



DESENVOLVIMENTO DE TÉCNICAS PARA ANÁLISE QUANTITATIVA DE PERFIS DE FRATURAS PELO MÉTODO DE SECCIONAMENTO VERTICAL

Ana Lúcia Horovistiz

Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Departamento de Projetos e Materiais, Laboratório de Análise de Imagens de Materiais
Av. Ariberto Pereira Cunha, 333, Guaratinguetá, SP, 12.500-000, Brasil

Luis Rogério de Oliveira Hein

Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Departamento de Projetos e Materiais, Laboratório de Análise de Imagens de Materiais
Av. Ariberto Pereira Cunha, 333, Guaratinguetá, SP, 12.500-000, Brasil

Resumo. O objetivo deste trabalho é criar um procedimento para estimar a espessura de material removido em polimentos sucessivos, que será utilizado na aplicação do método de seccionamento vertical para a análise quantitativa de perfis de fratura, permitindo maior aplicabilidade do procedimento EGF P1-87D na determinação do comportamento topográfico do relevo de superfícies fraturadas.

A técnica consiste na preparação metalográfica de amostras e no processamento e análise de imagens.

As amostras das ligas metálicas utilizadas não sofreram ataques químicos para garantir o contraste de imagem. O embutimento foi feito em resina opaca com adequadas propriedades de dureza e manutenção de bordas, para que se mantivesse tanto o contraste das imagens quanto a integridade do perfil. Já para a obtenção das imagens, as amostras passaram por uma sucessão de polimentos também cuidadosamente estudados.

O processamento das imagens e o cálculo dos espaçamentos entre os perfis foram baseados nas marcas de impressão do penetrador Vickers. A rotina foi escrita na linguagem de programação de macros do programa Scion Image Beta 3b (versão para MS Windows 95 do NIH Image).

Esta técnica mostrou-se adequada, pois uma vez implementada apresentou resultados satisfatórios e reproduzíveis. Devem-se observar, entretanto, os cuidados com a metalografia para minimizar o emprego de ferramentas de processamento digital de imagens e garantir a integridade dos perfis.

Palavras-chave: Seccionamento vertical, Metalografia, Processamento de imagens.

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DA INVESTIGAÇÃO

A fractografia quantitativa vem se estabelecendo como uma ferramenta poderosa na investigação objetiva das falhas em materiais, uma vez que se propõe relacionar numericamente os aspectos topográficos da superfície da fratura com as propriedades mecânicas do material. Por outro lado, segundo Russ (1991), esta meta pode ser atingida graças ao desenvolvimento e adoção de processamento e análise de imagens e microscopia quantitativa, para que, desta forma, possam-se utilizar os parâmetros dimensionais na caracterização da fratura.

Underwood (1990) também considera imprescindível a utilização do poderoso ferramental estereológico para a medição da área da superfície da fratura, bem como o cálculo de tamanho, distribuição de área de aspectos, comprimento, orientação de aspectos da fratura, etc.

Para tanto, a análise perfilométrica, que define um conjunto de métodos que relacionam detalhes quantitativos de perfil de fratura com medidas da resistência do crescimento da trinca, se mostra apta a ser aplicada para esta finalidade, de acordo com El-Soudani (1975).

O método das secções verticais é a mais antiga técnica de análise perfilométrica e consiste em efetuar cortes planos, paralelos, de acordo com El-Soudani (1975), ou não, de acordo com Baddeley *et al* (1986), orientados perpendicularmente ao plano médio da fratura, para avaliar os perfis formados pelas linhas de intersecção. A medição dos perfis pode ser feita de forma manual (por meio de grades padronizadas), semi-automática (através de mesas digitalizadoras) ou automática (empregando rotinas de processamento digital de imagens). Embora sua concepção venha a ser bastante simples, essa técnica se mostra bastante trabalhosa, exigindo cuidados especiais para minimizar fontes de erro como o arredondamento de bordas durante o corte e o polimento, distorções geométricas impostas pela técnica de observação, etc.

