

Caracterização de microestruturas de cerâmicas a base de zirconia sinterizadas em diferentes temperaturas utilizando software livre imagej

Microstructure characterization of zirconia based ceramics sintering in different temperature using free imagej software.

Luiz Fabiano C. Sá¹
 Claudinei dos Santos¹
 José Vítor Cândido Souza^{1,2}

Artigo
Original

Original
Paper

Palavras-chave:

Novas interfaces
 Microestrutural
 Software ImageJ
 Caracterização

Resumo:

A pesquisa desenvolvida para reconhecimento e definições das microestruturas dos materiais apresenta grande importância nos mais diversos seguimentos industrial. O objetivo desse trabalho foi desenvolver e aprimorar ferramentas do software livre ImageJ para caracterização de microestruturas de cerâmicas a base de zirconia sinterizadas em diferentes temperaturas. A pesquisa se deu de forma a validar as informações especificadas nas embalagens dos materiais produzidos pela empresa ProtMat Materiais Avançados em cerâmicas sinterizadas nas temperaturas e tempos de 1450 °C – 4h, 1500 °C – 2h e 1530 – 4h, utilizando micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O início da análise se deu utilizando o software livre ImageJ para definir a qualidade das imagens através da remoção de ruídos e identificação da região representativa para análise. Com a definição da qualidade da imagem foram desenvolvidas rotinas, e implementados novos plugins no software. Com o apoio de novas rotinas e plugins pode ser observado nos resultados, avanços significativos nas caracterizações das cerâmicas em função das diferentes temperaturas e tempos de sinterizações utilizados. Os resultados mostraram diferentes tamanhos e quantidades de grãos por área nas amostras sinterizadas em diferente temperatura. Esses resultados convergem com os dados da literatura e constituem importantes avanços em caracterizações de cerâmicas a base de zirconia, com resultados gerados com rapidez e precisão.

Abstract:

The scientific development to recognition and definition of the materials microstructure has been of great importance for engineering. The objective this paper was to development and improves of the tools in free software ImageJ for microstructures characterization of zirconia based ceramics sintered in different temperatures. The research was done in order to validate the information specified on the packaging of materials produced by the company ProtMat Advanced Materials in ceramics sintered at temperatures and times of 1450 °C - 4h, 1500 °C - 2h and 1530 - 4h, using microscopy micrographs scanning electron

Key words:

New interfaces
 Microstructural
 ImageJ Software
 Digital Analysis

¹ UNIFOA - Av. Lucas Evangelistas, 862, Volta Redonda, CEP. 27215-530, Brasil

² FATEC.- Rod. Vereador Abel Fabrício Dias, 4010, Pindamonhangaba, CEP. 12445-010, Brasil

(SEM). The beginning of the analysis was done using the ImageJ free software to set the image quality by removing noise and identifying the region's representative for analysis. With the definition of quality image were developed routines and implemented new software plugins. With the support of new routines and plugins can be observed in the results, significant improvements in characterization of ceramics as a function of different sintering temperatures and times used. The results showed deferent sizes and quantities of grains per area in samples sintered at different temperatures. These results converge with data from the literature and are important advances in characterization of zirconia-based ceramics, with results generated with speed and precision.

1. Introdução

O processamento digital de imagens é uma área em constante crescimento. O interesse em suas aplicações vem principalmente de duas áreas: melhorias nas informações das imagens para interpretação humana, e os processamentos de imagens em computador para análise qualitativa e quantitativa. O uso desse recurso é indispensável, nos mais diferentes ramos da ciência e tecnologia, com aplicações nas engenharias, medicina, física, e outros [1, 2].

A análise de imagens se dá através da realização de tratamentos com operações de matrizes, que alteram o valor de seus pixels. Desta maneira, a experiência do operador e o conhecimento básico dos filtros são importantes para se desenvolver um algoritmo capaz de evidenciar as regiões de interesse da imagem [1 - 3].

