

# Caracterização Digital da Estrutura de Grão pelo Método de Saltykov

MARCOS CARNEIRO DE ANDRADE <sup>1,2</sup>  
ARNALDO DE ALBUQUERQUE ARAÚJO <sup>1</sup>  
FERNANDO SOARES LAMEIRAS <sup>2</sup>  
ANA MARIA MATILDES DOS SANTOS <sup>2</sup>

<sup>1</sup>DCC-Departamento de Ciência da Computação  
UFMG-Universidade Federal de Minas Gerais  
Caixa Postal 702  
30161-970 Belo Horizonte, MG, Brasil  
[andrade@dcc.ufmg.br](mailto:andrade@dcc.ufmg.br)  
[arnaldo@dcc.ufmg.br](mailto:arnaldo@dcc.ufmg.br)

<sup>2</sup>CDTN-Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear  
CNEN-Comissão Nacional de Energia Nuclear  
Caixa Postal 1941  
30161-970 Belo Horizonte, MG, Brasil  
[cdtn@brufmg](mailto:cdtn@brufmg)

**Abstract.** The characterization of ceramic materials by the Saltykov method employing our image analyzer is presented. It is shown that the errors introduced by this method are reduced by the use of the present analyzer. The use of preprocessing algorithms is illustrated. The measurement errors due to sample preparation, magnification and the method employed are discussed.

## Introdução

As microscopias ótica e eletrônica constituem exemplos clássicos de aplicações que podem empregar a análise de imagem. O processamento digital de imagem tem sido amplamente utilizado no campo da Ciência dos Materiais, onde a caracterização de materiais desempenha um importante papel. Como conseqüência, uma variedade de programas têm sido desenvolvidos numa tentativa de automatizar o processo de aquisição de informação, necessário à caracterização dos elementos microestruturais de materiais cerâmicos e metálicos.

Procedimentos rotineiros em controle de qualidade (CQ) e pesquisa e desenvolvimento (P&D) requerem a determinação da distribuição volumétrica de tamanhos de grão para que se possa realizar uma caracterização confiável do material. A distribuição volumétrica está relacionada a propriedades físicas e mecânicas como resistência à tensão de escoamento, dureza, tensão de fratura, etc. [Kingery-76, Armstrong-70, Tompsom-77, Hirata-77, Schneibel-81, Ghosh-81, Rhines-82, Mannan-83, Lasalmonie-86, Kurtz-80].

Devido à diversidade da qualidade da preparação metalográfica ou ceramográfica, a imagem digitalizada pode não estar pronta para análise. Pode-se utilizar algoritmos especialmente projetados para contornar

estas dificuldades. Algoritmos de suavização, segmentação e classificação podem ajudar no processo de caracterização dos grãos.

O método aqui descrito pode ser aplicado à caracterização de materiais cerâmicos ou metálicos. A implementação faz uso do método estereométrico de Saltykov [Saltykov-74] que permite a determinação da distribuição volumétrica de tamanhos de grão a partir da distribuição bidimensional.

Uma comparação entre os resultados obtidos com o analisador semi-automático TGZ e aqueles produzidos pelo nosso programa é apresentada. Uma discussão sobre os possíveis erros de medida sobre a distribuição de tamanhos de grão é descrita e ilustrada.

Uma versão protótipo do programa foi implementada em microcomputador 386 dotado de placa gráfica padrão SuperVGA. Para aumentar a performance global do sistema, uma versão voltada para estação de trabalho SUN está planejada.

## Processo de caracterização

Usualmente dois tipos de métodos são empregados para caracterização dos grãos. O primeiro baseia-se em medidas integrais como o método do intercepto médio enquanto o segundo faz uso de medidas diferenciais como é o caso do seccionamento seriado. Os métodos

integrals produzem resultados simples, de maneira rápida, enquanto os métodos diferenciais geram resultados mais completos, são mais complexos e requerem grande volume de trabalho. No caso da determinação da distribuição de tamanhos de grão é necessário fazer uso de métodos diferenciais.

#### Fontes de erros

Os erros encontrados no processo de caracterização podem ser classificados em duas categorias:

- erros experimentais inevitáveis, e
- erros introduzidos pelo método empregado.