Esta técnica ainda se apresenta como uma prática vantajosa, quando comparada aos outros métodos padrões da estereologia, pois assegura a obtenção de informações quantitativas a partir de secções planas de uma amostra tridimensional, o que é definido pelo caráter arbitrário da orientação dos cortes e uma análise não tendenciosa dos dados, premissa da estereologia.

Por outro lado, a análise de imagens representou um grande avanço para a fractografia quantitativa, pois resolveu questões como resolução, precisão e reprodutibilidade. A maior resolução nos mapas construídos por algoritmos de processamento digital deve-se ao conceito de que uma imagem pode ser representada numericamente por uma matriz, cujas dimensões e escala de intensidade de seus componentes são definidas pelo sistema de aquisição utilizado (Hein, 1996). Outra vantagem evidente é o fato de que uma maior quantidade de informações, que não poderiam ser obtidas através de métodos manuais, pode ser processada num espaço de tempo relativamente curto, com reprodutibilidade de resultados, como afirma Russ (1991).

Howard & Reed (1998) reforçam, em suas observações, a relação intrínseca entre a estereologia e o processamento digital de imagens, permitindo maior precisão nas análises. Os autores ainda observam que a principal meta do processamento digital de imagens é a segmentação (partindo, por exemplo, de seu histograma de brilho), entre objetos de interesse e *background*, o que tornaria trivial as medidas a serem feitas. De acordo com esta abordagem, a etapa de aquisição, que é a transformação da função imagem de sua forma contínua (ou analógica) para sua representação discreta (ou digital), faz parte do conjunto de operações do processamento. Desta forma, pode-se afirmar que todas as etapas preliminares que influem na qualidade da imagem, como a preparação das amostras e a técnica de microscopia utilizada, fazem parte do processo de aquisição. Então, como uma imagem é analógica em sua forma original, propõe-se, neste trabalho, o emprego da expressão "*processamento digital de imagens*"

para a tradução da expressão em inglês "*digital image processing*", ao invés da forma literal "processamento de imagens digitais", uma vez que esta não traduz a abrangência correta do conceito aqui apresentado.

Existem, hoje, por exemplo, alguns programas de domínio público que permitem o cálculo de parâmetros estereológicos a partir de imagens digitais, como o NIH Image escrito por Rasband (Rasband & Bright, 1995). Deste modo, a tendência atual consiste em unir exatamente conceitos da estereologia e da análise de imagens, para que se possa garantir a correta determinação do comportamento topográfico do relevo de superfícies fraturadas.

Dentro desta linha, o objetivo específico deste trabalho é viabilizar o procedimento do método de seccionamento vertical, aplicando os conceitos da estereologia e do processamento e análise de imagens digitais para calcular a espessura da camada removida nos polimentos sucessivos.

2. DESENVOLVIMENTO DA TÉCNICA

Foi utilizado o procedimento descrito por Kurszydowski & Ralph (1995) para calcular a espessura de camadas removidas pelos polimentos sucessivos. Usando impressões de dureza Vickers sobre a amostra que contém o perfil de fratura, obter-se-á, após a digitalização, uma imagem de um quadrilátero, que decresce em tamanho a cada polimento. As medidas das diagonais de cada imagem podem ser fácil e diretamente relacionadas com a espessura de camada retirada.

A técnica foi desenvolvida em passos básicos e, em cada um deles, houve cuidados especiais para que se respeitassem as peculiaridades do método acima discutido. Estes passos foram divididos em:

Embutimento da amostra. Levou-se em conta, ao embutir a amostra, a questão do contraste das imagens, na interface amostra-resina, e a questão da manutenção da integridade das bordas, para a correta avaliação do comportamento topográfico da fratura.

Utilizou-se uma amostra da liga de alumínio 7050 T73651 e foram testadas algumas resinas. Após o embutimento, estas amostras foram lixadas e polidas para a posterior digitalização.