Esse trabalho tem como objetivo implementações de novos plugins no código fonte do *software livre ImageJ* para auxiliar no desenvolvimento de técnicas, e rotinas para caracterizações microestruturais de cerâmicas a base de zirconia sinterizadas em temperaturas e tempos de 1450 °C – 4h, 1500 °C – 2h e 1530 – 4h. Esse *software* foi desenvolvido pelo National Institute of Health (NIH) nos Estados Unidos e apresenta código fonte aberto. As implementações e rotinas serão realizadas para obter as distribuições e os tamanhos de grãos por áreas nas microestruturas das cerâmicas. Os resultados obtidos serão utilizados para especificar das embalagens dos materiais produzidos e comercializados pela empresa ProtMat [1-4].

2. Materiais e Métodos

A metodologia utilizada nesse trabalho busca a ampliação do conhecimento e melhoria nos resultados de análises de imagem das microestruturas das cerâmicas. Nesse trabalho foram utilizadas micrografias de cerâmicas desenvolvidos pela empresa ProtMat [2].

2.1. Materiais

Os corpos de prova cerâmicos a base de zircônia estabilizada com ítria foram obtidos da empresa ProtMat que atua no ramo de desenvolvimento de cerâmicas e metais para aplicações como próteses dentárias. As cerâmicas foram fabricadas nas temperaturas e tempos de 1450 °C – 4h, 1500 °C- 2h e 1530 – 4h [2].

2.2. Propriedades das Cerâmicas a Base de Zircônia

As cerâmicas foram caracterizadas quanto à densidade relativa pelo Método de Arquimedes, dureza e tenacidade a fratura pelo método de indentação Vickers, utilizando as normas ASTM-C-1327-99 e ASTM-C-1421-99 [5 e 6].

2.3. Análises das Microestruturas por MEV

As amostras foram preparadas seguindo o protocolo de preparação da empresa e as microestruturas foram obtidas por MEV [2]. As Figuras 1 (a) à 1 (c) mostram as microestruturas das cerâmicas a base de zirconia obtidas.

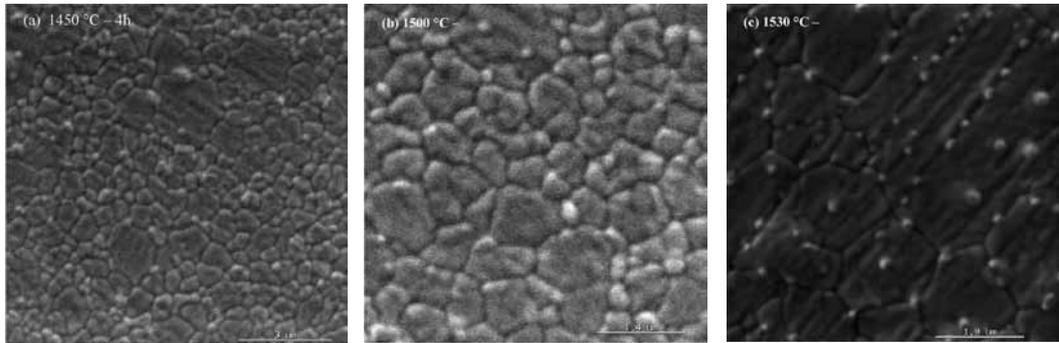


Figura 1 - amostras sinterizadas as temperaturas de (a) 1450 °C – 4h, (b) 1500 °C – 2h, (c) 1530 °C.

3. Resultados e Discussões

Os resultados desse trabalho mostram a sequência e os respectivos avanços alcançados em caracterizações microestrutural de materiais cerâmicos a base de zircônia.

3.1. Análise de Brilho e Constaste das Imagens

Essas análises das microestruturas foram realizadas em função de definir a qualidade das imagens em comparação ao contraste e brilho. Como exemplo essa operação foi realizada na Figura 2(a) e o histograma representado na Figura 2(b). O histograma da amostra representa a identidade gráfica de cada amostra em função de quantos pixels possui um determinado nível de cinza, o qual define a qualidade das imagens em relação ao contraste e ao brilho.

