

## **ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE MÉTODOS DE QUANTIFICAÇÃO DE FASES EM METAIS POR PROCESSAMENTO E ANÁLISE DE IMAGENS**

G. A. Caetano<sup>a</sup>, C.A. C. Passos<sup>a</sup>.

<sup>a</sup>*Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil.*

### **RESUMO**

A área da metalografia quantitativa aplicada às ciências dos materiais utiliza o processamento digital de imagens para caracterização de parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais. Neste trabalho foram quantificados o percentual das fases ferrita e austenita em chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processamento TIG autógeno com subsequente tratamento térmico a 600, 650, 700 e 750 °C por 8h e resfriado ao ar. As análises foram feitas utilizando os programas de processamento de imagens FIJI - ImageJ e SVRNA, com imagens obtidas por microscopia óptica. Os resultados encontrados foram próximos, entretanto o FIJI se mostrou mais preciso na análise de partículas menores sem muito contraste, quando comparado ao SVRNA. O processo de soldagem promoveu o desbalanceamento de fases e o aumento da temperatura de tratamento térmico promoveu o aumento do teor da fase austenítica.

**Palavras chaves:** Aço inoxidável duplex; ImageJ; SVRNA; Quantificação de fases.

### **ABSTRACT**

The quantitative metallographic area applied to materials sciences uses digital image processing to characterize parameters that influence the materials properties. In this work was quantified the percentage of the ferrite and austenite phases in UNS S32304 duplex stainless steel welded plates by the autogenous TIG processing with subsequent heat treatment at 600, 650, 700 and 750 °C for 8 hours and cooled to air. The analyzes were performed using the image processing programs FIJI - ImageJ and SVRNA, with images obtained by light microscopy. The results were close, however the FIJI showed to be more accurate in the analysis of smaller particles with less contrast when compared to the SVRNA. The welding process promoted the unbalance of phases and the increase of the temperature of heat treatment promoted the increase of the content of the austenitic phase.

**Keywords:** Duplex stainless steel; ImageJ; SVRNA; Phase quantification.

### **INTRODUÇÃO**

O estudo da estrutura dos aços e ferros deve começar com o diagrama de equilíbrio ferro-carbono (Fe-C), pois permite justificar as propriedades e também entender as reações no estado sólido em geral. Muitas das características básicas deste sistema influenciam o comportamento até mesmo das ligas de aços mais complexas [1,2].

A grande maioria dos aços depende de dois alótropos, o ferro  $\alpha$  (ferrita) e o ferro  $\gamma$  (austenita). O ferro é um elemento peculiar na pressão ambiente, a ferrita CCC é estável em todas as temperaturas até 910 °C, quando se transforma na austenita CFC, e se reverte na ferrita a 1390 °C (denominada ferrita  $\delta$ ) onde permanece estável até a fusão ocorrer a 1536 °C [1,2].

A transformação dessas fases é acompanhada por alterações no volume atômico e na estrutura cristalina, o que altera a solubilidade de elementos não metálicos, pode introduzir tensões internas e alterar o comportamento do material na deformação plástica [2].

Nos aços inoxidáveis duplex, a proporção aproximadamente igual das fases  $\alpha$  e  $\gamma$  é o que garante a combinação de excelentes propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão, tornando esse material bastante atrativo do ponto de vista tecnológico e econômico

particularmente em mercados críticos como petróleo e gás, indústria química, indústria de papel e celulose, sistemas de água, plantas de dessalinização, equipamentos de controle de poluição, entre outros [3,4,5,6,7].

A exposição desse material a ciclos térmicos, tanto durante o processo de soldagem quanto durante tratamentos térmicos pode levar ao desbalanceamento das fases, modificando a microestrutura e propriedades do material [8]. Portanto, faz-se necessário a quantificação do teor de fases no material pós-soldagem e/ou tratamento térmico, já que a microestrutura tem efeito dominante sobre as características, propriedades e desempenho do material.

Uma forma simples, não destrutiva e que não requer domínio do operador para quantificar fases é por meio do processamento digital de imagens através da visão computacional [9]. A visão computacional é baseada nas técnicas de Inteligência Artificial, processamento digital de imagens e reconhecimento de padrões, que desenvolve máquinas com capacidade visual que respondem com rapidez e precisão [10]. A área da metalografia quantitativa aplicada às ciências dos materiais utiliza essa técnica para caracterização de frações volumétricas de fases, tamanho de grãos, determinação de distribuição de inclusões, entre outros parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais [9].