A primeira resina testada foi a resina acrílica para embutimento à frio para amostras metalográficas, Resina Acrílica RPI e o líquido auto polimerizante, A-2 da Arotec, e foram obtidos os resultados mostrados a seguir:

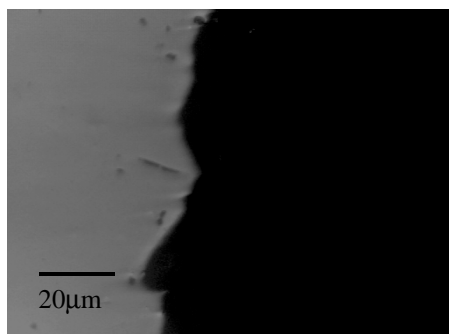


Figura 1- Amostra embutida em resina acrílica Arotec RPI

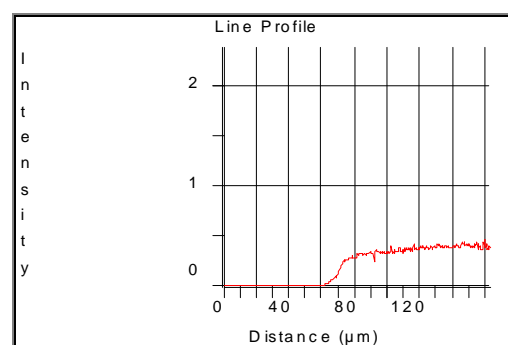


Figura 2- Perfil de brilho de uma linha traçada entre a resina e a amostra, contendo a interface.

Pode-se notar na imagem, figura 1, um perfil abaulado e sem uma boa definição. Quando se mede o perfil de brilho de uma linha traçada entre a amostra e a resina (figura 2), através do programa Media Cybernetics Image Pro Plus 4.0, verifica-se que também existe um problema de contraste, já que a intensidade de brilho cresce de forma muito suave e irregular ao longo da interface da amostra com a resina, denotando um abaulamento da resina e da peça, prejudicando a extração de informações do perfil.

Outra resina testada foi a resina fenólica para polimento a quente para embutimento de uso geral, Multifast Brown, da Struers. Os resultados obtidos estão mostrados abaixo.

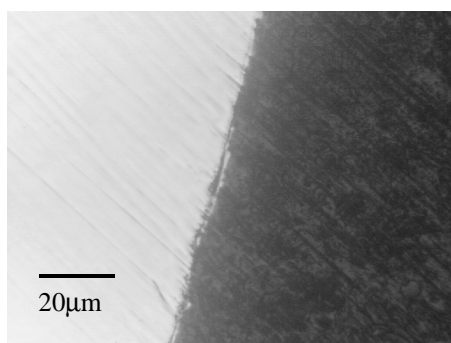


Figura 3- Amostra embutida em resina Struers Multifast Brown

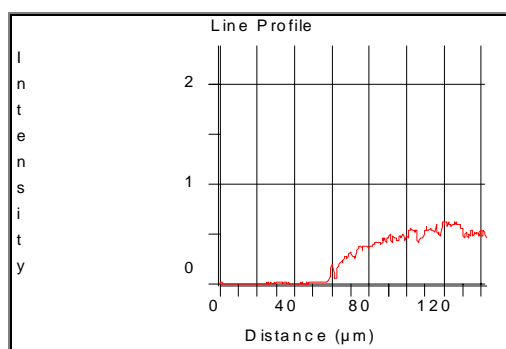


Figura 4- Perfil de brilho de uma linha traçada entre a resina e a amostra, contendo a interface.

Na figura 3, podem-se observar vários riscos de polimento pois a resina se mostrou um pouco porosa, prejudicando sobremaneira a obtenção de uma imagem em que se pudesse proceder uma análise. Outro problema é a sua borda visivelmente adulterada, o que mostra que existe uma incompatibilidade entre a dureza da amostra e a da resina.

No perfil de brilho de uma linha traçada entre a resina e a amostra, figura 4, observa-se um crescimento da intensidade do brilho gradativo e irregular, exatamente o contrário do que se espera de uma imagem com bom contraste.

