio). É comum utilizar-se grelhas ou reticulados para a contagem de pontos quando se deseja determinar a fração volumétrica de determinadas fases em materiais. Esta (V_v), guarda estreita relação com a fração pontual, pois $V_v = P_p$.
- **Análise do Número de Configurações** : Onde determina-se o número de configurações interseccionadas por uma linha ou área de ensaio determinadas, podendo-se extrapolar para o cálculo de configurações por unidade de volume, através dos parâmetros de N_L e $\bar{L}_{3\alpha}$. Estes parâmetros são então relacionados pelas seguintes equações :

Número de Configurações por Unidade de Comprimento da Linha de Ensaio, N_L

É determinada pela contagem do número de configurações cortadas (N_C) por uma linha de ensaio (L), sobreposta ao campo mais o número de configurações que caem nos extremos (N_i).

$$N_L = (N_C + \frac{1}{2} N_i) / L \text{ (mm}^{-1}\text{)}$$

Este tipo de análise é bastante utilizado quando se deseja determinar áreas médias de uma segunda fase, podendo-se obter também o tamanho médio de grãos de materiais monofásicos. Para tal, conta-se o número de pontos de interseções das configurações da fase em questão com a linha de ensaio, além das interfaces destas com a outra fase, que também sejam cortadas pela linha. Estes valores são quantificados pela equação :

$$N_{L\alpha} = \{(2P_{L\alpha\alpha} + (P_L)_{\alpha\beta}) / 2 \text{ (mm}^{-1}\text{)}$$

Onde $N_{L\alpha}$ corresponde ao número de configurações por unidade de comprimento da fase de interesse, $P_{L\alpha\alpha}$ o número de pontos de interseção da linha com a fase de interesse e $P_{L\alpha\beta}$ o número de pontos de interseção da linha de ensaio com as interfaces das duas fases.

Se as partículas estiverem todas separadas, teremos $P_{L\alpha\alpha} = 0$. Da mesma forma, para materiais monofásicos, $P_{L\alpha\beta} = 0$ e $P_L = N_L$, ou seja, o espaço todo ocupado por grãos ou células.

Para obter-se então, medidas referentes a tamanho médios de partículas/grãos, utiliza-se, em conjunto com a equação acima, a equação descrita a seguir :

$$\bar{L}3_\alpha = d_\alpha = V_{V\alpha} / N_{L\alpha} \text{ (cm)}$$

onde $\bar{L}3_\alpha$ se caracteriza como o tamanho médio dos grãos ou partículas da fase a qual se deseja estudar, em centímetros, que também corresponde ao diâmetro médio destes, d_α , obtidos a partir da fração volumétrica da fase em questão sobre o número de configurações por unidade de comprimento da linha de ensaio. Para materiais monofásicos, em que V_V assume o valor de 1, a equação se resume a :

$$\bar{L}3_\alpha = d_\alpha = 1 / N_{L\alpha} \text{ (cm)}$$

O valor de “d”, pode também ser obtido por :

$$d = L_T / P \cdot M \text{ (cm)}$$

onde L_T é o comprimento total da linha teste, P é o número de interseções com contornos e M é o aumento.

Tamanho de Grão – A implementação do tamanho médio de grão também se realiza de forma análoga à metalografia quantitativa, seguindo a norma ASTM E 112 . Utiliza-se a análise do número de configurações, com a sobreposição à imagem de certa quantidade de linhas. Sendo assim, é efetuada uma verificação ao longo da linha a qual a reta ocupa para determinar-se as transições entre branco e preto e vice-versa, ou seja, as interseções da reta de medida com os aspectos a serem quantificados. Desta forma, obtém-se N_L e a partir daí efetua-se facilmente a determinação de $\bar{L}3$. Com isto o tamanho de grão é quantificado para materiais bifásicos e monofásicos.

A medida do tamanho de grão (G) padrão ASTM utiliza-se da expressão :

$$TG = - 10,00 - 6,64 \log (L_{total} / P)$$

Onde L_{total} é o comprimento total da reta de medida em centímetros e P é o número de interceptos da reta com os contornos de grão. A reta de medida pode ser composta de um número grande de retas menores. Estas retas podem ser geradas sob a forma de um conjunto de retas paralelas de mesmo comprimento, horizontais ou verticais, retas concêntricas ou retas de comprimento aleatório com distribuição também aleatória.