A utilização de programas computacionais minimiza erros relacionados à determinação manual por técnicas de metalografia quantitativa e diminui o tempo de análise. Dentre diversos programas, se destacam o ImageJ e o SVRNA. A análise de imagem automatizada consiste em tratar uma imagem digital evidenciando as regiões de interesse de maneira que o programa possa realizar a análise [11].

O ImageJ é um programa de processamento de imagens de domínio público desenvolvido pelo National Institute of Health (NIH – EUA). Possui código aberto, possibilitando que a comunidade de usuários desenvolva complementos e modificações de acordo com suas necessidades. Pode calcular estatísticas de área e pixel de seleções definidas pelo usuário [12].

O SVRNA (Segmentação Via Rede Neural Artificial), desenvolvido na Universidade Federal do Ceará [9], tem por objetivo realizar tarefas da metalografia quantitativa em metais, utilizando técnicas de processamento digital de imagens e inteligência artificial, especificamente Redes Neurais Artificiais, reduzindo o tempo de análise em relação ao modo manual [9].

Neste trabalho foram quantificadas as frações das fases ferrítica ( $\alpha$ ) e austenítica ( $\gamma$ ) em um aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processo TIG autógeno com subsequentes tratamentos térmicos a 600, 650, 700 e 750 °C por 8h e resfriado ao ar. As análises foram feitas utilizando os programas ImageJ e SVRNA, com imagens obtidas por microscopia óptica.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas chapas do aço inoxidável duplex UNS S32304 com espessura de 1,8 mm e 72,0 mm de largura. O material foi fornecido em fitas metálicas que foram produzidas pelo processo de laminação a quente seguido de tratamento térmico a 1050 °C e resfriamento ao ar. A composição química foi caracterizada por fluorescência de raios X (FRX) em um espectroscópio da marca Shimadzu, modelo EDX-720, e está exposta na Tabela 1.

*Tabela 1 - Composição química do aço inoxidável duplex UNS S32304 analisada por FRX.*

<b>%Fe</b>	<b>%Cr</b>	<b>%Ni</b>	<b>%Mn</b>	<b>%Cu</b>	<b>%Mo</b>
70,44 (3)	22,99 (1)	3,62 (1)	1,38 (1)	0,37 (1)	0,24 (1)

As chapas foram soldadas pelo procedimento TIG autógeno, com utilização da máquina de solda Digiplus A7 da IMC Soldagem. Um sistema da SPS - Sistemas e Processos de Soldagem, modelo MCS 2000, permitiu o suporte e a movimentação da tocha, com controle automático de altura do arco através do monitoramento da tensão de soldagem, referenciado por valor pré-estabelecido. O controle digital dos parâmetros foi realizado através de um sistema de aquisição de sinais de soldagem da IMC Soldagem que possibilita o acompanhamento em tempo real da soldagem e uma avaliação das condições e/ou instabilidades. Foi utilizado corrente pulsada com polaridade direta, gás de proteção com uma mistura de argônio (Ar) e 2% de nitrogênio (N<sub>2</sub>)

com vazão de 10 L/min e gás de purga com uma mistura de Ar e 10% de N<sub>2</sub> com mesma vazão, eletrodo de tungstênio dopado com 2% de tório e afiado a 60°, corrente média de 143 A, tensão média de 13 V, velocidade de 37 cm/min e tempo de pico e de base de 8,3 ms.

As amostras foram tratadas termicamente em forno tipo mufla programável, na região de gradiente de  $\pm 2$  °C, com precisão de  $\pm 5$  °C, nas temperaturas de 600, 650, 700 e 750 °C todos com duração de 8 horas e resfriados ao ar.

A preparação das amostras para microscopia óptica envolveu as etapas de lixamento, com lixas de granulometrias de 180, 220, 320, 500, 800 e 1200 mesh, polimento com alumina de 1 $\mu$  e ataque químico por imersão com Behara modificado (HCl + H<sub>2</sub>O + metabissulfito de potássio) por 15 minutos. Para obtenção das imagens foi utilizado microscópio óptico digital.

A quantificação das fases foi feita utilizando o FIJI, que é um pacote de processamento de imagens do programa ImageJ, utilizando o plugin “Trainable Weka Segmentation” (TWS).