A terceira resina testada foi a termoplástica condutora à base de cobre, Resin-2, da Struers.

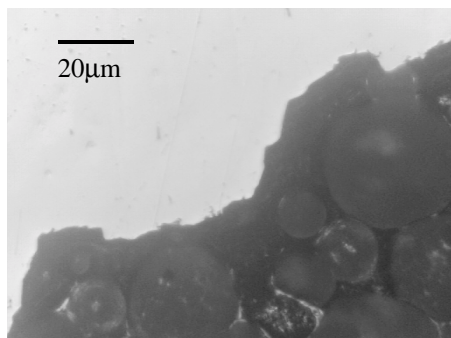


Figura 5 - Amostra embutida com a resina Struers Resin-2

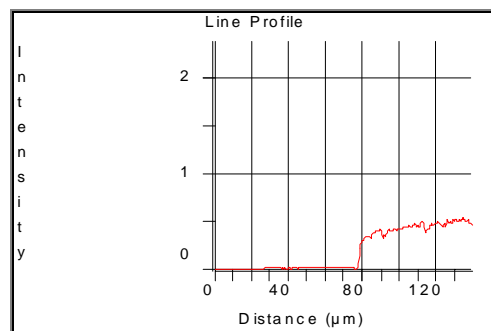


Figura 6- Perfil de brilho de uma linha traçada entre a resina e a amostra, contendo a interface.

É bastante clara a superioridade na retenção de bordas e no contraste desta resina em relação ao material da amostra. Na imagem da figura 5, nota-se que as bordas estão preservadas e o contraste está muito definido, o que se confirma com a observação do perfil de brilho da figura 6.

Foi escolhida, desta maneira, a resina termoplástica condutora à base de de cobre, Struers Resin-2, para se embutir a amostra.

Polimento da amostra. Quanto à parte de preparação metalográfica, especialmente o lixamento e polimento, buscou-se desenvolver a melhor combinação entre sequência de lixas, pano e abrasivo para polimento.

Foi utilizada uma combinação de lixas de carbetto de silício com a seguinte ordem de granulometria: 100, 200, 320, 400, 600 e 1000. Em seguida, utilizou-se para o polimento final uma suspensão de sílica coloidal, OP-S da Struers, juntamente com o pano de polimento OP-Nap da mesma marca.

Estes cuidados visaram a obtenção de uma imagem com bordas íntegras e com contraste para que se pudesse minimizar o emprego de ferramentas de processamento digital de imagens, na análise dos perfis.

Impressão. Foram testadas algumas cargas de impressão de dureza Vickers, verificando-se que a carga que produzia a melhor relação profundidade de impressão e menor deformação, para a liga Al 7050, foi a carga de 1,0 kgf (9,8 N).

Captura das imagens. As imagens foram capturadas em microscópio Carl Zeiss Jena NEOPHOT 30. Para a adequada aquisição, foi testada uma série de parâmetros de microscopia. Foram feitas observações em campo claro sem filtros ópticos, digitalizando-se diretamente as imagens com uma câmera Pixera Professional, utilizando o *software* Pixera Viewfinder para a captura das imagens.

As imagens da identificação, como as mostradas nas figuras 7 e 8, e das bordas do perfil foram adquiridas com resolução de 640 x 480 pixels.

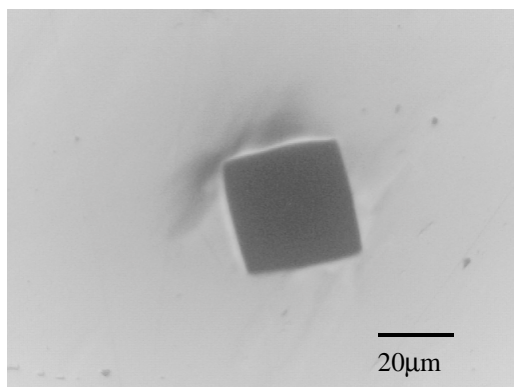


Figura 7- Marca de impressão após o primeiro polimento.