A origem dos erros experimentais inevitáveis pode ser encontrada na técnica de preparação da amostra que pode eliminar os pequenos grãos e também no aumento utilizado que pode impedir a observação dos pequenos grãos [Saltykov-74]. Isto significa que se alguém medir uma distribuição como a da Figura 1A, observará uma distribuição como a da Figura 1B.

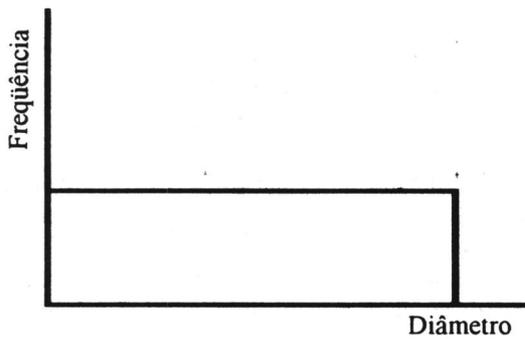


Figura 1A: Distribuição real

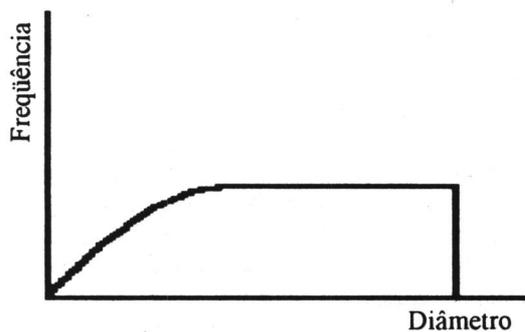


Figura 1B: Distribuição medida

Erros podem também aparecer durante a contagem da área dos grãos. O analisador semi-automático TGZ mede as áreas comparando-as com círculos, significando que o operador faz uma estimativa visual das áreas dos grãos. Por outro lado, o analisador

automático pode medir a área real do grão, mas dependendo do ruído introduzido durante a fase de aquisição da imagem, vários grãos individuais podem ser considerados como um único grão.

Há vários métodos disponíveis para se determinar a distribuição de tamanhos de grão, mas todos eles devem resolver o problema da conversão de uma distribuição bidimensional numa distribuição tridimensional. Neste trabalho, o método de Saltykov é usado.

#### O método de Saltykov

O método de Saltykov baseia-se em duas premissas básicas:

- a distribuição espacial é uniforme, e
- os grãos são esféricos.

A distribuição tridimensional é calculada a partir da medida e classificação das áreas das seções de corte dos grãos. Como as frequências da distribuição tridimensional são calculadas diretamente das frequências de áreas circulares, o método de Saltykov introduz ligeiros erros na medida da distribuição de tamanhos de grão. Estes erros podem ser estudados através de simulação por computador. Isto pode ser feito gerando-se uma malha tridimensional de grãos, tomando-se uma seção plana dessa malha e aplicando-se o método de Saltykov nesta seção. Como o caso tridimensional é muito complexo para ser analisado em primeira aproximação, o caso bidimensional foi estudado [Lameiras-87] já que a natureza dos erros permanece a mesma. Essa simulação mostrou uma tendência de se medir distribuições de tamanhos cujas dispersões são maiores que a da distribuição real. Também, o pico da distribuição medida pelo método de Saltykov é deslocado para a direita em relação ao real. A Figura 2 ilustra este resultado.

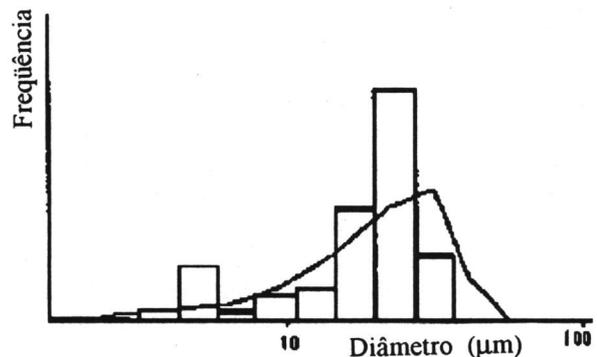


Figura 2: Distribuições de tamanhos Computador (histograma), Saltykov (polígono)

