



Luciana Ferreira Silva

**Aquisição, Processamento e Análise de Imagens 3D:
MicroTC e FIB-SEM na Caracterização de Defeitos em
Solda Molhada**

Tese de Doutorado

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Sidnei Paciornik
Co-Orientador: Prof. Nikhilesh Chawla

Rio de Janeiro
Julho de 2014



Luciana Ferreira Silva

**Aquisição, Processamento e Análise de Imagens 3D:
MicroTC e FIB-SEM na Caracterização de Defeitos em
Solda Molhada**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Sidnei Paciornik

Orientador

Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio

Prof. Nikhilesh Chawla

Co-Orientador

Arizona State University (ASU)

Prof. Valter Rocha dos Santos

Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio

Prof. Celso Peres Fernandes

Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)

Prof. Otávio Gomes

Centro Tecnologia Mineral (CETEM)

Prof. Marcos Henrique de Pinho Mauricio

Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio

Prof. José Eugênio Leal

Coordenador(a) Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, da autora e do orientador.

Luciana Ferreira Silva

Cursou Física pelas Universidades Federal Rural do Rio de Janeiro e Moacyr Sreder Bastos. Formada em Física pela Faculdade Moacyr Sreder Bastos. Mestre em Engenharia de Materiais pela PUC-Rio. As áreas de atual interesse são Ciência dos Materiais, Processamento Digital de Imagens, Caracterização e análise 3D, Microtomografia Computadorizada de Raios-X e Soldagem Subaquática Molhada.

Ficha Catalográfica

Silva, Luciana Ferreira

Aquisição, processamento e análise de imagens 3D: MicroTC e FIB-SEM na caracterização de defeitos em solda molhada / Luciana Ferreira Silva ; orientador: Sidnei Paciornik ; co-orientador: Nikhilesh Chawla. – 2014.

151 f. : il. (color.) ; 30 cm

Tese (doutorado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia de Materiais, 2014.

Inclui bibliografia

1. Engenharia de materiais – Teses. 2. Caracterização 3D. 3. Microtomografia de Raios-X. 4. FIB-SEM. 5. Análise de Imagens 3D. 6. Visualização 3D. 7. Soldagem Molhada. I. Paciornik, Sidnei. II. Chawla, Nikhilesh. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

Agradecimentos

A Deus, aquele que eu acredito. Valeu galera! Obrigada por tudo!

À minha família, principalmente aos meus pais, pelo o apoio e incentivo durante estes quatro anos. Aos meus amigos que sempre me estiveram ao meu lado. Ao meu noivo, Patrick Bernier, e à toda família Bernier por todo amor, admiração, incentivo e compreensão.

Aos meus amigos do LPDI, que foram a minha família durante todos estes anos. Karen Augusto, Julio César, Bruna Maria, Ana Karla Freire, David Pirotte... Momentos inesquecíveis, pessoas maravilhosas que tive a sorte de conviver por muitos anos. Amigos que nunca mais esquecei.

À ASU (Arizona State University - EUA) por ter me proporcionado um ano de grande aprendizado, tanto na vida profissional quanto na vida pessoal.

Ao meu co-orientador Professor Nik Chawla e toda sua equipe. Obrigada por ter me recebido em seu grupo de pesquisa com tanto carinho. Agradeço aos amigos que lá fiz (Irene Lujan, Antony Kirubanandham, Sudhanshu Shekhar Singh, Carl Mayer, James Mertens...), que foram minha família no período em que morei no Arizona. Vocês são para sempre.

Ao meu orientador Sidnei Paciornik, para você o agradecimento é mais do que especial. Obrigada por ter acreditado e confiado em mim. Obrigada por me ensinar a ter disciplina, responsabilidade e seriedade. Obrigada por ter sido meu Mestre, meu amigo, meu irmão mais velho e meu pai. A gratidão que tenho por você é imensurável e eu nunca vou me esquecer disso.

À todos os membros do Departamento de Engenharia de Materiais PUC-Rio (em especial Marcos Henrique e Valter Rocha) e aos técnicos dos laboratórios, pelo apoio em tudo. Vocês são ótimos!

À PUC-Rio, por todos esses seis anos de excelente e qualificado aprendizado

(Mestrado e Doutorado).

À todos os professores que eu tive o privilégio de ser aluna.

Ao INMETRO pela parceria.

Ao CNPq e CAPES pelo financiamento.

Resumo

Silva, Luciana Ferreira; Paciornik, Sidney; Chawla, Nikhilesh. **Aquisição, Processamento e Análise de Imagens 3D: MicroTC e FIB-SEM na Caracterização de Defeitos em Solda Molhada.** Rio de Janeiro, 2014. 151p. Tese de Doutorado - Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A caracterização tridimensional tem sido mais utilizada na área da ciência dos materiais devido à necessidade de melhor compreensão e resultados mais precisos acerca da microestrutura dos materiais, que não são completamente revelados pelas técnicas tradicionais de microscopia bidimensional. No presente trabalho dois tipos de técnicas de caracterização 3D foram utilizadas: MicroTC - Microtomografia de Raios-X (com tomógrafos de bancada e baseados em fonte síncrotron) e FIB-SEM (feixe de íons focalizados acoplados a um MEV). Estas técnicas foram aplicadas a um sistema específico: descontinuidades em metal de solda subaquática molhada. Estas descontinuidades (poros, trincas e inclusões) apresentam tamanhos típicos variando de nanômetros a dezenas de micrômetros. Além disso, apresentam formas, distribuição espacial e orientação bastante variada e complexa. Assim, esta tese apresenta o desenvolvimento de metodologia de aquisição, processamento, análise e visualização 3D de poros, trincas e inclusões em solda subaquática molhada, a partir de imagens obtidas por MicroTC e FIB-SEM. As técnicas de aquisição foram otimizadas para os diferentes tipos de descontinuidades. Rotinas especializadas de processamento e análise de imagens foram criadas, sempre que possível utilizando um ambiente de software livre (FIJI/ImageJ). Diversas medidas foram automaticamente obtidas: número de objetos, volume, fração volumétrica, área superficial, diâmetro de *Feret*, espessura, esfericidade e compacidade. Além disso, a construção de imagens 3D permitiu observar a forma e a distribuição espacial das descontinuidades presentes. Visando avaliar a sensibilidade para detecção de trincas por MicroTC, um corpo de prova com seção variável foi submetido a um ensaio de tração, de forma que as diferentes seções sofressem diferentes valores de tensão. Foi verificada uma correlação positiva entre o valor de tensão e o número, comprimento e espessura das trincas detectadas.

Este experimento também revelou o impacto da resolução espacial e do ruído sobre a possibilidade de detectar as trincas de forma acurada.

Palavras-chave

Caracterização 3D; Microtomografia de Raios-X; FIB-SEM; Análise de Imagens 3D; Visualização 3D; Soldagem Molhada.

Abstract

Silva, Luciana Ferreira; Paciornik, Sidney (Advisor); Chawla, Nikhilesh (Co-Advisor). **3D Image Acquisition, Processing and Analysis: MicroCT and FIB-SEM in the Characterization of Defects in Wet Welds**. Rio de Janeiro, 2014. 151p. PhD Thesis – Departamento de Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

3D characterization is growing quickly in materials science due to the demands of better microstructural characterization, which cannot be fully achieved with the traditional 2D microscopy techniques. In this work, two types of 3D characterization techniques were employed: MicroCT – microcomputed x-ray tomography (with both bench top and synchrotron sources) and FIB-SEM (focused ion beam coupled to SEM). These techniques were applied to a specific system: discontinuities in underwater wet welds. These discontinuities (pores, cracks and inclusions) range in size from nanometers to tens of microns. Moreover, they present complex and varied shapes, spatial distribution and orientation. Thus, this thesis presents the development of methodology for the acquisition, processing, analysis and visualization of pores, cracks and inclusions in underwater wet welds, from images obtained by MicroCT and FIB-SEM. The acquisition techniques and conditions were optimized for the different kinds of discontinuities. Specialized routines for image processing and analysis were developed, employing a free software environment whenever possible (FIJI/ImageJ). Several measurements were automatically obtained: number of objects, volume, volume fraction, surface area, feret diameter, thickness, sphericity and compacity. Moreover, the rendering of 3D images allowed the observation of the shape and spatial distribution of the discontinuities in the weld metal. To evaluate the detection sensitivity of cracks by MicroCT, a specimen with varied cross-sections was submitted to a tensile test, so that the different sections were submitted to different stress values. A positive correlation was observed between the stress value and the number, length and thickness of the detected cracks. This experiment also showed the influence of spatial resolution and noise upon the possibility of detecting cracks accurately.

Keywords

3D Characterization; X-Ray Microtomography; FIB-SEM; 3D Image Analysis; 3D Visualization; Wet Welding.

Sumário

1 Introdução	20
2 Revisão Bibliográfica	23
2.1. A Microtomografia Computadorizada por Raios-X (MicroTC)	23
2.1.1. Produção e Fontes de Raios-X	23
2.1.2. Interação dos Raios-X com a Matéria	26
2.1.2.1. Efeito Fotoelétrico (Absorção Fotoelétrica)	27
2.1.2.2. Efeito Compton (Espalhamento Compton)	27
2.1.2.3. Coeficiente de Atenuação Linear	28
2.1.3. Aquisição de Imagens por MicroTC	29
2.1.4. Reconstrução Tomográfica e Formação da Imagem em 3D	31
2.1.5. Artefatos na Reconstrução	33
2.2. A Microscopia por FIB-SEM	34
2.2.1. Construção e Formação das Imagens em 3D	38
2.3. Exemplos de Caracterização 3D de Diversos Materiais	39
2.4. Soldagem Subaquática Molhada e Descontinuidades Típicas	48
2.4.1. Soldagem Molhada	48
2.4.2. Descontinuidades em Soldagem Subaquática Molhada	49
2.4.2.1. Oxigênio	49
2.4.2.2. Hidrogênio	51
2.4.3. Descontinuidades no Metal de Solda Molhada	52
2.4.3.1. Porosidade	53
2.4.3.2. Trincas de Hidrogênio (Trincas a Frio)	54
2.4.3.3. Inclusões Não Metálicas	56
3 Materiais e Métodos	59
3.1. Soldagem Molhada	59
3.2. Corpos de Prova	61
3.2.1. Observação de Poros	62
3.2.2. Observação de Trincas	62

3.2.3. Observação de Inclusões	64
3.3. Microtomografia Computadorizada por Raios-X	65
3.4. FIB-SEM	67
3.5. Técnicas de Microscopia Complementares	68
3.6. Reconstrução 3D, Processamento e Análise de Imagens	68
3.6.1. Aquisição de Imagens	69
3.6.2. Pré-Processamento	70
3.6.3. Segmentação	77
3.6.4. Pós-Processamento	82
3.6.5. Medições	84
3.6.6. Visualização 3D	85
4 Resultados e Discussões	87
4.1. Amostra 1 – Poros	88
4.2. Amostra 2 – Poros	93
4.3. Amostra 3 – Poros	98
4.4. Amostra 4 – Trincas	102
4.4.1. Imagens de Baixa Resolução	103
4.4.2. Imagens de Alta Resolução	107
4.4.3. Comparação da Distribuição de Comprimento (<i>Feret</i> Máximo) entre as Trincas de Alta e Baixa Resolução	111
4.5. Amostra 5 – Trincas	111
4.6. Amostra 6 – Inclusões (Síncrotron)	125
4.6.1. Análise por Microscopia Ótica (MO)	126
4.6.2. Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	126
4.6.3. Análise por MicroTC Síncrotron	130
4.7. Amostra 7 – Inclusões (FIB-SEM)	135
4.8. Considerações Finais	140
5 Conclusões e Trabalhos Futuros	141
6 Referências Bibliográficas	145

Lista de Figuras

Figura 1: Mecanismos de produção de raios-X	24
Figura 2: Tubo de Raios-X	25
Figura 3: O síncrotron	26
Figura 4: Fluxograma da interação dos raios-X com a matéria	26
Figura 5: Efeito Fotoelétrico	27
Figura 6: Efeito Compton	28
Figura 7: A intensidade adquirida $I(x,y)$ é modelada como uma integral de linha ao longo do caminho percorrido	29
Figura 8: Ilustração esquemática do processo de Microtomografia Computadorizada	30
Figura 9: Ilustração da geometria interna básica de um microtomógrafo	31
Figura 10: a) Ilustração do modelo de absorção de raios-X usado para a reconstrução tomográfica e b) seu sinograma	32
Figura 11: a) Uma projeção, b) Imagem reconstruída (imagem da amostra utilizada na pesquisa)	33
Figura 12: Reconstrução de uma fatia de uma pequena seção de osso de um coelho mostrando os artefatos em anel. Tamanho do voxel de 5 μm .	33
Figura 13: <i>Beam Hardening</i> visto na amostra de alumínio. Tamanho do voxel de 12 μm	34
Figura 14: Esquema de um sistema de MicroTC com uma fina placa de alumínio colocada entre o tubo de raios-X e a amostra para evitar o artefato <i>Beam Hardening</i> .	34
Figura 15: Esquema da fonte de íons (Ga-LMIS)	35
Figura 16: Esquema da coluna de íons	36
Figura 17: a) formação da imagem, b) pulverização (<i>sputtering</i>) e c) deposição	37
Figura 18: a) Deposição, b) Preparação de amostra para o MET, c) Imagem de íons secundários e d) Elétrons secundários	38
Figura 19: Esquema do microscópio FIB-SEM, a) e b) mostrando a configuração dos dois tipos de feixes	39
Figura 20: a) modelo 3D mostrando a solda e seus poros, b) modelo	

somente mostrando os poros	40
Figura 21: a) Volume da amostra 3D, b) Trinca e seus vazios em 3D	41
Figura 22: Crescimento da trinca durante o carregamento de uma liga Al-Si	41
Figura 23: Imagens mostrando as trincas da amostra. a) antes da filtragem, b) depois da filtragem, c) depois da segmentação e remoção de ruídos, d) com as bordas delineadas para mostrar precisão de detecção das trincas	43
Figura 24: Modelo 3D mostrando as trincas (verde) e o metal de solda (cinza claro)	43
Figura 25: Histogramas mostrando as distribuições de a) Raio equivalente, b) Espessura da trinca, c) Diâmetro de <i>Feret</i> , d) Razão de aspectos	44
Figura 26: Modelo 3D da cerâmica BaTiO ₃	45
Figura 27: A) Imagens com variação angular de 6° mostrando os diferentes contrastes gerados pelos íons. B) Modelo 3D do grão em destaque	46
Figura 28: Sequência de imagens com intervalos de profundidade de 250 nm da superliga de Ni, em destaque o precipitado γ'	47
Figura 29: A) Modelo 3D da fase γ' (azul). B) Carbonetos (amarelo) no interior da fase γ'	47
Figura 30: Esquema de uma região soldada	48
Figura 31: Diagrama de Richardson-Ellingham	50
Figura 32: Diagrama de fases Fe-O	51
Figura 33: Diagrama de fases Fe-H	52
Figura 34: Imagens de poros produzidas por microtomografia de raios-X em metal de solda molhada	54
Figura 35: Exemplo de trincas transversais em corte longitudinal no metal de solda molhada	55
Figura 36: Modelo 3D de trincas em metal de solda molhada	56
Figura 37: Classificação das trincas pela localização no cordão de solda	56
Figura 38: Inclusões em metal de solda molhada	58
Figura 39: Chapa de aço ASTM A-36	60
Figura 40: a) Simulador de soldagem hiperbárica e b) Sistema de soldagem por gravidade operando em pequenas profundidades.	60
Figura 41: Amostras cilíndricas	62
Figura 42: Corpo de prova para o ensaio de tração	62

Figura 43: Dimensões do corpo de prova antes do ensaio de tração (em mm)	63
Figura 44: Corpo de prova depois do ensaio de tração	63
Figura 45: Geometria da amostra 6	64
Figura 47: Exemplos de imagens adquiridas por microtomografias por tubo de raios-X e síncrotron	69
Figura 48: Imagem de inclusões produzidas pelo FIB-SEM	70
Figura 49: Exemplo do filtro <i>Sigma 2x2</i> . a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.	71
Figura 50: Exemplo do filtro <i>Gaussian Blur 3D</i> . Valor do <i>Sigma</i> igual a 2 a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.	73
Figura 51: Janela de comando do filtro <i>Anisotropic Diffusion 2D</i>	74
Figura 52: Exemplo do filtro <i>Anisotropic Diffusion 2D</i> (parâmetros padrão conforme a Figura 51). a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.	75
Figura 53: Imagens originais com fundo irregular	76
Figura 54: Imagens da Figura 53 após correção por subtração do <i>Low Pass</i>	76
Figura 55: Imagem com fundo irregular e imagem corrigida com <i>Rolling Ball</i>	77
Figura 56: Exemplos escolha manual de limiar (143). Imagens binárias superpostas em imagens pré-segmentadas. Na imagem (a) ocorre super-segmentação e inclusão de ruído. Na imagem (b) ocorre uma leve sub-segmentação.	79
Figura 57: Exemplos do modo automático Yen para duas camadas de uma pilha de imagens. Imagens binárias superpostas em imagens pré-segmentadas.	81
Figura 58: Janela de comando <i>Analyze Particles</i>	82
Figura 59: Exemplo de eliminação de pequenos objetos	83
Figura 60: Exemplo do <i>Clear Outside</i> aplicado sobre a imagem da Figura 59	84
Figura 61: Janela de comando do <i>Volume Viewer</i>	86
Figura 63: Etapas do processamento de imagem da amostra 1: (a) Imagem original, (b) Filtro <i>Gaussian Blur 3D</i> , (c) Limiar, (d) Inversão, (e) <i>Clear Outside</i>	89
Figura 64: Amostra 1. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O círculo vermelho identifica poros irregulares.	90

Figura 65: Amostra 1 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa	91
Figura 66: Amostra 1 - Histograma de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa.	92
Figura 67: Amostra 1 - Modelo 3D dos poros e do metal de solda.	92
Figura 68: Amostra 2 - Imagem original.	93
Figura 69: Amostra 2 - Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) Filtro <i>Gaussian Blur 3D</i> , (c) Limiar, (d) <i>Analyze Particles 2D</i> , (e) Inversão, (f) <i>Clear Outside</i> , (g) Edição manual de ruído residual.	94
Figura 70: Amostra 2. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O círculo vermelho identifica poros irregulares.	95
Figura 71: Amostra 2 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa	96
Figura 72: Amostra 2 – Histograma da distribuição de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa	97
Figura 73: Amostra 2 - Modelo 3D dos poros e do metal de solda.	97
Figura 74: Amostra 3 - Imagem original.	98
Figura 75: Amostra 3 - Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) Filtro <i>Gaussian Blur 3D</i> , (c) Limiar, (d) <i>Analyze Particles 2D</i> , (e) Inversão, (f) <i>Clear Outside</i> .	99
Figura 76: Amostra 3. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O retângulo vermelho identifica poros irregulares.	100
Figura 77: Amostra 3 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa.	101
Figura 78: Amostra 3 – Histograma da distribuição de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa.	101
Figura 79: Modelo 3D dos poros e do metal de solda da amostra 3.	102
Figura 80: Amostra 4. a) Imagem de baixa resolução, b) Imagem de alta resolução	103
Figura 81: Amostra 4 (baixa resolução): a) Imagem original e b) Imagem cortada	103
Figura 82: Amostra 4 (baixa resolução). Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) <i>Anisotropic Diffusion 2D</i> ,	

(c) Correção de fundo, (d) Segmentação, (e) Eliminação de objetos pequenos (<i>Analyze Particles 2D</i>).	104
Figura 83: Amostra 4 (baixa resolução) – Histograma da distribuição de <i>Feret</i> Máximo das trincas e sua curva acumulativa.	105
Figura 84: Amostra 4 (baixa resolução) – Histograma da distribuição de espessura das trincas e sua curva acumulativa.	106
Figura 85: Amostra 4 (baixa resolução) - Modelo 3D das trincas.	106
Figura 86: Amostra 4 (alta resolução). Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) <i>Anisotropic Diffusion 2D</i> , (c) Correção de fundo <i>Rolling Ball</i> , (d) Segmentação pelo método de Yen, (e) Eliminação de objetos pequenos, (f) <i>Clear Outside</i>	108
Figura 87: Amostra 4 (alta resolução) – Histograma da distribuição de espessura das trincas e sua curva acumulativa.	109
Figura 88: Amostra 4 (alta resolução) – Histograma da distribuição de <i>Feret</i> Máximo das trincas e sua curva acumulativa.	110
Figura 89: Amostra 4 (alta resolução) - Modelo 3D das trincas.	111
Figura 90: Amostra 5 – Corpo de tração com seção variável. Metodologia utilizada para a obtenção das imagens através do processo de microtomografia.	112
Figura 91: Amostra 5 – bloco A. Sequência de processamento de imagens: (a) Imagem original, (b) <i>Anisotropic Diffusionc 2D</i> , (c) Correção de fundo <i>Rolling Ball</i> , (d) Segmentação, (e) Eliminação de objetos pequenos.	114
Figura 92: Amostra 5 – bloco B. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.	115
Figura 93: Amostra 5 – bloco C. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.	116
Figura 94: Amostra 5 – bloco D. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.	117
Figura 95: Amostra 5 – bloco B. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.	118
Figura 96: Amostra 5 - Número de trincas para os cinco blocos.	120
Figura 97: Amostra 5 - Espessura média das trincas para os cinco blocos.	120
Figura 98: Amostra 5 – Comprimento médio das trincas em cada bloco.	121

Figura 99: Amostra 5 - Modelo 3D do bloco E	122
Figura 100: Amostra 5 - Modelo 3D do bloco A	123
Figura 101: Amostra 5 – Trincas filtradas. Relação entre o comprimento médio das trincas em cada bloco e o valor da tensão aplicada. O par de linhas pontilhadas é uma aproximação com duas retas para a tendência observada.	124
Figura 102: Amostra 5 - Trincas filtradas. Relação entre a espessura média das trincas em cada bloco e o valor da tensão aplicada. O par de linhas pontilhadas é uma aproximação com duas retas para a tendência observada. A resolução espacial (9 μm) está representada pela seta vertical.	125
Figura 103: Imagem de MO das inclusões no metal de solda	126
Figura 104: Imagem de MEV das inclusões no metal de solda.	127
Figura 105: Análise de EDS da Figura 104 e respectivos espectros de EDS das localidades.	128
Figura 106: Imagem de MEV das inclusões no metal de solda.	128
Figura 107: Análises de EDS da Figura 106 e respectivos espectros de EDS das localidades.	130
Figura 108: Amostra 6 – Síncrotron – Imagem típica mostrando inclusões.	131
Figura 109: Formato da amostra 6	131
Figura 110: Amostra 6 - Etapas do processamento de imagens: (a) Imagem original, (b) Filtro <i>Sigma</i> , (c) Limiar manual, (d) Exclusão de objetos tocando as bordas da imagem, (e) Eliminação de objetos pequenos.	132
Figura 111: Amostra 6 – Histograma da distribuição de diâmetro das inclusões e sua curva acumulativa.	133
Figura 112: Amostra 6 – Histograma da distribuição de esfericidade das inclusões e sua curva acumulativa.	134
Figura 113: Amostra 6 - Modelo 3D das inclusões e do metal de solda.	134
Figura 114: Amostra 7 – FIB-SEM. Imagem original BSE	135
Figura 115: Amostra 7 - Etapas do processamento de imagens: a) Imagem original, b) Filtragem de ruído vertical com FFT e Alinhamento entre camadas com <i>Linear Stack Alignment with SIFT</i> , c) <i>Low Pass</i> , d) com Filtro <i>Sigma</i> , e) Limiar manual, f) <i>Fill Holes</i> , g) <i>Analyze Particles 2D</i> , h) Remoção manual de objetos espúrios e interpolação de camadas.	137

Figura 116: Amostra 7 – Histograma da distribuição de diâmetro das inclusões e sua curva acumulativa.	138
Figura 117: Amostra 7 – Histograma da distribuição de esfericidade das inclusões e sua curva acumulativa.	139
Figura 118: Amostra 7 – Modelo 3D mostrando as inclusões.	139

Lista de Tabelas

Tabela 1: Medidas obtidas através da MicroTC	40
Tabela 2: Resumo dos dados da geometria da trinca	42
Tabela 3: Composição química do metal de solda (% em massa)	59
Tabela 4: Amostras, defeitos e técnicas experimentais utilizadas	61
Tabela 5: Medidas de tensão e deformação obtidas no ensaio de tração	64
Tabela 6: Condições de aquisição – ASU – Observação de Poros	66
Tabela 7: Condições de aquisição – XRadia MicroXCT 200 – Observação de Trincas	66
Tabela 8: Condições de aquisição - GE Phoenix v tome x - Observação de Trincas	67
Tabela 9: Condições de aquisição - Síncrotron APS Chicago - Observação de Inclusões	67
Tabela 10: Condições de aquisição FIB-SEM (INMETRO)	68
Tabela 11: Resumo dos métodos empregados e resultados obtidos	87
Tabela 12: Amostra 1 - Resultados quantitativos	91
Tabela 13: Amostra 1 - Resultados estatísticos	91
Tabela 14: Amostra 2 - Resultados quantitativos	95
Tabela 15: Amostra 2 - Resultados estatísticos	96
Tabela 16: Amostra 3 - Resultados quantitativos	100
Tabela 17: Amostra 3 - Resultados estatísticos	100
Tabela 18: Amostra 4 (baixa resolução) - Resultados Globais	105
Tabela 19: Amostra 4 (baixa resolução) - Resultados dos Objetos	105
Tabela 20: Amostra 4 (alta resolução) - Resultados quantitativos das trincas	109
Tabela 21: Amostra 4 (alta resolução) - Resultados estatísticos das trincas	109
Tabela 22: Amostra 5 – Resultados de todas as seções	119
Tabela 23: Amostra 5 – Resultados da filtragem de trincas com $RA \geq 8$	124
Tabela 24: Resultados Globais da Amostra 6	133
Tabela 25: Resultados dos Objetos da Amostra 6	133
Tabela 26: Resultados Globais da Amostra 7	138
Tabela 27: Resultados das Inclusões da Amostra 7	138

1

Introdução

A caracterização tridimensional vem sendo mais usada na área da ciência dos materiais devido à necessidade de melhor compreensão e resultados mais precisos acerca da microestrutura dos materiais.

Tradicionalmente, a caracterização é realizada em 2D usando microscópios óticos ou eletrônicos. A observação bidimensional é realizada através de análise de imagens seguida da quantificação dos objetos de interesse. Dependendo do problema científico ou tecnológico em questão, a resolução das imagens geradas através destes microscópios é de fundamental importância para as análises. Quanto às escalas deste tipo de imagens, a faixa varia de nanômetros até poucos milímetros. Em alguns casos é possível obter alguns dados tridimensionais a partir de imagens em 2D tais como: fração volumétrica (que é estimada a partir da fração de área, de acordo com a 1ª Lei da Estereologia), tamanho e distribuição de tamanho usando o método de Saltykov [1] (para esferas e cubos) e superfície específica (S_v) que é definida como a área da interface de um sólido por unidade de volume deste sólido. Por outro lado, as análises bidimensionais não são capazes de fornecer diversos parâmetros em 3D tais como o número de objetos por unidade de volume, a distribuição do tamanho de fases com formato complexo e a conectividade das fases presentes em um material [2, 3, 4, 5].

Por isso, várias técnicas de análise 3D estão sendo desenvolvidas. As imagens tridimensionais podem ser obtidas por feixes de raios-X, de íons, de elétrons e raios gama através das técnicas de Microtomografia Computadorizada por Raios-X (MicroTC ou μ CT – *Microcomputed Tomography*), *Dual Beam* (*Focused Ion Beam* acoplado a SEM ou TEM) e polimento seriado (*Serial Sectioning*).

No presente trabalho as técnicas utilizadas foram: MicroTC (com tomógrafos de bancada - *LabScan* - e baseados em fonte síncrotron) e FIB-SEM.

A MicroTC é uma técnica não destrutiva para criar imagens em 3D, onde são geradas projeções (radiografias) gravadas a partir de vários ângulos de rotação

de uma amostra. Estas projeções são transformadas em imagens que depois são reconstruídas, formando o modelo 3D, assim revelando a estrutura interna do material estudado. As fontes geralmente usadas são os tubos de raios-X e os síncrotrons. Esta técnica vem ganhando espaço na área de caracterização de diversos tipos de materiais (cerâmicos, compósitos, metais, etc), onde demonstra ser uma excelente ferramenta de análise com resolução variando, tipicamente, de dezenas de nanômetros até dezenas de micrometros.

A Microscopia por FIB-SEM (*Focused Ion Beam / Scanning Electron Microscope*) é uma técnica de análise destrutiva, pela qual é possível obter imagens bi e tridimensionais de alta resolução em escala nanométrica. Para a formação das imagens em 3D, o FIB/SEM funciona da seguinte forma: o feixe de elétrons varre uma área da amostra e, fenômenos físicos gerados pela interação deste feixe com a matéria são detectados por sensores que os transformam em sinais eletrônicos, logo em seguida, o feixe de íons varre a mesma área da amostra, retirando esta fatia já detectada. Esse processo se repete sucessivamente até que se tenha uma pilha de imagens (volume), onde elas são processadas para que o modelo 3D seja gerado. Esta técnica tem resolução típica similar à de um MEV, chegando a poucos nanômetros.

As imagens geradas por MicroTC e por FIB-SEM apresentam características tais como ruído, iluminação irregular, problemas de alinhamento entre camadas, distorções, dentre outras, que requerem o uso intensivo de processamento digital de imagens. Some-se a isto as dificuldades para realizar, em 3D, a discriminação (segmentação) dos diversos tipos de objetos de interesse e obter medidas representativas de tamanho, forma, etc. As imagens 3D normalmente constituem arquivos digitais muito grandes que exigem hardware e software otimizados para seu processamento e análise.

A soldagem molhada é um processo onde soldas são produzidas diretamente no meio aquoso. Devido a este fato surgem problemas que afetam as propriedades mecânicas do metal de solda, tais como, a elevada taxa de resfriamento e a dissociação da água (em H^+ e O^-) devido ao calor gerado pelo arco elétrico. A elevada taxa de resfriamento e o hidrogênio difusível levam à formação de trincas na zona termicamente afetada (ZTA) e no metal de solda, além de porosidade. O oxigênio leva à perda dos elementos de liga (Mn, Si, C) e à formação de inclusões.

Estas diferentes discontinuidades (poros, trincas e inclusões) apresentam tamanhos típicos variando de nanômetros a dezenas de micrômetros. Além disso, apresentam formas, distribuição espacial e orientação bastante variada e complexa. Desta forma são um excelente sistema para desenvolver metodologia de análise 3D de materiais.

Assim, esta tese apresentará o desenvolvimento de metodologia de aquisição, processamento e análise de imagens 3D de poros, trincas e inclusões em solda subaquática molhada, a partir de imagens obtidas por MicroTC e FIB-SEM. As técnicas de aquisição foram otimizadas para os diferentes tipos de discontinuidades e rotinas especializadas de processamento e análise de imagens foram criadas, sempre que possível utilizando um ambiente de software livre.

Nos próximos capítulos serão apresentados, primeiramente, a Revisão Bibliográfica, onde será descrita a técnica de Microtomografia Computadorizada, a Microscopia por FIB-SEM e, por último, a Soldagem Subaquática Molhada. Em seguida, o capítulo de Materiais e Métodos, onde será descrito toda a metodologia experimental realizada por esta pesquisa. O capítulo seguinte será o de Resultados e Discussões, posteriormente, seguido do capítulo Conclusões e Trabalhos Futuros. E por último, as Referências Bibliográficas.

2

Revisão Bibliográfica

Neste capítulo, inicialmente serão apresentadas as técnicas de caracterização tridimensional utilizadas. Em seguida será discutido o processo de soldagem subaquática molhada. Como será visto, este processo é caracterizado pela presença de descontinuidades, tais como poros, trincas e inclusões, que servirão como estudo de caso para aplicação das técnicas de caracterização 3D.

2.1. A Microtomografia Computadorizada por Raios-X (MicroTC)

Com o objetivo de descrever a técnica de MicroTC, serão discutidos, de maneira sucinta, os processos de produção e as fontes de raios-X e em seguida a interação dos raios-X com a matéria.

2.1.1. Produção e Fontes de Raios-X

Os raios-X (com comprimentos de onda de 30 até 10^{-5} nm) são criados quando elétrons acelerados colidem com a matéria. Quando isso acontece, a energia cinética dos elétrons é convertida em energia térmica, porém uma parte dela é convertida também em energia eletromagnética, em forma de fótons. A sequência de transformação de energia que é envolvida na geração de raios-X é dada da seguinte maneira:

A energia potencial de um elétron, que é o produto da unidade de carga eletrostática quando o elétron é submetido a um potencial U entre o catodo e o anodo,

$$E_{pot} = eU \quad \text{Eq. 1}$$

é transformada em energia cinética ao longo deste caminho de aceleração entre o filamento (catodo) e o alvo (anodo):

$$E_{cin} = \frac{1}{2}mv^2 \quad \text{Eq. 2}$$

Como resultado das interações entre o elétron incidente e os átomos do alvo, cerca de 99% da energia é convertida em calor e cerca de 1% em raios-X, com energia dada por

$$E = h\nu \quad \text{Eq. 3}$$

onde $h = 6.6252 (\pm 0.0002) \cdot 10^{-34}$ J.s (Constante de Plank) e ν = frequência [6].

Raios-X podem ser obtidos por dois tipos de mecanismos: transições eletrônicas no átomo (raios-X característicos), ou desaceleração de partículas carregadas, também conhecida como radiação de frenamento (*Bremsstrahlung*).

A produção dos raios-X característicos acontece da seguinte forma: um elétron incide sobre um elétron do material, que é ejetado, deixando um estado vazio em seu orbital. O elétron de uma camada superior salta para este estado menos energético e a diferença de energia entre estas duas camadas é emitida na forma de raios-X.