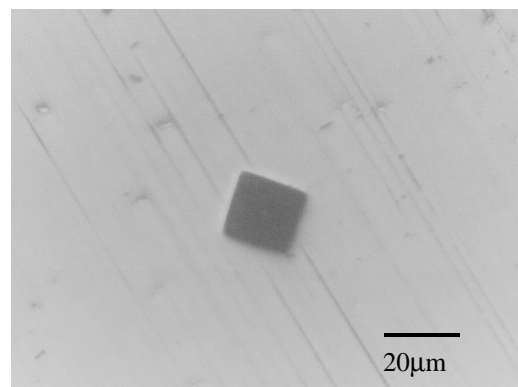


Figura 8- Marca de impressão após o segundo polimento

Rotina desenvolvida para medição da espessura da camada removida. Uma rotina foi escrita na linguagem de programação de macros do programa Scion Image Beta 3b (versão para MS Windows 95 do NIH Image), que é um *software* de distribuição gratuita. A disponibilidade livre do programa foi um dos principais motivos para sua escolha, pois garante a sua utilização por qualquer Instituição, permitindo um desejável intercâmbio de conhecimentos. Este *freeware* pode ser obtido a partir da URL <http://www.scioncorp.com>.

A macro utiliza um par de imagens de uma mesma marca de impressão Vickers, obtidas em dois passes sucessivos de polimento, como as mostradas nas figuras 7 e 8, permitindo ao usuário medir suas diagonais para calcular a espessura removida, t , através da equação:

$$t = \frac{\overline{D}_1 - \overline{D}_2}{2\text{tg}74,055^\circ} \cong \frac{\overline{D}_1 - \overline{D}_2}{7} \quad (1)$$

Onde \overline{D}_1 e \overline{D}_2 são, respectivamente, os valores médios das diagonais medidas de uma mesma marca de impressão após o primeiro e o segundo passes de polimento.

O algoritmo proposto, cuja listagem é apresentada no Apêndice, consiste nas seguintes etapas:

- *Entrada de dados:* são solicitados os arquivos das imagens das marcas de impressão e seus dados de calibração.
- *Pré-processamento:* as imagens são processadas para uma ampliação do contraste, por meio de um estiramento linear de seus histogramas (comando *EnhanceContrast*) e estas mudanças na dinâmica de contraste são fixadas através do comando *ApplyLUT*. O melhoramento no contraste facilita a visualização das bordas e a rotina de estiramento linear apresenta a vantagem de não introduzir deslocamentos no posicionamento das bordas. O ruído, que é normalmente um sinal de alta frequência, não é filtrado, pois o uso de filtros passa-baixa (como o da mediana) provoca um deslocamento das bordas dos objetos. Pelo mesmo motivo, não são aplicadas ferramentas para correção da variação de iluminação.
- *Montagem da pilha de imagens:* as imagens são agrupadas numa pilha (*stack*), com o objetivo de evitar erros do usuário na seqüência de medição. As janelas das imagens abertas quando da entrada de dados são fechadas.
- *Medição das diagonais:* usando a ferramenta de seleção de linha (*straightline*) e a opção de medição do comprimento, o usuário é dirigido a selecionar com o *mouse*, seqüencialmente, as diagonais das marcas de impressão do penetrador Vickers, tendo a possibilidade de ajustar cada uma das retas selecionadas. Assim, automaticamente, os valores são medidos de acordo com a escala de calibração apresentada pelo usuário, obedecendo às informações fornecidas por ele quanto à extensão das diagonais. Esta interação com o usuário é necessária para garantir a precisão do programa em casos como o da observação de amostras com inclusões, onde a presença de um destes defeitos, junto aos limites da marca de impressão causaria erros no caso da adoção de ferramentas automáticas de segmentação. Esta solução é similar àquela adotada no programa Media Cybernetics Materials-Pro Analyzer 3.1, pelos mesmos motivos.
- *Cálculo e apresentação da espessura da camada removida:* a rotina, já com os valores de cada uma das quatro diagonais medidas, calcula a espessura da camada removida utilizando a equação (1) e apresenta o resultado numa janela, criada com o comando *PutMessage*.