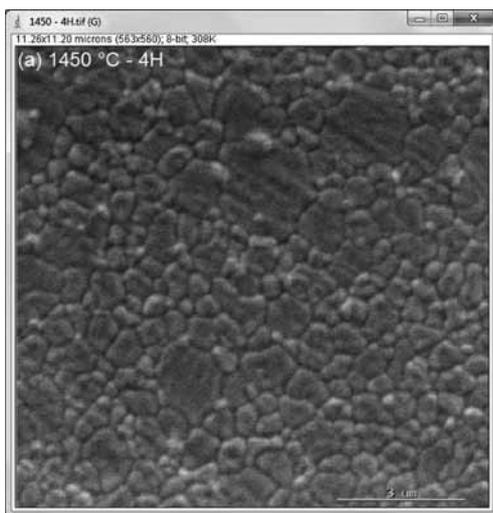


Figura 2a) - Imagem da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h.

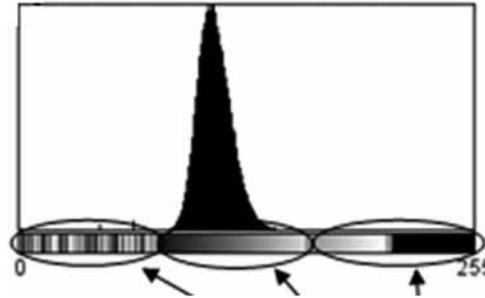


Figura 2b) – Histograma obtido da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h.

Na Figura 2a) pode ser observado regiões com diferente contraste. As mais escuras pode ser destacadas como fases intergranular, e a cinza clara como grãos de zircônia. Entretanto existem alguns pontos claros nas microestruturas com aspectos de gotículas clara (pontos) que pode ser defeitos na preparação e/ou aquisição das imagens. A Figura 2b) mostra de maneira automatizada o aspecto da microestrutura da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h. Esse histograma mostra de maneira qualitativa variações de ruídos na amostra em função das cores resultado esse, que evidencia a necessidade de posterior tratamento da imagem.

3.2. Processamento das Imagens Utilizando Software *Microsoft Paint*

Em função do resultado obtido no histograma da Figura 2b foi utilizado o *software Microsoft Paint* para melhoria das informações. Com o uso desse software foi obtido uma microestrutura delineada e um novo histograma, conforme Figuras 3a e 3b.

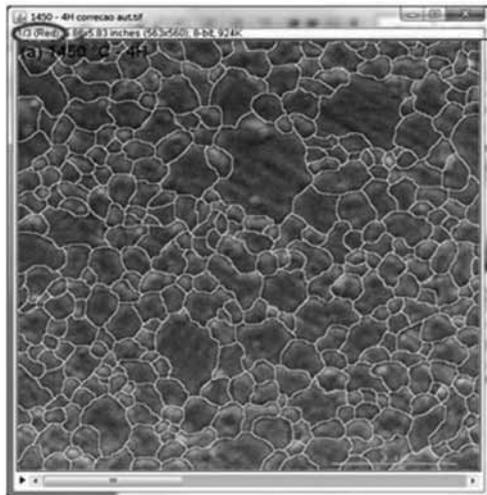


Figura 3a) - Imagem da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h com delineamento dos contornos de grãos;

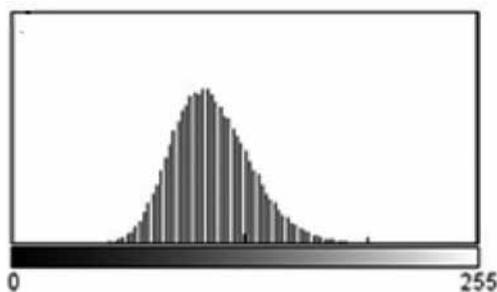


Figura 3b) – Histograma da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h.

A aplicação do *software Microsoft Paint* promoveu melhorias na definição da amostra. Com delineamento dos grãos da Figura 2a) foi possível obter um histograma com base mais alargada, o que evidencia melhoria das informações para aplicação do processamento digital de imagens utilizando o *ImageJ*.

3.3 Transformações de Escala da Micrografia com Auxílio dos Novos Plugins

Foi desenvolvida nesse trabalho uma metodologia para transformação de escala das micrografias obtidas por MEV com finalidade transformar as escalas obtidas para um sistema compatível do programa. Para transformações das escalas foram inseridos novos *plugins* no código fonte do *software* livre *ImageJ*.