Já os raios-X de frenamento são produzidos pela desaceleração de partículas carregadas, principalmente elétrons, que interagem com o campo elétrico dos núcleos de maior número atômico ou com sua eletrosfera, o que reduz a energia cinética, mudando assim a trajetória. A diferença desta redução de energia é emitida sob a forma de raios-X (Figura 1) [7].

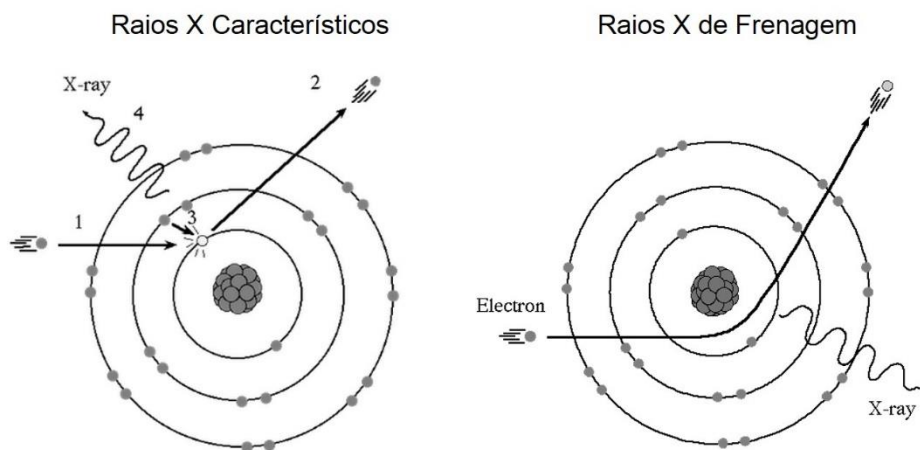


Figura 1: Mecanismos de produção de raios-X [8]

As fontes de raios-X utilizadas em Microtomografia Computadorizada são o tubo de raios-X e o síncrotron.

Os tubos de raios-X contêm uma fonte de elétrons, que é um filamento metálico aquecido, e um anteparo, ou alvo, também metálico. Uma alta voltagem é aplicada entre os eletrodos. O anodo atrai os elétrons do catodo, no qual eles colidem, com alta energia cinética, no alvo metálico, produzindo raios-X contínuos, provenientes da desaceleração dos elétrons, e raios-X característicos, resultantes da transição de elétrons nos átomos do anodo (Figura 2).

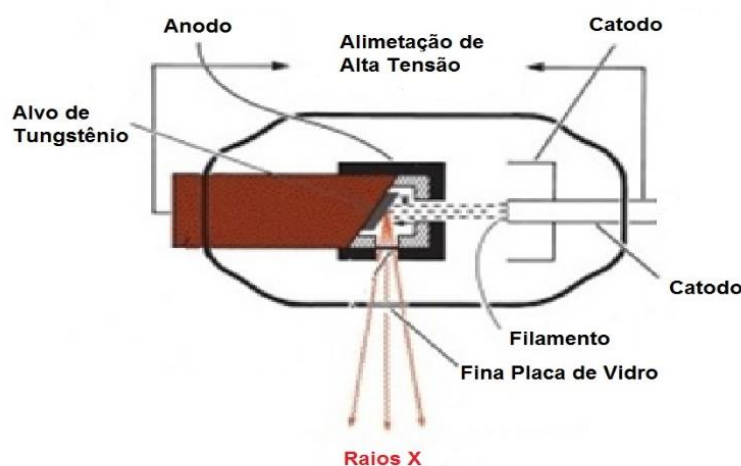


Figura 2: Tubo de Raios-X [9]

O síncrotron, por sua vez, utiliza o mecanismo de *bremsstrahlung* para produzir radiação com diversos comprimentos de onda. O feixe de elétrons produzido pelo acelerador linear é injetado em um anel de armazenamento (em ultra alto vácuo), que contém em seu interior ímãs que geram um campo magnético homogêneo no sentido vertical que é responsável pela deflexão do feixe e, conseqüentemente, pela geração da radiação (luz síncrotron). Assim, quando um feixe de partículas carregadas com velocidades próximas à da luz é defletido por um campo magnético, estas partículas carregadas emitem fótons (Figura 3) [10].

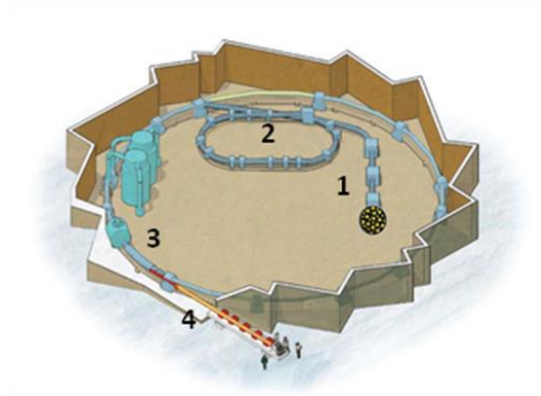


Figura 3: O síncrotron [11]

1. Elétrons produzidos por emissão termiônica
2. Eles são acelerados no anel de menor diâmetro
3. Depois, são inseridos em um anel metálico em ultra alto vácuo que passam por ímãs e sofrem deflexão provocada pelo campo magnético
4. Devido à deflexão dos elétrons, os raios-X são produzidos e emitidos através de uma “janela” [11]

2.1.2. Interação dos Raios-X com a Matéria

Os principais fenômenos que ocorrem através da interação dos raios-X com a matéria estão apresentados no fluxograma da Figura 4.

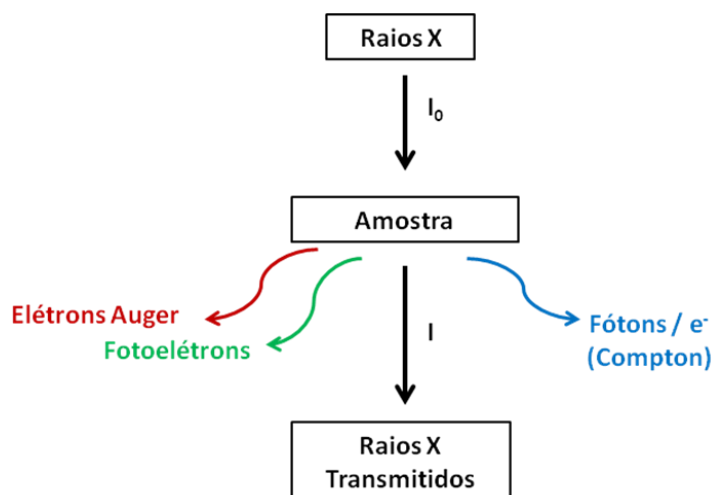


Figura 4: Fluxograma da interação dos raios-X com a matéria

2.1.2.1. Efeito Fotoelétrico (Absorção Fotoelétrica)

O efeito fotoelétrico (Figura 5) é a emissão de elétrons de uma superfície metálica, devida à incidência de radiação de alta frequência sobre essa superfície. É um processo de colisão inelástica, que ocorre nas camadas mais internas da eletrosfera dos átomos, onde toda a energia do fóton incidente é transferida para o elétron ejetado. Os fotoelétrons podem colidir com outro elétron, que é ejetado, chamado de elétron Auger [7].

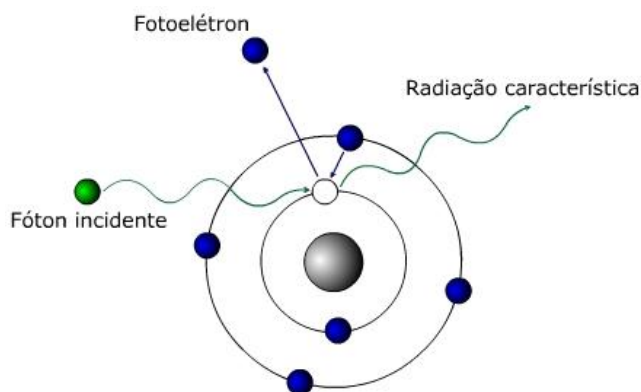


Figura 5: Efeito Fotoelétrico

2.1.2.2. Efeito Compton (Espalhamento Compton)

Este fenômeno ocorre nas camadas eletrônicas mais externas (Figura 6). Um fóton de comprimento de onda λ incide sobre um elétron livre em repouso. Após a colisão, o fóton é espalhado em um ângulo φ com respeito à sua direção inicial, tendo seu comprimento de onda aumentado para λ' , enquanto o elétron se afasta segundo um ângulo θ . A energia do fóton incidente é parcialmente transferida para o elétron ejetado [12].

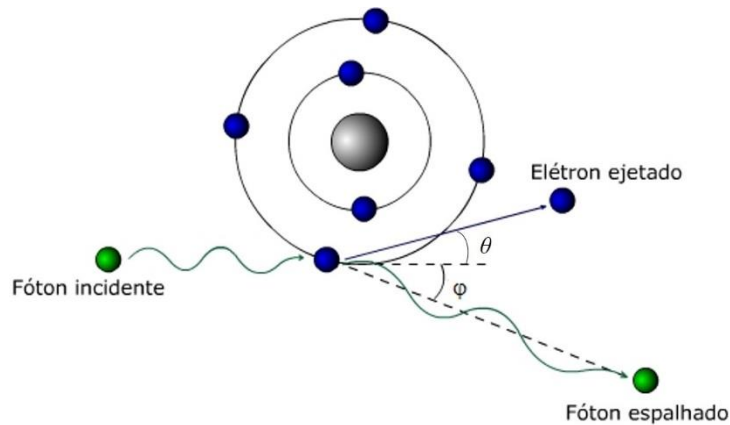


Figura 6: Efeito Compton

2.1.2.3. Coeficiente de Atenuação Linear

Quando um feixe de raios-X incide sobre uma superfície de espessura x , parte destes fótons é espalhada, parte é absorvida pelos processos descritos acima, e parte deles é transmitida, sem interagir com os átomos do material alvo. A atenuação total destes fótons é chamada de coeficiente de atenuação linear (μ). Assim, a intensidade final dos raios-X (I) medida ao longo de uma trajetória linear (Δx), pode ser relacionada com a intensidade dos raios-X incidentes (I_0) pela equação [13]:

$$I = I_0 \exp(-\mu x) \quad \text{Eq. 4}$$

Onde podemos definir a atenuação total ao longo do caminho $\tau = \mu x$, sendo τ calculado por [13]:

$$\tau = \ln(I_0/I) \text{ ou seja } \mu x = \ln(I_0/I) \quad \text{Eq. 5}$$

Com isso, podemos notar que a radiação absorvida é tratada como uma função logarítmica da absorbância do material, da sua espessura e do caminho que ela percorre (Figura 7). A verdadeira absorbância do material depende do número atômico e densidade do material pelo qual passará o feixe de raios-X [14].

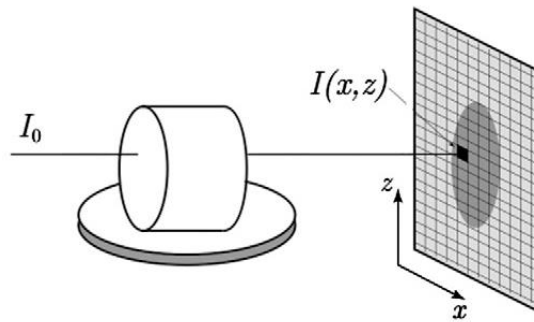


Figura 7: A intensidade adquirida $I(x,y)$ é modelada como uma integral de linha ao longo do caminho percorrido [14]

A intensidade dos raios-X final (I) diminui de acordo com a densidade do material (que está relacionada com o seu número atômico), isto é, quanto maior for a densidade do material, menor será o número de fótons transmitidos, devido às interações atômicas [13].

A MicroTC fornece um mapa preciso da variação de absorção de raios-X em um objeto, independentemente de haver uma estrutura bem definida com diferentes fases, ou variações suaves do gradiente de densidade [15].

2.1.3. Aquisição de Imagens por MicroTC

A Microtomografia Computadorizada por Raios-X é uma técnica não destrutiva que gera imagens em três dimensões da estrutura interna de materiais, com uma resolução espacial na escala de μm e nm também. Esta análise é realizada adquirindo projeções em 2D (radiografias) da amostra a partir de vários ângulos [16]. As projeções são obtidas através da rotação da amostra em torno de um eixo ortogonal à direção de incidência da radiação. A Figura 8 ilustra o processo.

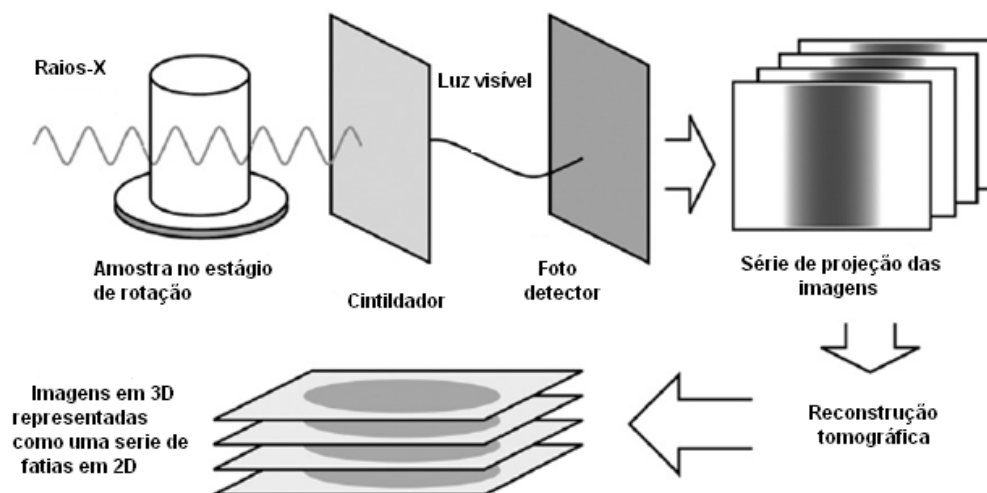


Figura 8: Ilustração esquemática do processo de Microtomografia Computadorizada [17]

A imagem final é uma sobreposição de informações (projeções) de um volume em um plano bidimensional. Para a criação do volume da amostra a partir destas radiografias é utilizado um algoritmo de reconstrução [18].

Diferentes resoluções também podem ser alcançadas geometricamente, como mostra a Figura 9, através da modificação das distâncias entre a fonte de raios-X e a amostra (a) e entre a amostra e o detector - uma câmera CCD - (b), possibilitando trabalhar com diferentes ampliações. Contudo, sendo a resolução inversamente proporcional à magnificação, existe um valor limite da magnificação onde a resolução não será comprometida. A relação entre a magnificação (M) e as distâncias (a) e (b) é dada pela equação: $M = (a + b) / b$. E a relação entre M e a resolução (R) é dada por: $R = k / M$, onde k é o tamanho do pixel no detector [19].

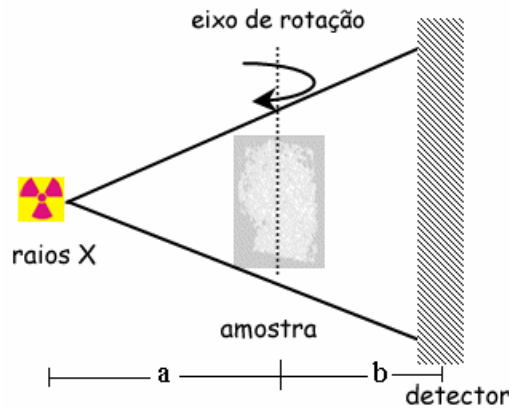


Figura 9: Ilustração da geometria interna básica de um microtomógrafo

2.1.4. Reconstrução Tomográfica e Formação da Imagem em 3D

Com as projeções capturadas, o passo seguinte é a reconstrução tomográfica. Matematicamente, sendo a absorção total ao longo do caminho, $f(x,y) = \tau$, então cada projeção é dada pela função $L_z = (x', \theta)$ (Figura 10a), ou seja, é uma coleção das funções $f(x,y)$, para um ângulo de rotação específico. O conjunto destas projeções gera o sinograma (Figura 10b), que reconstruído através de algoritmos específicos, fornece uma coleção de fatias de imagens.

Diversos tipos de algoritmos de reconstrução têm sido desenvolvidos, incluindo soluções analíticas (diretas) e iterativas. Métodos diretos, tal como FBP (*Filtered Back Projection*) e DFI (*Direct Fourier Inversion*) são baseados no “Teorema das Fatias”, em que a Transformada de Fourier 1-d é equivalente à linha ou fatia através da Transformada de Fourier 2-d da função original do objeto. O método mais utilizado, por ser o processo mais rápido, é o FBP [17].

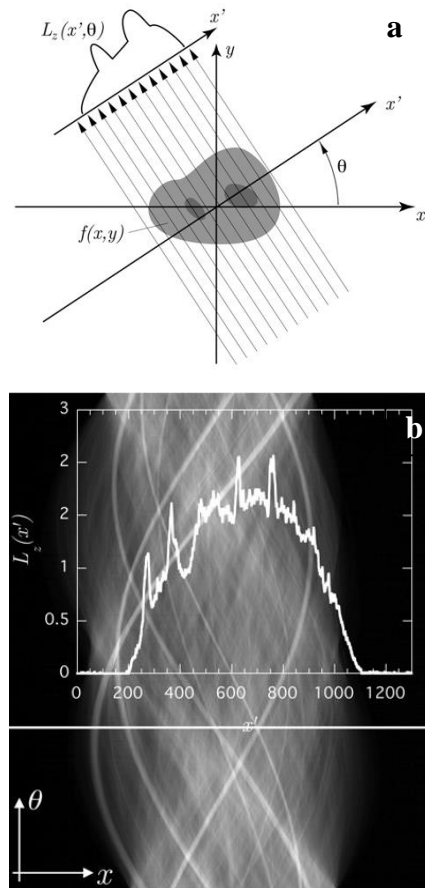


Figura 10: a) Ilustração do modelo de absorção de raios-X usado para a reconstrução tomográfica e b) seu sinograma [17]

Com as fatias reconstruídas, o passo seguinte é processar estas imagens bidimensionais, o que irá revelar suas características internas e, em seguida, criar os modelos 3D e obter os dados, para que possam ser quantificados. A Figura 11 mostra uma projeção e uma imagem reconstruída de uma amostra com poros.

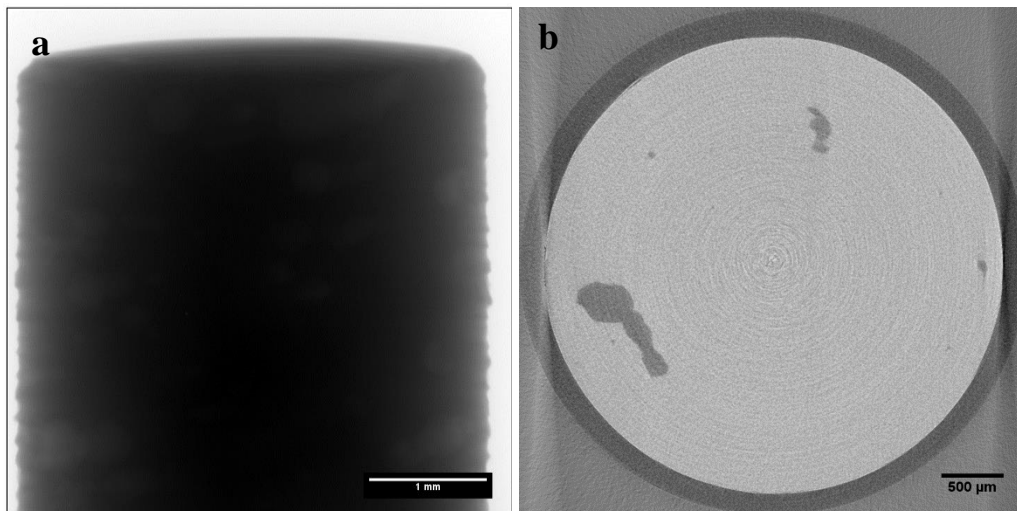


Figura 11: a) Uma projeção, b) Imagem reconstruída (imagem da amostra utilizada na pesquisa)

2.1.5. Artefatos na Reconstrução

O artefato em anel é causado pela má calibração ou defeito do detector, que resulta em anéis centrados no centro de rotação. Infelizmente, este artefato não prejudica apenas a aparência da imagem, mas também interfere na segmentação e na quantificação das imagens. A redução destes anéis pode ser feita desde algoritmos que corrigem o sinograma das projeções até a própria calibração do detector [20]. A Figura 12 mostra um exemplo deste artefato [15].

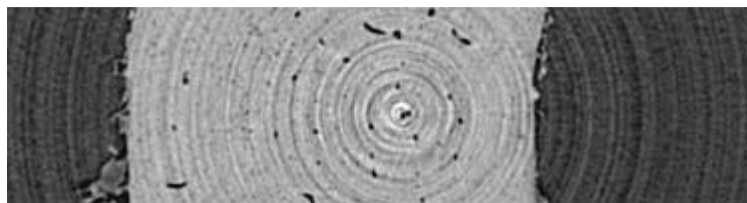


Figura 12: Reconstrução de uma fatia de uma pequena seção de osso de um coelho mostrando os artefatos em anel. Tamanho do voxel de 5 μm [15].

Um outro artefato muito comum em imagens geradas por MicroTC é o *Beam Hardening*. Este artefato aparece quando a energia média do feixe policromático de fótons que penetra a amostra aumenta com o aumento da espessura da amostra, pois os fótons de baixa energia são absorvidos a uma taxa muito mais alta do que os fótons de alta energia. Com isso, o coeficiente de atenuação linear se torna baixo na parte interior e alto nas bordas.

A Figura 13 apresenta uma fatia de uma amostra de alumínio. O gráfico de linha mostra a variação do coeficiente de atenuação linear em função da posição através da amostra. É possível notar que no meio da amostra há um ponto preto, que representa baixos níveis de atenuação.

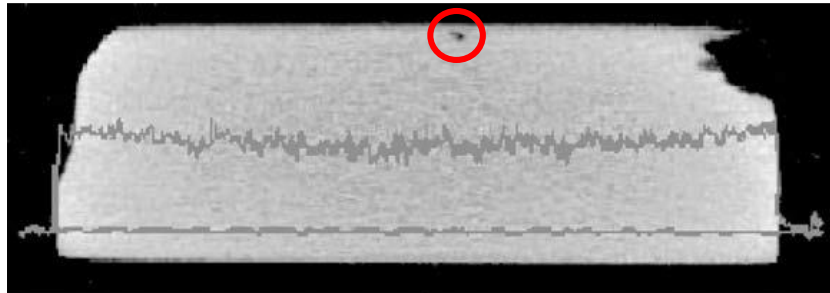


Figura 13: *Beam Hardening* visto na amostra de alumínio. Tamanho do voxel de 12 μm [15]

Para diminuir este efeito, o espectro de raios-X (policromático) precisa ser filtrado por uma fina placa de metal, que é colocada entre a fonte de raios-X e a amostra (Figura 14). Esse filtro irá deformar o espectro e, principalmente, reduzir a intensidade da faixa de baixas energias. Novos métodos de reconstrução iterativa também têm sido usados como uma eficaz ferramenta de redução destes artefatos [21, 22, 23, 24].

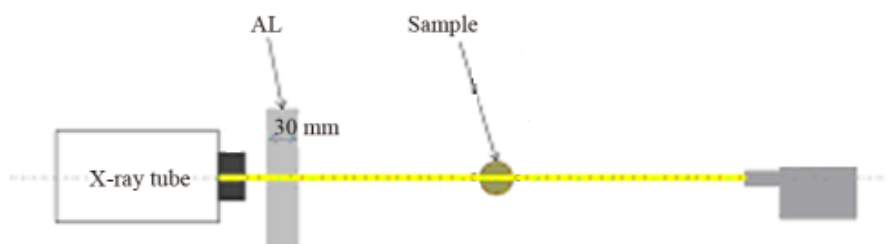


Figura 14: Esquema de um sistema de MicroTC com uma fina placa de alumínio colocada entre o tubo de raios-X e a amostra para evitar o artefato *Beam Hardening* [21].

2.2. A Microscopia por FIB-SEM

O FIB-SEM é um sistema de microscopia de alta resolução que é composto por dois diferentes dispositivos de análise, o FIB que gera um feixe de íons, e o SEM que gera um feixe de elétrons. Este microscópio tem a capacidade de micro-usinar amostras com alta precisão e gerar imagens fornecidas pelo feixe de íons ou

pelo feixe de elétrons em conjunto com a análise não destrutiva (formação de imagens e espectroscopia), preservando a possibilidade de ambos os feixes operarem independente ou simultaneamente em uma mesma área da amostra [25].

• O FIB

A especialidade do FIB é a combinação de alta resolução de imagem (menor que 10 nm), com a informação topográfica e de contraste dos materiais analisados. Existem diferentes dispositivos que são capazes de formar o feixe de íons com alta resolução espacial, tais como: SIMS (*Secondary Ions Mass Spectrometry*), GPFI (*Gas Phase Field Ionization*), LMIS (*Liquid-Metal Ions Source*) e Ga-LMIS (*Gallium Liquid-Metal Source*), que é a fonte escolhida como exemplo da Figura 15.

O feixe de íons (Ga^+) é gerado a partir de uma fonte de íons de metal líquido (LMIS), que também pode ser de In, Bi, Sn e Au. O Ga líquido sai do reservatório e escorre por uma fina agulha de Tungstênio até a sua ponta, de onde é extraído por um campo de emissão. O grande potencial negativo entre a agulha e o eletrodo de extração gera um campo elétrico (10^{10} V/m) na ponta da agulha. O equilíbrio entre a força eletrostática e a tensão superficial da ponta da agulha molhada pelo Ga resulta na formação do cone de Taylor na ponta desta agulha, de onde é emitido o feixe de íons. A fonte de íons de Ga é a mais utilizada por este elemento possuir baixa temperatura de fusão (30°C), baixa volatilidade e baixa pressão de vapor [26, 27, 28].

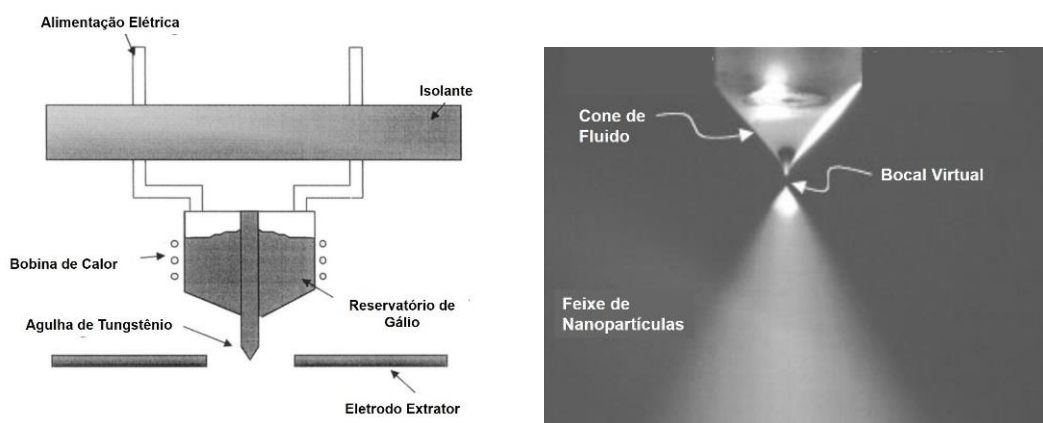


Figura 15: Esquema da fonte de íons (Ga-LMIS) [29, 30]

A coluna de íons (Figura 16) consiste em duas lentes, uma condensadora e uma objetiva, para definir o feixe e depois focalizá-lo na amostra. As aberturas

selecionam o diâmetro do feixe, assim como sua corrente e também reduzem as aberrações esféricas. As placas de deflexão servem para varrer o feixe sobre a superfície da amostra. Para focar e direcionar o feixe de íons são usados componentes eletrostáticos nas lentes.

O diâmetro e a forma do feixe que incide na amostra determinam a resolução da imagem e a precisão da micro-usinagem realizada na amostra. Geralmente, quanto menor for o diâmetro do feixe, melhor será a resolução alcançada (diâmetro do feixe da ordem 5-20 nm) e mais preciso será o desbastamento. Dependendo da aplicação, vários tipos de partículas e de radiações podem ser detectadas através de um detector apropriado dentro da câmara onde está a amostra. Detectores tradicionais, tais como o do MEV podem ser usados para detectar elétrons e raios-X emitidos através da interação entre os íons e a matéria. Os íons que são espalhados da amostra também são detectados por diversos tipos de detectores, como por exemplo, multiplicadores de carga eletrônica e o de seleção de massa das partículas espalhadas [27, 31].

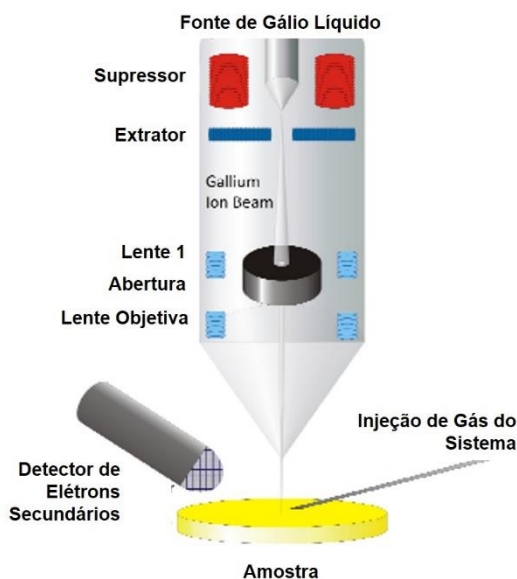


Figura 16: Esquema da coluna de íons [31]

Quando o feixe de íons colide com a amostra há perda de energia cinética devido às interações atômicas. Esta transferência de energia do íon para o sólido resulta em diferentes consequências, tais como, íons refletidos e retroespalhados, emissão de elétrons secundários, radiação eletromagnética, emissão e

pulverização atômica (*sputtering*), danos e aquecimento da amostra. Todos estes processos são de grande importância para as aplicações do FIB.

O FIB pode operar em três modos que são: produção de imagens, ataque (ou pulverização) e deposição. Com estes três modos é possível obter vários tipos de aplicações. As principais são (Figura 17):

- Formação e análise de micro imagens: microscopia de varredura de íons e imagens em 3D
- Micro estruturação: implantação de íons por litografia, pulverização (*sputtering*) e deposição
- Preparação de amostra para o microscópio eletrônico de transmissão (MET)

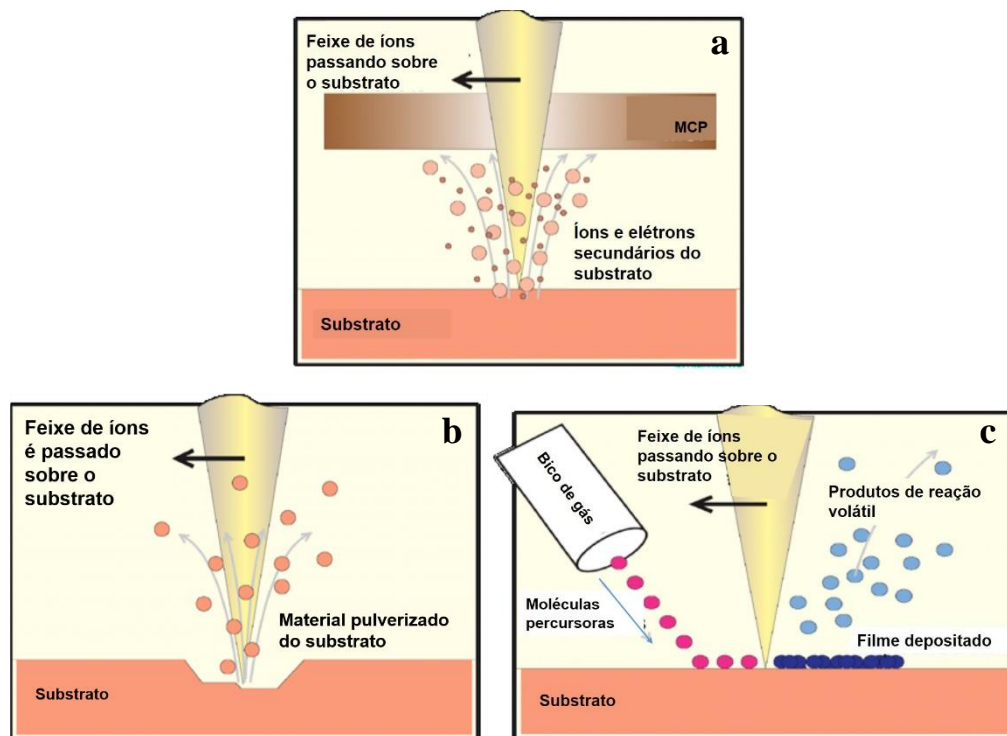


Figura 17: a) formação da imagem, b) pulverização (*sputtering*) e c) deposição [27]

O FIB se resume em um sistema que pode criar imagens com alta resolução espacial, analisar, pulverizar e depositar material, sendo tudo controlado através de um sofisticado programa computacional [26]. A Figura 18 mostra exemplos de imagens geradas através do FIB.