Este tipo de medida envolve uma calibração que permita relacionar um certo número de pixels com uma distância real ($1\mu\text{m} = 1,06667$ pixels para distâncias na horizontal e aumento de 50x, para um aumento de 20x, a relação pixel/ μm será de 0,4228 pixel/ μm). Para isso utiliza-se uma micro-régua de 1mm dividido em 100 partes cuja imagem é digitalizada em diversos aumentos. Em seguida, utiliza-se um recurso do programa denominado corte em linha, que permite medir o número de pixels entre dois pontos horizontais ou verticais quaisquer da imagem. Estas medidas fornecem os seguintes padrões : $100\mu\text{m} = 24$ pixels na horizontal (100x) , $100\mu\text{m} = 30$ pixels na vertical (100x) e proporcionalmente para outros aumentos. Estes valores estão de acordo com a razão de aspecto esperada entre distâncias horizontais e verticais (0,8 – 0,9). Isto indica que as distorções geradas pelo sistema não são substanciais.

Fração em Área – O levantamento dos parâmetros para fração volumétrica é realizado de forma análoga a da metodologia utilizada em metalografia quantitativa para obtenção de P_p por rede de pontos, seguindo a norma ASTM E 562 .

$$P / V \times 100$$

P = média das fases contadas, V = número de nós da grade de medição

Uma grade quadrada de medida é superposta à imagem e as interseções entre os nós da grade e a fase de interesse são contabilizadas. Esta rede de pontos gerada por algoritmos de imagens pode conter até 52900 pontos (230 X 230). O número total de pontos da imagem ($244 \times 256 = 62464$) não é utilizado para evitar problemas advindos de defeitos das bordas da imagem. Esta rede é colocada de forma a conhecer-se as coordenadas dos pontos de interseção (ou nós) das retas horizontais e verticais da rede. Com isto, realiza-se uma verificação sobre estes nós, checando-se a intensidade deste ponto, ou seja, se este ponto possui o tom = 63 (branco), tom = 0 (preto) ou tom intermediário (cinza). A fração pontual é então calculada pela razão entre a quantidade de pontos pretos, brancos ou cinza, sobre a quantidade total de pontos da rede. Como $P_p = V_v$, obtém-se facilmente as frações volumétricas das fases presentes. A capacidade do sistema produzir resultados satisfatórios dentro de um intervalo de confiança, está associado ao nível de contraste entre as fases que se deseja medir. Após a imagem ser digitalizada e filtrada as fases em destaque são separadas, remapeando-se as intensidades de pixel e ajustando-se o histograma da imagem rescalonando seus níveis de cinza, de tal forma que a imagem fique exclusivamente em preto e branco.

b) Microdureza ASTM E 384 – A microdureza é a medida da dureza de formações microscópicas ou cristais de metais e seções extremamente delgadas. O processo consiste em trazer a superfície do material altamente polida e/ou atacada para baixo de uma ponta de diamante, lapidada com precisão, em três facetas, formando entre si um ângulo sólido, reto, sendo o ponto de interseção a ponta de trabalho, sob a pressão determinada de 3 gramas, para os casos comuns, e 9 gramas para materiais duros, durante um tempo de 15 segundos.

Para se obter o resultado, mede-se com precisão a largura da impressão, pelo uso de um microscópio óptico perfeitamente calibrado. Assim se verifica que a dureza é inversamente proporcional ao quadrado da largura do corte. Matematicamente, isto é expresso pela fórmula :

$$K = \lambda^{-2} \cdot 10^4$$

na qual K representa a microdureza e λ a medida da largura da impressão, em microns. A fórmula é multiplicada por 10 elevado à quarta potência para evitar decimais longas.