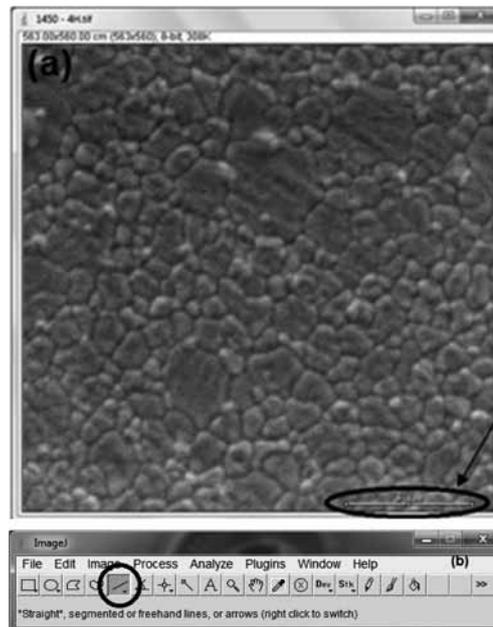


Figura 4a) - Imagem da cerâmica sinterizada a 1450 °C – 4h; Figura 4b) – Seletor utilizado na barra de escala.

Para isso aplicou-se a conversão de escalas através do comando *Analyze -> Set Scale* nas microestruturas obtidas por MEV. Utilizando a imagem original (Figura 2a) foi aplicado o modelo passo a passo para a transformação da escala micrométrica, para unidade compatível do programa.

A Figura 4a) mostra a imagem com sua respectiva barra na qual foi realizado o processo de transformação da escala. Para consolidação utilizou-se a escala obtida do MEV como referência original para obter uma determinada quantidade de pixels que são convertidos em escala padrão do programa. Com o auxílio de *plugins* implementados foi possível transformar as quantidades de pixels em milímetros.

A validação dos *plugins* inseridos consiste em construir uma reta similar sobre a barra de escala original da micrografia referente ao número de pixels existentes, o qual é digitado no campo *Pixel aspect ratio* (proporção de pixel). O valor da barra de escala original é inserido no quarto campo *Unit of length* (unidade de comprimento) com a unidade de medida a ser utilizada, conforme Figuras 5a) e 5b).

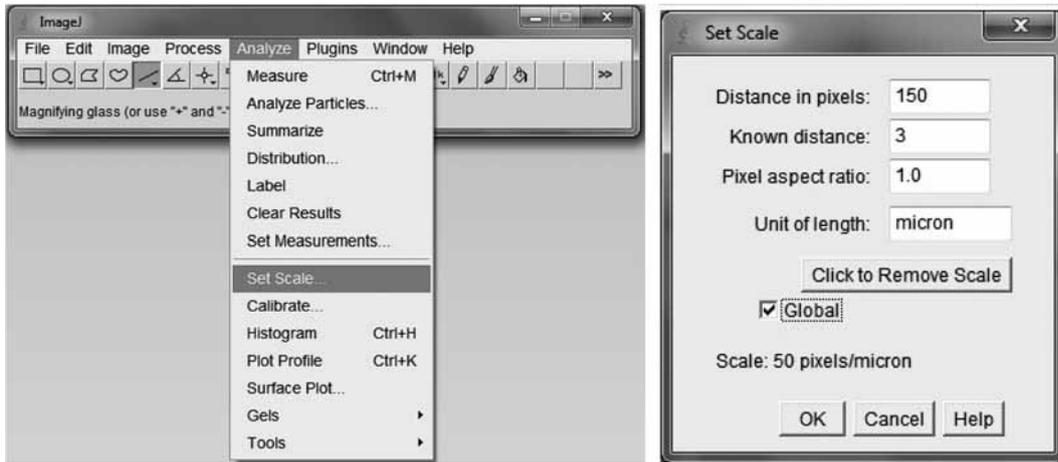


Figura 5a) – Mostra a sequência de transformação de escalas; Figura 5b) – Menu suspenso com as indicações dos campos para transformação da barra de escala.

