

Determinação de tamanho de grão e porosidade em cerâmica supercondutora YBaCuO através da análise computacional de imagens

Orlando, C. P¹; Passos, C. A. C.²

¹Departamento de Artes Plástica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil.

²Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil

* e-mail: caio.orlando@edu.ufes.br; carlos.passos@ufes.br

Resumo

Neste trabalho utilizamos um composto produzido através da combinação de cerâmicas supercondutoras YBa₂Cu₃O_{7-d} (Y-123), já preparadas através do método de reação de estado sólido com diferentes rotas de calcinação, e o metal alumínio (Al). Nosso objetivo foi avaliar as microestruturas destas cerâmicas. Já é conhecido que o processo de sinterização tem influência direta na microestrutura da cerâmica supercondutora. Desta forma, nós iremos avaliar micrografia destas cerâmicas de Y-123. Assim, determinamos as densidades relativas das amostras pelo Princípio de Arquimedes. A partir desses dados, calculamos a porosidade de cada amostra com a seguinte equação: Porosidade = $1 - \rho_{ap}$, onde $\rho_{teo} = 6,8716 \text{ g/cm}^3$ que é a densidade teórica da estrutura cristalina ortorrômbica da cerâmica. Em seguida obtivemos as imagens utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura. Estas micrografias foram processadas e analisadas com o programa ImageJ. A finalidade foi obter a porosidade através das micrografias e comparar o resultado com densidade relativa.

Palavras-chave: Cerâmica supercondutora. Imagem digital. ImageJ. Método de Arquimedes. Porosidade.

Abstract

In this work, we used a composite combination of YBa₂Cu₃O_{7-d} (Y-123) superconducting ceramics and aluminum metal (Al), prepared using the solid-state reaction method with different calcination routes. Our objectives were to evaluate the microstructures of these ceramics. It is already known that the sintering process directly influences the microstructure of superconducting ceramics. Therefore, we have evaluated micrographs of these Y-123 ceramics. As consequence, it was determined the relative densities of the samples using Archimedes' Principle. From these data, we calculated the porosity of each sample using the following equation: Porosity = $1 - \rho_{ap}$, where $\rho_{teo} = 6.8716 \text{ g/cm}^3$, which is the theoretical density of the ceramic's orthorhombic crystal structure. We will then obtain images using a Scanning Electron Microscope. These micrographs will be processed and analyzed using ImageJ. The purpose was to obtain porosity through micrographs and compare the result with relative density.

Keywords: Superconducting ceramics. Digital imaging. ImageJ. Archimedes method. Porosity

1. Introdução

É consenso na literatura científica que as cerâmicas supercondutoras são de extrema utilidade no campo da Indústria em diversos setores, sendo capazes de aumentar a produtividade de aplicações quanto o desenvolvimento de produtos já confeccionados em matérias tradicionais. Além disso, estas cerâmicas também são aplicadas em sistema de proteção elétrica como limitador de corrente de falta, ou seja, proteção contra curto-circuito (Nunes, 2023). Neste tipo de aplicação, o material supercondutor pode sofrer deformações devido ao ciclo térmico e estresses elétricos-mecânicos uma vez que estão submetidos a forte campo magnético e alta corrente elétrica. Como consequência, tais problemas podem reduzir o desempenho deste dispositivo de proteção elétrica. Assim é importante otimizar as propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas supercondutoras.

Neste contexto, nosso grupo de pesquisa desenvolve pesquisa para produzir compósitos que mantêm as características supercondutoras, mas apresentam propriedades mecânicas melhores (Nunes, 2023). Entre os

principais resultados, o compósito metal-cerâmica Al/YBaCuO indicou que o alumínio alterou a dureza e a tenacidade da cerâmica supercondutora, entretanto a temperatura crítica (T_c) foi mantida em 92 K. Para descrever as propriedades do compósito, é importante avaliar a microestrutura do compósito. Uma estratégia é avaliar a microestrutura através do Microscópio Eletrônico de Varredura. Com isso em mente, neste subprojeto nós avaliamos micrografias do compósito Al/YBaCuO com diferentes misturas. Tal avaliação é realizada

com software ImageJ (Milagre, 2023).