Inicialmente foi atualizado o programa para versão mais recente, e adicionado os bancos de dados do “BioVoxxel” e “ImageScience” para ativar filtros “Sobel Filter, Hessian, Gabor, Structure e Neighbors” no TWS. Foi retirado o background das imagens para melhorar o contraste entre as fases, através da função “Image calculator” depois de aplicar o “Gaussian Blur” em uma imagem duplicada da original. Foram feitas análises de 4 imagens para cada condição estudada e calculada a média e o desvio padrão.

Para quantificação de fases das mesmas imagens, também foi utilizado o software SVRNA. A diferença é que esse programa roda apenas imagens em Bitmap e em tamanho reduzido, quando compara ao ImageJ. Portanto, em cada uma das 4 imagens analisadas no programa anterior foram selecionadas 4 sub-regiões, totalizando 16 imagens analisadas para cada condição. Da mesma maneira, foi calculada a média percentual e o desvio padrão.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

As altas taxas de aquecimento e resfriamento no processo de soldagem são responsáveis pelo desbalanceamento de fases no material, que podem levar a prejuízo de outras propriedades. Os tratamentos térmicos pós-soldagem aparecem com alternativa para minimizar o desequilíbrio de fases e para que o material atinja determinadas propriedades mecânicas [4].

Através das imagens obtidas por microscopia óptica da zona fundida (ZF) das cinco condições que foram analisadas nesse estudo: somente soldada (Solda), e soldadas com subsequentes tratamentos térmicos a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750), Figura 1, foi possível avaliar qualitativamente que o processo de soldagem promoveu o desbalanceamento das fases, levando ao aumento do teor da fase ferrítica (fase mais escura em todas as imagens). Também é possível notar que o tratamento térmico influenciou na quantidade de austenita formada (fase mais clara), já que o processo de soldagem foi o mesmo para todas as condições. Além disso, o aumento do teor da austenita ficou mais evidente a partir da temperatura de 700 °C, o que condiz com as condições encontradas no diagrama Fe-C.

Em geral, os metais de solda de aços inoxidáveis duplex têm um teor de ferrita que varia de 30 a 70%, dependendo da composição, das taxas de resfriamento e da finalidade que se é desejada [5]. Entretanto, o aumento do teor dessa fase pode promover a precipitação de fases deletérias como carbonetos e nitretos de cromo, o que prejudica a tenacidade e a resistência à corrosão da solda, e pode reduzir a resistência ao impacto e dureza do material [13,5].

Já o aumento da fase austenítica também pode promover algumas modificações nas propriedades físicas e mecânicas do material. Essa fase tem estrutura cristalina CFC, estrutura com maior quantidade de planos efetivos de deslizamentos, e maior liberdade para movimentação de discordâncias, apresentando então maior capacidade de suportar deformação plástica [1], o que está relacionado ao aumento da tenacidade do material [5]. Também apresenta maior dureza, devido ao efeito de endurecimento por solução sólida intersticial do nitrogênio, que em função do arranjo cristalino e parâmetros de rede, tende a se dissolver mais nessa fase [5], o que pode resultar no menor limite de resistência mecânica. Além disso, o aumento da fase austenítica pode estar relacionado com a formação da austenita secundária, que

é empobrecida em Cr, quando comparada à matriz ferrítica e à austenita primária, tornando o material mais suscetível à corrosão por pite [3].