## Processamento e análise de imagem

### Descrição do sistema

O sistema de processamento digital de imagem utilizado neste trabalho PIXELWARE [Davis-92], é construído sobre uma interface gráfica, desenvolvida para dar suporte a aplicações orientadas a necessidades específicas do processamento de imagem. O núcleo do sistema inclui um conjunto de ferramentas básicas para o processamento digital de imagem pronto a ser utilizado por módulos das aplicações. Estas ferramentas implementam algoritmos em estatística de imagem, pseudocoloração, manipulação de contraste, suavização, aguçamento de bordas, operações aritméticas e transformações geométricas. Quatro módulos cobrindo assuntos em sensoriamento remoto, imageamento microscópico, arquivamento de documentos históricos e restauração de obras de arte encontram-se em desenvolvimento. O projeto de alguns algoritmos para imageamento microscópico foi baseado nos algoritmos presentes no conjunto de subrotinas SPIDER [Tamura-82]. Atualmente, o sistema está sendo desenvolvido para operar em microcomputadores baseados nas plataformas 286/386/486, dotados de placa gráfica SuperVGA para o sistema operacional MS-DOS. Versões para PC 486/WINDOWS e SUN/SOLARIS estão planejadas.

### Descrição do procedimento

Para realizar medidas confiáveis de distribuição de tamanhos de grão, normalmente se faz necessário obter uma boa revelação da estrutura de grãos e utilizar micrografias de boa qualidade. As imagens podem ser digitalizadas através de um scanner ou diretamente de câmera de vídeo conectada a um cartão de aquisição de imagens. Os scanners podem ser preferíveis devido a sua melhor resolução. A resolução deve ser escolhida de tal forma que as bordas dos grãos tenham pelo menos três pixels de largura para facilitar a operação dos algoritmos de segmentação de imagens. Imagens destorcidas ou mal iluminadas requerem um tratamento prévio antes que as regiões possam ser identificadas. Para identificá-las um algoritmo de segmentação por limiar fixo ou adaptativo pode ser empregado. O processo de segmentação pode ser visto como um elo entre o processamento de imagem e a análise de imagem. Após este passo as principais características dos grãos, como áreas, perímetros e formas, já estão determinadas e a fase de análise pode ser iniciada. A análise, aqui apresentada, incluiu os seguintes passos:

### Preparação da amostra

As amostras foram cortadas, polidas, atacadas química ou termicamente e então fotografadas através de microscópio ótico. Para reduzir o trabalho de pré-processamento, a imagem foi feita tão nítida quanto possível.

### Aquisição da imagem

As imagens fotográficas foram digitalizadas através de um scanner de até 300 d.p.i. com 256 níveis de cinza. Algumas amostras necessitaram de mais de uma micrografia para que pudessem ser caracterizadas convenientemente.

### Pré-processamento

Para evitar a aglomeração das regiões durante a segmentação, algumas imagens foram previamente editadas para reforçar as bordas dos grãos através de inspeção visual. Filtros espaciais foram empregados para suavizar os níveis de cinza da imagem.

### Segmentação

As imagens binárias ou multitonais foram segmentadas por algoritmos de segmentação por limiar fixo [Tamura-84]. Estes algoritmos produzem uma imagem binária, cujas regiões são rotuladas por números inteiros, em ordem ascendente, à medida que estas vão sendo identificadas. As áreas das regiões foram obtidas por uma única leitura seqüencial do arquivo de rótulos. Os perímetros foram obtidos percorrendo-se as bordas das regiões no sentido horário e registrando-se as coordenadas, ordenadamente, em arquivo. Para lidar com as limitações de memória impostas pelo MS-DOS,