A Figura 5b) mostra os menus que define o passo a passo da transformação de escala realizada com auxílio dos novos plugins. A inserção e aplicação dessa rotina permitiu a absorção pelo sistema de unidades compatíveis que irá fornecer ao usuário uma eficiência dos resultados obtidos, o que permite uma real comparação de áreas e dimensões dos grãos das micrografias dos materiais. A transformação de escala permite ao usuário uma perfeita comparação de valores de grãos, de acordo com a norma ABNT.

3.4. Aplicando Filtro Threshold nas Imagens

Utilizando a ferramenta “*Threshold*” (Limiarização) foram determinadas as frações de área de interesse a ser analisada. A Figura 6 mostra a imagem após aplicação do *thresholding*.

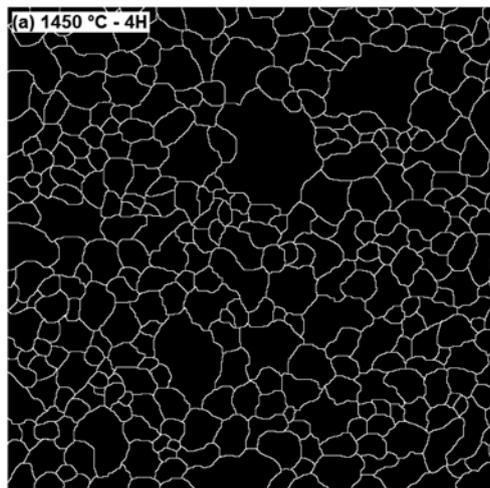


Figura 6 mostra a imagem após a aplicação do filtro *thresholding*

A aplicação da ferramenta *Threshold* permite a transformação em 1 o valor dos pixels dentro de uma faixa de valores seleciona-

das e em 0 pixels os que apresentam valores fora desta faixa gerando imagens binárias que representam os contornos e os grãos de zircônia em uma determinada amostra, Figura 6. A partir destas imagens foram determinadas as quantidades e tamanhos de grãos por amostras, correlacionando com as temperaturas de sinterizações.

3.5. Quantificação dos Grãos de Cerâmicas a Base de Zircônia

A quantidade e as frações volumétricas dos grãos serão realizadas de acordo com a Norma ASTM E1382 [4]. Utilizando as imagens binarizadas fez-se a medida de diâmetro de Feret, que indica a distância entre duas retas paralelas que tangenciam o objeto, excluindo os grãos dispostos na borda da imagem.

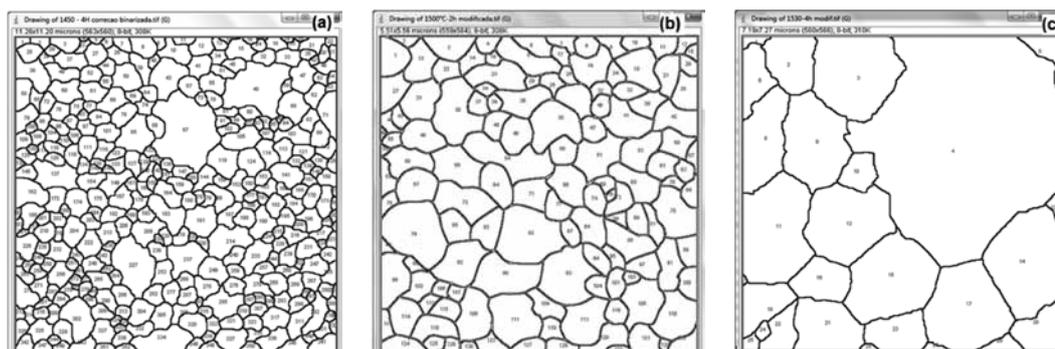
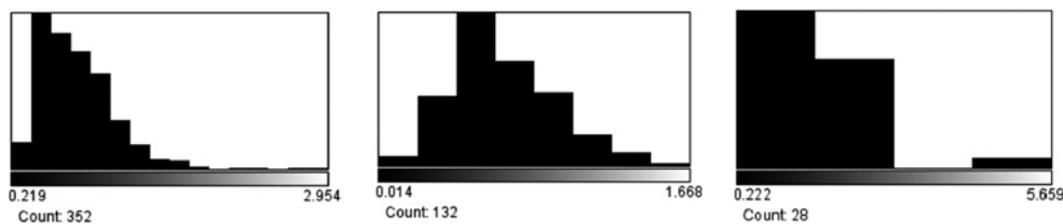


Figura 7a) à 7c) - Mostram as distribuições e identificação dos grãos.