O ensaio de dureza é um controle indispensável no exame e seleção de materiais. O método de microdureza Vickers é o mais usado para o estudo das fases de uma estrutura,

geralmente trabalhando com cargas que oscilam entre 0,005 a 0,2 Kg. Este método está baseado na resistência que um material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136°, sob uma determinada carga. O valor da dureza Vickers (HV) é o quociente da carga aplicada F pela área de impressão S :

$$HV = F / S$$

Para a medição da microdureza a amostra preparada é colocada na platina do microscópio, a carga de ensaio é selecionada e então aplicada sobre a área de medição por cerca de 10 a 30 segundos. O penetrador é retirado, fazendo-se então a medição das diagonais da penetração. O resultado obtido desta medição é plotado na fórmula seguinte ou lido diretamente em tabelas.

$$H_p = \frac{2 P \cdot \operatorname{sen} \frac{Q}{2}}{2} \text{ Kg} / \text{mm}^2$$

Esta fórmula pode ser ainda expressa como :

$$HV = \frac{1854 \times P}{d^2} \text{ kg/mm}^2$$

onde :

P – carga aplicada em Kg

d – média do comprimento da diagonal em mm

Considerando o aspecto matemático deve-se também computar o valor de Z , que é definido como uma diminuta aresta não maior que 1 micron localizada no vértice da pirâmide de diamante. Quando este valor é considerado, o resultado da medição da microdureza obtida difere ligeiramente da expressão simplificada. A fórmula incluindo o valor de Z é dada como :

$$HV = \frac{1854 \times P}{(d^2 - Z^2)} \text{ Kg/mm}^2$$

onde : Z – é o comprimento da aresta em microns.

Conclusão

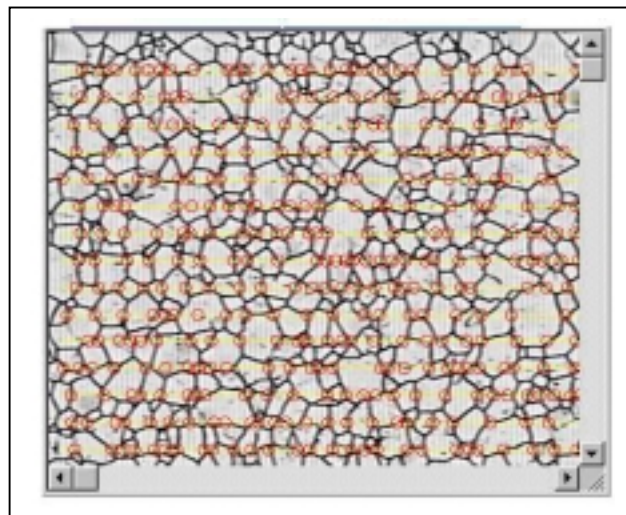
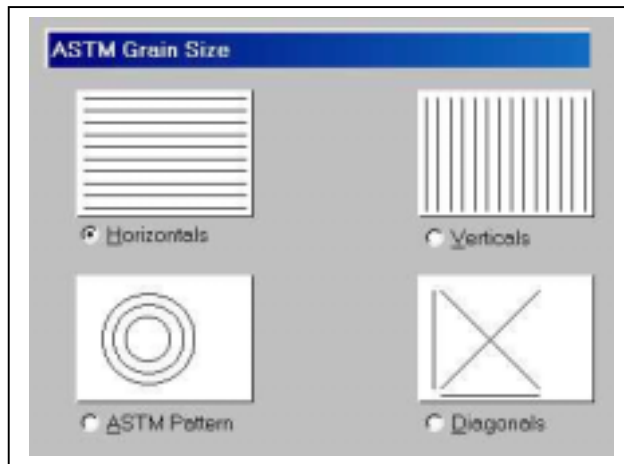
A metalografia quantitativa automática é uma ferramenta simples e rápida que vem se firmando cada vez mais como uma técnica experimental de grande utilidade tanto no estudo de fenômenos metalúrgicos como na caracterização das microestruturas e sua correlação com as propriedades mecânicas.

Bibliografia

[1] CHERMANT, J.L. – Les memoires el etudes scientifiques de la revue de metallurgie, Janvier 1986, 15 – 34.

[2] EXNER, H.E. – Acta stereologica, 1987, 6/III, 1023 – 1028.