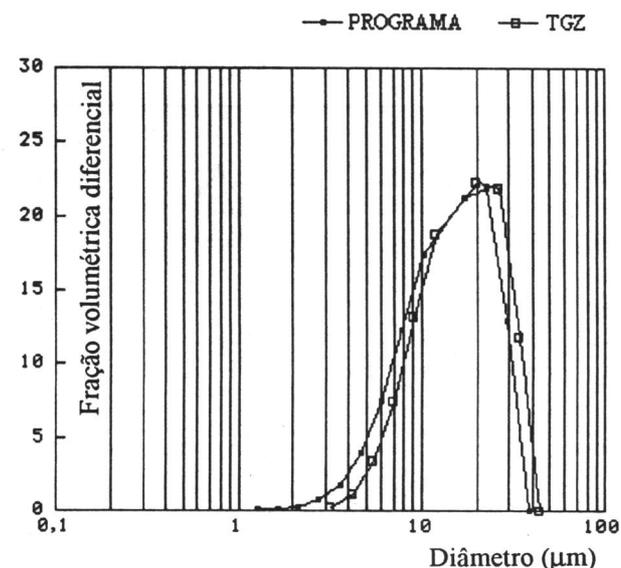


Figura 3: Distribuições de tamanhos de grão Óxido de cromo

o algoritmo de rotulação mantém toda a imagem em disco enquanto apenas três linhas da imagem, de cada vez, são mantidas na memória central. Esta solução, embora imponha uma redução na velocidade de processamento, permite que imagens maiores que a memória disponível possam ser processadas.

### Caracterização

A distribuição bidimensional de áreas obtida após a segmentação foi processada por um programa externo que implementa o método de Saltykov e gera distribuições de tamanhos de grão como as apresentadas nas Figuras 3, 4 e 5.

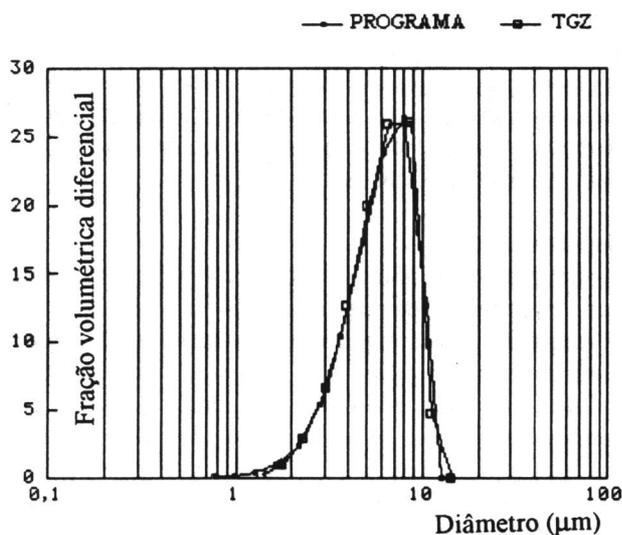


Figura 4: Distribuições de tamanhos de grão Óxido de urânio e lama de retífica

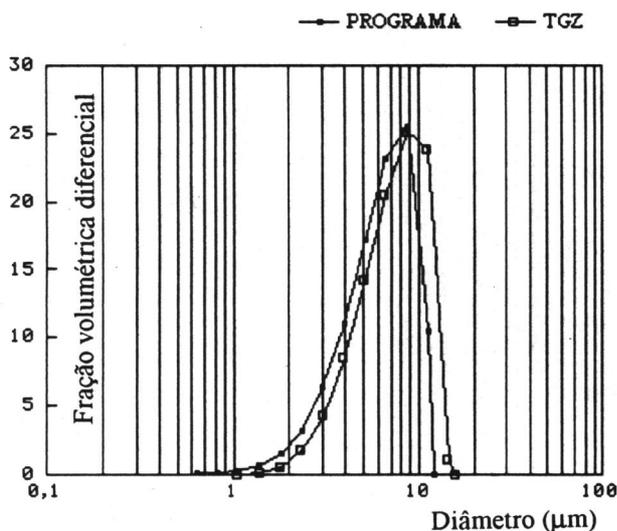


Figura 5: Distribuições de tamanhos de grão Óxido de urânio e estearato

### Resultados e discussão

Três amostras de óxido de cromo, óxido de urânio e óxido misto de urânio-gadolínio foram preparadas para exemplificar o processo de caracterização. Suas respectivas micrografias são apresentadas nas Figuras 6, 7 e 8. Estas são imagens típicas rotineiramente obtidas em laboratório. A Figura 6 é uma imagem binária, enquanto as Figuras 7 e 8 são imagens multitonais que geraram imagens digitalizadas com 256 níveis de cinza. A Figura 7 representa uma imagem homogeneamente iluminada cujas bordas das regiões são bem delimitadas e não apresentam fragmentação. A Figura 8 também representa uma imagem bem iluminada, porém, apresenta regiões com perímetros fragmentados. Antes da etapa de binarização esta imagem deve ser submetida a operações de erosão-dilatação para salientar as bordas das regiões. Se não for suficiente, a imagem deve ser editada e as regiões que foram aglomeradas devem ser separadas pelo operador após inspeção visual. Para reduzir o ruído presente na imagem, um algoritmo de suavização pode ser aplicado como o ssda [Araújo-86] ou o filtro da mediana.