As Figuras 7a) à 7c) mostra os grãos que foram considerados na análise. Os resultados obtidos mostram diferentes distribuições e quantidades de grãos por área para as cerâmicas sinterizadas em diferentes temperaturas e tempos (1450 °C – 4h, 1500 °C- 2h e 1530 – 4h). A análise realizada mostra as

diferenças microestruturais entre as cerâmicas em função das temperaturas utilizadas. Nas imagens acima pode ser observado uma perfeita distinção dos tamanhos dos grãos em função de sua área.

Nas Figuras 8a) à 8c) podemos observar a distribuição médio dos por amostra.



Figuras 8a) à 8c) – gráficos de distribuição médio dos tamanhos de grãos

As Figuras 8a) à 8c) mostram em forma de gráficos de barras a distribuição acumulativa dos grãos em função de sua concentração em uma determinada microestrutura. Entretanto podemos observar que a amostra sinterizada 1450 °C apresenta grande quantidades de grãos por área, aproximadamente 352/área, a sinterizada 1500 °C 132 grãos e 1530 somente 28 por área. Sabendo que as micrografias utilizadas apresentam mesma ampliação, podemos concluir que as temperaturas e os tempos de sinterização influenciam significativamente nos tamanhos e distribuição dos grãos

nas cerâmicas a base de zircônia. Entretanto de acordo com Habibe, 2011, essas temperaturas também influenciam nas propriedades físicas e mecânicas dessas cerâmicas [2]. Os resultados obtido com o uso do *software* livre *ImageJ* permite uma estimativa das propriedades mecânicas dessas cerâmicas, sendo resultados que permite a empresa Protmat especificar de maneira segura seus produtos nas embalagens, com eficiência e precisão, além de consolidar esse *software* como importante ferramenta de caracterização de cerâmicas a base de zircônia.

4. Conclusões

Os resultados das caracterizações mostram de maneira efetiva a importância do *software* livre *ImageJ* nas caracterizações microestruturais de cerâmicas a base de zirconia.

A desenvolvimento de novas interfaces no *software* permitiu o uso e a criação de novas rotinas e técnicas, o que tornou o uso do *ImageJ* mais amigável, apresentando resultados seguros e confiáveis.

Na caracterização das cerâmicas a base de zirconia sinterizados em temperaturas e

tempos, os resultados mostraram quantidades e tamanhos de grãos diferentes por áreas, sendo observado, que com o aumento da temperatura houve aumento dos tamanhos dos grãos.

O uso do *ImageJ* permite uma análise rápida e eficiente.

Os resultados obtidos nesse trabalho tem como competência assegurar e validar as informações especificadas nas embalagens das cerâmicas produzidas pela empresa ProtMat Materiais Avançados, consolidando importante relação custo e benefício.

5. Referências Bibliográficas

1. WOJNAR, L. *Image Analysis: Application in Materials Engineering*, CRC Press, Boca Raton, FL, EUA (1999) 1.
2. HABIBE, C.H. *Avaliação de propriedades de uma cerâmica dentária nacional à base de zircônia estabilizada com ítria (ZrO₂-Y₂O₃)*. Volta Redonda-RJ, UniFOA, Defendida em 24/09/2011, Dissertação de Mestrado.
3. Manual IMAGEJ. Disponível em: www.uhnresearch.ca/facilities/wcif/PDF/ImageJManual.pdf último acesso em: 24/10/2011
4. ASTM Standard E 1382, 1997: **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis**, ASTM International, West Conshohocken, PA, EUA (2002) DOI: 10.1520/E1382-97, www.astm.org.
5. ASTM: C1327-99, “**Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics**”, pp. 1-8, 1999.
6. ASTM: C-1421-99, “**Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature**”, pp. 1-32, 1999.

Endereço para Correspondência:

José Vitor Candido de Souza - vitor@las.inpe.br
Mestrado Profissional em Materiais (MEMAT/UniFOA)