# MICROSCOPIA DIGITAL CO-LOCALIZADA APLICADA À CARACTERIZAÇÃO DE FERRO FUNDIDO<sup>(1)</sup>

José Mauro Moraes Júnior <sup>(2)</sup> Sidnei Paciornik <sup>(3)</sup>

#### Resumo

Uma metodologia para análise microestrutural de amostras de Ferro Fundido foi desenvolvida utilizando um microscópio óptico motorizado com aquisição digital de imagens e software para automação e análise de imagens. Através do controle de um estágio motorizado x-y-z, o sistema captura, automaticamente, dezenas de campos de amostras previamente preparadas, com correção de inclinação e autofoco. As imagens são processadas e analisadas sem interferência do operador. O sistema motorizado permite a comparação entre campos idênticos antes e depois de ataque químico para revelar ferrita e perlita. A técnica de capturar imagens sem ataque, retirar a amostra, atacar, e capturar novas imagens dos mesmos campos anteriores é conhecida como Microscopia Digital Co-localizada. Os seguintes parâmetros são medidos: número de partículas de grafita por unidade de área; distribuição de tamanho das partículas de grafita; distribuição de forma da grafita e; a fração de área de cada fase (ferrita, perlita e grafita).

**Palavras-chave:** Análise metalográfica de ferro fundido; Microscopia digital; Processamento e análise digital de imagens.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Trabalho a ser apresentado no 60º Congresso ABM – Belo Horizonte

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Engenheiro Metalúrgico, estudante de mestrado do DCMM/PUC-Rio;

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Doutor em Física, Professor, DCMM PUC-Rio

### INTRODUÇÃO

Na caracterização de materiais por microscopia, é comum a necessidade de observar as amostras antes e após diferentes tipos de ataque químico que revelam fases distintas da microestrutura. Na análise metalográfica tradicional, procede-se à quantificação das frações de fase, utilizando a estatística dada pelos retículos de medida, avaliada por um observador humano. Neste caso, normalmente, os campos de uma amostra observados antes e após o ataque são distintos, já que a amostra é retirada e recolocada no porta-amostras do microscópio sem nenhuma referência de posição. Assim, os valores medidos dos parâmetros microestruturais antes e após a revelação de fases, só podem ser comparados através de suas médias em diversos campos. Eventuais variações sistemáticas destes valores, por exemplo um gradiente espacial de concentração de fases, se perdem neste procedimento.

Os métodos mais modernos de caracterização utilizam processamento e análise digital de imagens (PADI) e buscam eliminar a influência do operador na identificação e quantificação das fases presentes. Na maioria dos casos, as fases são discriminadas digitalmente a partir de suas tonalidades [1], conforme será ilustrado mais adiante.

Os métodos baseados em PADI são muito mais velozes e acurados do que os métodos manuais. No entanto, o problema de não coincidência de campos apontado acima se mantém, limitando a exatidão da análise.

No presente trabalho, é apresentada uma nova metodologia denominada *Microscopia Digital Co-localizada* [2], que utiliza recursos de PADI e automação para medir exatamente os mesmos campos antes e após ataque químico. Esta metodologia é aplicada à caracterização de ferro fundido.

### MICROSCOPIA DIGITAL CO-LOCALIZADA

Pode-se definir Microscopia Digital como a associação entre um microscópio motorizado e um computador para automatizar diversos procedimentos de microcaracterização.

Para permitir a realização de procedimentos de microscopia digital, o microscópio utilizado deve possuir certas características. Em particular, de maior importância para o presente trabalho, é necessário dispor de um porta-amostras motorizado, com deslocamento nos eixos x-y-z, controlado por *software*.

Associado a um sistema de captura digital de imagens, este tipo de portaamostras permite obter imagens de diversos campos de uma amostra, em coordenadas pré-definidas, com precisão micrométrica. Assim, é possível capturar uma seqüência de imagens, retirar a amostra do microscópio para realizar, por exemplo, um ataque químico, recolocar a amostra e capturar uma nova seqüência de imagens nas mesmas coordenadas. Desta maneira, é possível comparar variações microestruturais em cada campo, com alta precisão.