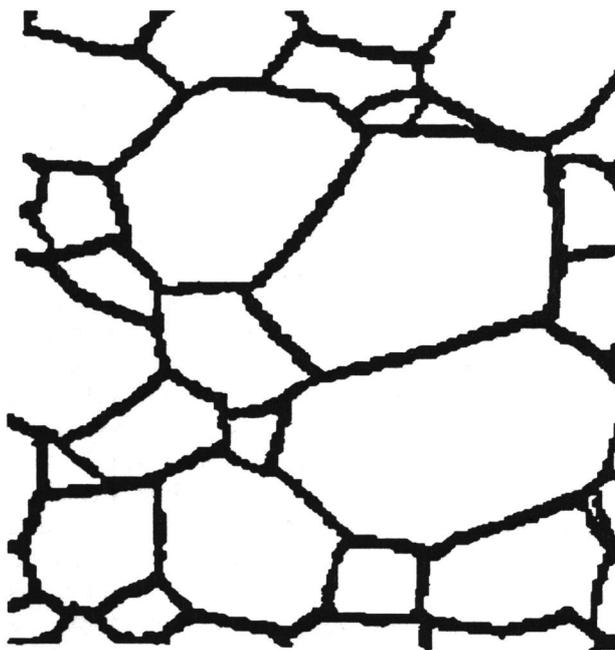


Figura 6: Óxido de cromo [Sabioni-90]

As Figuras 3,4 e 5 mostram as distribuições de tamanhos de grão obtidas pelo analisador TGZ e pelo nosso programa. Pode-se ver que os resultados obtidos com o nosso programa apresentam menor dispersão e que o pico da distribuição está deslocado para a esquerda indicando menores erros de medida. [Lameiras-87]