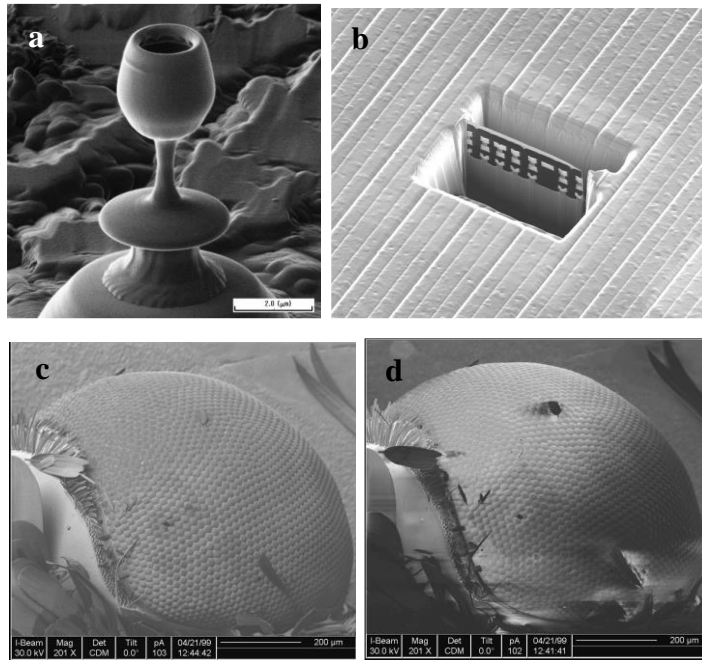


Figura 18: a) Deposição, b) Preparação de amostra para o MET, c) Imagem de íons secundários e d) Elétrons secundários [32]

- **O SEM**

Em conjunto com o FIB, o SEM também pode formar imagens com elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE) gerados pela amostra [33].

2.2.1. Construção e Formação das Imagens em 3D

As imagens em 3D são construídas a partir de uma série de imagens bidimensionais. As imagens em 2D são obtidas da seguinte forma: o feixe de elétrons varre a amostra para obter a imagem, em seguida, o feixe de íons desbasta uma fatia, retirando a primeira camada, pela qual a imagem já foi coletada pelo detector de elétrons e, assim, este processo ocorre sucessivamente ao longo de um determinado volume da amostra (Figura 19).

Ao final, esta pilha de imagens em 2D é processada para reconstrução do volume, de tal modo que as características que estão no interior do volume possam ser analisadas [31,34].

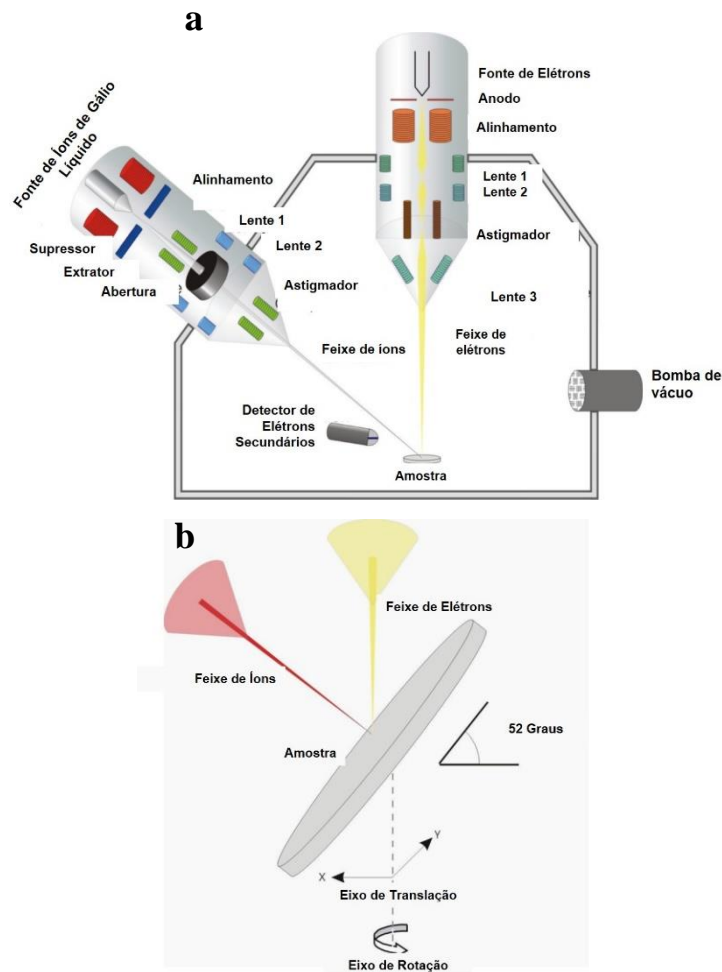


Figura 19: Esquema do microscópio FIB-SEM, a) e b) mostrando a configuração dos dois tipos de feixes [35]

2.3. Exemplos de Caracterização 3D de Diversos Materiais

Dudek et al, [36] estudaram a porosidade em juntas de solda livre de chumbo, usadas em circuitos eletrônicos. O grupo mediu o volume, tamanho e dispersão dos poros presentes nas juntas soldadas através de MicroTC. Dois perfis foram testados. Um consistiu na realização de juntas de solda a uma temperatura de 170°C, durante 30 s até o ponto de fusão. O outro consistiu na realização de juntas de solda em uma temperatura de 210°C, durante 120 s. O objetivo do trabalho foi obter juntas de solda com diferentes níveis de distribuição de porosidade e, para isso, foram escolhidos limites superiores e inferiores do tempo de ativação de fluxo e da temperatura. A Figura 20 mostra os modelos 3D que foram criados para observar a distribuição da porosidade nas quatro amostras. E a Figura 21 mostra as medidas realizadas.

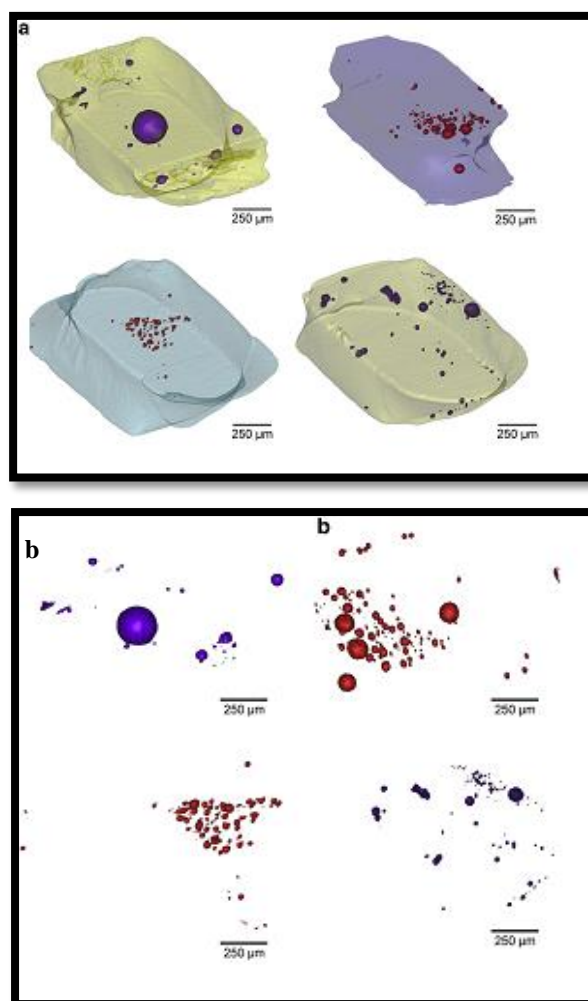


Figura 20: a) modelo 3D mostrando a solda e seus poros, b) modelo somente mostrando os poros [36]

Tabela 1: Medidas obtidas através da MicroTC [36]

Table 1 – Void characteristics for each of the four Sn-3.9Ag-0.7Cu solder/Cu joints visualized.				
	210 °C, 120 s isothermal hold reflow profile		170 °C, 30 s isothermal hold reflow profile	
	Joint (a)	Joint (b)	Joint (c)	Joint (d)
Number of pores	28	152	61	83
Maximum pore diameter (µm)	206	91	54	94
Volume of porosity (%)	1.1±0.2	0.4±0.2	0.06±0.05	0.2±0.1

Qian et al, [37] analisaram fratura dúctil em liga Al-Si por microtomografia de raios-X de alta resolução em síncrotron. O trabalho foi realizado sob carregamento monotônico para analisar o crescimento da trinca e sua morfologia visualizada por diferentes fatias do volume estudado. A evolução dos vazios e das trincas em função da carga aplicada foi analisada por imagens tridimensionais. A

Figura 21a mostra a parte externa do volume com a trinca (amarelo), as partículas de Si (azul), vazios (vermelho) e a matriz de Al (cinza). A Figura 21b, mostra a estrutura interna da trinca (amarelo), assim como os vazios (vermelho). Foi possível fazer a distinção entre microtrincas e vazios através da segmentação. A Figura 22 mostra uma fatia do volume durante o carregamento, onde foi possível notar o aumento da espessura da trinca principal, formação de microtrincas e aumento do número de vazios.

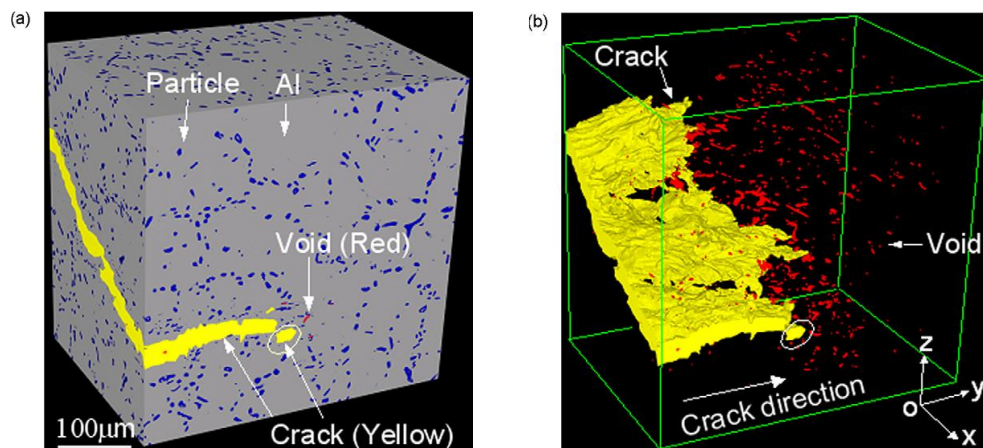


Figura 21: a) Volume da amostra 3D, b) Trinca e seus vazios em 3D [37]

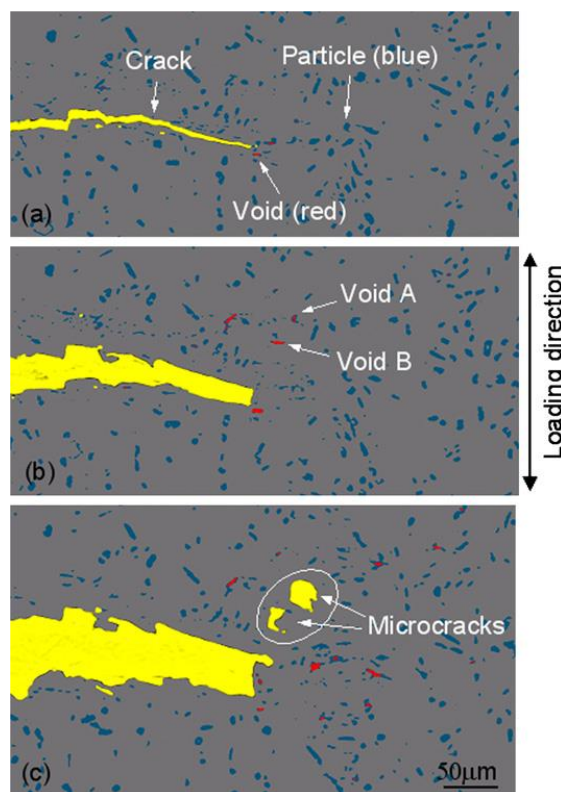


Figura 22: Crescimento da trinca durante o carregamento de uma liga Al-Si [37]

Padilha et al, [38] trabalharam com a caracterização 3D por MicroTC de trincas no metal de solda molhada. Este tipo de solda é muito utilizado em reparos de estruturas submersas, tais como navios e plataformas petrolíferas. O trabalho focou na metodologia de um apurado processamento de imagens e nas análises estatísticas e quantitativas em 3D para caracterizar uma rede de trincas no metal de solda molhada. As imagens foram processadas (Figura 23) cuidadosamente para que, em seguida, o modelo 3D fosse criado (Figura 24). Medidas como raio equivalente, diâmetro do *Feret* (calculado por um roteiro personalizado através do MATLAB), espessura (usando o *plug-in Dougherty's Local Thickness* do ImageJ) e razão de aspectos (diâmetro da menor esfera delimitada dividido pelo diâmetro da maior esfera fechada) foram calculadas e estão apresentadas nos histogramas da Figura 25.

Tabela 2: Resumo dos dados da geometria da trinca [38]

	Raio Equivalente	Diâmetro de <i>Feret</i>	Espessura	Razão de Aspectos
Média	22 μm	338 μm	26 μm	10.4
Desvio Padrão	11 μm	214 μm	7 μm	4,9

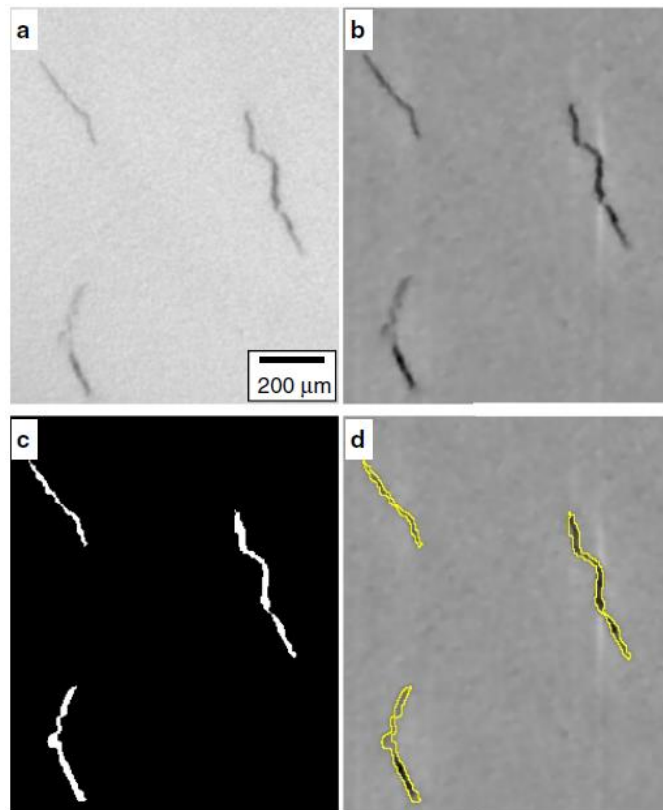


Figura 23: Imagens mostrando as trincas da amostra. a) antes da filtragem, b) depois da filtragem, c) depois da segmentação e remoção de ruídos, d) com as bordas delineadas para mostrar precisão de detecção das trincas [38]

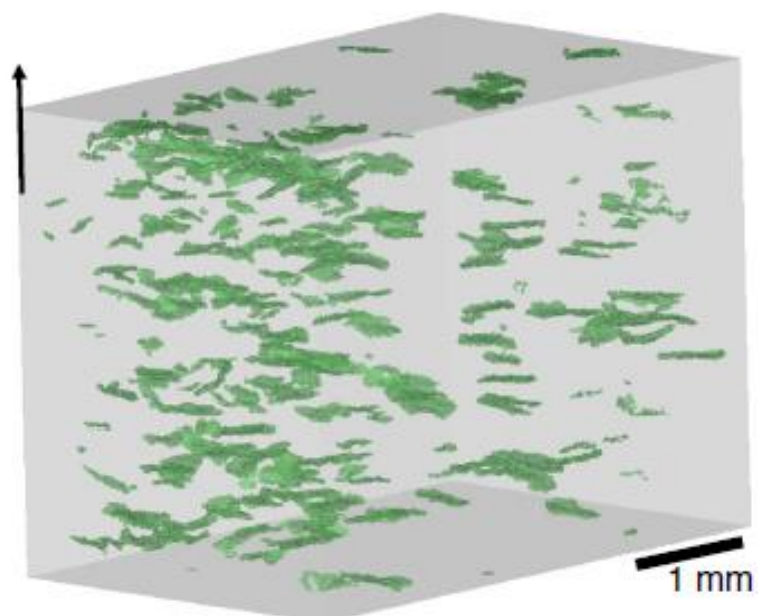


Figura 24: Modelo 3D mostrando as trincas (verde) e o metal de solda (cinza claro) [38]

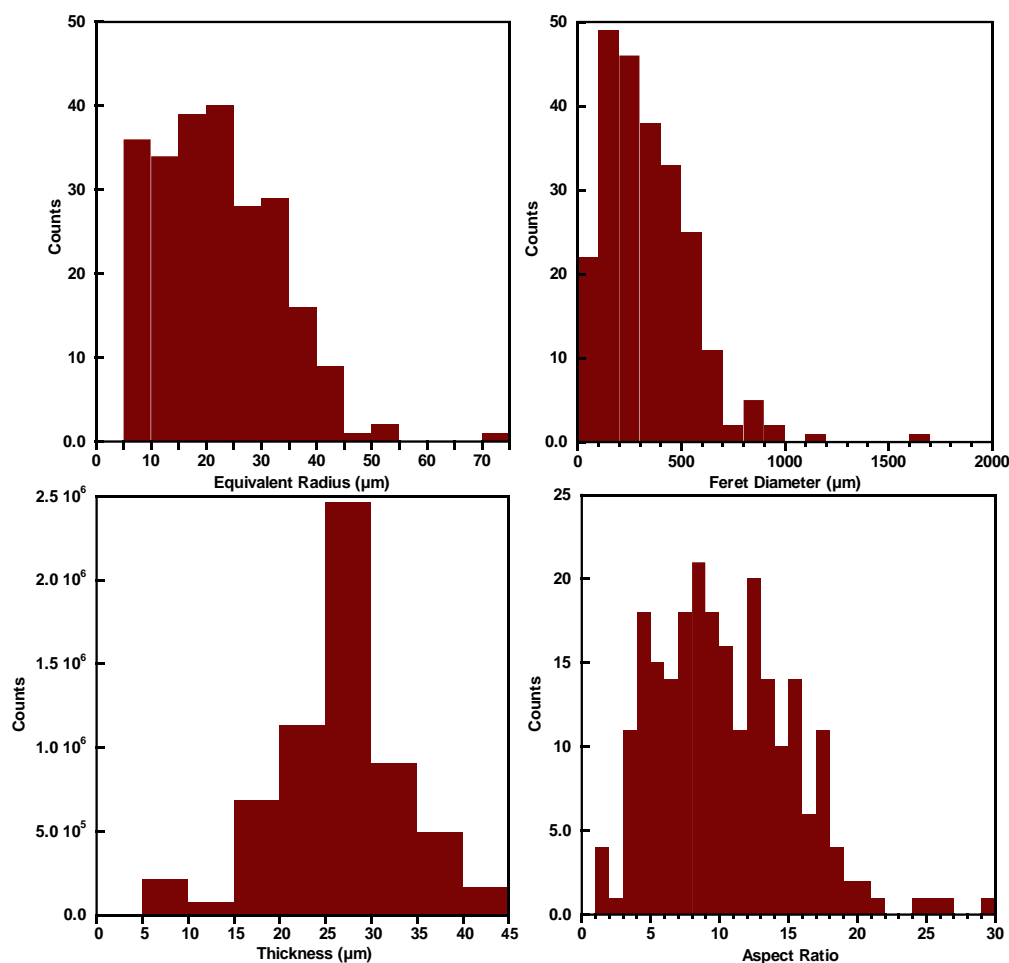


Figura 25: Histogramas mostrando as distribuições de a) Raio equivalente, b) Espessura da trinca, c) Diâmetro de *Feret*, d) Razão de aspectos [38]

Holzer et al, [39] et al analisaram a estrutura e a porosidade de cerâmicas do tipo BaTiO₃, utilizando FIB/SEM. A Figura 26 mostra o modelo 3D da cerâmica obtido por esta técnica. Pode-se observar a porosidade e a superfície de textura granular. O cubo possui as dimensões 1646 x 1829 x 1743 nm.

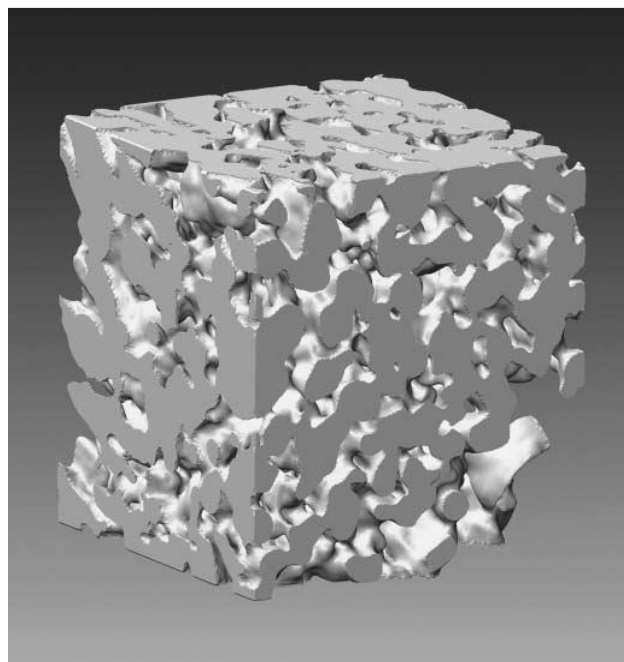


Figura 26: Modelo 3D da cerâmica BaTiO₃ [39]

Para demonstrar a capacidade da técnica de nanotomografia por FIB, em analisar poros em uma amostra de cerâmica com alta fração volumétrica de poros finos, um estudo foi feito usando este método como base para análise computacional microestrutural e os resultados foram comparados com as medidas físicas convencionais. Diferenças significantes entre a distribuição do tamanho da partícula e medidas através de nanotomografia e granulometria a laser indicam que a última análise é distorcida pela aglomeração/agregação da partícula. Consideráveis diferenças também foram observadas entre os resultados de porosimetria por mercúrio (MIP) e análise 3D de espaço poroso. Há fortes evidências de que o efeito *ink-bottle* leva a uma superestimação da frequência de pequenos poros no MIP. O FIB revela a informação quantitativa de características estruturais menores que 100 nm que não podem ser adquiridos facilmente por outros métodos.

Uchic et al, [40] utilizaram FIB-SEM para caracterizar em 3D microestruturas de superligas de Níquel. Para analisar a estrutura dos grãos desta superliga, primeiramente, foram produzidas imagens por íons secundários (coletadas por detectores de elétrons secundários) por apresentarem melhor contraste, quando o ângulo é mudado, para este tipo de amostra. Este alto contraste facilitou o processo de segmentação. Como cada grão tinha de 1 a 5 μm ,

escolheu-se a espessura de cada fatia retirada na faixa de 100-300 nm. Em seguida, um grão foi escolhido e teve seu modelo 3D reconstruído, como mostra a Figura 27.

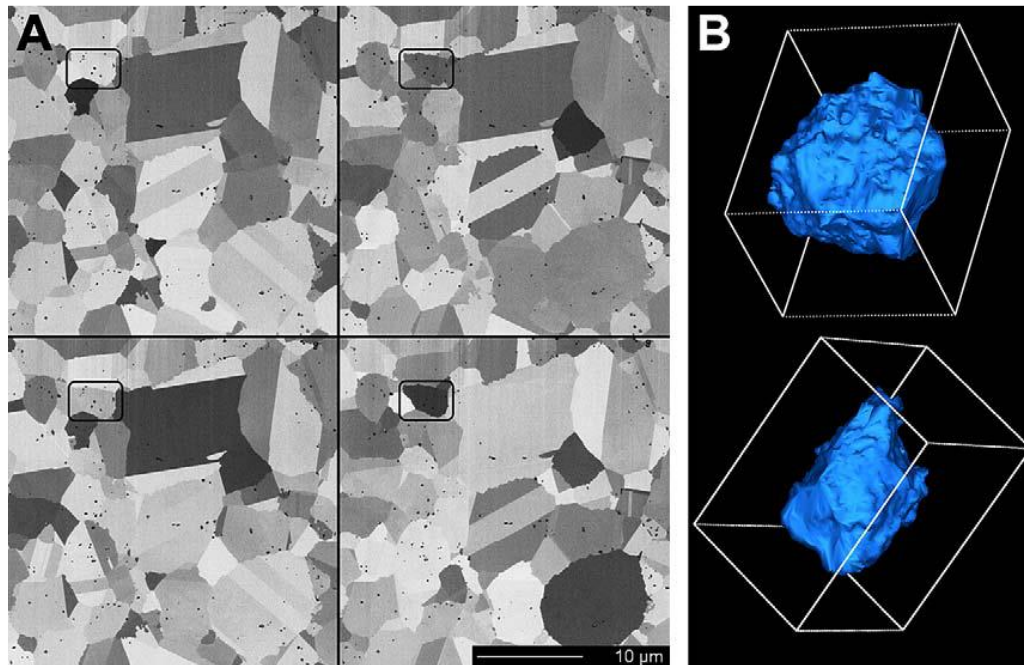


Figura 27: A) Imagens com variação angular de 6° mostrando os diferentes contrastes gerados pelos íons. B) Modelo 3D do grão em destaque [40]

Além da caracterização do grão, o trabalho também realizou a caracterização da morfologia do precipitado γ' . Para a obtenção das imagens foi utilizado o feixe de íons, pois ele fornece melhor contraste entre a fase γ' , a matriz e os carbonetos. Cada fatia do conjunto de imagens tem espessura de 25 nm. A sequência de imagens a seguir (Figura 28) mostra os precipitados γ' (cinza claro), a matriz (cinza escuro) e os carbonetos (preto) em diferentes profundidades, de aproximadamente 250 nm.

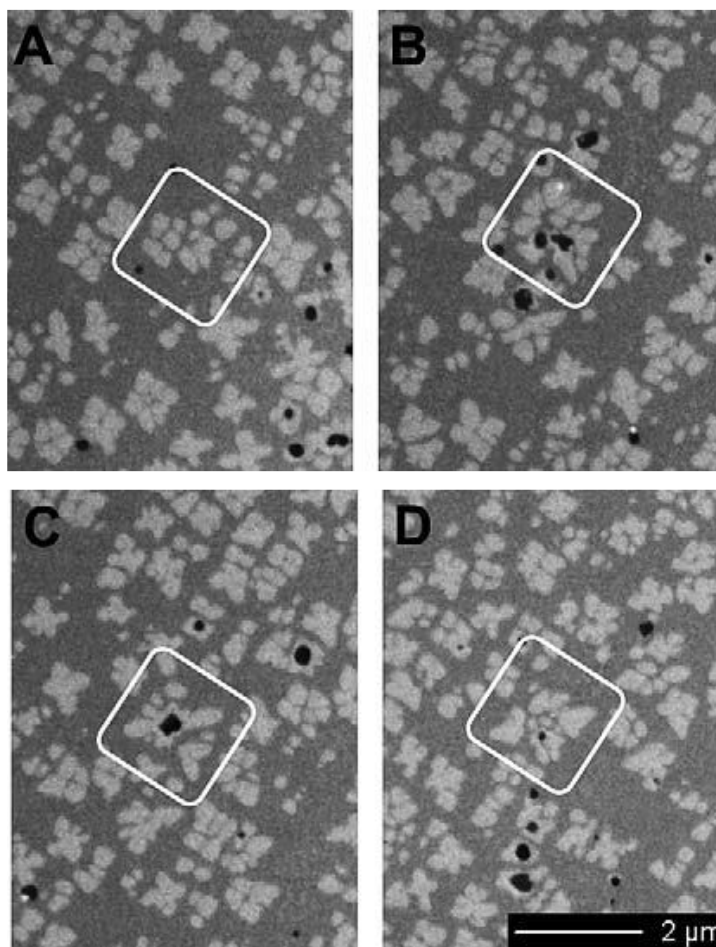


Figura 28: Sequência de imagens com intervalos de profundidade de 250 nm da superliga de Ni, em destaque o precipitado γ' [40]

Com o conjunto de imagens foi possível obter o modelo 3D (Figura 29) do precipitado γ' (azul) com os carbonetos (amarelo) no seu interior.

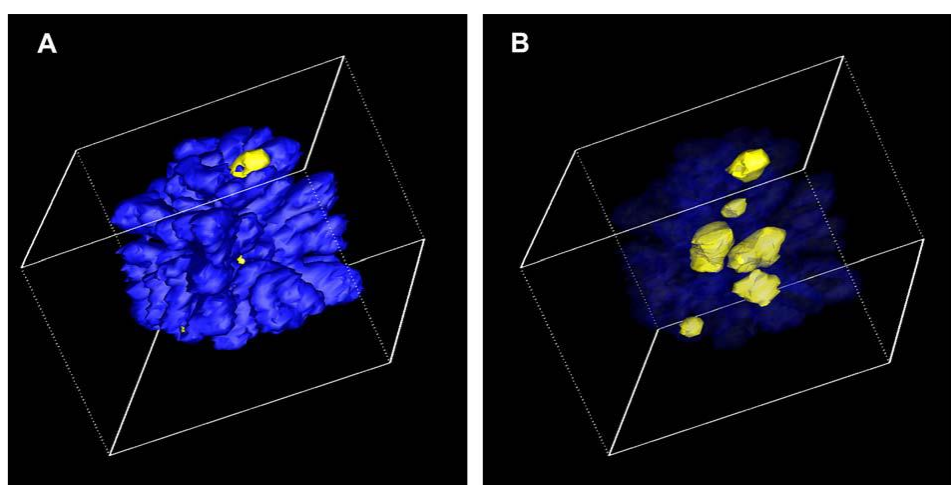


Figura 29: A) Modelo 3D da fase γ' (azul). B) Carbonetos (amarelo) no interior da fase γ' [40].

2.4. Soldagem Subaquática Molhada e Descontinuidades Típicas

2.4.1. Soldagem Molhada

A Soldagem Subaquática Molhada (SSM) é um processo que vem sendo aplicado em reparos de estruturas “offshore” e na indústria naval. Esta técnica de soldagem tem se mostrado prática e econômica para reforço e reparo de estruturas subaquáticas em razão da simplicidade do equipamento (fonte de energia, cabos, porta-eletrodo e eletrodos), baixo custo, facilidade de operação e rapidez.

A SSM é realizada diretamente dentro d’água, sem nenhuma barreira entre o soldador/mergulhador e a solda. Devido a este ambiente aquoso, as soldas produzidas são de qualidade inferior quando comparadas às soldas realizadas em condições atmosféricas [41]. Na SSM com eletrodos revestidos o arco elétrico e o metal depositado são protegidos por uma bolha gasosa produzida pelos gases provenientes do revestimento do eletrodo, além da própria dissociação da água em oxigênio e hidrogênio, que aumenta com o aumento da temperatura. O calor produzido pelo arco elétrico é intenso o suficiente para fundir o eletrodo e a parte da junta que será soldada. A Figura 30 mostra o esquema de uma região soldada. São utilizados eletrodos especiais e o processo é realizado manualmente, assim como se faz em uma solda atmosférica. A fonte de soldagem está localizada na superfície sendo a conexão com o mergulhador/soldador através de cabos e mangueiras.

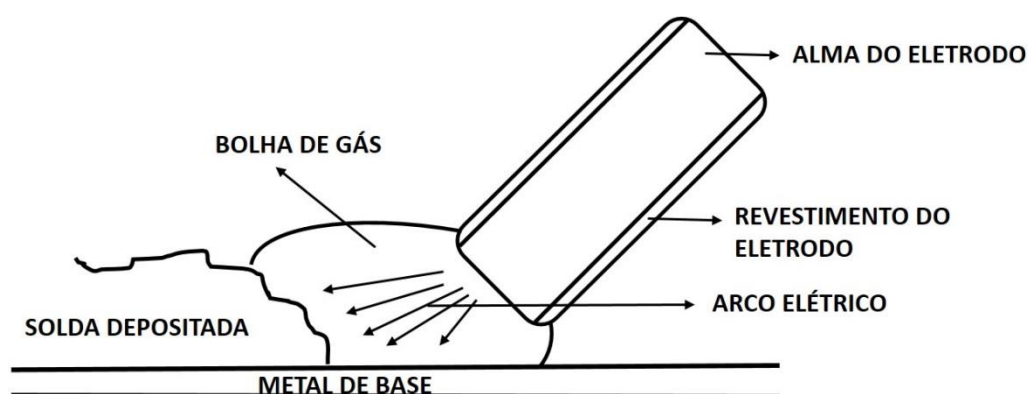


Figura 30: Esquema de uma região soldada

2.4.2. Descontinuidades em Soldagem Subaquática Molhada

Os principais problemas que afetam diretamente as propriedades mecânicas do metal de solda são a elevada taxa de resfriamento e a dissociação da água (H^+ e O^-) causada pelo calor do arco elétrico.

A elevada taxa de resfriamento induzida pelo ambiente aquoso aumenta a dureza na zona termicamente afetada – ZTA (formação de microestruturas martensíticas), e resultará em perda de tenacidade e de ductilidade do metal de solda [42]. A água, por ser um óxido termodinamicamente instável, pode ser facilmente decomposta em hidrogênio e oxigênio através do calor gerado pelo arco elétrico. Estes gases podem se recombinar formando novamente vapor d'água ou podem também ser absorvidos pelo metal líquido, na ponta do eletrodo, durante a transferência do metal ou na poça fundida. A absorção de oxigênio e de hidrogênio obedece a Lei de Sievert, segundo a qual a quantidade do elemento dissolvido num líquido, em uma determinada temperatura, é proporcional à raiz quadrada da pressão parcial do gás. Por esta razão, quanto maior for a profundidade em que é realizada a solda, maiores serão as pressões parciais de hidrogênio e de oxigênio e, maiores serão as concentrações destes elementos no metal de solda.

Com isso, problemas como trincas de hidrogênio, porosidade, inclusões e perda dos elementos desoxidantes (Mn, Si, C) são bastante comuns em soldagem subaquática molhada.