A este tipo de técnica se dá o nome de Microscopia Digital Co-localizada.

A quantificação através da microscopia digital co-localizada fornece resultados mais rápidos e mais acurados, identifica variações ao longo da amostra e é um processo quase totalmente automático. A interferência do operador se restringe a escolher a região de análise, retirar a amostra para realizar o ataque químico e recolocá-la no porta-amostras. O sistema computadorizado varre a amostra e captura grande número de imagens de diferentes campos, registrando suas coordenadas, processa e analisa as imagens antes do ataque. Após o ataque,

o sistema retorna às mesmas coordenadas, captura, processa e analisa as novas imagens. Ao final fornece os resultados para os diversos parâmetros microestruturais de interesse.

No caso específico da caracterização de ferro fundido, é possível comparar campos antes e após ataque químico para revelação de fases. Em amostras sem ataque, as partículas de grafite aparecem escuros sobre o fundo claro da matriz (Figura 1a). Nestas imagens, é possível quantificar automaticamente a grafite (fração de área, contagem, distribuição de tamanho e forma) *versus* a matriz indiscriminada de ferrita e perlita. Após um ataque adequado, a ferrita mantém-se clara mas a perlita torna-se escura (Figura 1b). Neste caso, torna-se simples quantificar a fração de área de ferrita *versus* a fração de área somada de grafite e perlita.

A discriminação das fases através de PADI é realizada, automaticamente, através da análise do histograma de tons de cinza dos pixels. Isto é ilustrado na Figura 1c e na Figura 1d, para antes e após o ataque, respectivamente. As bandas correspondem às regiões escura e clara em cada situação.



**Figura 1.** Microestrutura de Ferro Fundido. (a) antes e (b) após ataque químico. (c) Histograma da imagem em (a). (d) Histograma da imagem em (b)

O programa de PADI analisa o histograma e determina um tom de limiar (*threshold*) para separar as duas faixas de intensidade. O resultado desta operação é uma imagem com apenas dois tons (0 = preto e 255 = branco), denominada

imagem binária. Veja Figura 2. As regiões brancas representam os objetos que serão quantificados pelo programa.



Figura 2. Resultado da segmentação das imagens da Figura 1. (a) Antes do ataque. (b) Após o ataque.

A partir da imagem da Figura 2a, obtém-se a caracterização da grafite dada por sua fração de área, densidade, distribuição de tamanho e forma das partículas.

A partir da imagem da Figura 2b, obtém-se a caracterização da ferrita dada por sua fração de área. No entanto, a fração de área de ferrita pode ser alterada pela presença de fronteiras de grão, visíveis na Figura 1b. Assim, é necessária uma etapa de pós-processamento da imagem binária para eliminar estas fronteiras, conforme ilustrado na imagem de maior magnificação da Figura 3. Para isso, utilizou-se uma operação de fechamento morfológico [1].

Finalmente, é possível obter a fração de área de perlita através da seguinte seqüência::

- 1. Antes do ataque %Grafite x %(Ferrita + Perlita)
- 2. Após o ataque %Ferrita x %(Grafite + Perlita)
- 3. %Perlita = 100% (%Grafite + %Ferrita)



**Figura 3.** Pós-processamento para eliminação de fronteiras de grão na ferrita. (a) Ampliação de uma região da Figura 1b. (b) Imagem binária ainda com fronteiras de grão. (c) Fronteiras de grão eliminadas.

### **MATERIAL E MÉTODOS**

Um microscópio óptico Zeiss AxioPlan 2 ie, motorizado e controlado pelo software KS400 [3] foi utilizado no desenvolvimento da metodologia. Além de possuir um porta-amostras com movimentação motorizada em x-y-z, este sistema permite troca de lentes, ajuste de iluminação e captura digital de imagens controlados por software.