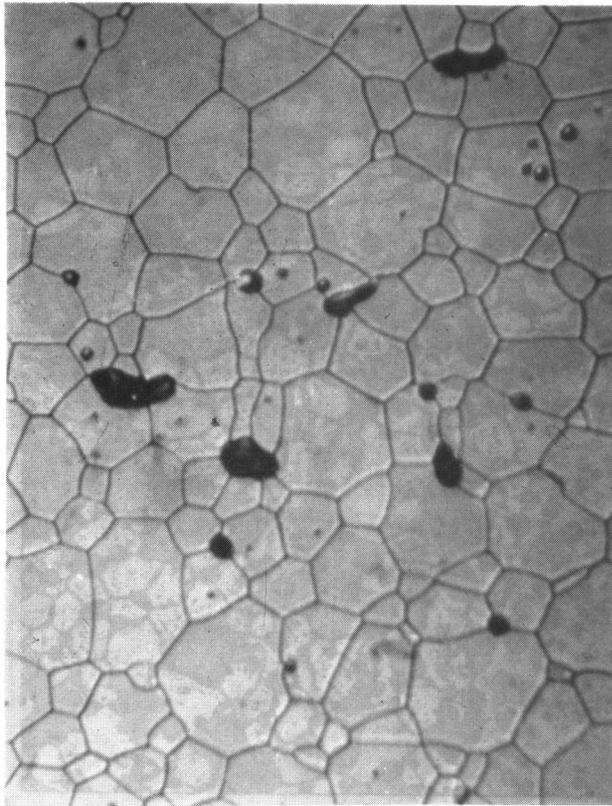


Figura 7: Óxido de urânio

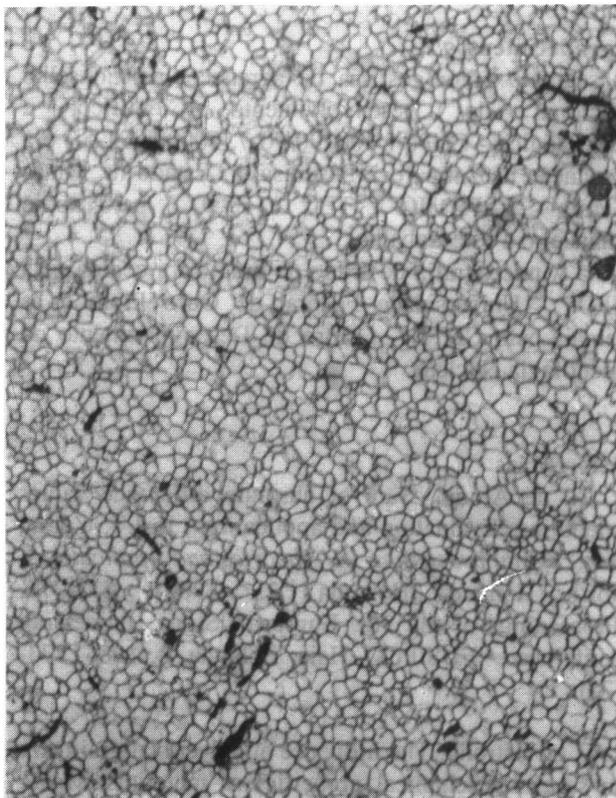


Figura 8 : Óxido de urânio

Para serem processadas pelo nosso programa as imagens devem apresentar qualidade mínima como a da micrografia da Figura 9. A Figura 10 mostra uma micrografia que não pode ser tratada pelo nosso analisador mesmo quando previamente submetida a edição. As Figuras 11 e 12 mostram, respectivamente, o resultado da aplicação do algoritmo de segmentação sobre uma imagem que não apresentava perímetros bem definidos, antes e após o processo de edição.

#### Conclusões

Os resultados até aqui obtidos nos encorajam a prosseguir no aperfeiçoamento do programa. Sua concepção modular nos permite fazer modificações para atender necessidades específicas e, também, direcioná-lo a diversas aplicações. Essa flexibilidade muitas vezes é requerida nas tarefas laboratoriais rotineiras.

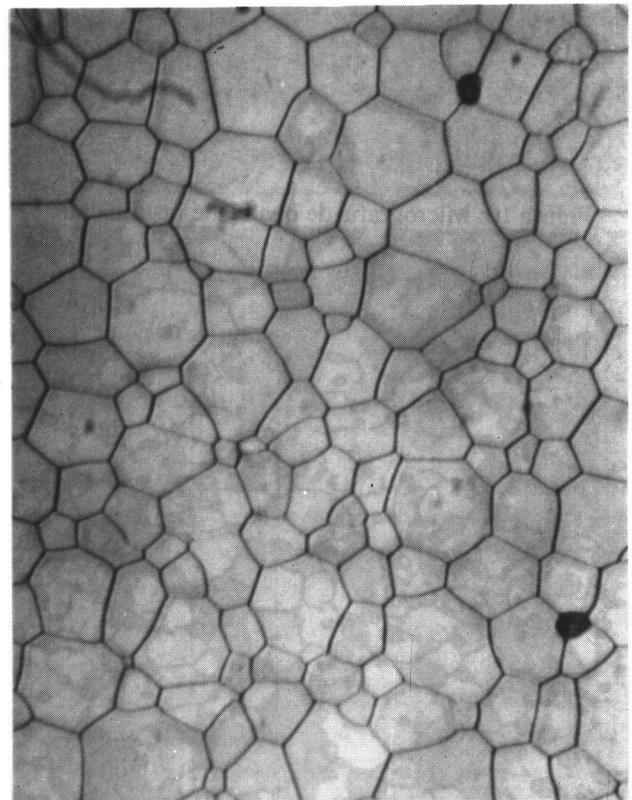


Figura 9: Micrografia de qualidade mínima

O emprego do programa à rotina de caracterização de materiais cerâmicos, representou um razoável ganho de produtividade. Sua aplicação à histopatologia está sendo analisada.