Neste programa pode-se realizar processamento e análise de imagens digitais de maneira automatizada. O tratamento de imagem se dá por operações de matrizes que alteram o valor de cada pixel. Pixel, resumidamente, é o elemento da imagem e possuem posição e valor de brilho definidos, formando uma matriz correspondente à imagem. E existem diversas operações que estão descritas na literatura e a aplicação consecutiva de diferentes operações, ou filtros, podem levar ao mesmo resultado. Assim, o operador precisa testar os filtros para revelar os objetos de interesse na imagem.

A proposta deste trabalho foi programar rotinas no programa ImageJ para automatizar o processo de análise de imagens digitais da cerâmica granular Y-123. Nosso objetivo é determinar de tamanho de contorno de grão e a porcentagem de porosidade cerâmica Y-123 e compósitos Al/YBaCuO.

2. Metodologia

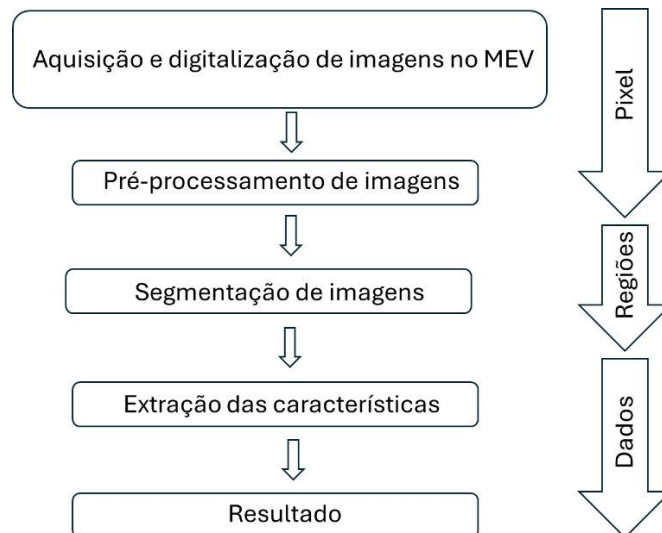
O objetivo deste trabalho é realizar processamento de imagens digitais para revelar atributos (porosidade e tamanho de contorno de grão) para sejam quantificados. Para esta finalidade, foi utilizado o software ImageJ (Milagre, 2023). É importante salientar que este programa é de domínio público desenvolvido pelo National Institute of Health (NIH), Estados Unidos.

A primeira etapa realizada foi pré-processamento, como o nome sugere, consiste em aprimorar a qualidade da imagem para etapas posteriores. Em geral,

as imagens possuem ruídos, brilho ou contraste inadequado e várias outras imperfeições que podem ser corrigidas nesta etapa. Em primeiro lugar, foi necessário criar uma escala realizando uma linha reta sobre a escala da figura para saber a equivalência entre pixel e a unidade de medida da figura. Para configurar a escala, deve-se clicar em Analyze e Set Scale. Na janela aberta, deve-se inserir o valor da escala em Known Distance e a unidade da escala em Unit of Length. Após isso, marcar a caixa de seleção da opção Global para que todas as próximas medidas utilizem a mesma calibração. O próximo passo é o pré-processamento da imagem onde foi feita a binarização da imagem clicando o programa ImageJ em Image, Type e escolher 8-bit. Logo após isso, foi feita o corte da foto para excluir a escala. Em seguida foi realizada a melhoria do

contraste e saturação dos pixels das imagens em 0.50, dando um tom mais escuro as fotos, porém também ainda sendo necessário umas alterações pequenas nos campos de brilho e contraste das fotos. Para realizar esse procedimento de processamento de imagem deve-se fazer Image > Type > 8-bits, “Straight” SHIFT, Analyze > Set Scale, “Known distance” 50 “Unit of length” micrometer, “Rectangle” Alt + Shift + X, Process > Enhance contrast, “Saturated pixels” 0.50 > “Normalize”, Image > Adjust > Brightness/Contraste, “Apply”. É importante salientar que a ordem de utilização desses comandos influencia o resultado da imagem, exceto os comandos de brilho e de contraste. Todas as imagens utilizadas nesse subprojeto são da tese de doutorado Nunes (2023). O procedimento completo está resumido na figura 1.