2.4.2.1. Oxigênio

O oxigênio absorvido no metal de solda reagirá primeiramente com elementos desoxidantes presentes no metal líquido como silício e manganês, formando óxidos estáveis, como mostra o diagrama de Richardson-Ellingham, (Figura 31), que poderão ser eliminados do metal de solda na forma de escória, ou ficar aprisionados, na forma de inclusões não metálicas. Se a quantidade de elementos desoxidantes for pequena o próprio ferro irá reagir com o oxigênio, formando FeO , conforme o diagrama de fases $Fe-O$ (Figura 32), que mostra também que a solubilidade do oxigênio no ferro é em torno de 0.22 % em massa em cerca de $1600^{\circ}C$. O teor de oxigênio no metal de solda aumentará com o aumento da pressão parcial de oxigênio e se estabilizará quando seu limite de

solubilidade no líquido for alcançado. O oxigênio medido no metal de solda ficará quase todo sob a forma de inclusões de óxidos [43].

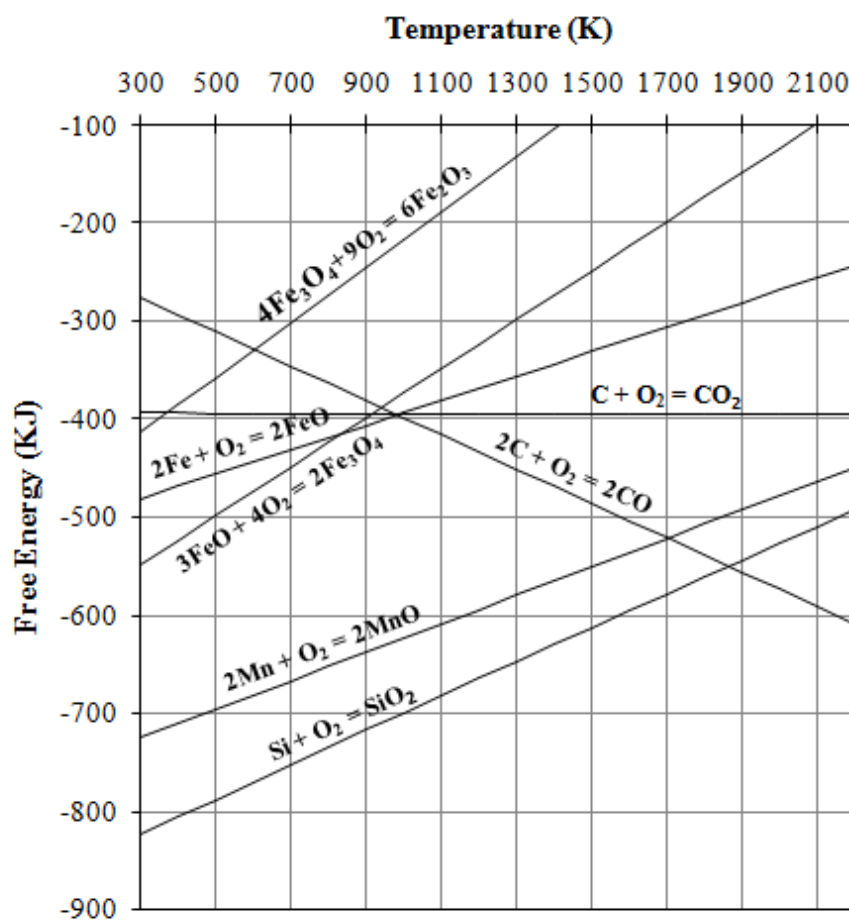


Figura 31: Diagrama de Richardson-Ellingham [44]

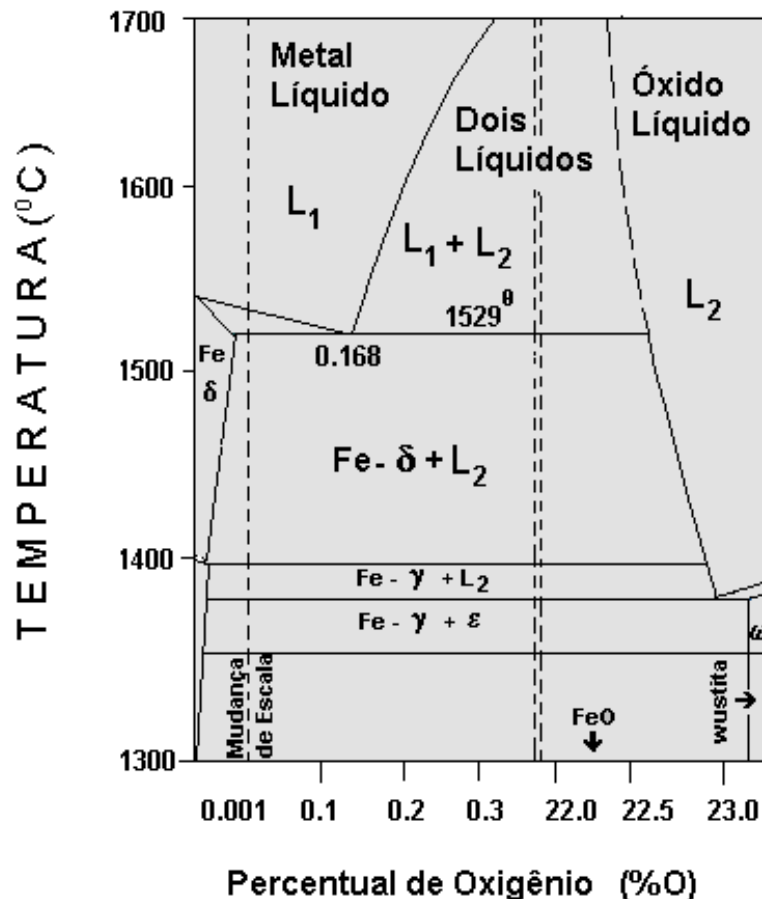


Figura 32: Diagrama de fases Fe-O [45]

2.4.2.2. Hidrogênio

Dois problemas podem ocorrer em consequência da absorção do hidrogênio durante o processo de soldagem molhada em aços: porosidade e fissuração induzida pelo hidrogênio.

O hidrogênio não forma nenhum hidreto estável, capaz de limitar sua solubilidade no ferro. Assim, quanto maior for a profundidade de soldagem, maior será a quantidade de hidrogênio dissolvida no metal líquido na poça de fusão.

Nos aços, os íons H^+ se dissolvem no metal fundido, permanecendo retidos em supersaturação, não só pela rapidez do resfriamento como também pela descontinuidade na curva da temperatura de solidificação. Os íons H^+ , já em estado supersaturado pelas condições de solidificação, têm sua solubilidade diminuída por uma segunda descontinuidade na curva de solidificação com a temperatura, agora, porém em fase sólida, no momento da transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.

Ocorre, porém, uma descontinuidade em sentido inverso relativamente ao coeficiente de difusão D . Estas duas particularidades desempenham papel importante na ocorrência da fissuração a frio. Pela supersaturação, o hidrogênio dissolvido no metal fundido tende a difundir espontaneamente. O hidrogênio que permanece no cordão é chamado de residual e, o que migra de hidrogênio difusível [46]. O diagrama de equilíbrio Fe-H mostra como estes dois elementos se comportam (Figura 33).

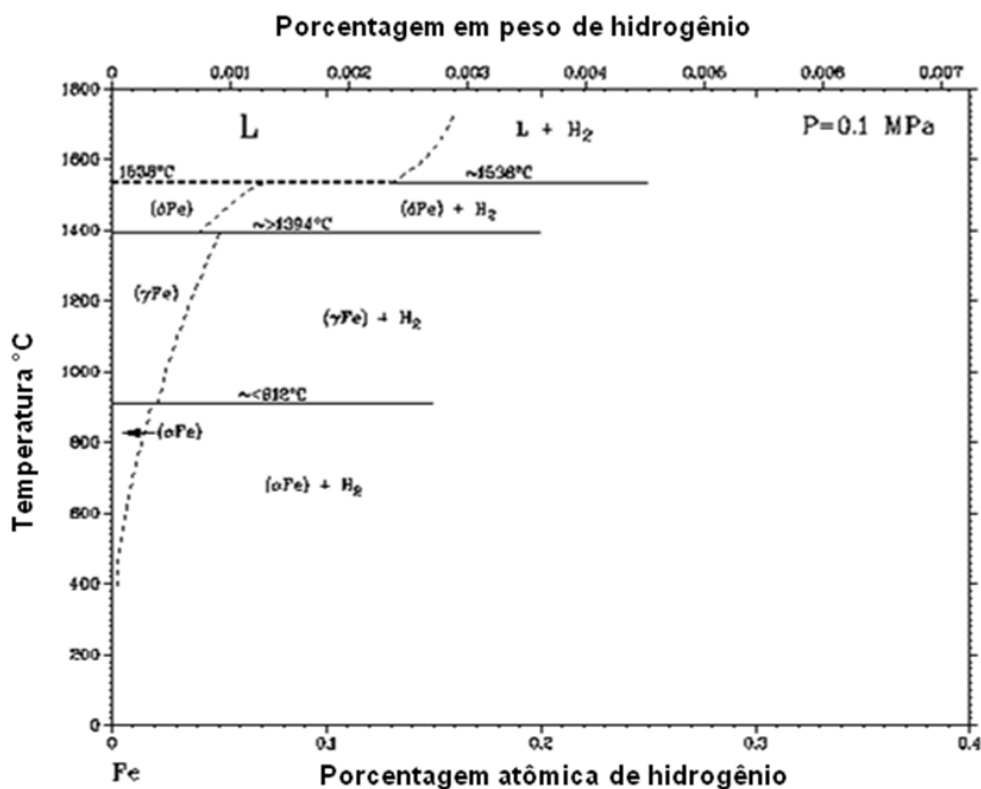


Figura 33: Diagrama de fases Fe-H [47]

2.4.3. Descontinuidades no Metal de Solda Molhada

Descontinuidade pode ser definida como uma interrupção física da estrutura de uma solda, como por exemplo, falta de homogeneidade de característica mecânica, física ou metalúrgica. Uma solda que possui descontinuidades não é necessariamente defeituosa, esta condição depende da aplicação a que se destina o objeto (peça ou componente). A presença de defeito torna o metal de solda incapaz de atender aos requisitos mínimos de aceitação da própria norma de

fabricação. Soldas defeituosas precisam de reparo ou, até mesmo, serem substituídas [48].

No presente trabalho, as discontinuidades de interesse são porosidade, trincas e inclusões.

2.4.3.1. Porosidade

A porosidade é formada pelo acúmulo de gases na poça de fusão, durante o processo de solidificação do metal de solda e estes poros podem possuir dois tipos de formatos, esféricos ou alongados.

Os principais fatores que favorecem a produção de poros na solda molhada são: o revestimento do eletrodo, a pressão (profundidade) e a estabilidade do arco. A alta taxa de resfriamento diminui a solubilidade dos gases no metal líquido de solda. Com a rápida solidificação, as bolhas ficam aprisionadas no metal de solda formando os poros [49]. Com isso, a porosidade acaba sendo um dos principais problemas na SSM [50, 51].

Para que haja a nucleação de poros, a pressão parcial dos gases solúveis (P_g) deve ser maior que a soma dos fatores P_a , P_h e P_b , isto é:

$$P_g > P_a + P_h + P_b \quad \text{eq. (1)}$$

onde P_a é a pressão atmosférica, P_h é a pressão hidrostática e P_b é o aumento da pressão devido à curvatura do poro. P_b é o resultado da divisão de duas vezes a tensão superficial (metal líquido/gás no poro) pelo raio do poro ($P_b = 2\gamma/r$, Equação de Young-Laplace).

A nucleação ocorre quando o seu raio crítico é alcançado, de forma que o poro cresce homogênea e espontaneamente enquanto houver elementos gasosos disponíveis. Na soldagem molhada, estes elementos gasosos encontram-se livres em grande quantidade, logo o tamanho do poro será determinado pela velocidade de resfriamento da poça de solda (metal líquido). Para isso ser verdade, as condições, como por exemplo a profundidade, devem ser as mesmas.

É sabido que o resfriamento em soldas molhadas é rápido. Por este motivo, a maioria dos poros encontrados nestas soldas tem o diâmetro um pouco maior que seu raio crítico [52].

Através da equação 1, seria de se supor que com o aumento da profundidade, menos poros se formariam, pois P_h irá aumentar. Experimentalmente, é visto que ocorre o oposto, onde a porosidade do metal de solda aumenta com a profundidade. Este fato acontece porque, com o aumento da profundidade, os teores de hidrogênio e oxigênio (P_g), no arco elétrico, aumentam muito mais do que a pressão hidrostática (P_h). Isto explica o aumento da porosidade com o aumento da profundidade no processo de soldagem molhada com eletrodos revestidos [53].

A Figura 34 contém imagens obtidas por MicroTC e reconstruções 3D de uma peça de aço com solda molhada. Poros de diversos tamanhos e formas são visíveis.

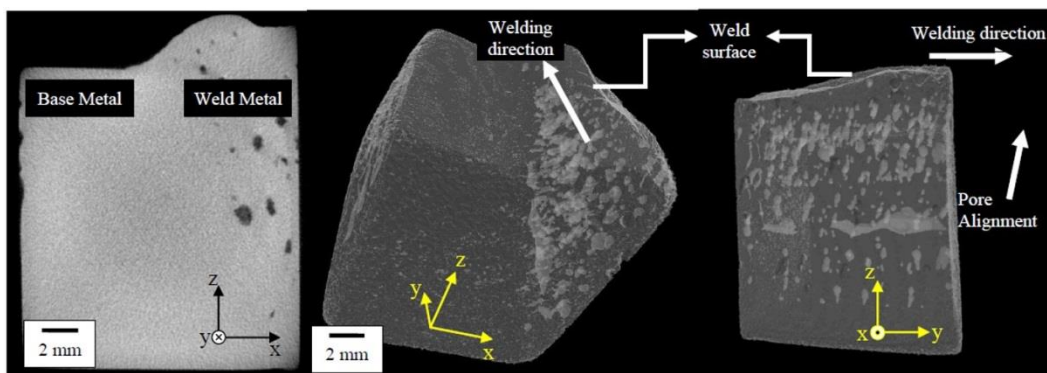


Figura 34: Imagens de poros produzidas por microtomografia de raios-X em metal de solda molhada [54]

2.4.3.2. Trincas de Hidrogênio (Trincas a Frio)

As trincas são descontinuidades associados à presença do hidrogênio e à concentração de tensões no metal de solda. Em SSM, elas aparecem depois do processo de soldagem, podendo levar horas e até dias para o seu surgimento e apresentar tamanhos bem pequenos, abaixo do limite de detecção por técnicas tradicionais de inspeção. Por esta razão, estas trincas são consideradas extremamente perigosas. As trincas de hidrogênio são geradas pelo hidrogênio difusível e podem aparecer tanto na ZTA quanto no cordão de solda.

O trincamento na região da junta soldada ocorre entre 100°C - 200°C e seu surgimento depende da ação simultânea de vários fatores, tais como, a presença de hidrogênio dissolvido no metal de solda líquido, as tensões residuais associadas à soldagem, a baixa temperatura (menor que 150°C) e, por fim, uma microestrutura frágil (martensita). Nenhum destes fatores, isoladamente, produziria trincas no metal de solda [55, 56].

A formação de trincas se dá, principalmente, pela presença de hidrogênio atômico (H), proveniente do ambiente aquoso, que se difunde em locais especiais como microporos, na interface entre inclusões e matriz, onde se combinam formando H₂. Esta molécula, que não pode se difundir pela rede, acaba se acumulando e, com isso, gerando um aumento de tensão naquela região, que finalmente se rompe, servindo como um local de propagação da trinca. A Figura 35 mostra trincas no metal de solda molhada, observadas por microscopia ótica, enquanto a Figura 36 a mostra trincas em 3D, reconstruídas a partir de microTC.

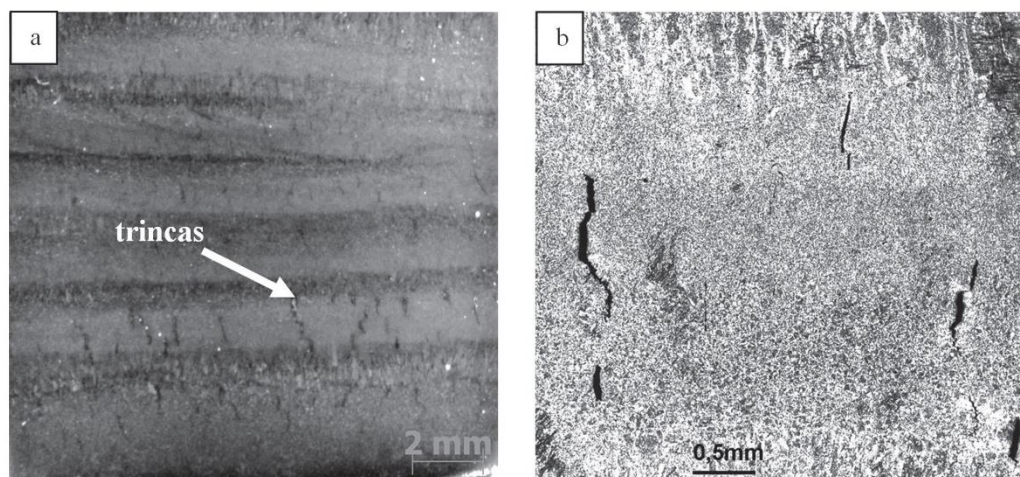


Figura 35: Exemplo de trincas transversais em corte longitudinal no metal de solda molhada [57]

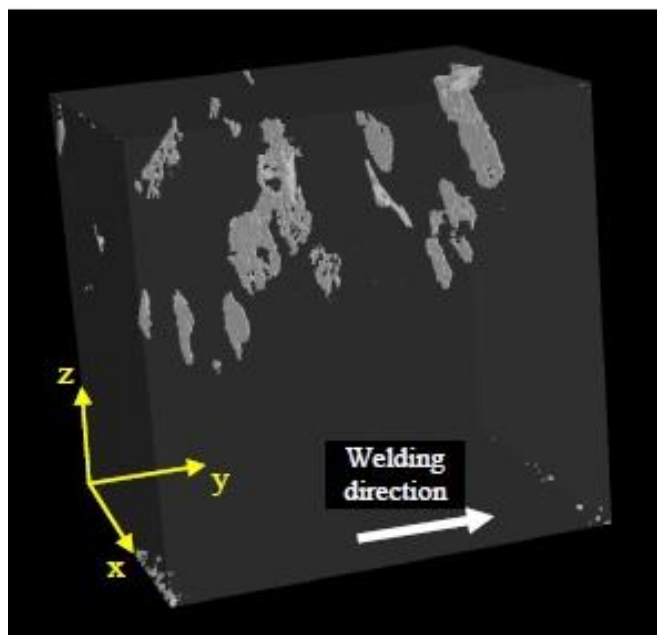


Figura 36: Modelo 3D de trincas em metal de solda molhada [54]

Os tipos de trincas que podem ocorrer na junta soldada são (Figura 37) [56,58]:

- (1) Trinca sob cordão
- (2) Trincas na raiz
- (3) Trincas na margem
- (4) Trincas transversais

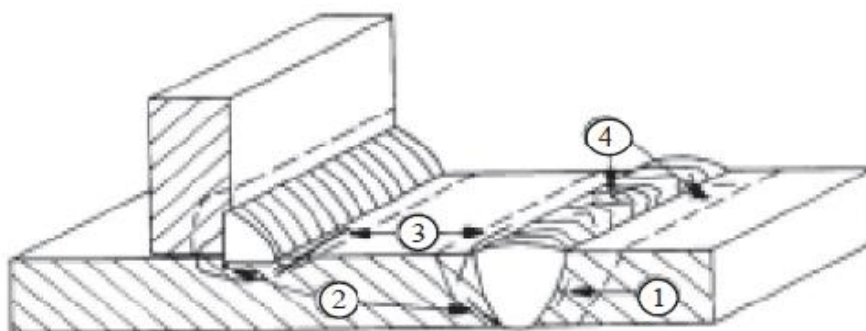


Figura 37: Classificação das trincas pela localização no cordão de solda

Nesta tese serão apresentados apenas resultados para trincas transversais.

2.4.3.3. Inclusões Não Metálicas

As inclusões não metálicas são partículas formadas por óxidos, silicatos ou oxi-sulfetos que se encontram dispersas no metal de solda. Elas podem alterar as propriedades do aço dependendo da quantidade, do tamanho, da morfologia e de

sua composição química. Estas inclusões surgem através da reação do oxigênio com alguns elementos presentes e dissolvidos no metal de solda líquido. Estes elementos (que podem ser Mn, Si e Al) também podem ter a função de desoxidantes, isto é, reagindo com o oxigênio dissolvido e formando os respectivos óxidos, evitando com isso a reação do oxigênio com o carbono e, conseqüentemente, o surgimento de gases que são responsáveis por porosidades e bolhas [59].

As inclusões podem ser classificadas de acordo com a origem (exógenas e endógenas) e de acordo com a composição química (metálicas e não metálicas). As exógenas são de origem externa, resultado da entrada de escória na solda, da erosão mecânica e de reações químicas. Já as endógenas são de origem interna, derivadas de reações químicas, transformações e precipitações que acontecem dentro do metal de solda. As metálicas são formadas por um único elemento, e as não metálicas são formadas por um composto químico (óxidos, sulfetos, fosfetos, nitretos e carbonetos) [59].

Mesmo sendo consideradas como defeitos, as inclusões podem ser desejáveis no metal de solda, proporcionando melhorias na usinabilidade e evitando o crescimento de grãos. A Figura 38 mostra uma imagem de microscopia ótica do metal de solda molhada com inclusões de diferentes tamanhos [60]. Estudos anteriores comprovaram também que as inclusões podem influenciar na nucleação da ferrita acicular, uma das principais microestruturas responsáveis pelo elevado nível de tenacidade e resistência mecânica no metal de solda [61, 62, 63].

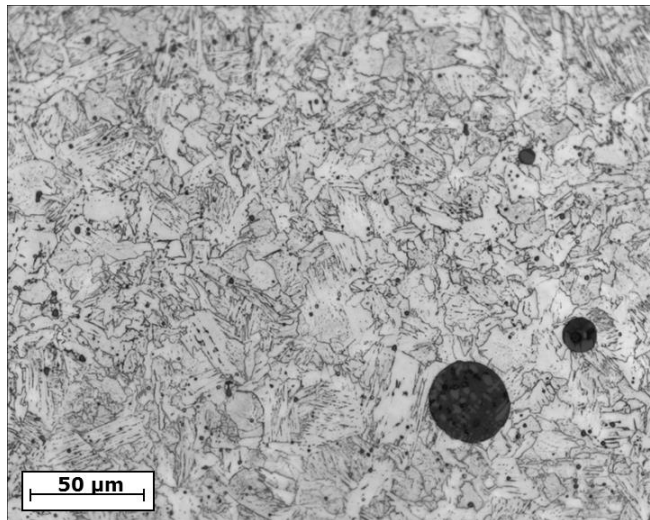


Figura 38: Inclusões em metal de solda molhada [60]

3

Materiais e Métodos

O desenvolvimento experimental desta tese se baseia em três etapas. Primeiro, o processo de soldagem molhada; segundo, a obtenção das imagens através dos processos de MicroTC (por tubo de raios-X e síncrotron) e por FIB-SEM e, por último, a reconstrução, processamento das imagens e a quantificação dos objetos. O detalhamento de cada etapa está relatado a seguir.

3.1. Soldagem Molhada

Foram utilizados eletrodos de revestimento rutilico, em diferentes condições, que resultaram em metais de solda com as composições químicas apresentadas na Tabela 3. Os eletrodos utilizados por esta pesquisa foram eletrodos rutilicos comerciais. Sua alma é de um aço baixo carbono, com diâmetro de 3,25 mm e comprimento de 35 mm. As chapas usadas foram de aço ASTM A-36 com dimensões de 150 x 280 mm e espessura de 16 mm (Figura 39). Com estes eletrodos foram soldadas juntas de topo com chanfro V de 45°. Destas juntas, os corpos de prova foram retirados para serem analisados por MicroTC e FIB-SEM.

Tabela 3: Composição química do metal de solda (% em massa)

	Mn	Si	O	P	S	C	Ni	Mo
1N	0,609	0,370	0,079	0,025	0,008	0,075	0,036	0,44
1W	0,338	0,193	0,11	0,0235	0,007	0,0953	0,0264	0,0025
3W	0,4	0,238	0,259	0,014	0,006	0,066	0,034	0,005
5W	0,29	0,175	0,221	0,015	0,006	0,142	0,034	0,003

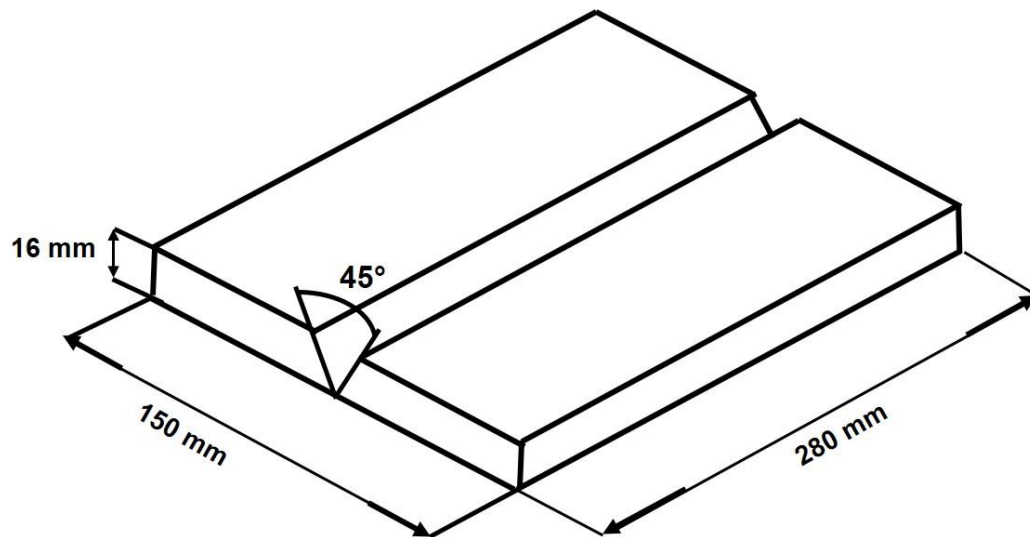


Figura 39: Chapa de aço ASTM A-36

A soldagem foi realizada no laboratório de soldagem da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Para a realização deste processo foi utilizada uma fonte eletrônica – LINCON ELETRIC, modelo POWER WAVE 450. As soldas foram feitas em água doce, por arraste, na posição plana, em polaridade direta, com inclinação do eletrodo de 60° e corrente na faixa de 150 a 170 A. Os números de passes depositados para a elaboração da solda foram de 12 a 14. O dispositivo de soldagem por gravidade foi inserido dentro do simulador hiperbárico para realização das soldas em pressões acima da ambiente (Figura 40).

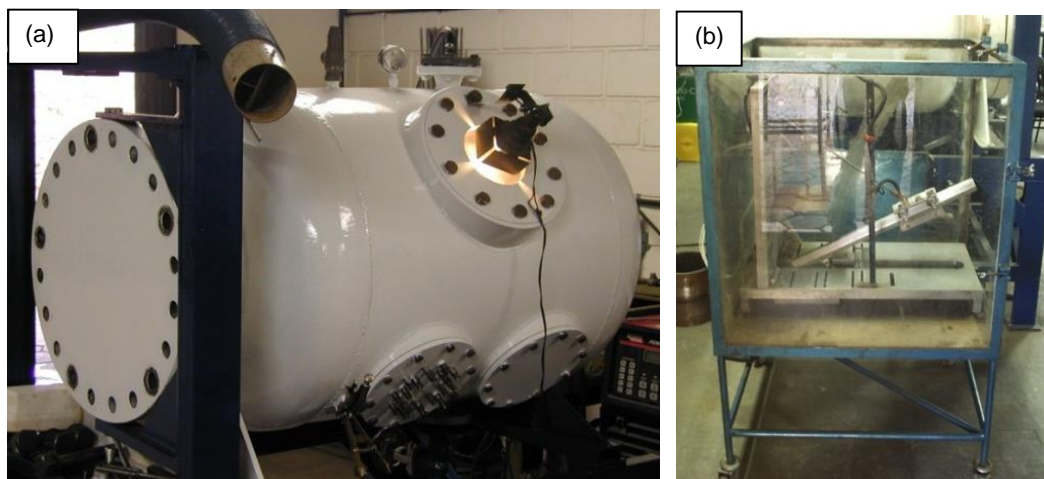


Figura 40: a) Simulador de soldagem hiperbárica e b) Sistema de soldagem por gravidade operando em pequenas profundidades.

3.2. Corpos de Prova

Para esta pesquisa foram utilizados, ao todo, sete corpos de prova de diversos formatos e composição química. A Tabela 4 sumariza as principais características das amostras, o tipo de defeito que se busca visualizar, e a técnica experimental utilizada em cada caso.

Tabela 4: Amostras, defeitos e técnicas experimentais utilizadas

Amostra	Código	Profundidade de Soldagem (m)	Defeito	Formato da amostra	Dimensões (mm)	Técnica
1	3W1	10	Poros	Cilindro	3,5x5 (DxH)	MicroTC
2	5W1	20	Poros	Cilindro	3x5 (DxH)	MicroTC
3	5W1	20	Poros	Cilindro	4x5 (DxH)	MicroTC
4	1N1	0,5	Trincas	Prisma	4x4x10	MicroTC
5	1W1	0,5	Trincas	Corpo de Tração	Variável	MicroTC
6	1W1	0,5	Inclusões	Cilindro	0,25x0,5 (DxH)	MicroTC Sincrotron
7	1W1	0,5	Inclusões	Chapa	*	FIB-SEM

* - área efetivamente observada de $\approx 30 \times 15 \mu\text{m}$

Os principais parâmetros utilizados para a escolha destas amostras foram o tipo de revestimento do eletrodo de soldagem (rutílico) e a profundidade de soldagem. O revestimento rutílico eleva a susceptibilidade à fissuração pelo hidrogênio difusível, que chega a atingir concentrações de, aproximadamente, 90ml/100g. A variação da profundidade de soldagem, e também do hidrogênio dissolvido no metal de solda, leva a uma variação de porosidade [64]. Como esta tese propõe-se um estudo da metodologia de análise 3D destes defeitos, isso justifica a escolha de deste tipo de eletrodo.

3.2.1. Observação de Poros

Visando a observação de poros, três amostras cilíndricas (de números 1, 2 e 3) foram retiradas de pedaços de metal de solda com dimensões de, aproximadamente, 1 x 1 x 1 cm. As amostras cilíndricas 1, 2 e 3 possuem dimensões de, respectivamente, 3,5 x 5 mm, 3 x 5 mm e 4 x 5 mm (Figura 41).

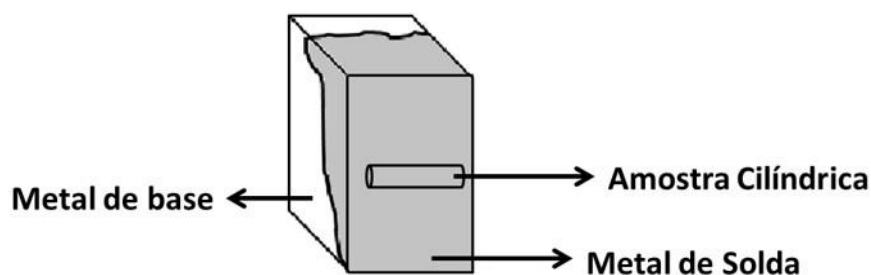


Figura 41: Amostras cilíndricas

3.2.2. Observação de Trincas

A análise de trincas foi realizada em duas amostras com características bastante distintas e complementares.

A amostra 4 tinha a forma de um pequeno prisma de 4 x 4 x 10 mm, retirado da região soldada. Estas dimensões foram otimizadas para permitir atingir maior resolução espacial em um dos experimentos de microTC.

Já a amostra 5 foi preparada para um experimento mais sofisticado, visando avaliar os limites de detecção de trincas por microTC. Para isso uma amostra mais extensa do metal de solda, já contendo trincas, foi retirada e usinada na forma de um corpo de prova para ensaio de tração uniaxial. Uma fotografia da peça é apresentada na Figura 42, e suas dimensões originais estão detalhadas na Figura 43.

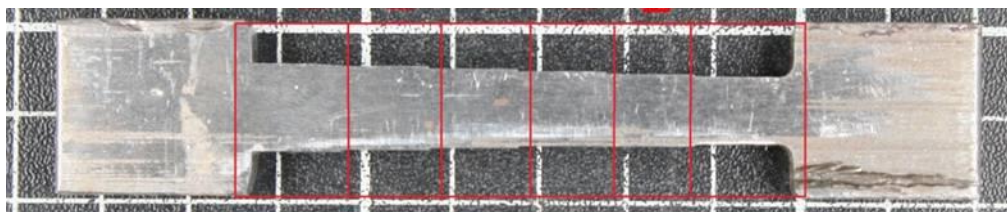


Figura 42: Corpo de prova para o ensaio de tração

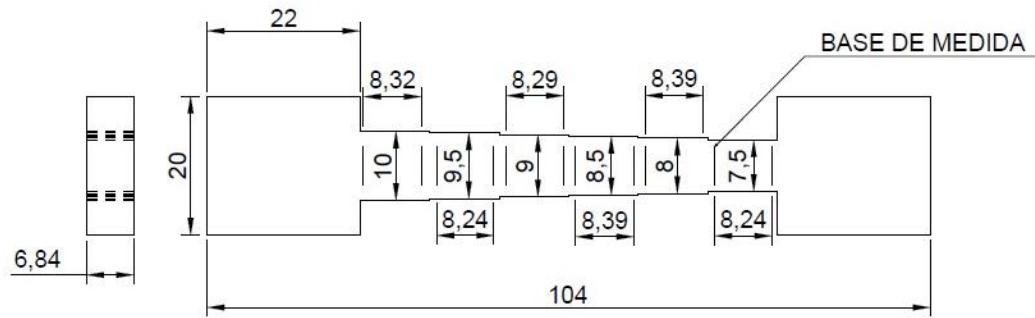


Figura 43: Dimensões do corpo de prova antes do ensaio de tração (em mm)

A amostra foi usinada de forma a ter 5 regiões com larguras distintas (entre 10 e 7,5 mm, em intervalos de 0,5 mm). A ideia foi criar regiões que sofreriam diferentes tensões e deformações durante o ensaio, de forma que as trincas fechadas previamente presentes passassem a ter aberturas diferentes nas várias seções – quanto mais estreita a seção maior seria a abertura das trincas. A peça foi tomografada antes do ensaio de tração. A amostra foi deslocada verticalmente dentro do tomógrafo para obter imagens das diversas seções.