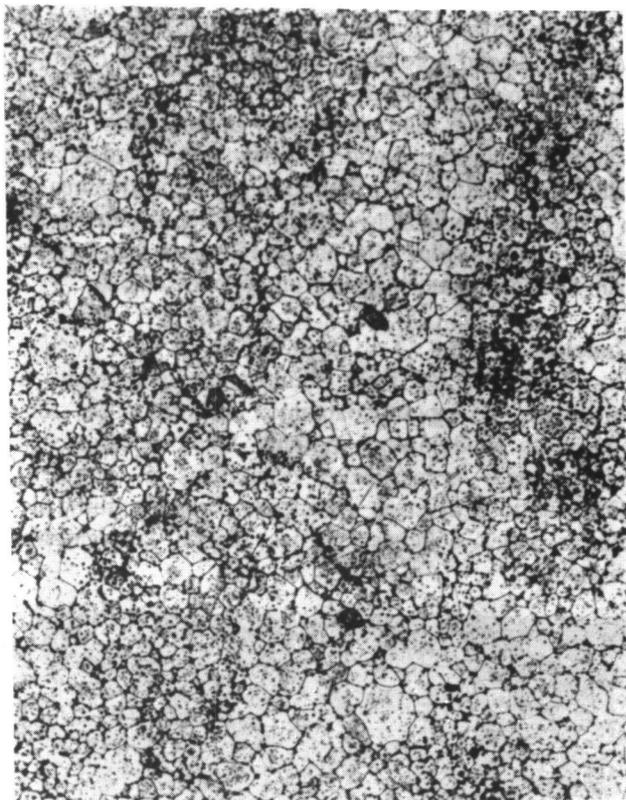


Figura 10: Micrografia de qualidade insuficiente

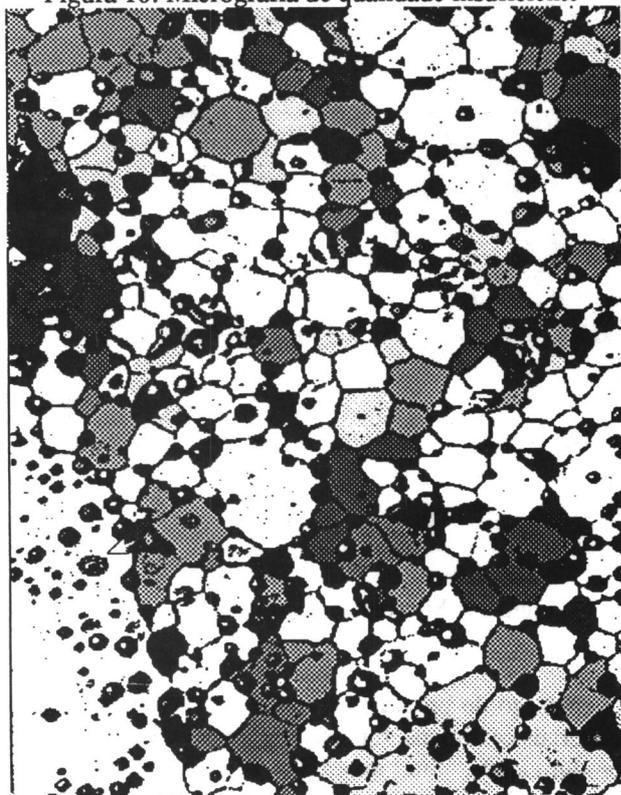


Figura 11: Imagem rotulada antes do pré-processamento

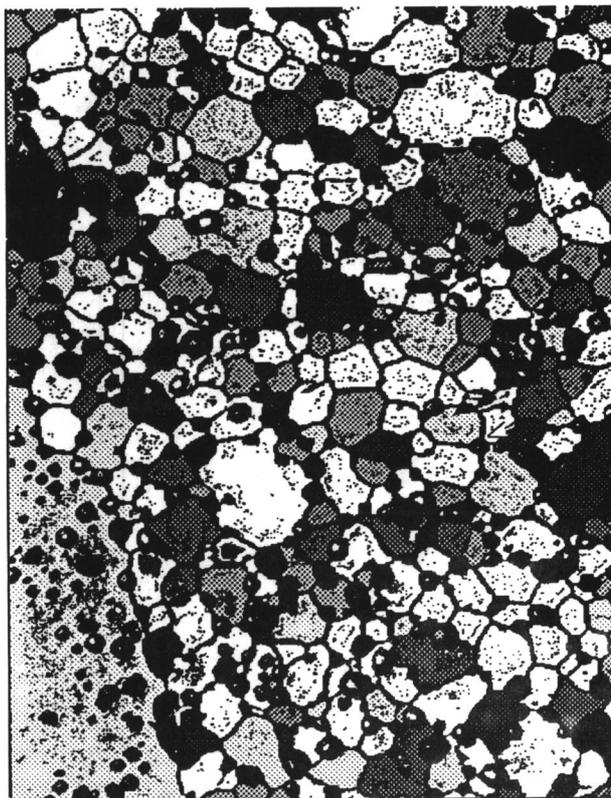


Figura 12: Imagem rotulada após o pré-processamento

#### Agradecimentos

O segundo autor gostaria de agradecer ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq ( 400190/90-7, 500908/91-5 ) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais - FAPEMIG ( TEC 1113-90 ) pelo apoio financeiro a este trabalho.

A micrografia de óxido de urânio foi cedida pela UFOP - Universidade Federal de Ouro Preto e as demais pelo CDTN - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear.

#### Referências

A. A. de Araújo, Sum of absolute difference values smoothing: Evaluation and application , in I.T. Young et al., *Signal processing III: Theories and Applications*, North Holland, Holanda, 2, (1986), 773-776, (Proceedings of the 3th. European Signal Processing Conference - EUSIPCO, Haia, Holanda, 2, 1986, 773-776).

R.W. Armstrong, The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials, *Metal. Trans.*, 1, 1169-1176, 1970.

- J. L. Chermant, Characterization of the ceramics by image analysis .*Ceramics International*, **12**, (1986), 67-80.
- C. Davis Jr, PIXELWARE. Um sistema de processamento digital de imagens. Belo Horizonte: UFMG, 1992. Dissertação (mestrado em computação), UFMG, 1992.
- A.K. Ghosh e R. Ray, Grain-size distribution effects in superplasticity .*Acta Metall.*, **29**, (1981), 607-616, 1981.