Duas amostras de ferro fundido nodular, com diferentes matrizes metálicas, devidamente preparadas, foram fixadas em lâminas para encaixe no porta-amostras motorizado do microscópio. Esta fixação é de extrema importância, pois assim é possível retirar as amostras do microscópio e recolocá-las na mesma posição, de maneira a analisar sempre os mesmos campos, uma vez registradas suas coordenadas.

Com as amostras primeiramente sem ataque, utilizando uma lente objetiva de 10X e resolução digital de 1300 x 1030 pixels, capturou-se automaticamente 20 imagens de 20 campos distintos, registrando suas coordenadas.

Em seguida, as amostras foram retiradas do microscópio e atacadas com uma solução de Nital para revelar a fase perlita. As amostras foram então recolocadas no porta-amostras e, utilizando as coordenadas das 20 imagens capturadas antes do ataque, capturou-se imagens dos mesmos 20 campos.

Na aquisição das imagens da amostra atacada observou-se um pequeno deslocamento em relação às imagens da amostra sem ataque, resultante da dificuldade de colocar-se a amostra exatamente na posição original e também pela limitação mecânica do porta-amostras. Para sanar este problema desenvolveu-se uma rotina para alinhar as imagens sem e com ataque. Esta rotina carrega uma imagem sem ataque e a sua correspondente com ataque e, através de correlação entre a intensidade dos pixels das duas imagens, define o ponto onde ambas possuem máxima correlação, ou seja, a posição onde uma deveria estar em relação à outra. Assim, as imagens são deslocadas para esta posição de máxima correlação e as sobras das bordas de cada imagem são cortadas, como ilustrado na Figura 4.



**Figura 4.** Ilustração da movimentação e corte das imagens sem e com ataque: (a) Representa a imagem sem ataque; (b) Representa a imagem com ataque; (c) Sobreposição revelando o deslocamento entre as imagens; (d) Deslocamento das imagens para local de maior correlação; (e) Imagem final após alinhamento.

Com as imagens devidamente alinhadas, é possível medir as frações de fases em campos equivalentes antes e após o ataque.

#### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

O resultado obtido pelo alinhamento foi ótimo, pois as imagens ficaram perfeitamente sobrepostas e a imagem final sofreu um corte de 5 a 15 pixels, o que, numa imagem de 1300 x 1030 pixels é quase desprezível.

A Figura 5 mostra o alinhamento em uma das imagens capturadas. A imagem é de uma amostra atacada e os contornos claros são das partículas de grafita da imagem capturada antes do ataque. Na Figura 5a nota-se um pequeno desalinhamento entre os contornos claros e os nódulos de grafite da imagem. Após o procedimento de alinhamento automático, Figura 5b, o alinhamento é excelente.



**Figura 5.** Alinhamento entre as imagens sem e com ataque. (a) Antes do alinhamento; (b) Imagens alinhadas automaticamente.

Como discutido anteriormente, garantindo o alinhamento entre as imagens antes e após ataque químico pode-se obter medidas acuradas das frações de fase em cada campo. A Tabela 1 apresenta os resultados médios para 20 campos, para as duas amostras analisadas. Nesta tabela é apresentado também o resultado para densidade de nódulos por mm<sup>2</sup>,

	Amostra NF	Amostra NC6
A <sub>A</sub> grafita [%]	13,7 ± 1,10	$12,\!2\pm0,\!92$
A <sub>A</sub> ferrita [%]	$52,8\pm2,15$	$10,7\pm0,83$
A <sub>A</sub> perlita [%]	$\textbf{33,5} \pm \textbf{2,34}$	$77,2\pm1,55$
Nódulos/mm <sup>2</sup>	125,8 ± 13,70	92,0 ± 6,91

 Tabela 1. Fração de área (A<sub>A</sub>) de cada fase e densidade de nódulos.

Dentro da mesma seqüência de análise, é possível obter medidas individuais de cada partícula de grafite, num total de milhares de partículas. No presente trabalho foram realizadas medidas de tamanho e de forma.