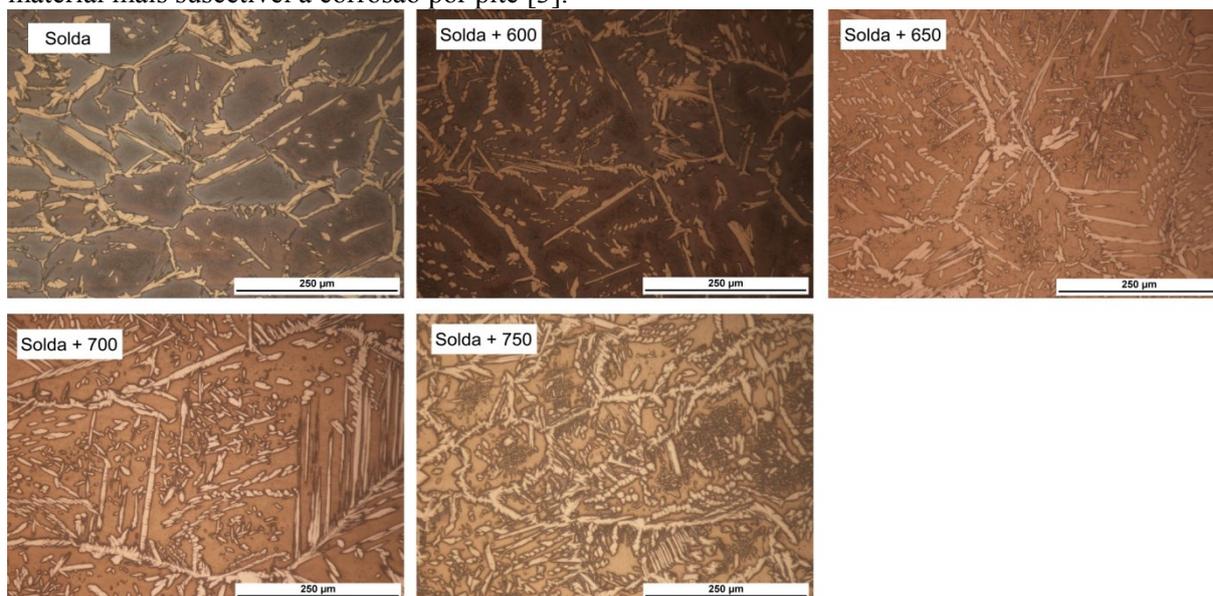


Figura 1 - Zona fundida do AID UNS S32304 nas condições soldada (Solda), e soldadas com tratamentos térmicos a 600 °C (Solda + 600), 650 °C (Solda + 650), 700 °C (Solda + 700) e 750 °C (Solda + 750). Região escura ferrita, região clara austenita. Ataque Behara modificado. Microscopia óptica, 200x.

A partir da análise qualitativa realizada por microscopia óptica, surgiu a necessidade de quantificar a variação no teor das fases, garantindo assim a precisão da análise.

A Tabela 2 mostra a quantificação percentual média e o erro obtido para as fases ferrítica e austenítica nos dois software, FIJI (ImageJ) e SVRNA, para o metal base (MB) e a zona fundida (ZF). A diferença encontrada nas medidas está relacionada à capacidade de análise e processamento de cada programa. A seleção inicial do objeto de interesse em cada um dos programas é diferente e tem efeito direto no resultado final. A ferramenta de seleção do ImageJ é menor do que a do SVRNA, possibilitando a seleção de objetos menores, em contrapartida as imagens analisadas pelo SVRNA são menores, tornando a análise mais discretizada.

Tabela 2 - Quantificação percentual das fases ferrítica e austenítica do AID UNS S32304 no metal base (MB) e zona fundida (ZF) obtidos no FIJI (ImageJ) e SVRNA.

Condição	Região	FIJI (ImageJ)		SVRNA		Incerteza média entre os softwares (%)
		(%) Ferrita	(%) Austenita	(%) Ferrita	(%) Austenita	
Solda	MB	55,8 ± 5,3	44,2 ± 5,3	60,0 ± 6,6	40,0 ± 6,6	8,34
	ZF	83,9 ± 1,1	16,1 ± 1,1	82,4 ± 4,5	17,6 ± 4,5	4,91
Solda + 600	MB	53,1 ± 2,0	46,9 ± 2,0	58,3 ± 8,7	41,7 ± 8,7	9,94
	ZF	78,2 ± 3,9	21,8 ± 3,9	75,6 ± 4,3	24,4 ± 4,3	7,01
Solda + 650	MB	51,4 ± 4,4	48,6 ± 4,4	57,3 ± 5,5	42,7 ± 5,5	11,28
	ZF	78,1 ± 1,2	21,9 ± 1,2	79,4 ± 0,9	20,6 ± 0,9	3,91
Solda + 700	MB	44,6 ± 2,3	55,4 ± 2,3	52,3 ± 7,1	47,7 ± 7,1	14,28
	ZF	76,9 ± 2,3	23,1 ± 2,3	77,0 ± 4,2	23,0 ± 4,2	0,27
Solda + 750	MB	43,2 ± 2,0	56,8 ± 2,0	52,1 ± 2,6	47,9 ± 2,6	16,33
	ZF	66,8 ± 2,7	33,2 ± 2,7	76,8 ± 2,8	23,2 ± 2,8	21,51

A maior diferença encontrada na quantificação de fases foi para amostra soldada com tratamento térmico a 750 °C (Solda + 750), o que pode ser justificado pela grande quantidade de austenita secundária, já que esta fase deve ser quantificada junto com a austenita primária. Contudo, devido às dificuldades encontradas na etapa de preparação, onde o ataque químico

não diferenciou de forma eficiente os microconstituintes, essa fase foi revelada com a tonalidade bem próxima da fase ferrítica, o que dificultou para o programa SVRNA o seu reconhecimento. No FIJI esse problema não foi tão evidente, devido a maior facilidade de selecionar áreas menores, proporcionada por este software.