Após o ensaio de tração, o corpo de prova apresentou as medidas mostradas na Figura 44. As seções foram nomeadas A, B, C, D, E e F. As cargas e o alongamento obtidos pelo ensaio de tração estão apresentados na Tabela 5. Apesar da inconsistência na medida de deformação da seção C, onde apresentou um valor que não segue a sequência crescente em relação à crescente tensão aplicada a cada seção, o comportamento geral foi o esperado. Em seguida, a peça inteira foi novamente tomografada.

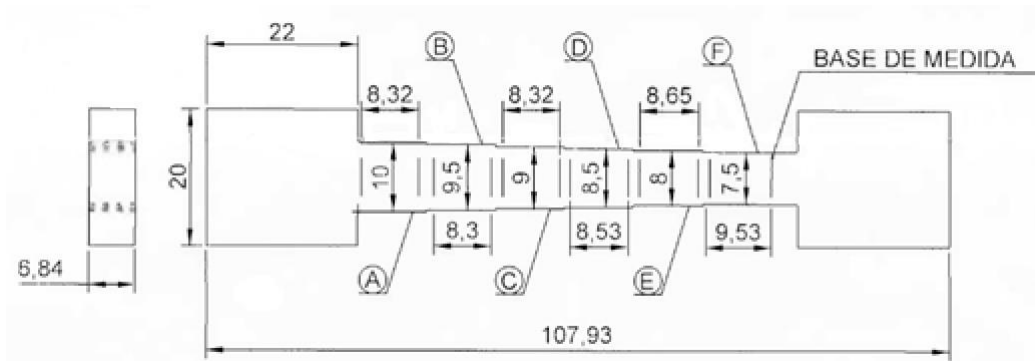


Figura 44: Corpo de prova depois do ensaio de tração

Tabela 5: Medidas de tensão e deformação obtidas no ensaio de tração

Seção	σ (Mpa)	ε (%)
A	374,98	0,00
B	394,72	0,72
C	416,65	0,36
D	441,15	1,66
E	468,73	3,09
F	499,98	15,65

3.2.3. Observação de Inclusões

A amostra 6 também foi retirada de um bloco de metal de solda. Depois de obter o formato cilíndrico, esta amostra foi polida manualmente para alcançar um diâmetro bem pequeno, para que fosse possível a análise de tomografia no síncrotron. O formato cônico foi causado pelo polimento manual, e não comprometeu as análises subsequentes.

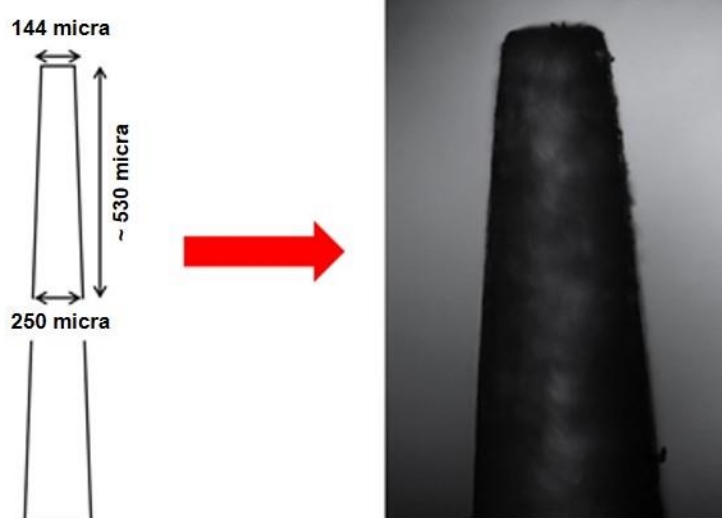


Figura 45: Geometria da amostra 6

A amostra 7, para análise por FIB-SEM, também foi retirada de um bloco de metal de solda. Deste metal de solda, foi usinada uma fina placa, como mostra a Figura 46, para a análise. O volume efetivamente observado foi de 30 x 14 x 9 μm .

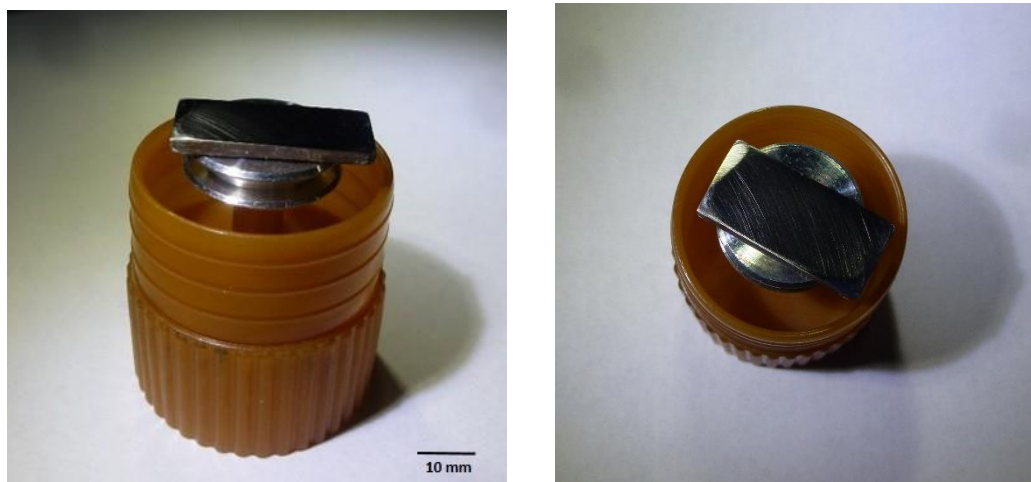


Figura 46: Amostra para a análise das inclusões através do FIB-SEM

3.3. Microtomografia Computadorizada por Raios-X

Nesta etapa as projeções das amostras foram adquiridas. O processo de microTC foi realizado em quatro equipamentos distintos: Arizona State University (ASU - EUA), Advanced Photon Source (APS Chicago - EUA), GE Phoenix v|tome|x (Aalen University - Alemanha) e XRadia MicroXCT 200, (Califórnia - EUA). As tabelas 6 a 9, a seguir, listam as diferentes condições de aquisição.

Tabela 6: Condições de aquisição – ASU – Observação de Poros

Condições	Amostras		
	1	2	3
Nº de projeções	721	721	721
Voltagem (kV)	150	140	150
Corrente (uA)	100	30	30
Potência (W)	4,5	3,8	4,5
Distância detector-amostra (mm)	43,47	35,9	49,94
Tempo de exposição (s)	40	60	40
Tempo total (h)	9,45	12	8,5
Tamanho do pixel (μm)	3,8	3,2	4
<i>Binning</i>	2	2	2
Cintilador (μm LAG)	50	50	50
Ângulo inicial	0	0	0
Ângulo final	180	180	180
Intervalo angular	0,25	0,25	0,25

Tabela 7: Condições de aquisição – XRadia MicroXCT 200 – Observação de Trincas

Condições	Amostra 4	
	Alta Resolução	Baixa Resolução
Objetiva	4X	4X
Fonte (kV/W)	150/10	150/10
Tamanho do pixel (μm)	2,17	4,3
Ângulo inicial e final	-180/180	-180/180
Número de projeções	3000	2000
Tempo por projeção (s)	15	4
Tempo total de aquisição (h)	14,5	3,3

Tabela 8: Condições de aquisição - GE Phoenix v|tome|x - Observação de Trincas

Condições	Amostra 5
Tubo de raio-X	Nanofocus
Magnificação	14,1x
Tamanho do pixel (μm)	9,00

Tabela 9: Condições de aquisição - Síncrotron APS Chicago - Observação de Inclusões

Condições	Amostra 6
Número de projeções	1441
Energia do Raio X (KeV)	27,2
Distância amostra-detector (mm)	30
Tempo de exposição (ms)	300
Tempo total (m)	20,5
Lente objetiva	10x
Tamanho do pixel (μm)	0,74
Cintilador	100 μm LAG
Ângulo de início	0
Ângulo final	180
Intervalo angular	0,12

3.4. FIB-SEM

Estas análises foram realizadas no laboratório de Microscopia (Labmi) do Instituto Nacional de Metrologia (INMETRO). O sistema utilizado foi o *Dual Beam*, modelo Nova Nanolab 600, fabricado pela FEI.

As imagens foram obtidas com o feixe de elétrons, enquanto o feixe de íons foi utilizado para desbastar a amostra. O sinal gerado no MEV foi o de elétrons secundários. A Tabela 10 mostra as condições de aquisição das imagens.

Tabela 10: Condições de aquisição FIB-SEM (INMETRO)

Condições	Amostra 7
Tamanho do pixel x-y (nm)	4,85
Espaçamento z (nm)	46
<i>Beam Dwell Time</i> (s)	3×10^{-7}
Magnificação	30.000x
Voltagem (kV)	2
Resolução (pixel)	2048 x 1768
Corrente (nA)	0,84
Número de imagens	196
Tempo de aquisição total (h)	~ 5

3.5. Técnicas de Microscopia Complementares

Para validar alguns resultados, foi necessária a utilização de Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os microscópios utilizados foram: Para microscopia ótica: AxioImager M2m da Zeiss (Laboratório de Microscopia Digital – LMD, PUC-Rio) e para microscopia eletrônica: JSM – 6510LV da Jeol (Laboratório de Microscopia Eletrônica – LME, PUC-Rio).

3.6. Reconstrução 3D, Processamento e Análise de Imagens

As diversas projeções de MicroTC devem ser processadas por um algoritmo de reconstrução para que as imagens de camadas sejam obtidas. Este é um procedimento padrão em softwares acoplados aos equipamentos de microtomografia. O software de reconstrução utilizado nas imagens produzidas na ASU foi o MATLAB e o algoritmo de reconstrução foi o FDK (Feldkamp-Davis-Kress) Fourier Backprojection. Já nas imagens adquiridas pela Aalen University, o algoritmo de reconstrução usado foi baseado na Transformada de Radon.

As imagens geradas por FIB-SEM já correspondem a imagens “reais” (não sendo projeções), mas exigem uma etapa de alinhamento antes do processamento.

Uma vez obtidas pilhas de imagens alinhadas, por qualquer uma das técnicas, segue-se a etapa de processamento de imagens. Esta etapa é normalmente constituída por passos de pré-processamento para redução de ruído,

segmentação para discriminação dos defeitos e pós-processamento para eliminação de objetos espúrios. Em seguida, modelos são gerados para visualização em 3D.

Finalmente, realiza-se a etapa de análise e quantificação dos objetos, na qual diversos parâmetros são obtidos tais como: quantidade de defeitos por unidade de volume, volume e área de superfície de cada defeito, forma e alinhamento.

As etapas de pré-processamento, segmentação e pós-processamento foram basicamente as mesmas para todas as pilhas de imagens de MicroTC, isto é, as ferramentas utilizadas foram similares. Somente alguns parâmetros foram variados por causa das características particulares de cada pilha de imagens. O principal software utilizado para o processamento foi o FIJI/ImageJ.

Durante o processamento destas imagens foram usadas tanto funções 2D, que atuam sobre camadas da pilha, quanto 3D, que atua sobre o volume da amostra.

3.6.1. Aquisição de Imagens

Duas técnicas foram utilizadas para a aquisição das imagens, ilustradas na Figura 47e na Figura 48, como referência visual para as etapas posteriores.

- MicroTC:

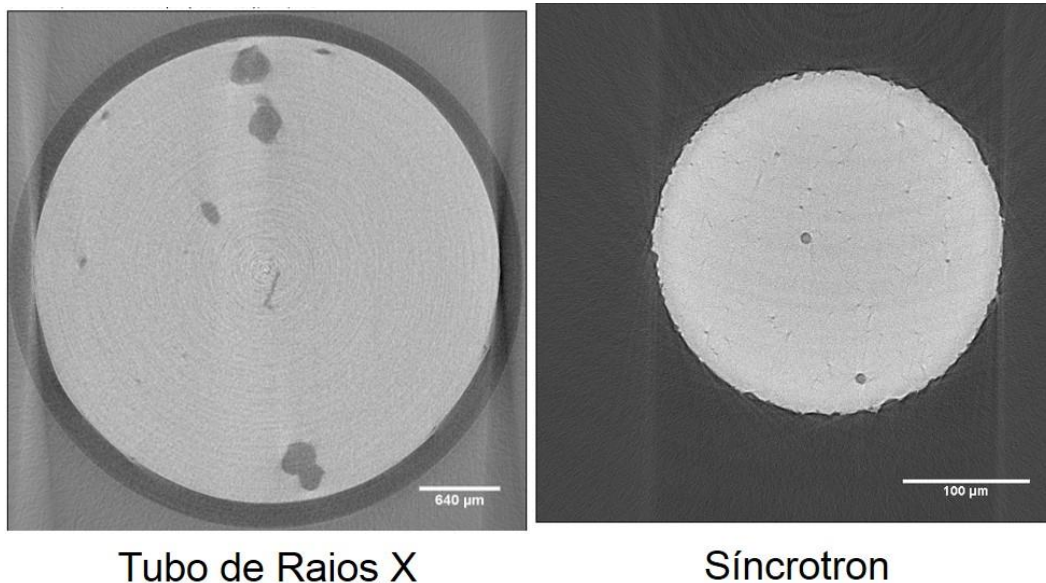


Figura 47: Exemplos de imagens adquiridas por microtomografias por tubo de raios-X e síncrotron

- FIB-SEM:

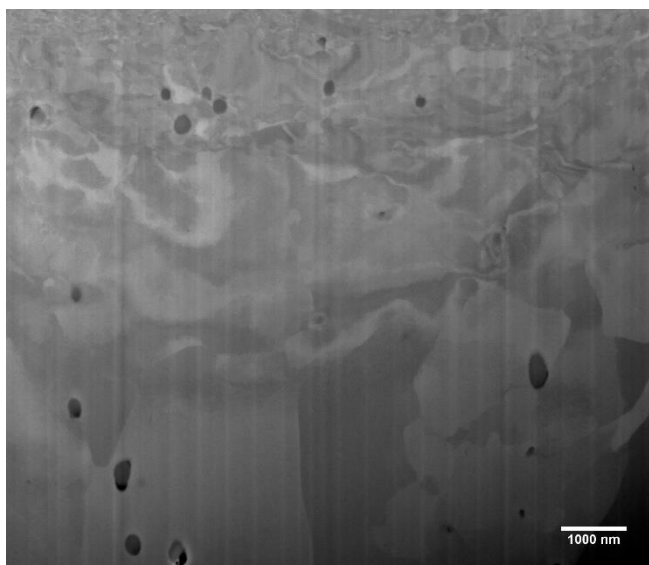


Figura 48: Imagem de inclusões produzidas pelo FIB-SEM

3.6.2. Pré-Processamento

O pré-processamento se inicia com os filtros *Sigma*, *Gaussian Blur 3D* ou *Anisotropic Diffusion 2D*, com a finalidade de reduzir o ruído presente na imagem. Após a filtragem, os passos seguintes foram o alinhamento das camadas (no caso do FIB-SEM) através do *Linear Stack Alignment with SIFT* e a correção de iluminação de fundo.

O *Linear Stack Alignment with SIFT* – FIJI/ImageJ é um algoritmo que tem a função de alinhar imagens. Ele localiza os pontos homólogos entre as imagens que não estão alinhadas para que, em seguida, possa ordená-las precisamente [65].

- Filtros:

O Filtro *Sigma* é um filtro passa-baixa que só inclui no cálculo da média de uma dada vizinhança os pixels cujas intensidades sejam próximas do valor médio da vizinhança como um todo. Existem dois parâmetros que podem ser alterados: o tamanho, que representa o tamanho da vizinhança de análise, e o *Sigma*, valor máximo de desvio em torno da média abaixo do qual um pixel é incluído no cálculo. Em resumo, o filtro *Sigma* reduz o ruído preservando os detalhes da imagem [66]. No FIJI/ImageJ, este filtro só está disponível em 2D, de forma que ele deve ser aplicado a cada camada da pilha de imagens. A Figura 49 mostra um exemplo de aplicação do filtro.

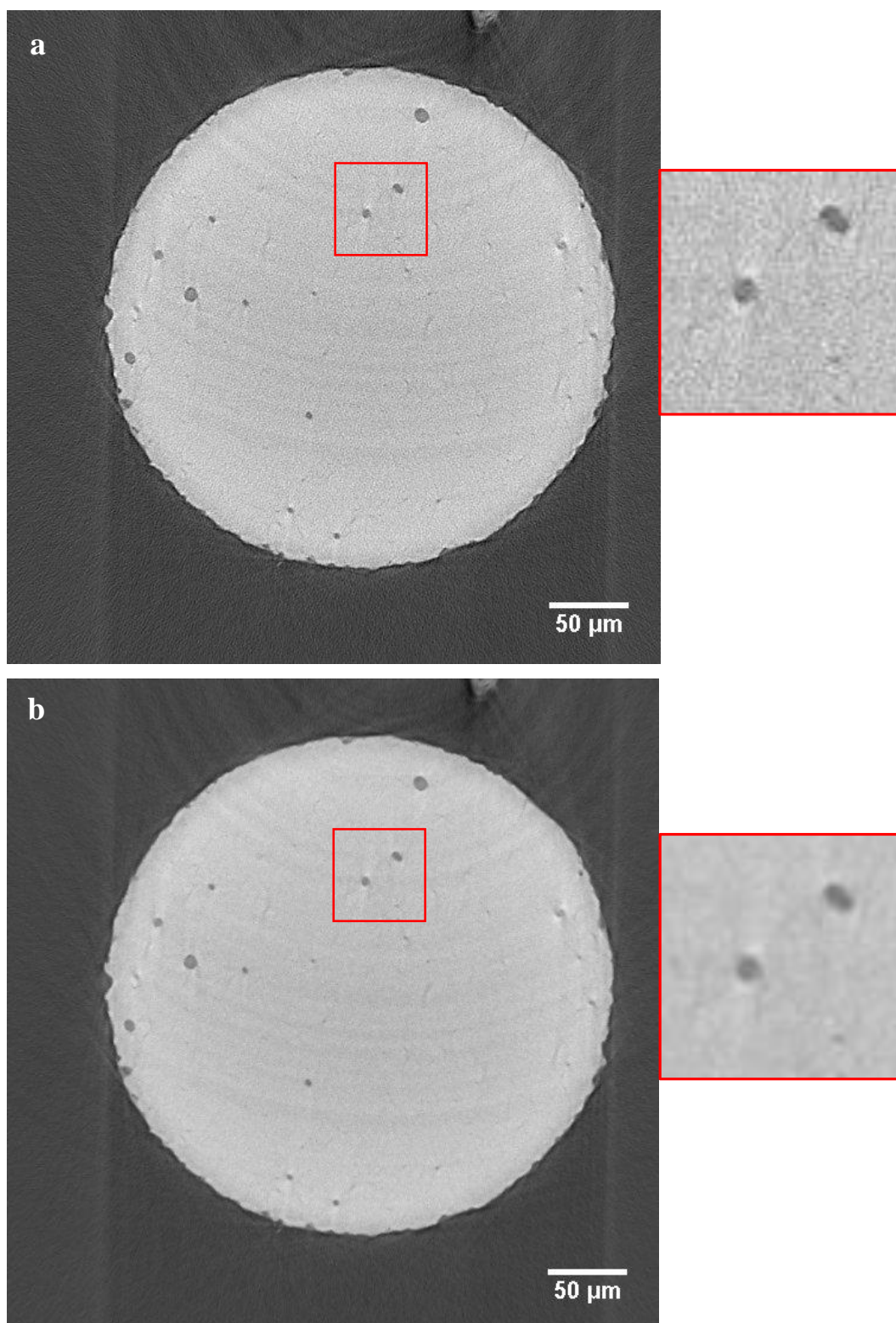


Figura 49: Exemplo do filtro *Sigma* 2x2.

a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.

O *Gaussian Blur 3D* é um tipo de filtro passa-baixa que borra a imagem usando um *kernel* com pesos que aproximam uma função gaussiana, neste caso nas 3 direções. Este filtro é muito usado para reduzir ruído, porém ele também reduz pequenos detalhes da imagem. É possível controlar o valor de *Sigma* (o desvio padrão da Gaussiana) nos eixos x, y e z. Como este filtro preserva pouco os detalhes da imagem, mas em contra partida é um filtro 3D, ele foi usado nas imagens onde os objetos de interesse são grandes (da ordem de centenas de micra), sendo neste caso, os poros presentes no metal de solda. A Figura 50 ilustra a aplicação do filtro.

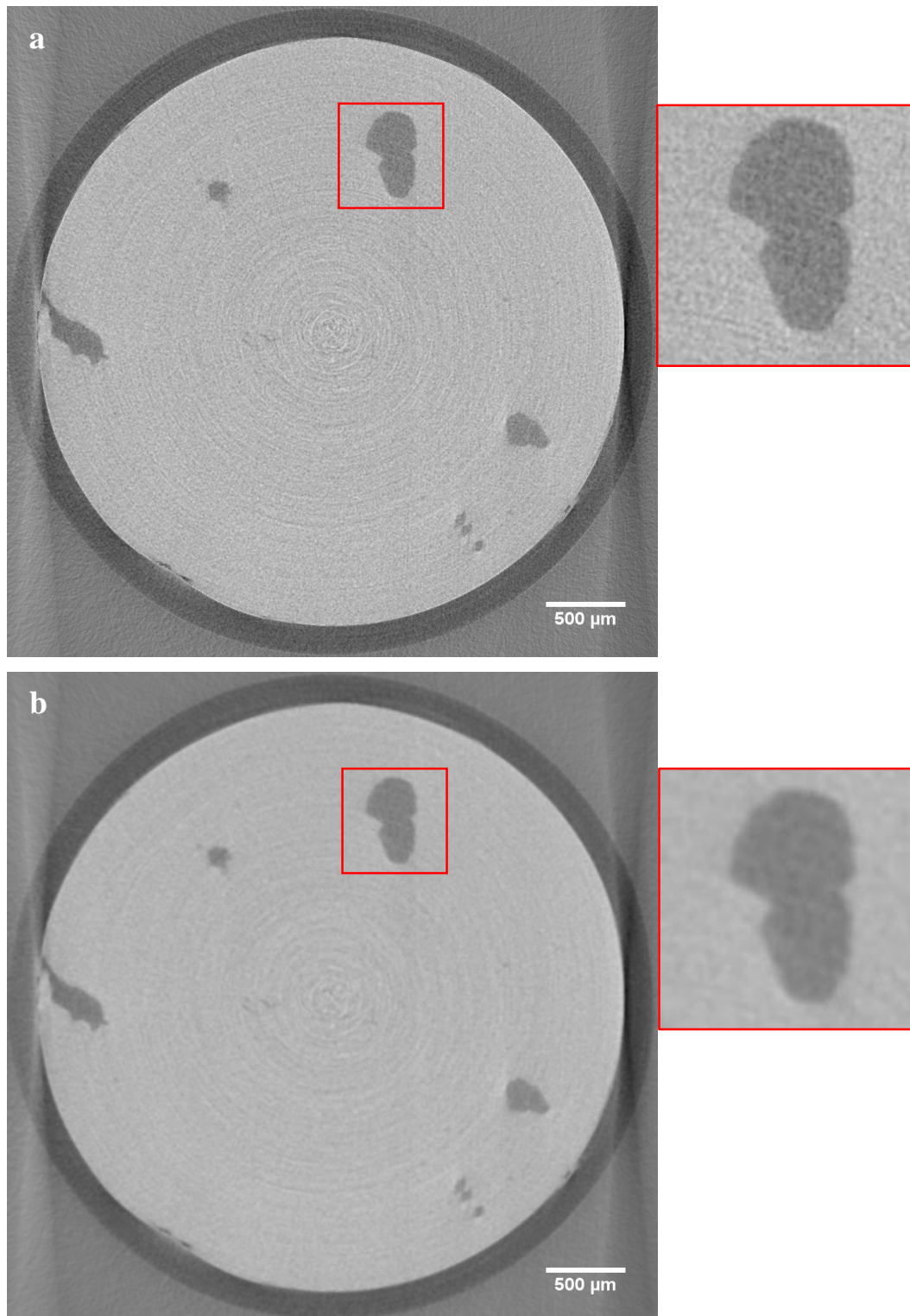


Figura 50: Exemplo do filtro *Gaussian Blur 3D*. Valor do *Sigma* igual a 2
a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.

O filtro *Anisotropic Diffusion 2D* [67] também é uma ótima ferramenta para reduzir ruídos sem remover os detalhes, que podem ser bordas, linhas ou outras particularidades que são importantes para a interpretação das imagens digitais.

Existem vários parâmetros (Figura 51) que podem ser ajustados de acordo com a imagem que será filtrada. Trata-se de um filtro complexo, cuja descrição detalhada está além do escopo desta tese. No entanto, os valores padrões sugeridos na interface do filtro oferecem bons resultados, sendo necessário apenas estabelecer o número mínimo de iterações que ofereça um resultado adequado.

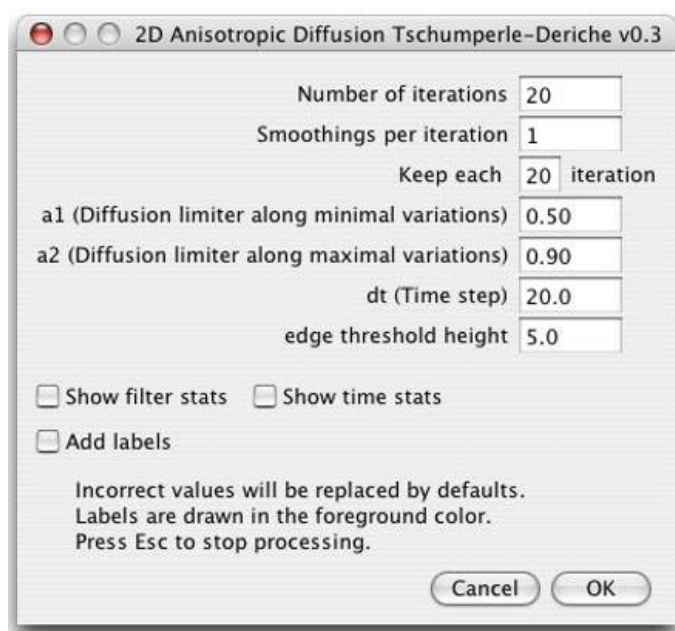


Figura 51: Janela de comando do filtro *Anisotropic Diffusion 2D*

O Filtro *Anisotropic Diffusion 2D* é bastante exigente do ponto de vista computacional. Sua aplicação a uma pilha típica contendo centenas de imagens pode demorar várias horas em computador com processador da família i7. Por isto, só deve ser aplicado quando os demais filtros não oferecem bons resultados.

Dentre as diversas imagens processadas, aquelas que contêm trincas são as mais difíceis de processar, dada pequena espessura destas descontinuidades. A Figura 52 ilustra a aplicação do filtro, com os parâmetros apresentados na Figura 51, a uma imagem de MicroTC de solda contendo trincas.

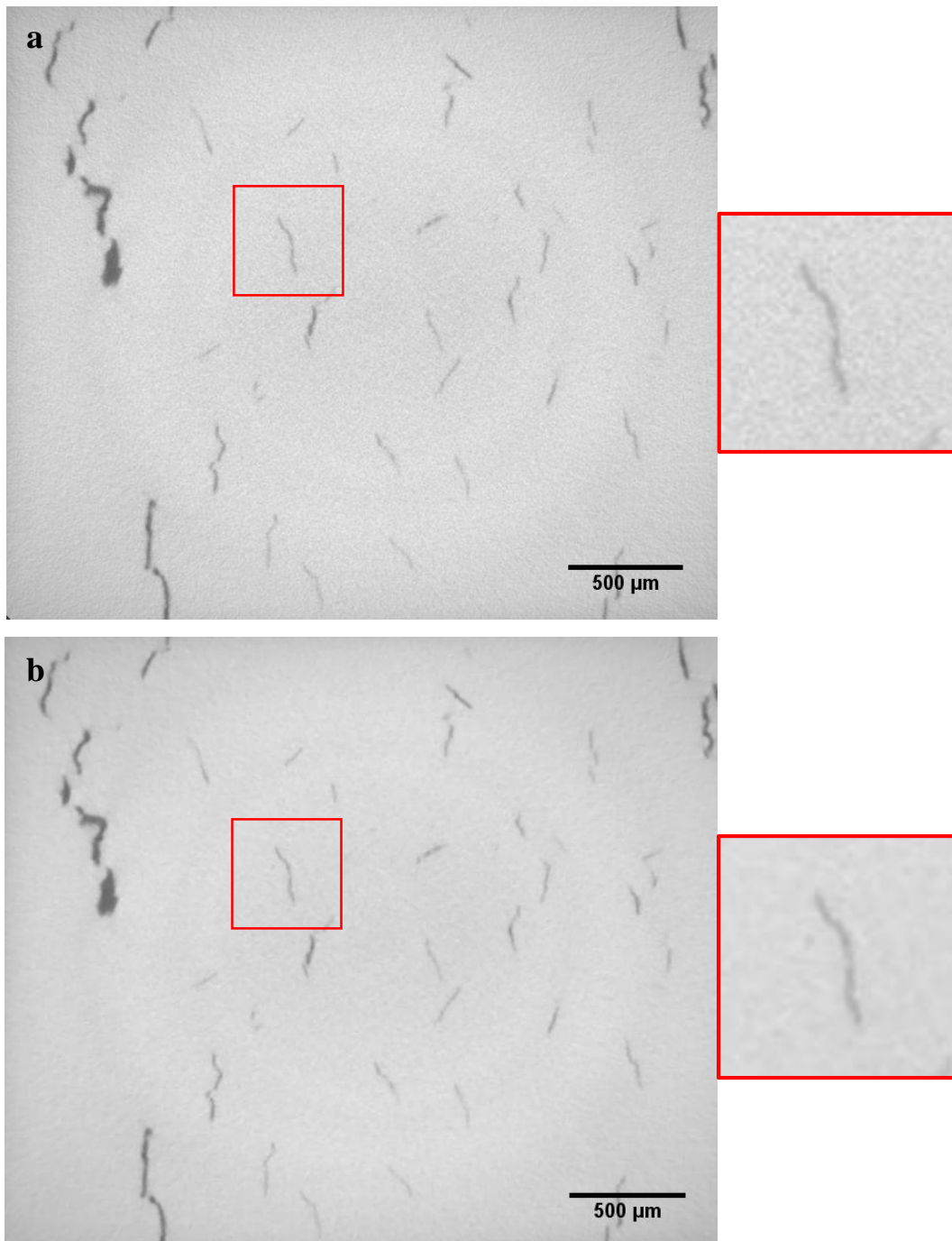


Figura 52: Exemplo do filtro *Anisotropic Diffusion 2D* (parâmetros padrão conforme a Figura 51). a) Imagem original e recorte ampliado, b) Imagem filtrada e recorte ampliado.

- Correção de iluminação de fundo

Neste trabalho foram utilizados dois tipos de correção de fundo: Subtração de da imagem filtrada com passa-baixa (que denominaremos *Low Pass*) e *Rolling Ball* [68]. A seguir, cada método será explicado e exemplificado.

A subtração por *Low Pass* funciona da seguinte forma: sobre a imagem irregular, aplica-se o filtro *Low Pass* com o *kernel* bem grande, diversas vezes, até que os objetos fiquem completamente borrados, mas o fundo irregular seja preservado. Depois, subtrai o resultado da imagem irregular original, obtendo uma imagem com o fundo corrigido. A Figura 53 e a Figura 54 mostram um exemplo de aplicação deste filtro em duas imagens.