- [3] UNDERWOOD, E. – Quantitative Stereology, Addison – Wesley Publishing Company, Reading, 1970, 274 p.
- [4] PADILHA, A. F. E AMBROZIO, F. – Técnicas de análise microestrutural. São Paulo, Hemus Editora, 1985, Cap. 5.
- [5] ROCHA, A. C. e PACIORNIK, S. – Levantamento de Parâmetros e Implementação de Cálculo de Metalografia Quantitativa por Processamento Digital de Imagens. In.: 49º Congresso da ABM, Vol.: III, São Paulo, outubro de 1994.
- [6] CASARIN, S. J. e ROLLO, J. M. D. A. – Aplicação da Técnica de Análise de Imagem em um Aço C-Mn-B, para Caracterização Quantitativa de Fases e Precipitados. In.: 50º Congresso da ABM, Vol.: 2 , São Pedro, SP, agosto de 1995.
- [7] SILVA, E. C. ; ROLLO, J. M. D. A. ; LORENZO, P. L. – Correlação entre Análise de Imagem e Microestrutura de Aços de Alta Resistência e Baixa Liga . In.: 50º Congresso da ABM, Vol.: 2 , São Pedro, SP, agosto de 1995.
- [8] PUJOL, J. F. C. et all – Um Analisador de Imagens de Materiais para Avaliação Quantitativa de Microestruturas. In.: 47º Congresso da ABM, Vol.: I, Belo Horizonte, MG , 1992.



Statistics Table	
Analysis Statistics	ASTM Grain Size: 'G'
Minimum	8.4616652
Maximum	8.4616652
Mean	8.4616652