- T. Hirata e D. H. Kirkwood, The prediction and measurements of precipitate number densities in a nickel - 6.05 wt% aluminium alloy .*Acta Metall.*, **25**, (1977), 1424-1434.
- W.D. Kingery, et al. *Introduction to ceramics*, New York, John Wiley and Sons, 1976.
- S.K. Kurtz e F.M.A. Carpay, Microstructure and normal grain growth in metals and ceramics . Part I. *J.Appl.Phys.*, **51**, (11), (1980), 5725-5744.
- F.S. Lameiras e P. Pinheiro Simulação da distribuição de micropartículas em duas dimensões . *31º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Brasília, DF, Brasil, 24 a 27 maio, 1987.
- A. Lasalmonie e J.L.Strudel, Review influence of grain-size on the mechanical behavior of some high strength materials ,*J.Mater. Science*, **21**, (1986), 1837-1852.
- S.L. Mannan e P. Rodriguez. Effect of grain-size on creep rate in type 316 stainless steel at 873 and 973 K. *Metal Science*, **17**, (1983), 63-69.
- F.N.Rhines e B.R.Pattersen , Effect of the degree of prior cold work on the grain volume distribution and the rate growth of recrystallized aluminium , *Metal. Trans. A*, **13**, (1982), 985-993
- A.C.S. Sabioni et al. Cr grain boundary diffusion in  $Cr_2O_3$  .*Colloque de Physique*, C1, suplemento 1, **51**, jan, 1990.
- S.A. Saltykov, *Stereometrische Metallographie*, Leipzig, VEB , 1974.
- J. H. Schneibel, et al, The role of grain-size distribution in diffusional creep . *Acta Metall.*, **29**, (1981), 1285-1290.
- H. Tamura et al., Design and implemetation of SPIDER - a transportable image processing software package .*Computer Vision, graphics and Image Processing*, **23**, (1982), 273-294.
- A.W.Tompson, Effect of the grain-size on work hardening in nickel , *Acta Metall.*, **25**, (1977), 83-86.