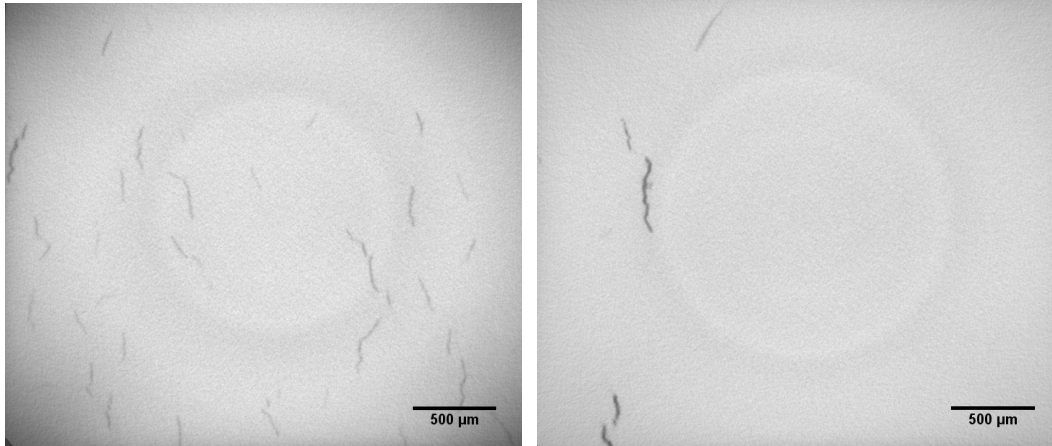


Figura 53: Imagens originais com fundo irregular

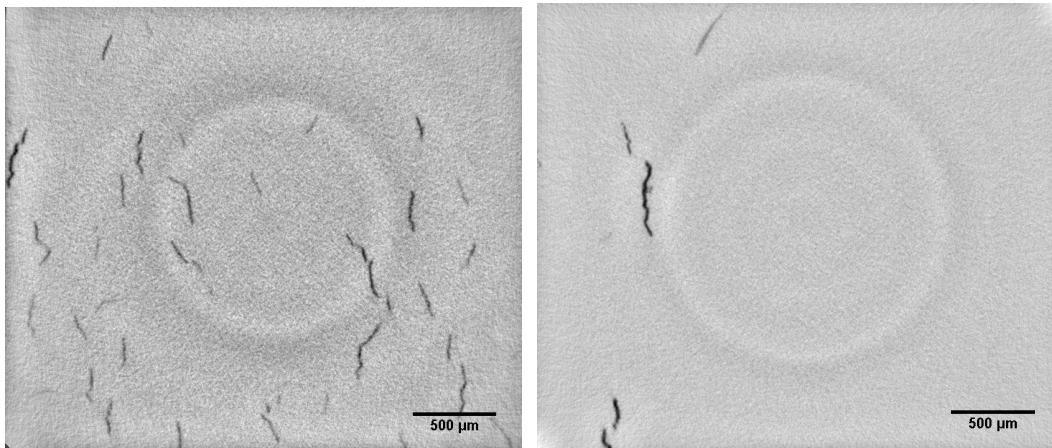


Figura 54: Imagens da Figura 53 após correção por subtração do *Low Pass*

O *Rolling Ball* [68] é um algoritmo utilizado para corrigir iluminação de fundo das imagens. Um valor de fundo local é determinado para cada pixel através de uma média de um círculo em torno do pixel. Em seguida, este valor é subtraído da imagem original, esperando que as grandes variações espaciais de intensidade de fundo possam ser removidas. O raio deve ser ajustado para, pelo menos, o maior objeto que não faça parte do fundo.

Esta ferramenta foi usada devido a parte escura ao redor da amostra. Esta área escura é proveniente do zoom ótico do microtomógrafo. Foram experimentados os métodos mais tradicionais de correção, porém as imagens não apresentaram um bom resultado, gerando um grande anel escuro ao redor da área de interesse. Com isso, o método *Rolling Ball* foi o que mais se aproximou de um bom resultado. A Figura 55 mostra um exemplo de aplicação deste filtro.

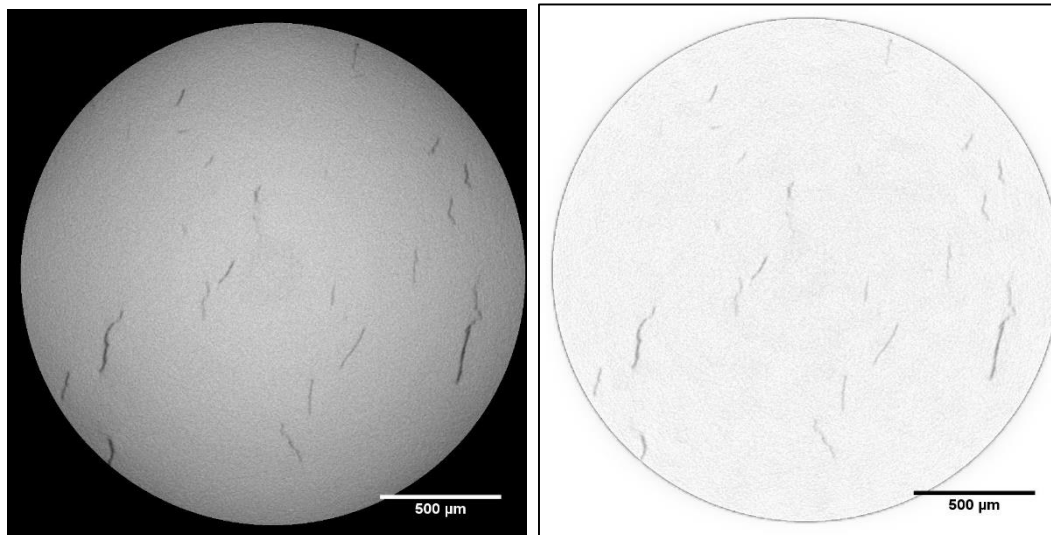


Figura 55: Imagem com fundo irregular e imagem corrigida com *Rolling Ball*

3.6.3. Segmentação

Uma vez reduzido o ruído e corrigidos os problemas de iluminação, os objetos de interesse (poros, trincas ou inclusões) devem ser discriminados na etapa de segmentação.

Como se sabe, a segmentação é quase sempre a etapa mais complexa do processamento de imagens e também pode ser a etapa mais longa, podendo levar de 1 a seis meses de trabalho. Seus resultados são fortemente dependentes da complexidade da imagem, da presença de ruído e de problemas de iluminação. No caso de imagens 3D esta complexidade é ainda maior já que um grande número de imagens (das camadas) deve ser segmentada e estas imagens podem apresentar variações de brilho e contraste entre si, além dos demais defeitos.

O software predominantemente utilizado nesta tese, o FIJI/ImageJ, oferece diversos métodos de segmentação baseados em limiar (*threshold*). É possível

escolher os limiares de forma manual ou utilizar um dos 16 métodos automáticos, que se baseiam na análise do histograma [69].

Considerando a variabilidade entre camadas, raramente foi possível encontrar um valor fixo de limiar para todas as camadas de cada uma das diversas pilhas. Diversos enfoques foram testados para reduzir a variabilidade entre camadas. O método mais comum – normalizar todas as imagens subtraindo a intensidade média e dividindo pelo desvio padrão das intensidades – foi testado, mas não deu bons resultados.

Por outro lado, os métodos automáticos baseados na análise do histograma podem, em princípio, se adaptar a variações, já que o limiar é recalculado para cada camada em função de seu histograma. No entanto as características das imagens, especialmente as de MicroTC prejudicaram este enfoque. Os objetos de interesse – trincas, poros e inclusões – correspondem a pequenas regiões escuras em um amplo fundo claro. Além disso, estes objetos não estavam presentes em todas as camadas. Assim, a análise automática dos histogramas se mostrou instável e nenhum dos 16 métodos disponíveis apresentou resultados consistentes.

Buscou-se implementar uma rotina que iniciasse com limiares automáticos e os alterasse para aproximá-los da escolha ótima realizada pelo operador em algumas camadas de referência. Ainda assim, os resultados não se mostraram adequados.

Assim, finalmente, optou-se por escolher um limiar manual fixo para todas as camadas de cada pilha de imagens, ainda que isto gerasse erros de segmentação. O limiar de cada pilha foi escolhido de forma a detectar a grande maioria dos objetos de interesse, ainda que isto implicasse em selecionar também regiões de ruído. Como será visto na próxima seção, estes defeitos foram parcialmente tratados na etapa de pós-processamento.

A Figura 56 ilustra esta situação para duas camadas de uma pilha. O uso de um limiar fixo (143) implica em super-segmentação com inclusão de ruído em uma camada e uma leve sub-segmentação em outra camada.

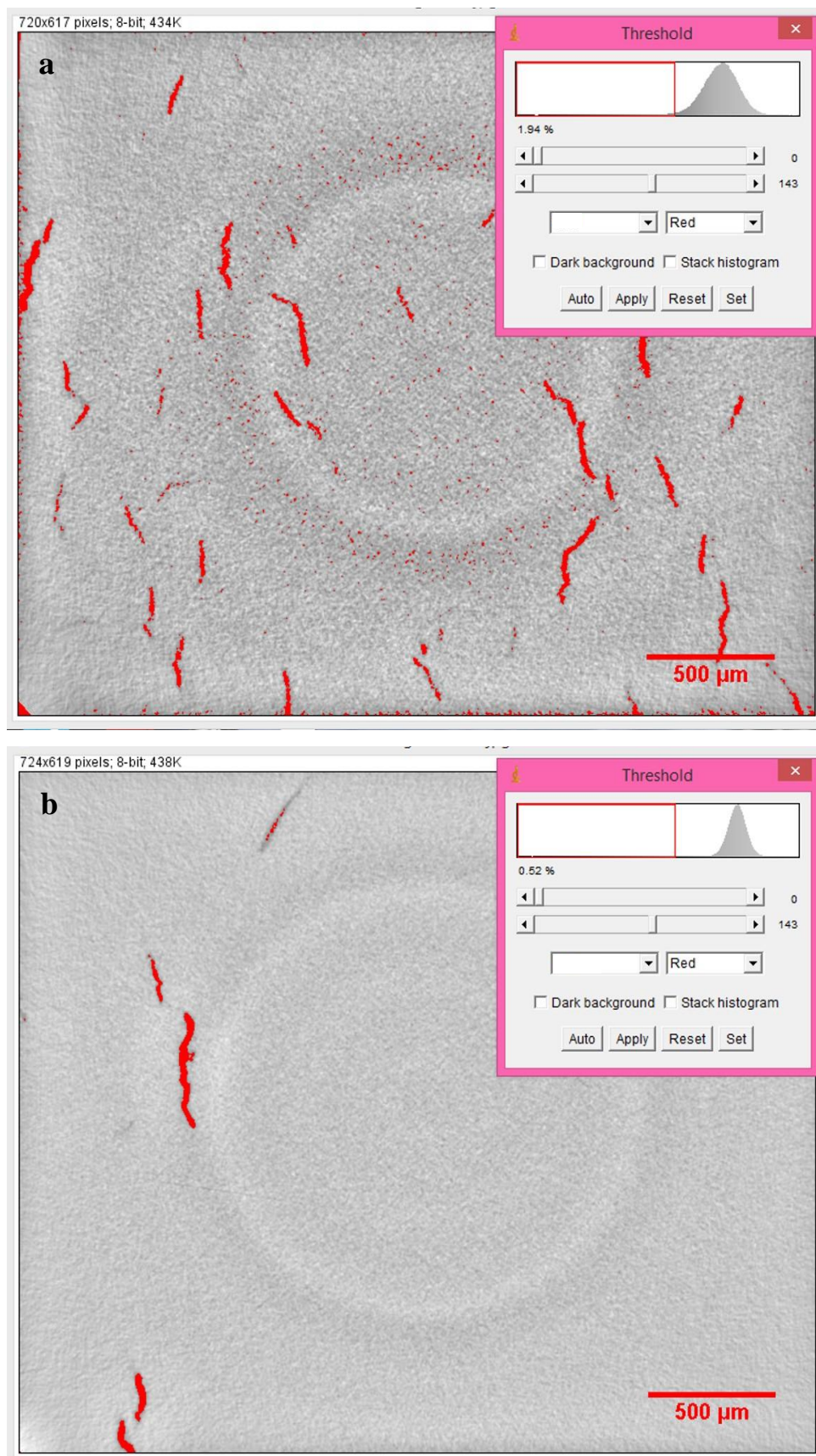


Figura 56: Exemplos escolha manual de limiar (143). Imagens binárias superpostas em imagens pré-segmentadas. Na imagem (a) ocorre super-segmentação e inclusão de ruído. Na imagem (b) ocorre uma leve sub-segmentação.

Dentre as diversas pilhas de imagens e os 16 métodos automáticos testados, identificou-se uma pilha específica para a qual o método de Yen [70] fornecia bons resultados. Este método é uma variante do método de maximização de entropia [71], propondo uma maximização de uma função de correlação envolvendo a discrepância entre a imagem original e a imagem segmentada. De acordo com os autores, a complexidade computacional é menor e o método consegue estabelecer automaticamente limiares para segmentação multimodal.

A descrição matemática do método está fora do escopo desta tese, mas alguns resultados típicos estão apresentados na Figura 57. Neste caso, ocorre pouquíssima segmentação de ruído e praticamente não ocorre sub-segmentação. Assim, esta pilha específica foi segmentada com o método de Yen, recalculando o limiar para cada camada.

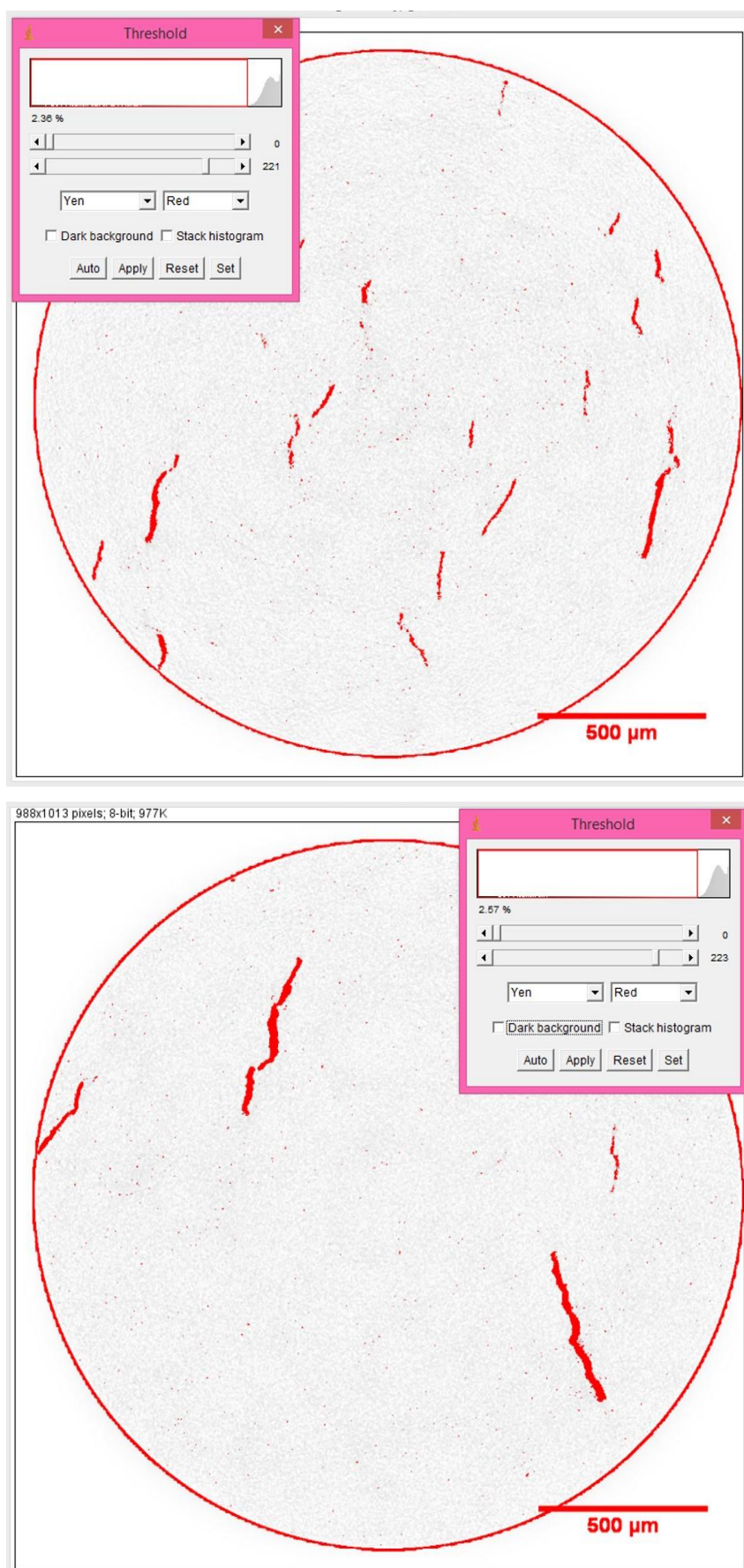


Figura 57: Exemplos do modo automático Yen para duas camadas de uma pilha de imagens. Imagens binárias superpostas em imagens pré-segmentadas.

3.6.4. Pós-Processamento

Esta etapa final foi composta pelas etapas: eliminação por tamanho de partículas em 2D e objetos ligados à borda, *ROI Clear Outside* e *Fill Holes*. Cada uma destas funções é explicada a seguir.

- Eliminação por tamanho de partícula em 2D e objetos ligados a borda usando o *Analyze Particles*.

Após a segmentação, a imagem binária gerada contém ruídos que precisam ser eliminados. A eliminação é feita através do tamanho do objeto (2D). Este modo preserva, razoavelmente, a forma dos objetos de interesse, pois um valor, no caso em pixel, é estabelecido e com isso, somente os objetos que são menores (ou maiores), do que o valor determinado, são eliminados. Simultaneamente, pode-se eliminar objetos que toquem as bordas da imagem. A Figura 58 mostra a janela de comando desta ferramenta e a Figura 59 mostra um exemplo de aplicação desta função.

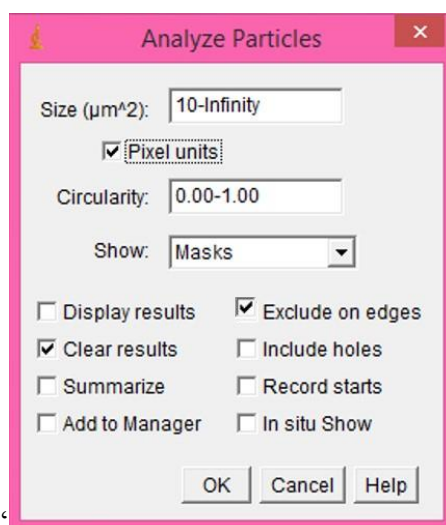


Figura 58: Janela de comando *Analyze Particles*

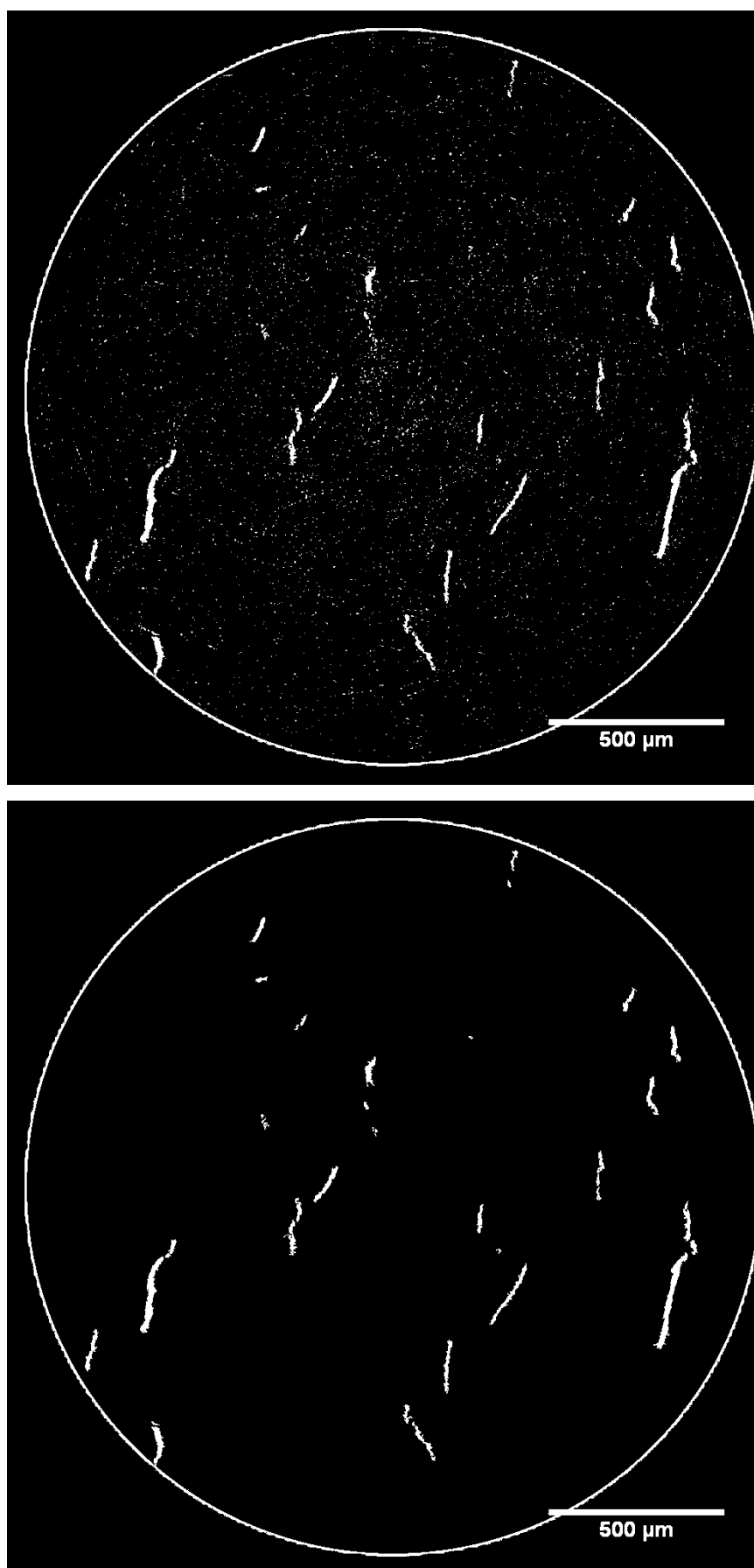


Figura 59: Exemplo de eliminação de pequenos objetos

- *Clear Outside*

Este comando apaga os pixels externos a uma região de interesse (ROI) desenhada sobre a imagem. A Figura 60 mostra um exemplo de aplicação deste comando para uma ROI circular aplicada sobre a imagem da Figura 59.

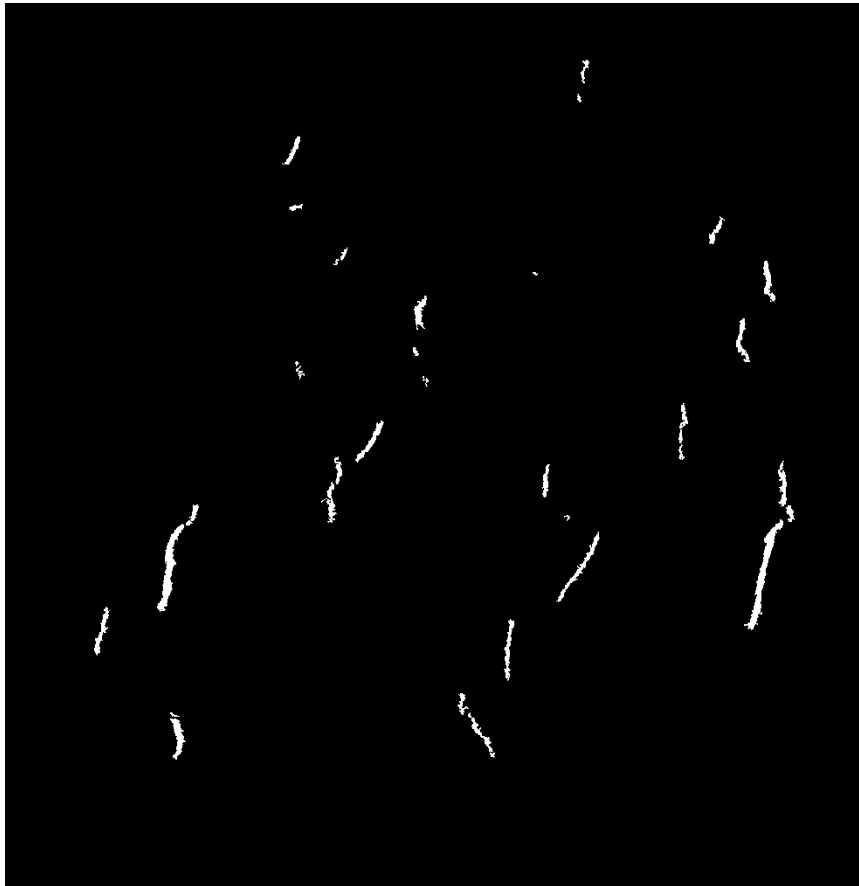


Figura 60: Exemplo do *Clear Outside* aplicado sobre a imagem da Figura 59

- *Fill Holes*

Este comando preenche os buracos de objetos com contorno fechado (vizinhança 4) [72].

3.6.5. Medições

Com as imagens todas já processadas, o próximo passo é quantificar os objetos de interesse. As medidas obtidas foram:

- Volume dos objetos (V)
- Fração volumétrica (V_v)
- Número de objetos (N)

- Diâmetro (D): A maior distância entre quaisquer dois pontos ao longo do objeto de interesse [73]
- Espessura (Esp): Obtido a partir do mapa de distâncias em 3D
- Área superficial (S)
- Comprimento (*Feret* Máximo - $F_{\text{máx}}$)
- Esfericidade (Esf): $\Psi = \frac{\pi^{1/3} (6V)^{2/3}}{S}$
- Compacidade (*Compactness* - Comp): $C = \frac{V^2}{S^3}$

Esta última medida, *Compactness*, é capaz de separar por formas os objetos em 3D. Esta função normaliza a razão entre superfície e o volume. Para esferas o valor é próximo de 1. A esfericidade pode ser obtida através da raiz cúbica da compacidade [74].

3.6.6. Visualização 3D

Para a visualização dos modelos 3D foi utilizado a ferramenta do programa FIJI/ImageJ *Volume Viewer*. Com ele, foi possível criar os modelos 3D, girá-los e rotacioná-los em todas as direções e ângulos. A iluminação dos objetos também pode ser alterada, deixando os objetos mais iluminados ou menos iluminados em diversas direções. Muitas funções precisam ainda ser exploradas, pois esta ferramenta oferece uma gama de aplicações. A Figura 61 mostra a janela de comando do *Volume Viewer*.

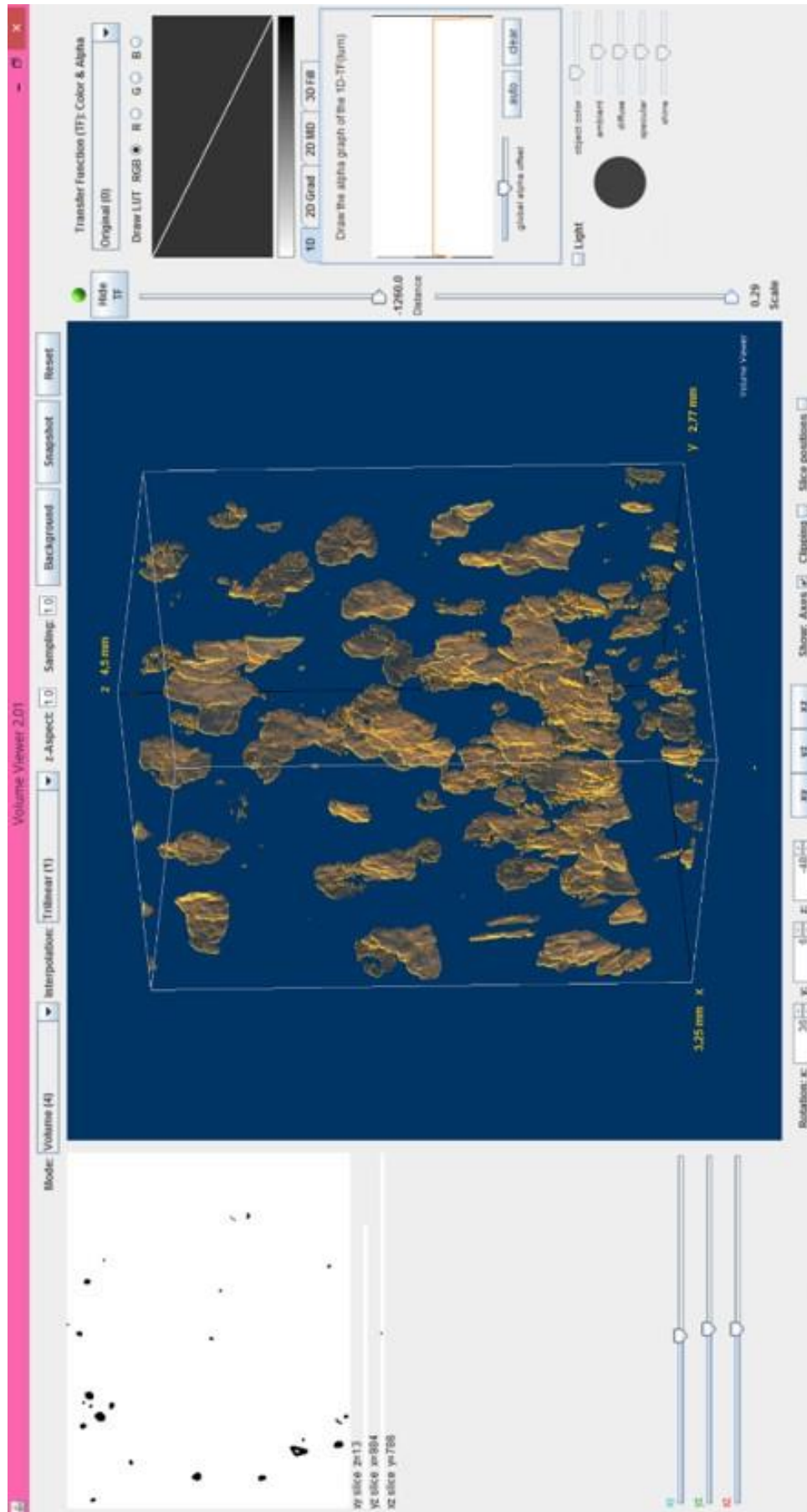


Figura 61: Janela de comando do Volume Viewer

4 Resultados e Discussões

Para melhor compreensão deste capítulo, a Tabela 11 resume de forma esquemática os métodos empregados e os parâmetros quantitativos utilizados para as diversas amostras. Em seguida, os resultados de cada amostra são apresentados detalhadamente. Também foram criados vídeos dos modelos 3D, pois modelos estáticos, às vezes, não trazem toda a informação relevante.

Tabela 11: Resumo dos métodos empregados e resultados obtidos

	Amostras						
	1	2	3	4	5	6	7
Código	3W1	5W1	5W1	1N1	1W1	1W1	1W1
Defeito	Poros	Poros	Poros	Trincas	Trincas	Inclusões	Inclusões
Aquisição	μ CT	μ CT	μ CT	μ CT	μ CT	Síncrotron	FIB-SEM
Pré-Proc.	GB	GB	GB	AD, RB, LP	AD, RB	FS	Alinha, FS, LP
Seg.	Man	Man	Man	Man e Auto (Yen)	Man	Man	Man
Pós-Proc.	CO	CO, AN	CO, AN	AN, CO	AN	AN, CO	FH, AN
Medidas	V, V _v , N, D, S, F _{máx} , Esf, Comp	V, V _v , N, D, S, F _{máx} , Esf, Comp	V, V _v , N, D, S, F _{máx} , Esf, Comp	V, V _v , N, Esp, F _{máx}	V, V _v , N, Esp, F _{máx}	V, V _v , N, D, S, F _{máx} , Esf	V, V _v , N, D, S, F _{máx} , Esf

* GB: Filtro *Gaussian Blur* 3D, AD: Filtro *Anisotropic Diffusion* 2D, Sigma: Filtro *Sigma* 2D, RB: *Rolling Ball*, LP: *Low Pass*, CO: *Clear Outside*, AN: *Analyze Particle* 2D. FH: *Fill Holes*, V: Volume dos objetos, V_v: Fração Volumétrica, N: Número de objetos, D: Diâmetro, S: Área Superficial, Esf: Esfericidade, Esp: Espessura, Comp: Compacidade, F_{máx}: Feret, Man: Manual, Auto: automático

4.1. Amostra 1 – Poros

A Figura 62 mostra a imagem original de uma das camadas desta amostra.

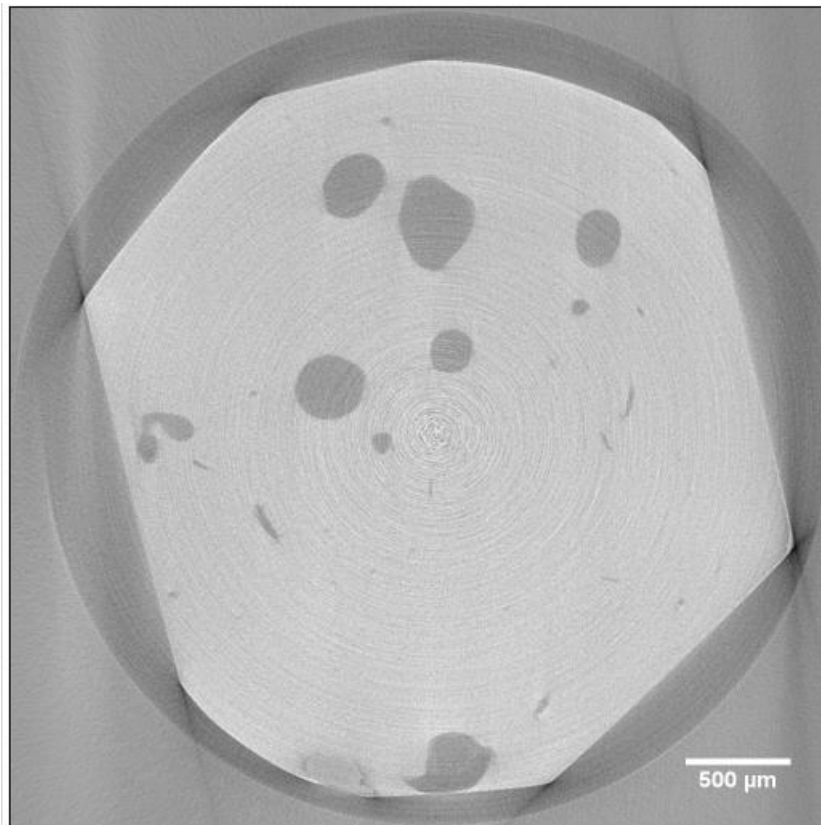


Figura 62: Amostra 1 - Imagem original

A sequência de processamento de imagens pode ser observada na Figura 63.