3. COMENTÁRIOS FINAIS

Para que fosse possível a apresentação de uma técnica reproduzível e robusta, foi levada em conta uma série de procedimentos concernentes à preparação das amostras e processamento das imagens.

A atenção com estes procedimentos começa com a escolha da resina para embutimento, pois a medição correta das diagonais das imagens obtidas depende diretamente do contraste entre a amostra e a resina. Outra questão ainda ligada a esta escolha foi a densidade da resina, pois uma resina porosa ou muito dúctil, em relação à amostra em estudo, prejudicaria o polimento, ocasionando riscos ou irregularidades junto às bordas da amostra, nas imagens obtidas. A amostra foi apenas embutida e polida sem sofrer ataque químico para melhor contraste.

Deve-se ressaltar que cada material tem uma particularidade em relação às suas propriedades ópticas. Desta forma, as escolhas em relação aos passos da técnica seriam possivelmente diferentes para outros materiais. A macro, porém, foi desenvolvida no sentido de proporcionar a interação necessária com o usuário para evitar erros do mesmo e contornar algumas limitações inerentes à própria técnica e, desta forma, apresentar o grau de robustez necessário para utilização confiável.

4. AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi realizado com apoio financeiro da FAPESP, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, através do processo nº 1997/06287-5, referente ao projeto "Métodos de Processamento Digital de Imagens na Microscopia Quantitativa", dentro do Programa de Apoio a Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes. Os autores agradecem à FAPESP por este suporte.

5. APÊNDICE: Listagem do programa em linguagem de macro

Esta rotina está disponível para distribuição gratuita em [ftp.feg.unesp.br/pub/LAIMat/](ftp:feg.unesp.br/pub/LAIMat/).

```
macro 'Medida da distância entre secções verticais';
```

```
{Esta rotina foi desenvolvida pelos pesquisadores do Laboratório de Análise de Imagens de Materiais, LAIMat, do Departamento de Materiais e Tecnologia, DMT, da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da UNESP. Para quaisquer dúvidas ou comentários, favor contactar Rogerio Hein, rhein@feg.unesp.br.}
```

```
var
```

```
    x1,x2,y1,y2,w,h,i,L: integer;  
    unit, file1, file2: string;  
    imagem1,imagem2,scale,AspectRatio,d,d1,d2,d3,d4,stack: real;
```

```
begin
```

```
    PutMessage('Entre com a imagem da PRIMEIRA SECÇÃO com a impressão  
Vickers',file1);  
    Open(file1);  
    EnhanceContrast;  
    ApplyLUT;  
    imagem1:=pidNumber;  
    PutMessage('Entre com a imagem da SEGUNDA SECÇÃO com a impressão  
Vickers',file2);
```

```

Open(file2);
EnhanceContrast;
ApplyLUT;
imagem2:=pidNumber;
ResetCounter;
if nPics <> 2 then begin
PutMessage('São necessárias DUAS imagens. ');
exit;
end;
SelectTool('straightline');
SetScale(0, '');
GetScale(scale, unit, AspectRatio);
GetPicSize(w, h);
SetNewSize(w, h);
MakeNewStack('Pilha de secções');
stack:=pidNumber;
SelectPic(imagem1);
MakeRoi(0, 0, w, h);
copy;
Dispose;
SelectPic(stack);
Paste;
AddSlice;
SelectPic(imagem2);
MakeRoi(0, 0, w, h);
copy;
Dispose;
SelectPic(stack);
Paste;
L:=1;
SetForegroundColor(0);
SelectSlice(1);
PutMessage('Marque uma linha sobre a primeira diagonal da primeira
imagem. ');
GetLine(x1, y1, x2, y2, L);
if x1<0 then begin
PutMessage('Esta macro exige que seja selecionada uma linha reta. ');
exit;
end;
PutMessage('Ajuste sobre a diagonal. ');
SetOptions('Length');
Measure;
d1:=rLength[1];
Fill;
KillRoi;
PutMessage('Marque uma linha sobre a segunda diagonal da primeira
imagem. ');
GetLine(x1, y1, x2, y2, L);
if x1<0 then begin
PutMessage('Esta macro exige que seja selecionada uma linha reta. ');
exit;
end;
PutMessage('Ajuste sobre a diagonal. ');
SetOptions('Length');
Measure;
d2:=rLength[2];
Fill;