Figura 1: Fluxograma para processamento e análise de uma imagem digital.



Fonte: Adaptado Ignacio (2013).

Este projeto é parte dos projetos de pesquisa desenvolvido pelo grupo de Física Aplicada. Assim, utilizamos as amostras de Alumínio, YBaCuO e os compósitos Al/YBaCuO que

foram previamente preparados. Foram um total de 6 amostras analisadas. As micrografias foram obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JSM6610

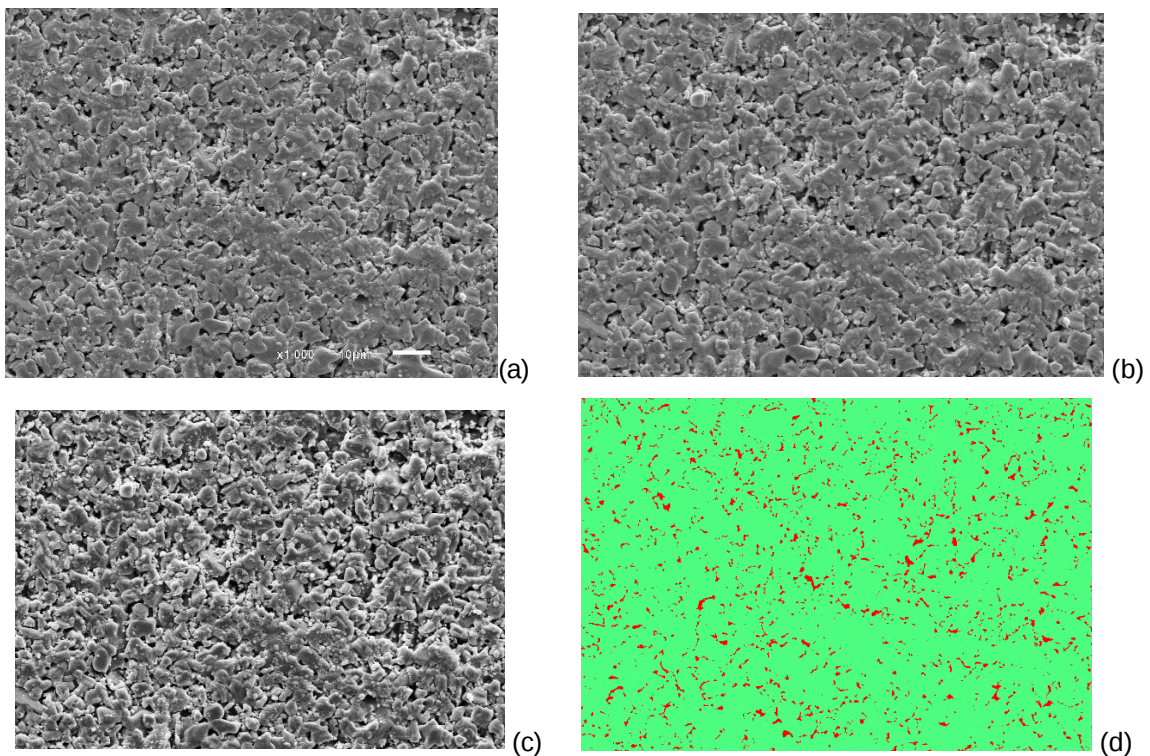
com uma aceleração do feixe de energia de 25 kV pertencente ao Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins (LUCCAR), do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal do Espírito Santo.