- Pré-processamento: Filtro *Gaussian Blur 3D*
- Segmentação: Limiar manual
- Pós-processamento: *Invert Image* e *Clear Outside* (imagem final)

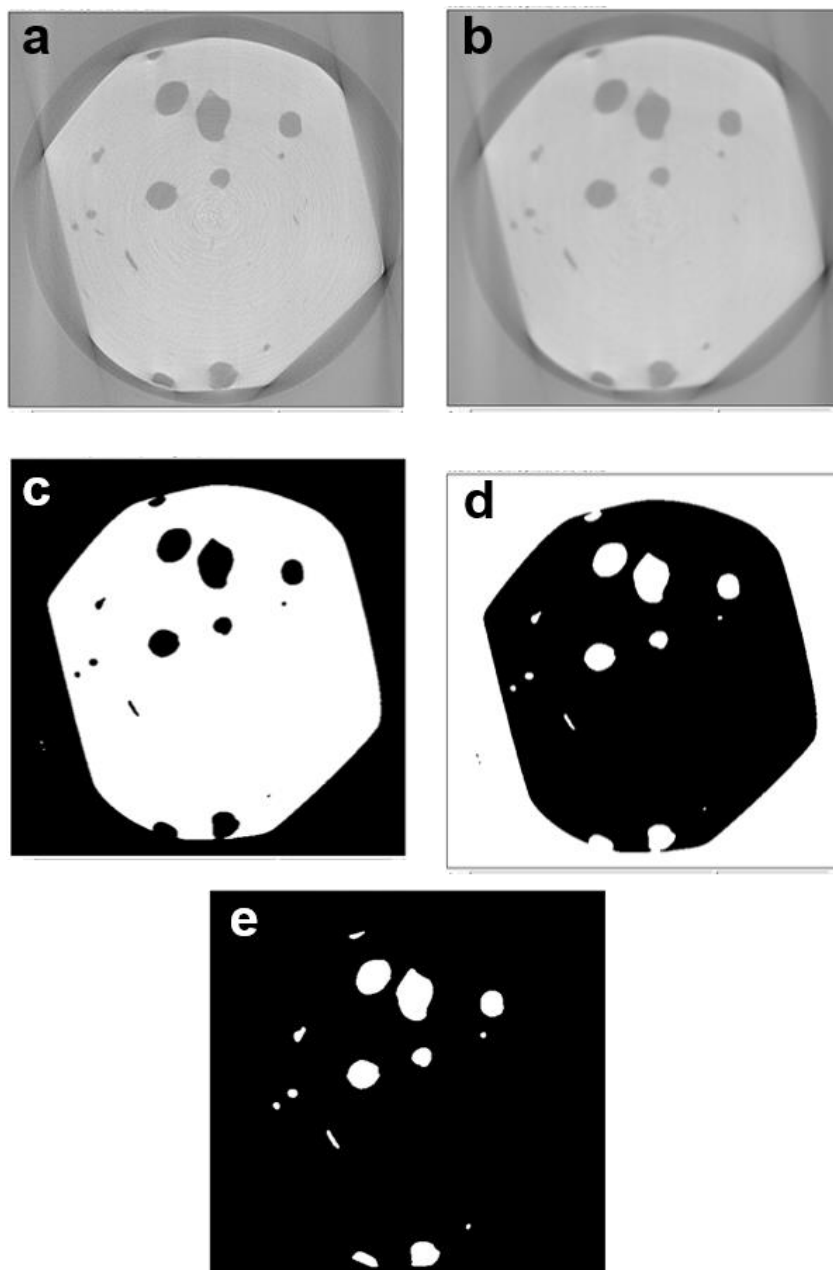


Figura 63: Etapas do processamento de imagem da amostra 1: (a) Imagem original, (b) Filtro *Gaussian Blur 3D*, (c) Limiar, (d) Inversão, (e) *Clear Outside*

Com as imagens prontas para a etapa de medição, notou-se que nem todos os objetos presentes eram poros. Algumas trincas foram reveladas e, por isso, foi necessário realizar uma separação por forma. Foram tentados vários métodos, e o que mostrou o resultado mais adequado foi a discriminação baseada no valor da Compacidade (*Compactness*) [75, 76, 77].

Com este enfoque, foi possível separar poros de trincas e analisar se a quantidade de trincas teria uma grande influência sobre o resultado geral. A

Figura 64 mostra um gráfico do volume dos objetos versus a compacidade. Uma análise cuidadosa das imagens permitiu definir que as trincas correspondem a objetos de baixa compacidade e baixo volume. Na mesma faixa de compacidade identificaram-se objetos de maior volume, que correspondem a poros com forma irregular.

Assim, foram identificadas 9 trincas em um total de 122 objetos. Esta pequena quantidade de trincas (círculo verde no gráfico) não afeta fortemente o resultado total. Alguns poros de grande volume e bastante irregulares foram identificados (círculo vermelho). Um outro aspecto observado foi que quanto menor o volume, mais esférica é a forma do objeto. Para objetos muito pequenos este efeito é realçado pela resolução da imagem (tamanho do *voxel*).

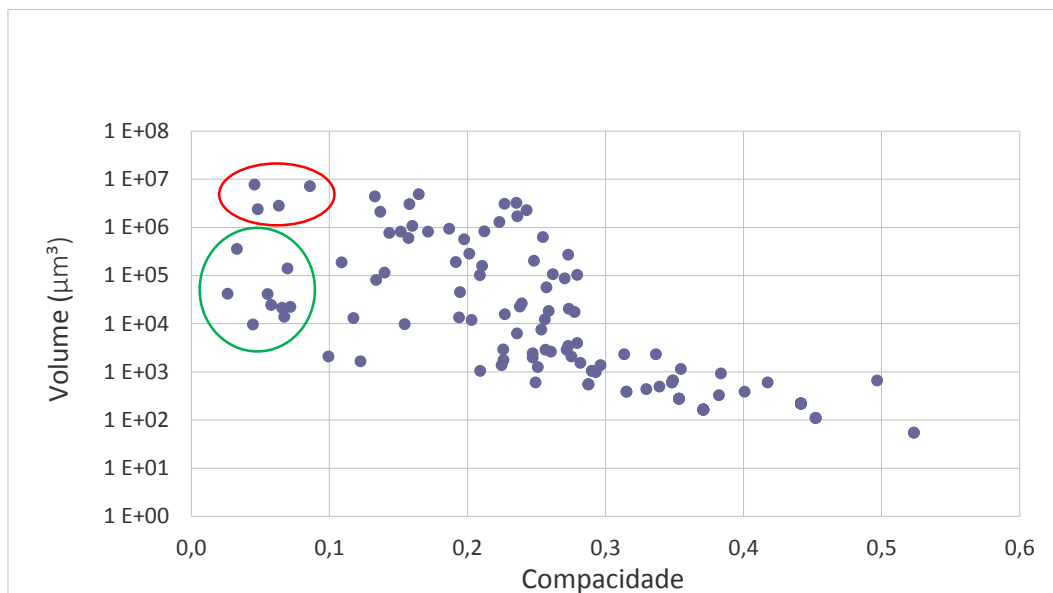


Figura 64: Amostra 1. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O círculo vermelho identifica poros irregulares.

As tabelas a seguir apresentam os resultados quantitativos e estatísticos dos objetos contidos nesta amostra. A Figura 65 e a Figura 66 apresentam os histogramas dos parâmetros diâmetro e esfericidade. Estes resultados foram obtidos pelo software AVIZO.

Tabela 12: Amostra 1 - Resultados Globais

Número Total de Objetos	122
Volume de poros (μm^3)	$5,57 \times 10^8$
Volume total da amostra (μm^3)	$4,87 \times 10^{10}$
Fração volumétrica (%)	1,44

Tabela 13: Amostra 1 - Resultados dos Objetos

	Área Superficial (μm^2)	Diâmetro (μm)	Feret Máximo (μm)	Volume (μm^3)	Esfericidade
Média	338,46	86,9	108,9	$4,57 \times 10^6$	0,81
Min	237,71	9,42	7,59	438,35	0,05
Max	$3,14 \times 10^7$	769,2	926,76	$2,38 \times 10^8$	1,17
Desvio Padrão	283	11	171,7	$2,28 \times 10^7$	0,9

O histograma da Figura 65 indica uma grande concentração de poros com diâmetros entre 50 e 100 μm . A média encontrada foi de 86,9 μm .

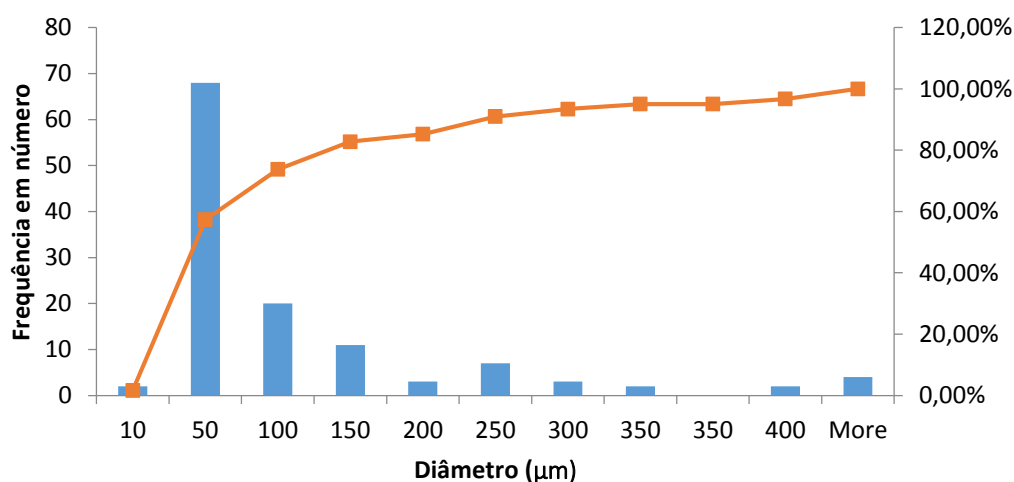


Figura 65: Amostra 1 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa

O histograma da esfericidade (Figura 66) mostra que a maioria dos objetos possui esfericidade na faixa de 0,8, 0,9 e 1. Isso significa que estes objetos possuem forma mais esférica.

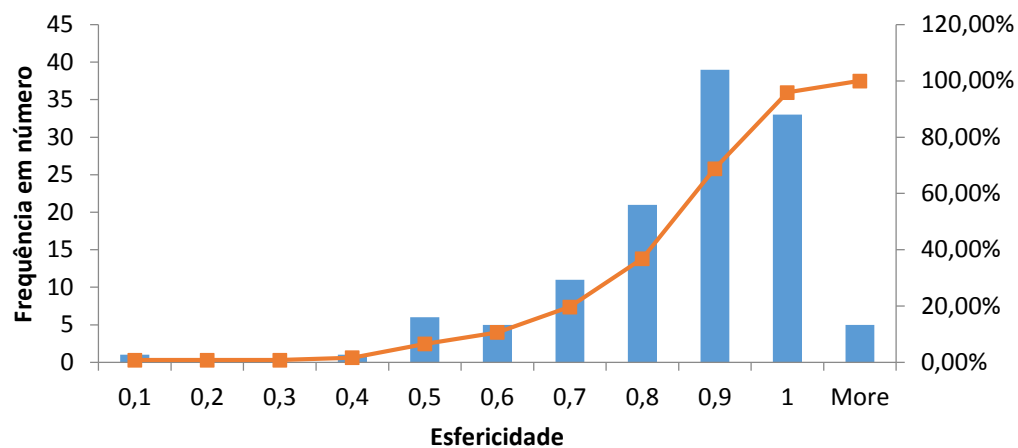


Figura 66: Amostra 1 - Histograma de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa.

O modelo em 3D dos poros e do metal de solda da amostra 1 é apresentado na Figura 67. Pode-se observar que os poros grandes são, na maioria, alongados. Estes modelos foram produzidos pelo software AVIZO.

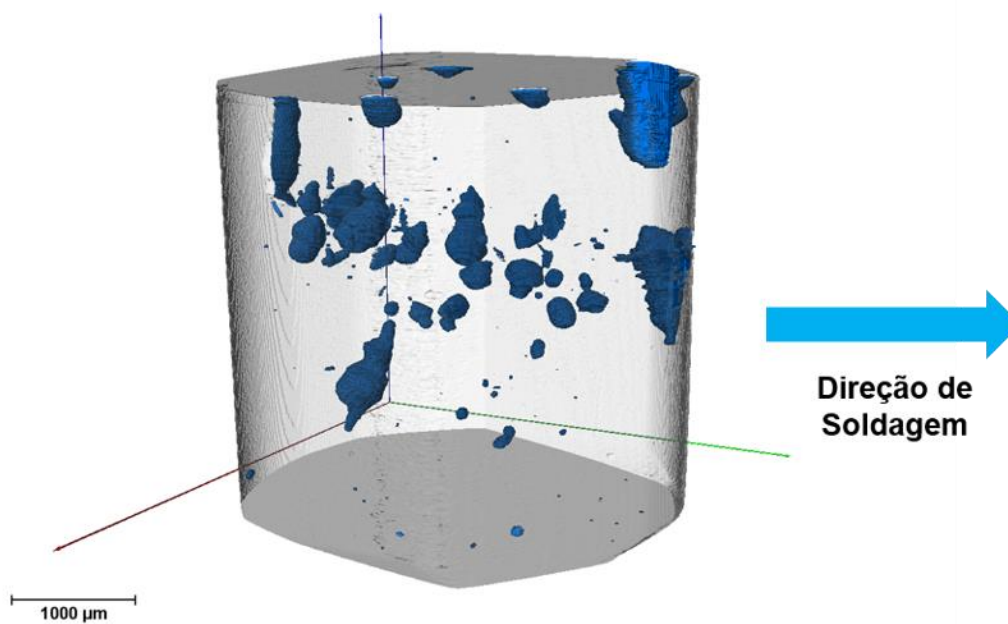


Figura 67: Amostra 1 - Modelo 3D dos poros e do metal de solda.

4.2. Amostra 2 – Poros

A Figura 68 mostra a imagem original desta amostra.

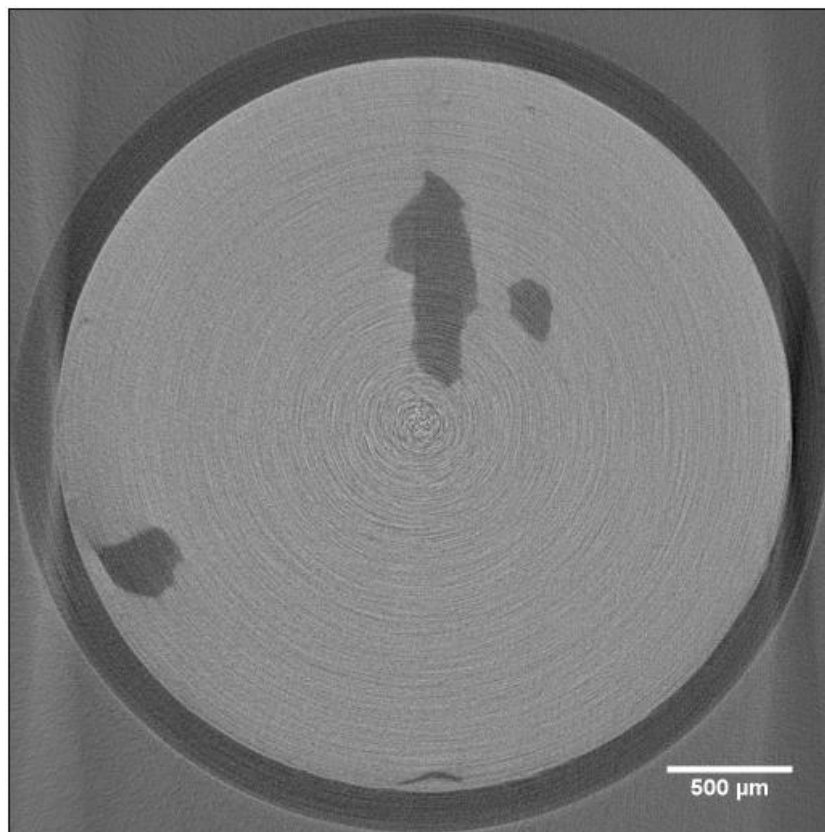


Figura 68: Amostra 2 - Imagem original.

A sequência de processamento de imagens pode ser observada na Figura 69.

- Pré-processamento: Filtro *Glaussian Blur 3D*
- Segmentação: Limiar manual
- Pós-processamento: *Analyze Particles 2D* (remover ruídos pelo tamanho), *Invert Image*, *Clear Outside*, remoção manual de ruído residual (camada por camada).

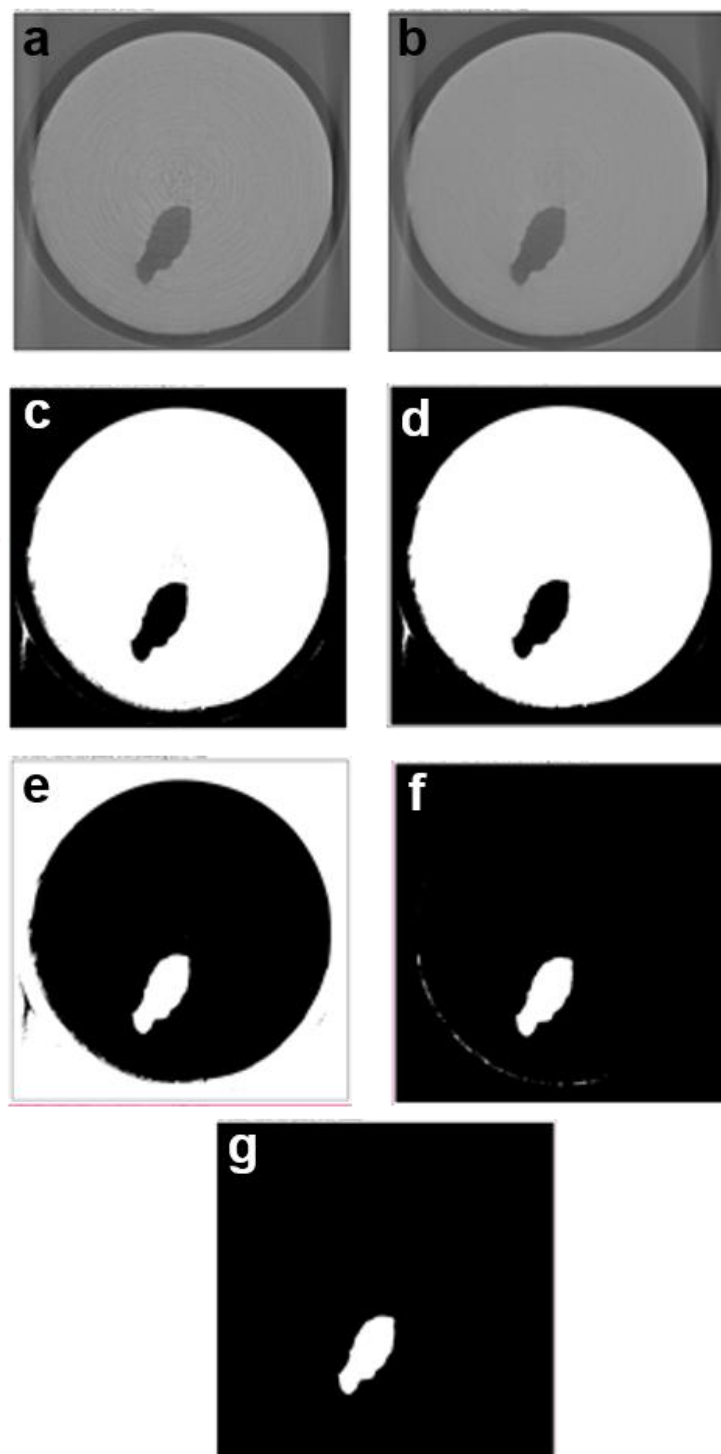


Figura 69: Amostra 2 - Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) Filtro *Gaussian Blur 3D*, (c) Limiar, (d) *Analyze Particles 2D*, (e) Inversão, (f) *Clear Outside*, (g) Edição manual de ruído residual.

Assim como na amostra 1, foram identificadas algumas trincas reveladas pela microtomografia no metal de solda da amostra 2. Novamente, foi possível separar estes objetos através do parâmetro Compacidade. Foram encontradas 11

trincas em um total de 508 objetos. Outro aspecto observado foi que os objetos mais esféricos são os objetos de menor volume. A Figura 70 mostra o gráfico volume versus compacidade. O círculo verde apresenta as trincas encontradas, enquanto o círculo vermelho identifica poros grandes e irregulares.

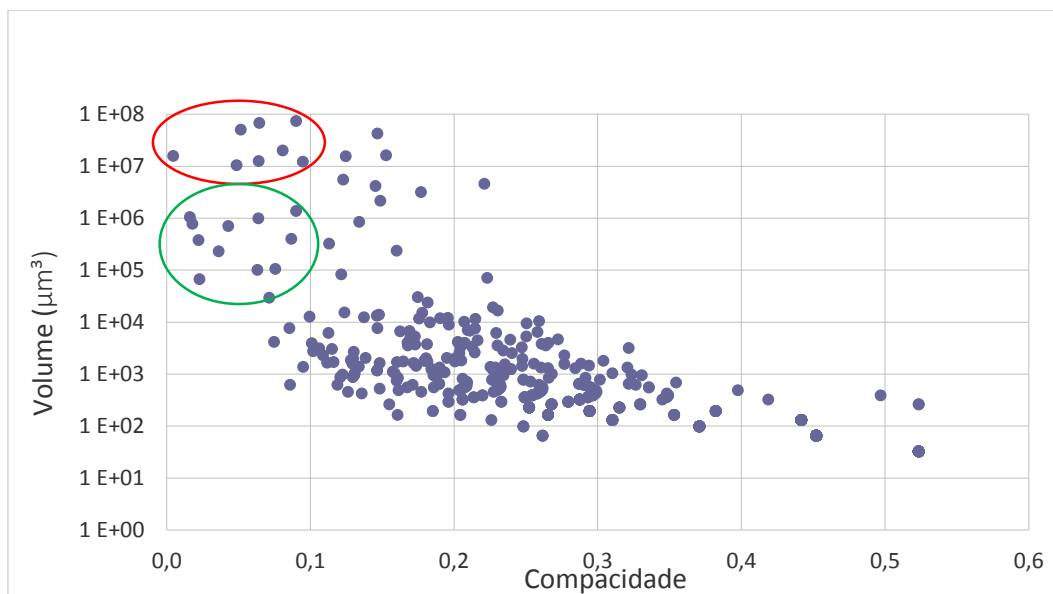


Figura 70: Amostra 2. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O círculo vermelho identifica poros irregulares.

A Tabela 14 e a Tabela 15 apresentam os resultados quantitativos e estatísticos dos objetos de interesse da amostra 2. Os histogramas dos parâmetros diâmetro e esfericidade estão apresentados na Figura 71 e na Figura 72. Estes resultados foram obtidos pelo software AVIZO.

Tabela 14: Amostra 2 – Resultados Globais

Número de objetos	508
Volume total de objetos (μm^3)	$3,63 \times 10^8$
Volume total da amostra (μm^3)	$3,05 \times 10^{10}$
Fração volumétrica (%)	1,18

Tabela 15: Amostra 2 - Resultados dos Objetos

	Área Superficial (μm^2)	Diâmetro (μm)	Feret Máximo (μm)	Volume (μm^3)	Esfericidade
Média	19.735	22,05	22,12	$7,15 \times 10^5$	1,07
Min	30,53	3,95	3,18	32,4	0,25
Max	$1,31 \times 10^6$	519,68	570,6	$7,35 \times 10^7$	1,6
Desvio Padrão	123.288	58,01	63,5	$5,54 \times 10^6$	0,23

O histograma da Figura 71 mostra que quase todos os objetos possuem valor de diâmetro na faixa de 5 a 34 μm .

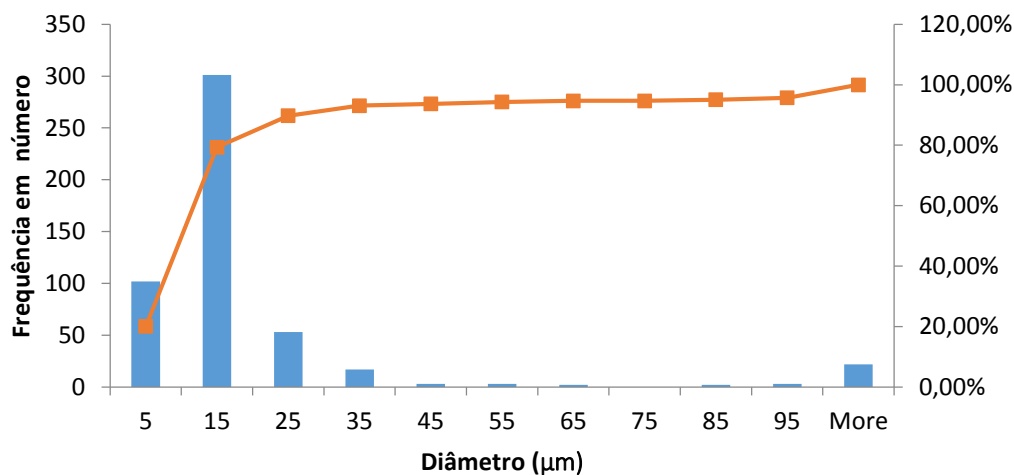


Figura 71: Amostra 2 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa

O histograma da esfericidade revela que a maior concentração de objetos se encontra em valores acima de 1,2. O tutorial do programa AVIZO [78] diz que para valores iguais ou maiores que 1, os objetos são classificados como esferas. Então, podemos afirmar que a maior parte dos objetos encontrados nesta amostra é esférica.

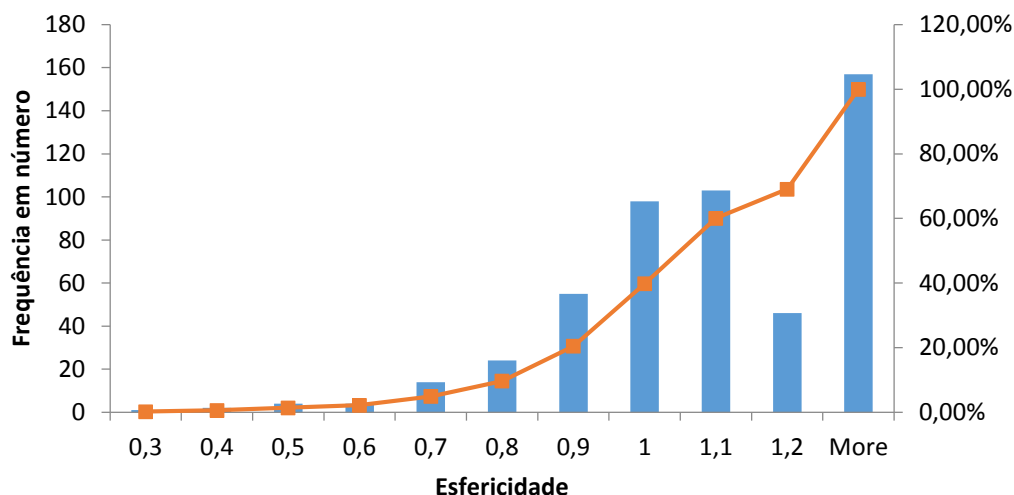


Figura 72: Amostra 2 – Histograma da distribuição de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa

O modelo em 3D dos poros e do metal de solda da amostra 2 é apresentado na Figura 73. É possível notar que os poros são alongados e estão alinhados na direção perpendicular à de soldagem, pois os gases contidos nestes poros tentam escapar do metal de solda. O software utilizado para montar estes modelos foi o AVIZO.

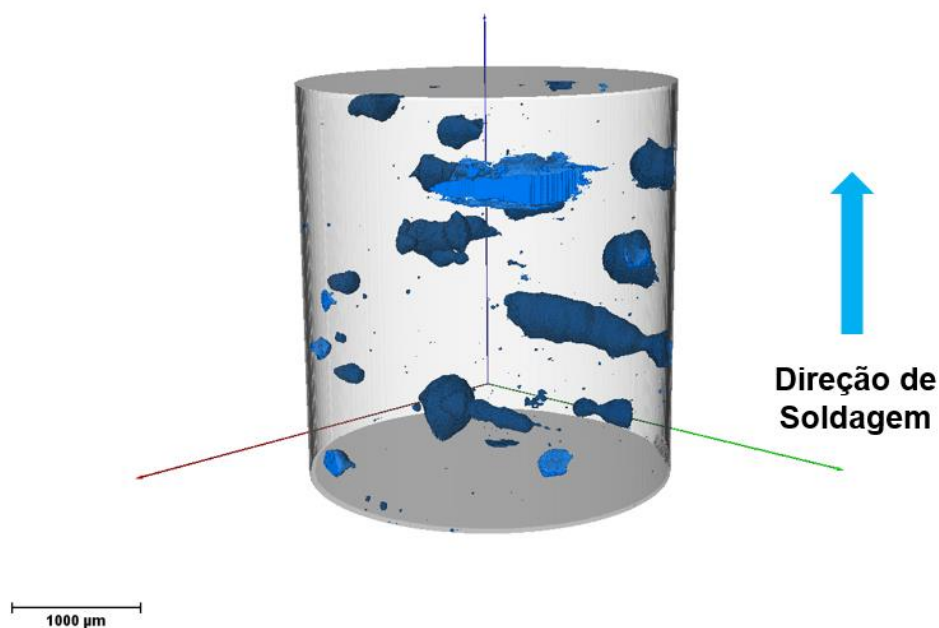


Figura 73: Amostra 2 - Modelo 3D dos poros e do metal de solda.

4.3. Amostra 3 – Poros

A Figura 74 mostra a imagem original desta amostra.

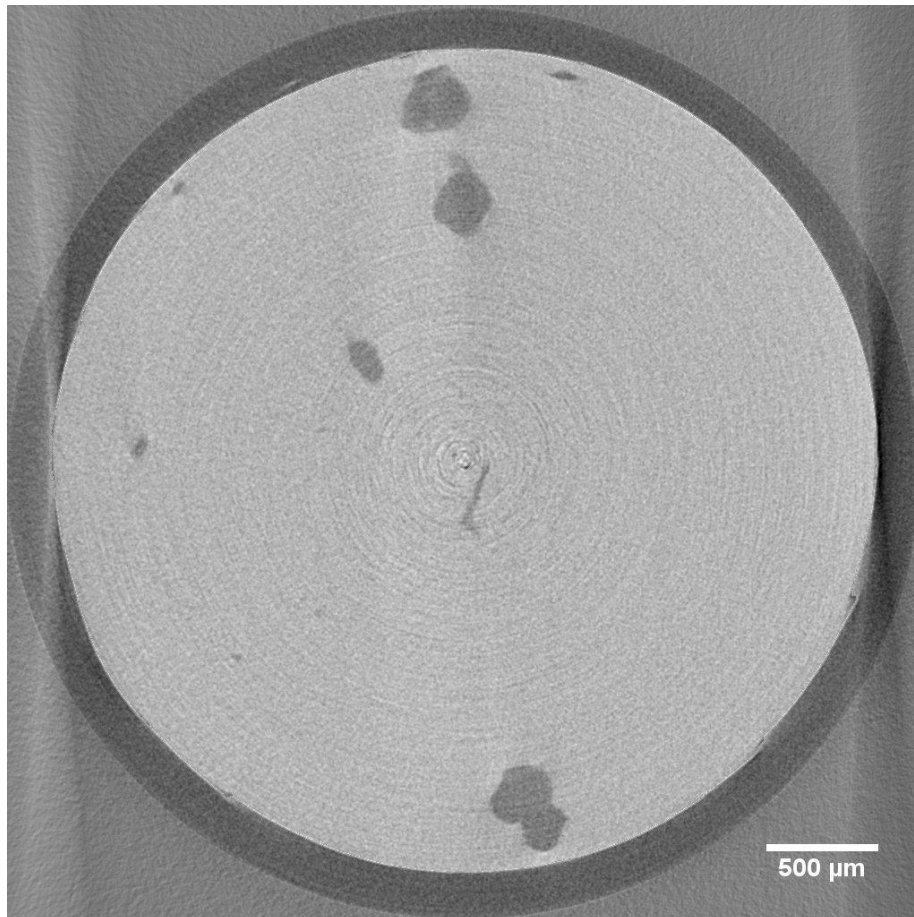


Figura 74: Amostra 3 - Imagem original.

A sequência de processamento de imagens pode ser observada na Figura 75.

- Pré-processamento: Filtro *Glaussian Blur 3D*
- Segmentação: Limiar manual
- Pós-processamento: *Analyze Particles 2D* (remover ruídos pelo tamanho), *Invert Image* e *Clear Outside*.