```



```

KillRoi;
SelectSlice(2);
PutMessage('Marque uma linha sobre a primeira diagonal da segunda
imagem. ');
GetLine(x1,y1,x2,y2,L);
if x1<0 then begin
PutMessage('Esta macro exige que seja selecionada uma linha reta. ');
exit;
end;
PutMessage('Ajuste sobre a diagonal. ');
SetOptions('Length');
Measure;
d3:=rLength[3];
Fill;
KillRoi;
PutMessage('Marque uma linha sobre a segunda diagonal da segunda
imagem. ');
GetLine(x1,y1,x2,y2,L);
if x1<0 then begin
PutMessage('Esta macro exige que seja selecionada uma linha reta. ');
exit;
end;
PutMessage('Ajuste sobre a diagonal. ');
SetOptions('Length');
Measure;
d4:=rLength[4];
Fill;
KillRoi;
d:=abs((d1+d2)-(d3+d4))/14;
PutMessage('A espessura removida é de ',d,'µm');
end;

```

6. REFERÊNCIAS

- Baddeley, A.J., Gundersen, H.J.G. & Cruz-Orive, L.M., 1986, Estimation of surface area from vertical sections, *Journal of Microscopy*, vol.142, Pt 3 pp. 259-276
- El-Soudani, S.M., 1975, The fundamental equation of the quantitative microstructural analysis, *Metallography*, v. 10, pp. 27-41
- Hein, L.R.O., 1996, Estudo da zona de estiramento através de técnica de reconstrução tridimensional, tese de doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, Brasil.
- Howard, C.V. & Reed. M..G., 1998, *Unbiased stereology: three-dimensional measurement in microscopy*, BIOS Publishers, London.
- Kurszydowski, J.K. & Ralph, B.,1995, *The quantitative description of the microstructure of materials*, CRC Press, New York.
- Rasband, W.S. & Bright, D.S., 1995, NIH Image: A public domain image processing program for the Macintosh, *Microbeam Analysis*, vol. 4, p. 137-149
- Russ, J.C., 1991, Computer-aided quantitative microscopy , *Materials Characterization*, vol. 27, pp. 185-197
- Underwood, E.E., 1990, The new quantitative fractography for analyzing metallic surfaces, *JOM*, pp. 10-15

DEVELOPMENT OF TECHNIQUES TO QUANTITATIVE ANALYSIS OF FRACTURE PROFILES BY VERTICAL SECTION METHOD

Abstract. This paper purpose to source a procedure to estimate the removed thickness of material layer through the vertical section method, that will be used for quantitative analysis of fracture profiles, according to EGF P1-87D procedure, for the determination of topographic behavior of fracture surface.

The technique consists on metallographic preparation of samples for image processing and analysis.

There was not chemical etching on the metallic alloy samples to guarantee the contrast of images. An opaque mounting resin was used in the same way, since the material have adequate hardness and plane edges. The images were obtained through successive polishing.

The image processing and the calculation of spacing between successive profiles was estimated by indentation made by Vickers hardness. The routine was written at macro programming language of Scion Image Beta 3b program (based on NIH Image for Macintosh modified for MS Windows 95).

This technique showed off to be adequated, because revealed good and reproducible results. It is necessary the attention about metallographic techniques to avoid the excessive use of processing tolls and to assure the integrity of profiles.

Keywords: Vertical section, Metallography, Image processing.