No SVRNA a maior limitação encontrada foi quando as partículas de interesse eram muito pequenas, não sendo possível selecioná-las para relacionar a uma das classes analisadas, ficando a “critério” de o programa classificá-las em alguma das duas fases. Contudo, para imagens com partículas maiores e melhor contraste entre as fases, a binarização do programa foi eficiente. Por outro lado, a análise realizada com o FIJI revelou melhor os constituintes, mas requereu um longo tempo de processamento da imagem onde havia partículas muito pequenas ou quando o contraste não era suficiente, devido à necessidade de uma grande quantidade de marcações.

Com relação à variação encontrada entre os dois programas, o ideal seria uma quantificação mais precisa das fases, como por exemplo, por raios X ou EBSD, para ter certeza de quais valores encontrados estão mais corretos. Entretanto, para o metal base os dois programas apresentaram valores de acordo com a literatura e que condiz com as micrografias analisadas. Já para a zona fundida os valores encontrados nos dois programas foram próximos e também estão de acordo com a análise qualitativa feita pelas imagens de microscopia para todas as amostras, com exceção da amostra soldada com tratamento térmico de 750 °C (Solda + 750), onde ficou evidente o aumento da fase austenítica pelas imagens, e como essa condição apresentou uma grande quantidade de austenita secundária, que foi difícil de evidenciá-las no SVRNA, o valor encontrado no FIJI se mostra mais confiável.

## **CONCLUSÃO**

A quantificação de fases no aço inoxidável duplex UNS S32304 soldado por processamento TIG autógeno e tratados termicamente, realizada com os softwares FIJI (ImageJ) e SVRNA, gerou resultados precisos e sem a interferência do operador, como ocorre nas técnicas de metalografia manual. O processamento da imagem com SVRNA não permitiu analisar partículas muito pequenas ou quando o contraste não foi suficiente para destacar microestrutura dos materiais. Por outro lado, análise realizada com FIJI revelou os microconstituintes, mas requereu um grande tempo de processamento da imagem. Foi encontrado que o processo de soldagem promoveu o desbalanceamento de fases e que o aumento da temperatura de tratamento térmico levou ao aumento do teor da fase austenítica.

## **REFERÊNCIAS**

- [1] Reed-Hill, R. E. Physical Metallurgy Principles. 2ed. Litton Educational Publishing (1973).
- [2] Bhadeshia, H. K. D. H.; Honeycombe, R. W. K. Steels: Microstructure and Properties. 3ed. Butterworth-Heinemann (2006).
- [3] Charles, J. Revue de Métallurgie, Maastricht, 155-171 (2008).
- [4] IMO. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. International Molybdenum Association, London (2014).
- [5] Gunn, R. N. Duplex stainless steel: Microstructure, Properties and Application. Abington, England: Woodhead Publishing Ltd (1997).
- [6] Nilsson, J.-O. Materials Science and Technology, 8, 685-700 (1992).
- [7] Silva, A. L. V. D. C. E.; Mei, P. R. Aços e ligas especiais. 3ed. Blucher.
- [8] Ramirez, A. J.; Lippold, J. C.; Brandi, S. D. Metallurgical and materials transactions A, 34A, 1575-1597 (2003).
- [9] Albuquerque, V. H. C. D. et al. Revista Matéria, v. 12, n. 2, p. 394-407 (2007).
- [10] Heidjen, F. V. D. Image based Measurement Systems Object Recognition and Parameter Estimation. Inglaterra: John Wiley & Sons Ltd (1994).
- [11] Wojnar, L. Image Analysis: Applications in Materials Engineering. CRC Press (1998).
- [12] Ferreira, T.; Rasband, W. ImageJ User Guide (2012).
- [13] Lippold, J. C.; Kotecki, D. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. John Wiley & Sons (2005).