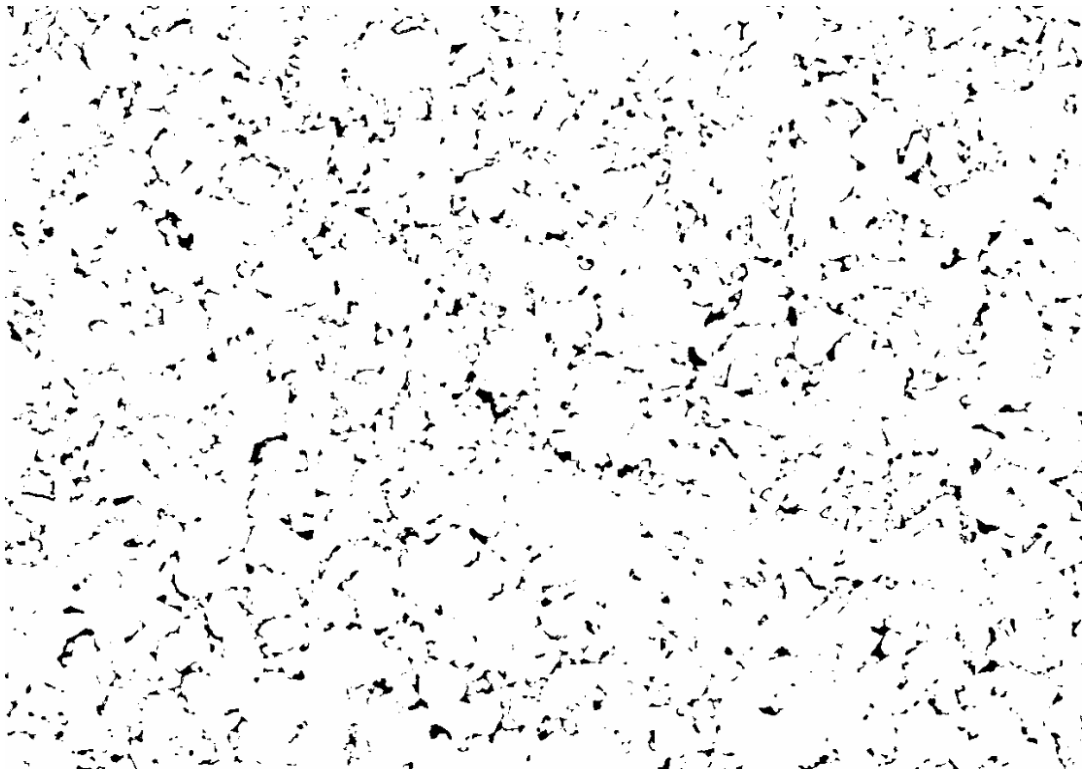
3. Resultados e Discussões

O primeiro passo foi retirar as informações das imagens, ou seja, retirar qualquer texto, ver Figura 2a. Isto não altera o valor de pixel da imagem. O segundo passo foi corrigir o brilho e contraste que faz parte do

procedimento de pré-processamento da imagem. Isto significa que se devem alterar os valores de pixels da matriz da imagem original como pode ser visto comparando as Figura 2a e Figura 2c. Na maioria dos casos somente o ajuste do contraste foi suficiente usando o comando “*Enhanced Contrast*”. Em seguida, foi realizado a classificação daquilo que era matriz e poros em cada micrografia com o *plugin WEKA Segmentation*. Por fim, a imagem foi binarizada para extração de atributo (fração de área de matriz ou poros) como mostrado na Figura 2d e Figura 2e.

Figura 2: (A) Micrografia dos compostos Al e YBaCuO como recebida do Microscópio Eletrônico de Varredura. A sequência de imagens são as operações realizadas no ImageJ: (a) como recebida, (b) corte da imagem, (c) correção do contraste, (d) resultado da segmentação no *plugin Weka* e (e) binarização da imagem.