Figura 1 – Avaliação do Tamanho de Grão ASTM

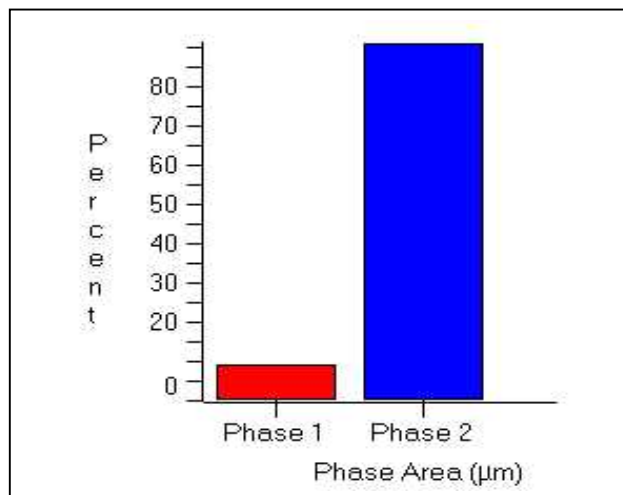
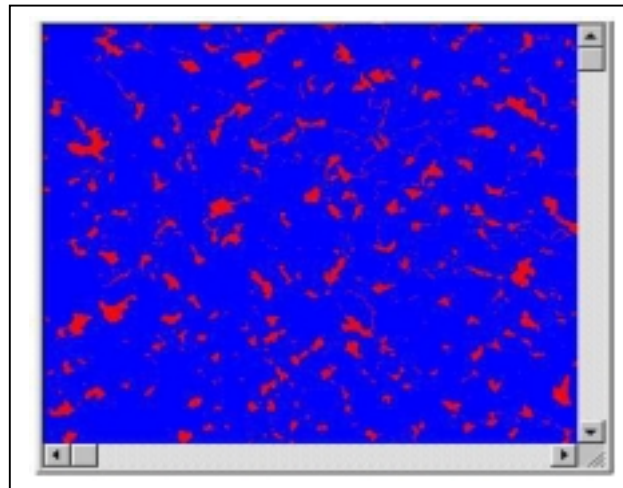
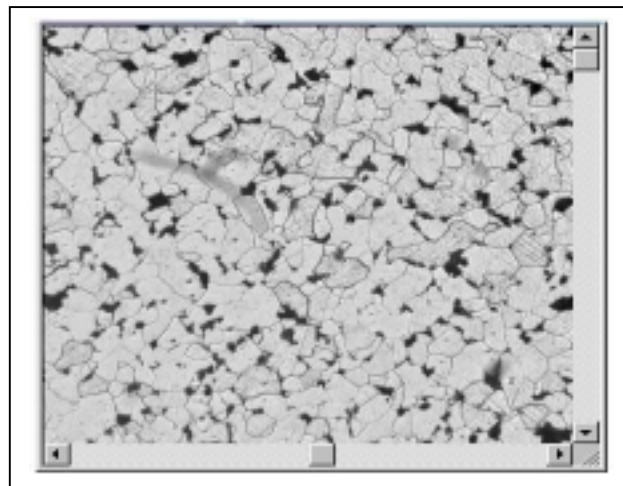
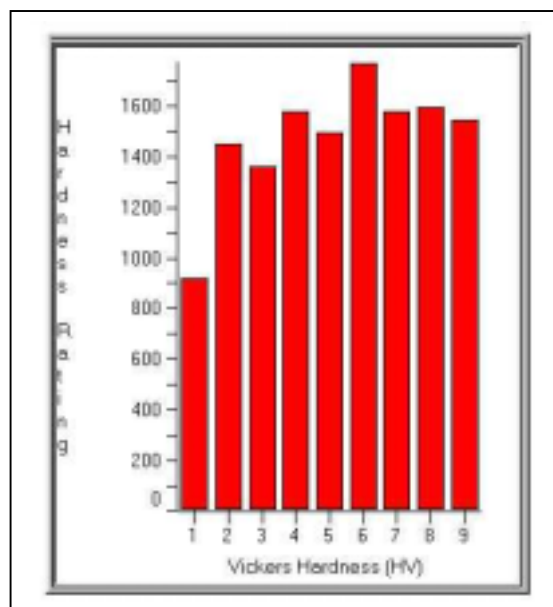
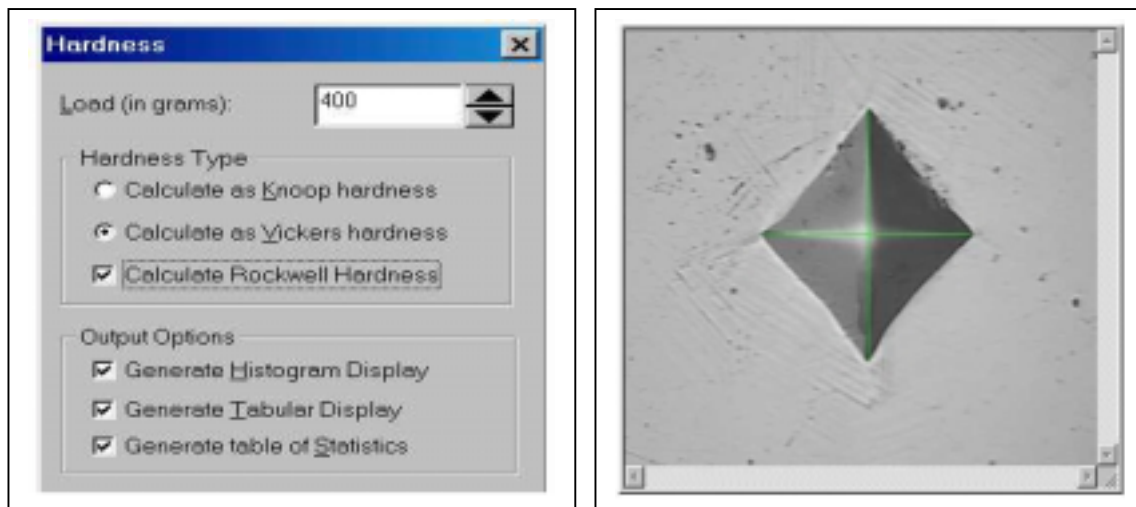


Figura 2 – Proporção de fases



Field Statistics		
Analysis Statistics	Vickers Hardness (HV)	Rockwell C Hardness (HRC(HV))
Minimum	517.41298	8
Maximum	1765.6116	67
Mean	1475.9218	7.466447

Figura 3 – Medição de microdurezza