Os gráficos da Figura 6 mostram a distribuição de tamanho das partículas da amostra NF e NC6, respectivamente.



Figura 6. Distribuição das partículas de grafita. (a) Amostra NF; (b) Amostra NC6.

Utilizando o procedimento proposto por Gomes e Paciornik [4], foi realizada uma classificação automática da forma das partículas de grafite, de forma a discriminá-las nas 6 classes propostas pela norma ISO-945 [5]. Os resultados estão apresentados no gráfico da Figura 7. Nota-se uma grande preponderância de grafite nas classes V e VI, consistente com um ferro nodular.



Figura 7. Classificação das partículas de grafita de acordo com as classes da norma ISO-945.

O procedimento completo de análise quantitativa é totalmente automático, sem nenhuma interferência do operador. O tempo total de análise por imagem é da ordem de 30 segundos.

### CONCLUSÕES

O uso de recursos de Microscopia Digital, integrando microscópios motorizados e métodos de PADI, permite automação completa de procedimentos de análise microestrutural.

A caracterização completa de amostras de ferro fundido, incluindo medidas de fração das 3 fases mais relevantes, grafite, ferrita e perlita, densidade, distribuição de tamanho e forma das partículas de grafite, foi demonstrada.

A técnica aqui proposta de microscopia digital co-localizada permite analisar exatamente os mesmos campos antes e após um ataque químico para revelação de fases, aumentando a exatidão das medidas de fração de cada fase.

O procedimento completo, incluindo a classificação da grafite segundo a norma ISO-945, é bastante veloz. As vantagens de tempo, amostragem e conseqüente relevância estatística, quando comparado a procedimentos tradicionais de quantificação, são bem evidentes.

### Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq para a realização deste trabalho, bem como a cessão de amostras por parte da Metalúrgica Thyssen.

## REFERÊNCIAS

- 1 S. Paciornik and M.H.P. Mauricio, Digital Imaging. In **ASM Handbook Metallography and Microstructures** (VANDER VOORT, G.F. editor), ASM International, Materials Park, 2004.
- 2 SOTO, O.A.J., GOMES, O.F.M., PINO, G.A.H, PACIORNIK, S., Native Copper Analysis through Digital Microscopy. In **Applied Mineralogy: Developments in Science and Technology** (PECCHIO, M. et al, editores). International Congress on Applied Mineralogy, Águas de Lindóia, Brasil, 2004.
- 3 KS400 Versão 3.0 Carl Zeiss Vision, 2003.
- 4 GOMES, O.F.M., PACIORNIK, S. Automatic Classification of Graphite in Cast Iron, aceita para publicação em **Microscopy and Microanalysis**.
- 5 ISO (1975). Cast iron -- Designation of microstructure of graphite. ISO 945:1975, International Standards Organization.

# CO-SITE DIGITAL MICROSCOPY APPLIED TO THE CHARACTERIZATION OF CAST IRON<sup>(4)</sup>

José Mauro Moraes Júnior <sup>(5)</sup> Sidnei Paciornik <sup>(6)</sup>

#### Resumo

A procedure for microstructural analysis of cast iron samples was developed, employing a motorized optical microscope with digital image acquisition and software for automation and image analysis. Through the control of a motorized x-y-z sample holder, the system automatically captures images of dozens of fields of previously prepared samples, with surface inclination compensation and autofocus. The images are processed and analyzed without the interference of the operator. The motorized system allow the comparison of identical fields before and after chemical etching to reveal ferrite and perlite. With this technique, Co-site Digital Microscopy, unetched sample fields are imaged, the sample is removed from the holder for etching and put back to allow capturing images of the same fields after phase revelation. The following parameters are measured: surface density, size and shape of graphite particles, area fractions of ferrite, graphite and perlite.

Key-words: Cast iron metallography; Digital microscopy; Image analysis.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> To be presented at the 60° Congresso ABM – Belo Horizonte

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Metallurgical Engineer, M.Sc. student, DCMM/PUC-Rio

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Dr., Professor, DCMM PUC-Rio