(e)

Fonte: Próprio autor.

Como pode ser observado, a figura 2a é a imagem original e sem modificações. Pode-se ver que a imagem está com baixo contraste o que dificulta avaliar e identificar pequenos grãos e os poros da superfície do material. Quando as operações de brilho e contraste foram aplicadas a imagem original,

temos agora uma imagem que revela mais detalhes da superfície.

A metodologia descrita anteriormente foi aplicada em 5 micrografias de cada amostra com a finalidade de corrigir o brilho e contraste. Os resultados das medidas de fração de área de densidade relativa/poros estão descritos na Tabela 1

Tabela 1: Resultados da porosidade de cada imagem para alumínio, cerâmica e compósitos. Os números nos rótulos dos compósito significa a fração em massa de metal e cerâmica.

Amostra	Im 1	Im 2	Im 3	Im 4	Im 5	Densidade Média (%)	Desvio médio	Porosidade (%)
Al40Y60	79,363	82,545	94,938	93,304	86,835	87,40	6,71	12,6
Al50Y50	95,950	93,753	97,957	95,817	90,239	94,74	2,92	5,26
Al60Y40	95,129	92,089	91,874	99,337	96,013	94,89	3,08	5,11
Alumínio	90,757	87,007	88,157	88,124	86,086	88,03	1,75	11,97
Cerâmica	94,906	94,313	90,618	92,515	92,515	92,97	1,70	7,03

4. Conclusão

O método de Arquimedes é comumente utilizado como experimento para determinar a densidade relativa de materiais, porém para cerâmicas supercondutoras é um método destrutivo. As amostras cerâmicas do tipo YBaCuO são hidrofóbicas que causam danos físicos permanentes nas cerâmicas. Assim neste trabalho, propusemos uma metodologia através da análise de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura. A metodologia apresentada neste trabalho apresenta algumas vantagens em relação aos métodos de Arquimedes porque não é destrutivo, possibilita automatização do processo, reprodutibilidade, rapidez de análise e permitiu acessar os poros fechados. Os resultados indicaram que o erro máximo entre as duas metodologias foi de 6,71%.

Agradecimentos:

Os autores agradecem a UFES, CNPQ, CAPES e em especial a FAPES Nº 20/2022 CHAMADA DE APOIO A NÚCLEOS CAPIXABAS EMERGENTES EM PESQUISA – TO 1031/2022.

Referências

IGNACIO, JULIANO DA SILVA.
Processamento e análise digital de imagens em estudos da cinética de recristalização de ligas Al-Mg-X. Dissertação (mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2013.
Disponível em:
http://pelicano.ipen.br/PosG30/TextoCompleto/Juliano%20da%20Silva%20Ignacio_M.pdf.
Acesso em 26 Março. 2024.

ImageJ - Programa.
Disponível em
<https://imagej.net/ij/docs/index.html>. Acesso em Out. 2023.

MACÉA. Cerâmicas supercondutoras. 2019.
Disponível em:
<https://www.macea.com.br/noticias/ceramicas-supercondutoras>. Acessado em: 26 Março 2023.

MILAGRE, HATYLLA BRUNO.
Implementação de rotinas para o processo e análise de imagens digitais

aplicado ao compósito SmBa2Cu3O7- δ /Al. 2023. Dissertação (mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2023.
Disponível em:
<https://engenhariamecanica.ufes.br/pt-br/pos-graduacao/PPGEM/detalhes-da-tese?id=20352>. Acesso em 26 Março. 2024.

NUNES, LUMENA GLÓRIA DE SOUZA.
Síntese e Caracterização de Compósitos Metal-cerâmico: Aisi316l/smba2cu3o7- δ e Al/Smba2cu3o7-d. 2023. Tese (doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2023.
Disponível em:
<https://engenhariamecanica.ufes.br/pt-br/pos-graduacao/PPGEM/detalhes-da-tese?id=17243>. Acesso em 26 Março. 2024.