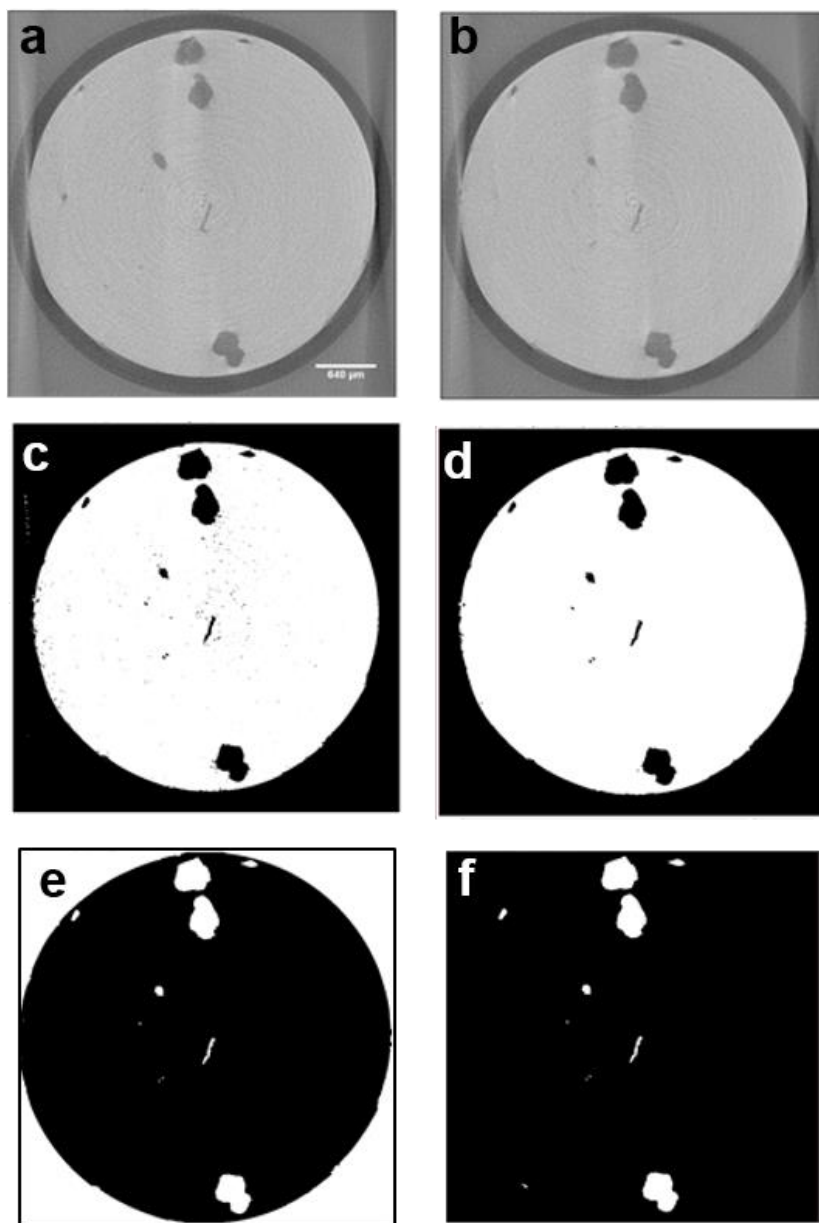


Figura 75: Amostra 3 - Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) Filtro *Gaussian Blur 3D*, (c) Limiar, (d) *Analyze Particles 2D*, (e) Inversão, (f) *Clear Outside*.

Nesta amostra também foram identificadas algumas trincas reveladas pela microtomografia no metal de solda. E, assim como para as amostras anteriores, estes objetos foram discriminados por Compacidade. Foram encontradas 42 trincas em um total de 367 objetos. A Figura 76 mostra o gráfico volume versus compacidade. O círculo verde aponta onde as trincas estão localizadas e o retângulo vermelho identifica poros irregulares.

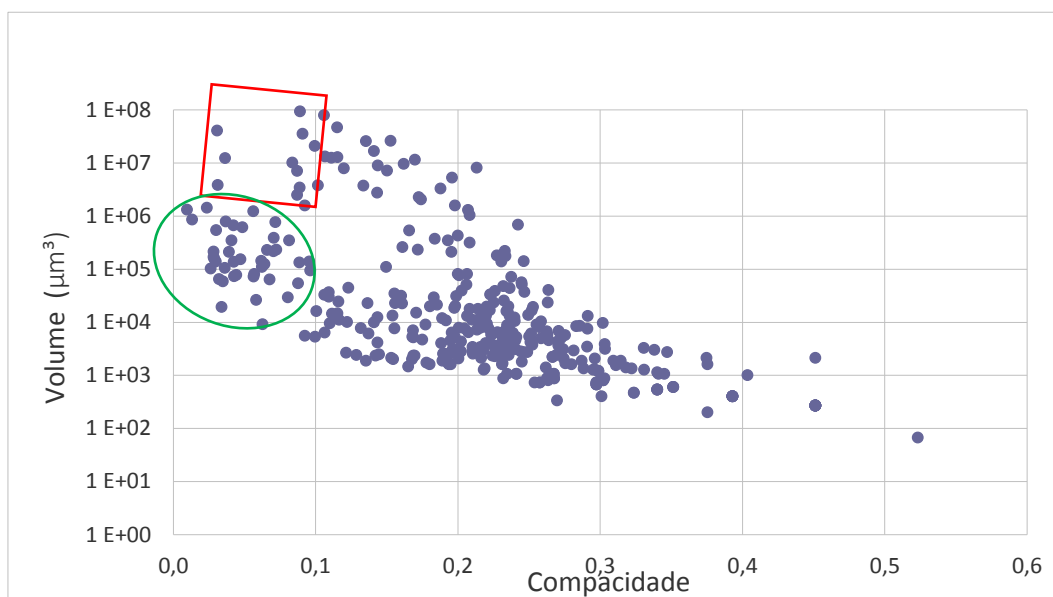


Figura 76: Amostra 3. Gráfico volume versus compacidade. O círculo verde identifica trincas. O retângulo vermelho identifica poros irregulares.

A Tabela 16 e a Tabela 17 apresentam os resultados quantitativos e estatísticos dos objetos de interesse da amostra 3. Os histogramas dos parâmetros diâmetro e esfericidade podem ser vistos na Figura 77 e na Figura 78. Estes resultados foram obtidos pelo software AVIZO.

Tabela 16: Amostra 3 - Resultados Globais

Número de objetos	367
Volume total de objetos (μm^3)	$5,39 \times 10^8$
Volume total da amostra (μm^3)	$4,57 \times 10^{10}$
Fração volumétrica (%)	1,17

Tabela 17: Amostra 3 - Resultados dos Objetos

	Área Superficial (μm^2)	Diâmetro (μm)	Feret Máximo (μm)	Volume (μm^3)	Esfericidade
Média	41.867	52,3	48,01	$1,47 \times 10^6$	0,86
Min	48.06	4,96	4	64	0,32
Max	$1,47 \times 10^6$	555,3	500	$8,97 \times 10^7$	1,6
Desvio Padrão	$1,5 \times 10^5$	79,36	79,73	$7,51 \times 10^5$	0,17

Podemos observar através do histograma (Figura 77) que os diâmetros dos objetos estão apresentados razoavelmente dispersos por toda a faixa de valores. A maioria destes se encontram na faixa entre 20 e 29 μm .

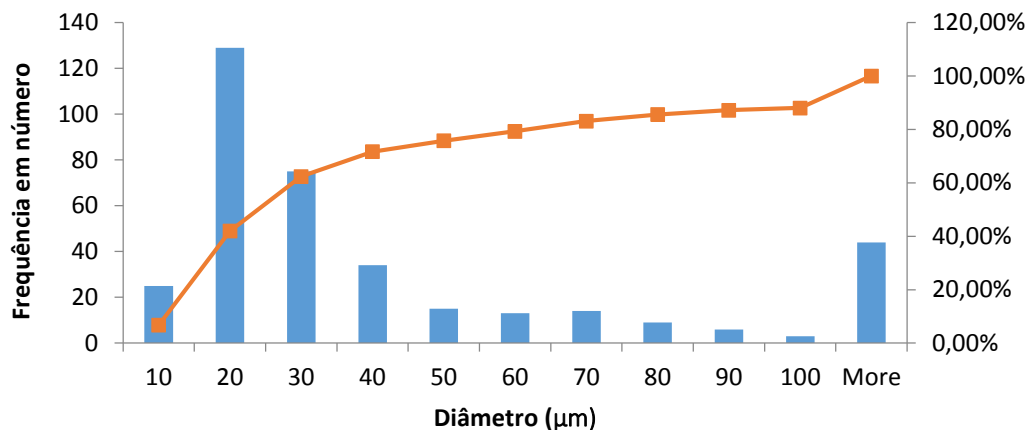


Figura 77: Amostra 3 – Histograma da distribuição de diâmetro dos objetos e sua curva acumulativa.

O histograma da esfericidade (Figura 78) nos mostra que um pouco mais da metade dos objetos (190) são esféricos, pois estão acima do valor 1.

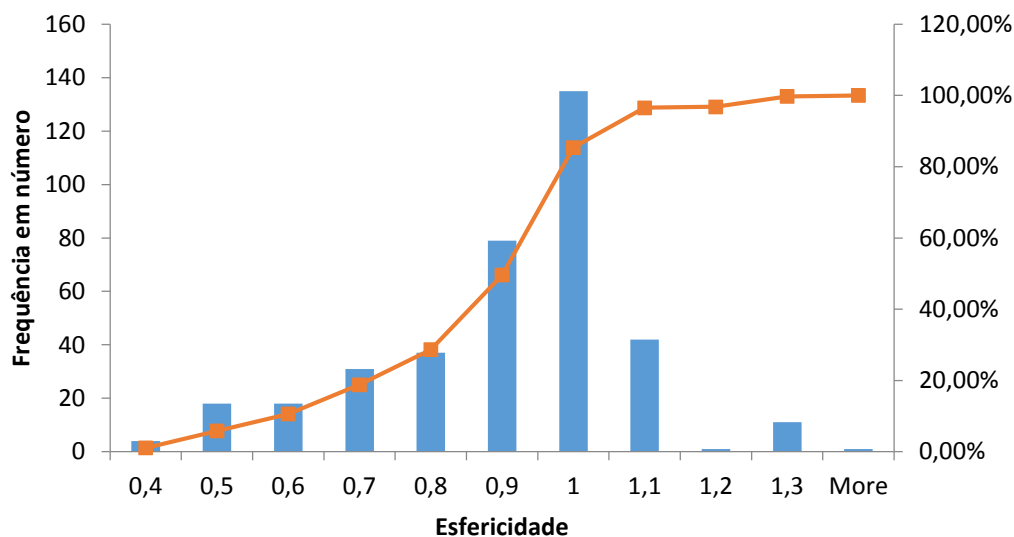


Figura 78: Amostra 3 – Histograma da distribuição de esfericidade dos objetos e sua curva acumulativa.

O modelo em 3D dos poros e do metal de solda da amostra 3 é apresentado na Figura 79. É possível notar que os poros das amostras 2 e 3 são mais alongados do que os poros da amostra 1. Isso ocorre devido à profundidade de soldagem,

pois a amostra 1 foi soldada a uma profundidade menor do que a amostra 2 e 3. E estes poros estão alinhados na direção perpendicular à de soldagem, pois os gases contidos nos poros tentam escapar do metal de solda.

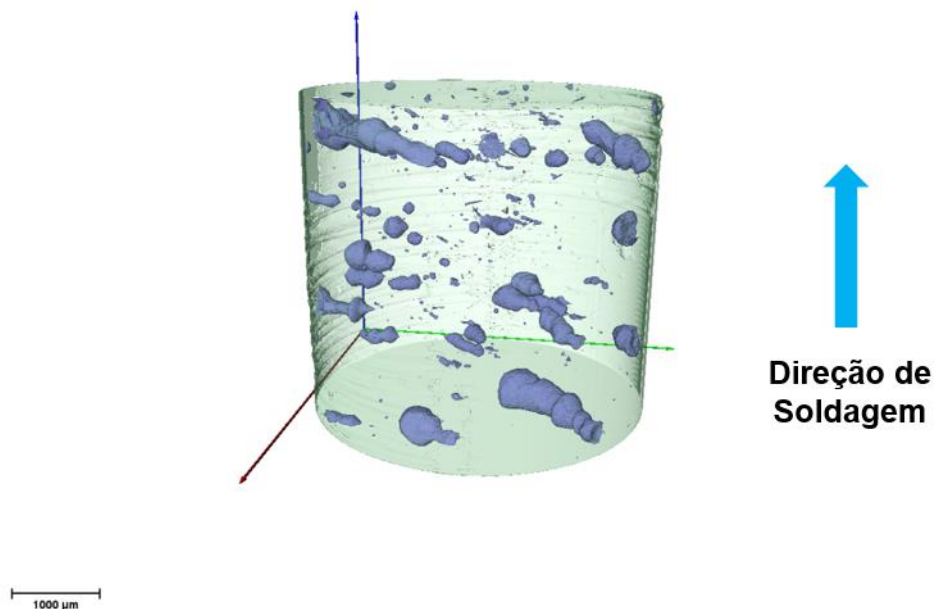


Figura 79: Modelo 3D dos poros e do metal de solda da amostra 3.

4.4. Amostra 4 – Trincas

Da amostra 4 foram obtidos dois conjuntos de imagem, um com baixa resolução (tamanho do pixel = $4,3 \mu\text{m}$) e o outro com alta resolução (tamanho do pixel = $2,17 \mu\text{m}$). A Figura 80 mostra um exemplo de cada um destes dois conjuntos. As imagens de alta resolução foram obtidas utilizando um recurso específico do microtomógrafo utilizado para esta análise, o XRadia MicroXCT200. Este equipamento dispõe de um sistema ótico entre a amostra e o detector, com várias lentes objetivas, cada uma delas com um cintilador que converte raios-X em luz. Desta forma é possível focalizar e ampliar uma região específica da amostra, o que explica a forma circular e o fundo escuro da Figura 80b.

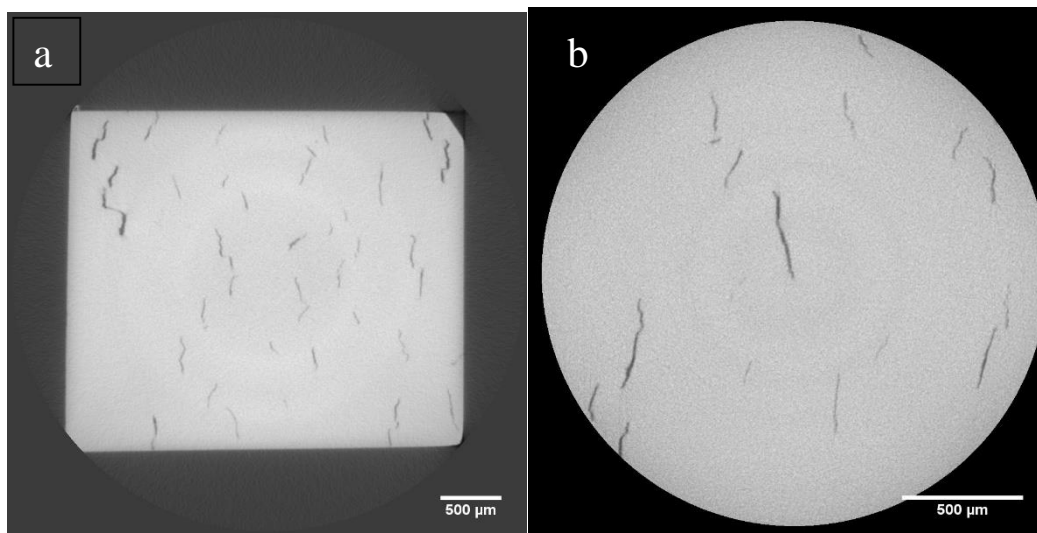


Figura 80: Amostra 4. a) Imagem de baixa resolução, b) Imagem de alta resolução

A metodologia utilizada para o processamento de imagem não foi a mesma para as duas pilhas de imagens. As sequências do processamento de imagens estão descritas abaixo.

4.4.1. Imagens de Baixa Resolução

Antes de dar início a esta etapa, todas as imagens foram recortadas para retirar a parte externa da amostra, mantendo apenas o metal de solda. Isso torna a segmentação mais precisa. Esta pré etapa é apresentada na Figura 81.

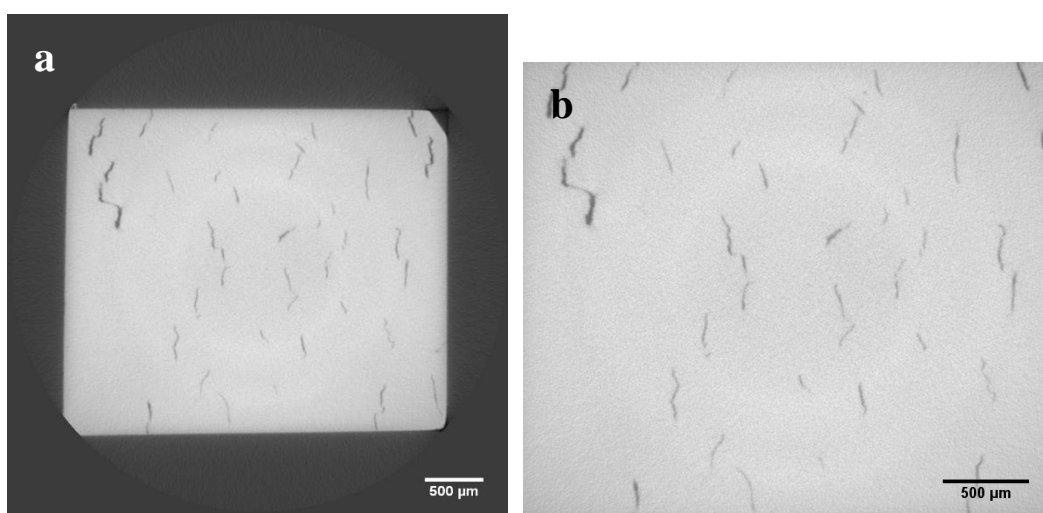


Figura 81: Amostra 4 (baixa resolução): a) Imagem original e b) Imagem cortada

A Figura 82 mostra os passos do processamento de imagem.

- Pré-processamento: Filtro *Anisotropic Diffusion 2D*, Correção de fundo Subtração por *Low Pass*.
- Segmentação: Limiar manual
- Pós-processamento: Eliminação de partículas por tamanho *Analyze Particles 2D*.

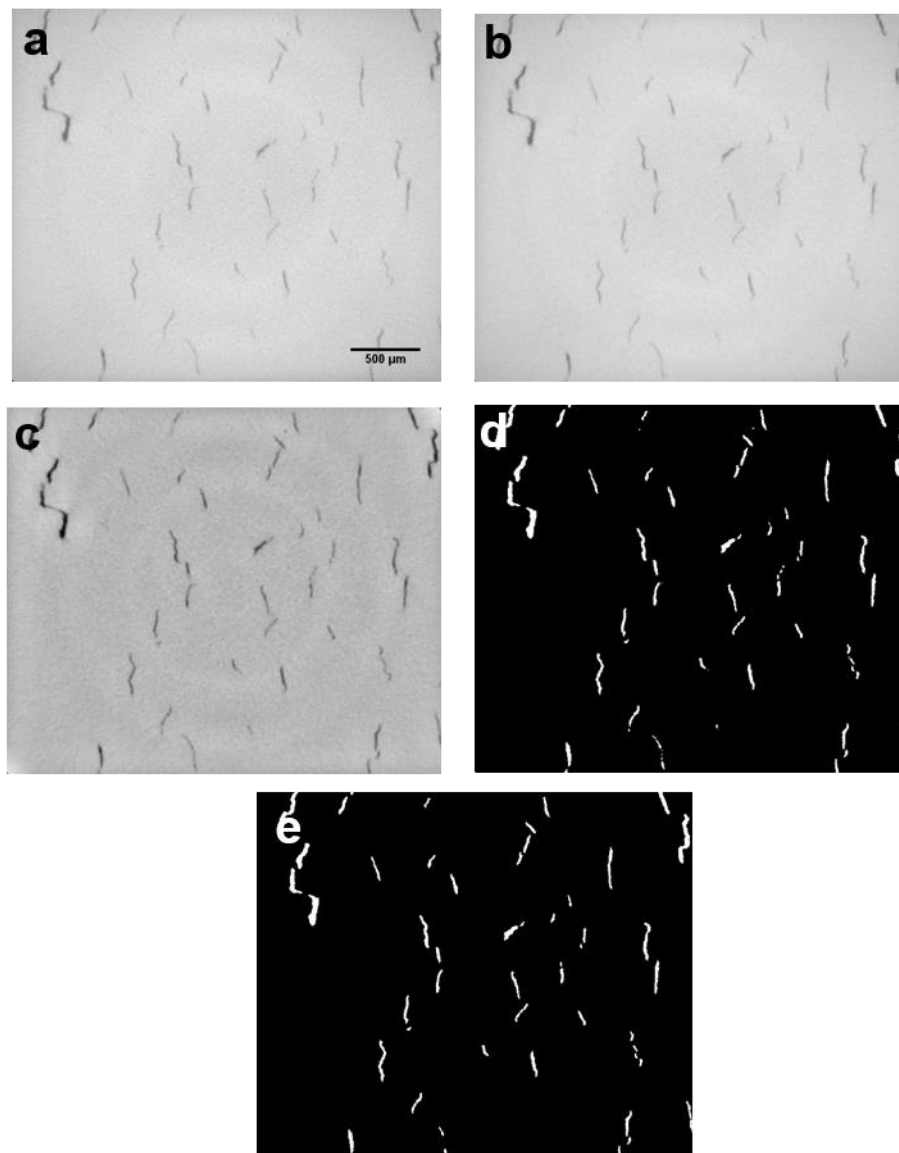


Figura 82: Amostra 4 (baixa resolução). Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) *Anisotropic Diffusion 2D*, (c) Correção de fundo, (d) Segmentação, (e) Eliminação de objetos pequenos (*Analyze Particles 2D*).

A Tabela 18 e Tabela 19 apresentam os resultados quantitativos e estatísticas obtidos.

Tabela 18: Amostra 4 (baixa resolução) - Resultados Globais

Número de trincas	643
Volume total de trincas (μm^3)	$2,65 \times 10^8$
Volume total da amostra (μm^3)	$3,37 \times 10^{10}$
Fração volumétrica (%)	0,78

Tabela 19: Amostra 4 (baixa resolução) - Resultados dos Objetos

	Volume (μm^3)	Espessura (μm)	<i>Feret</i> Máximo (μm)	Área Superficial (μm^2)
Média	$6,28 \times 10^5$	17,27	171,7	65.309
Desvio Padrão	$1,6 \times 10^6$	7,89	202,3	$1,38 \times 10^5$
Max	$2,1 \times 10^7$	74,54	1.297	$1,53 \times 10^6$
Min	1.272	8,6	11,49	99,78

A Figura 83 apresenta o histograma do *Feret* Máximo das trincas. Podemos notar que muitas trincas possuem valor de *Feret* Máximo entre 50 μm e 100 μm . Além disso, um número expressivo de trincas apresenta *Feret* Máximo de até cerca de 600 μm .

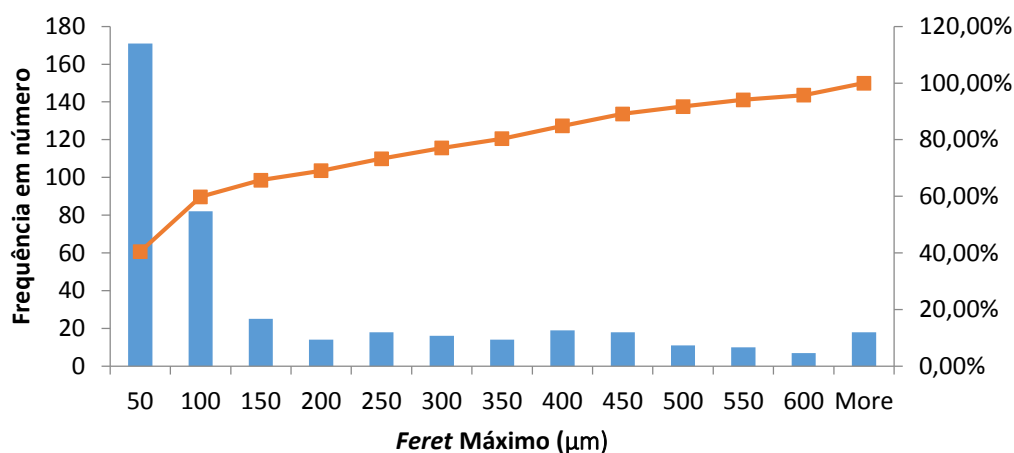


Figura 83: Amostra 4 (baixa resolução) – Histograma da distribuição de *Feret* Máximo das trincas e sua curva acumulativa.

A Figura 84 mostra o histograma da espessura das trincas. Observa-se que a maior concentração de trincas se encontra na faixa de 20 μm . Outra informação que podemos verificar é que a maioria das trincas tem pequeno valor de abertura.

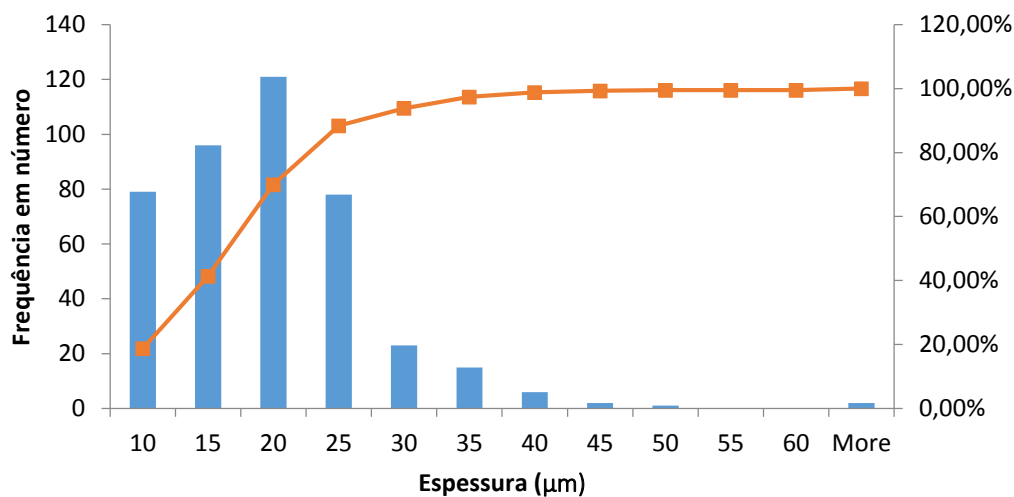


Figura 84: Amostra 4 (baixa resolução) – Histograma da distribuição de espessura das trincas e sua curva acumulativa.

Um modelo 3D das trincas é apresentado na Figura 85. Uma das características esperadas – o alinhamento transversal à direção de soldagem – fica evidenciado nesta imagem.

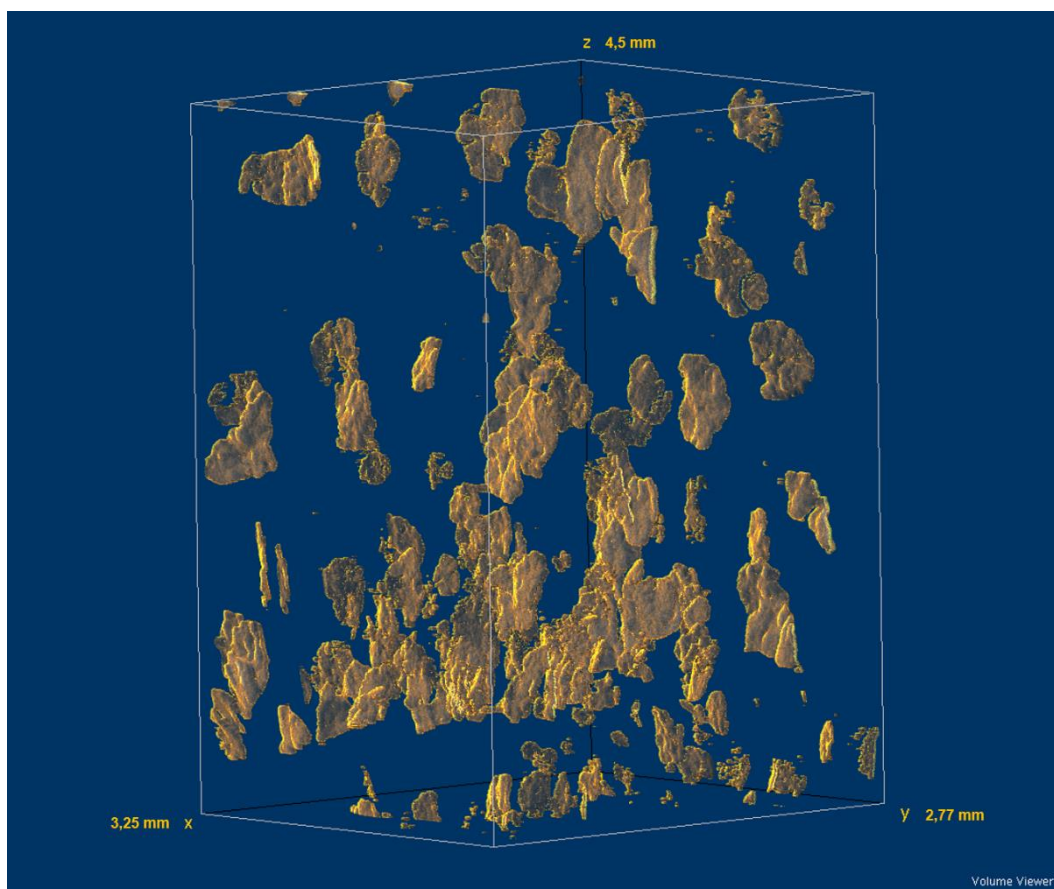


Figura 85: Amostra 4 (baixa resolução) - Modelo 3D das trincas.

4.4.2. Imagens de Alta Resolução

As imagens de alta resolução da amostra 4 foram processadas com a seguinte sequência:

- Pré-processamento: Filtro *Anisotropic Diffusion 2D*, Correção de fundo *Rolling Ball*
- Segmentação: Limiar automático modo Yen
- Pós-processamento: Eliminação de partículas por tamanho *Analyze Particles 2D* e *Clear Outside*.

A Figura 86 ilustra as etapas do processamento de imagens.

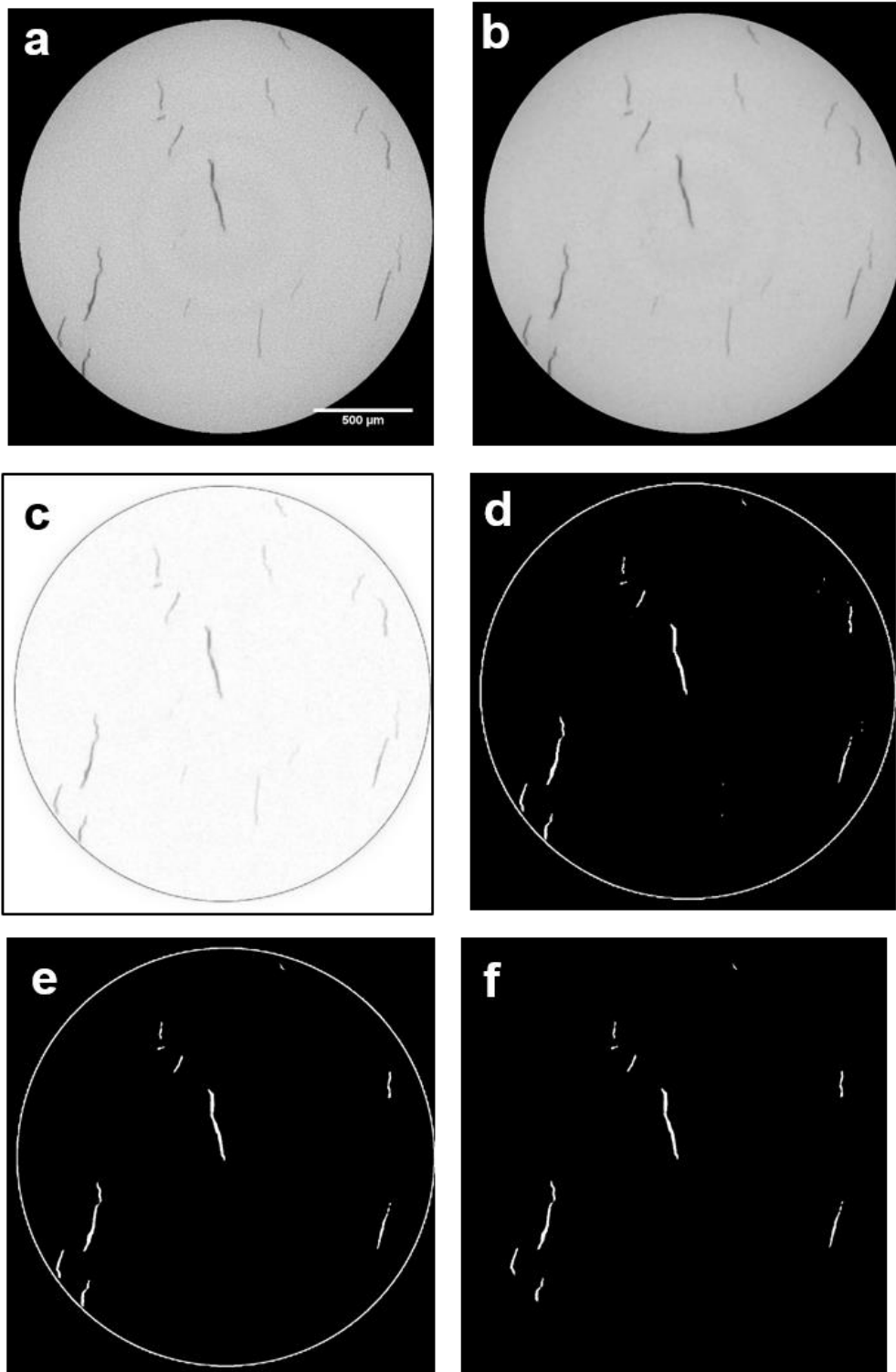


Figura 86: Amostra 4 (alta resolução). Etapas do processamento de imagem: (a) Imagem original, (b) *Anisotropic Diffusion 2D*, (c) Correção de fundo *Rolling Ball*, (d) Segmentação pelo método de Yen, (e) Eliminação de objetos pequenos, (f) *Clear Outside*

Os resultados quantitativos e estatísticos estão apresentados na Tabela 20 e na Tabela 21. Os histogramas da espessura e *Feret* Máximo estão apresentados na Figura 87 e na Figura 88.

Tabela 20: Amostra 4 (alta resolução) - Resultados Globais

Número de trincas	378
Volume total de trincas (μm^3)	$2,6 \times 10^7$
Volume total da amostra (μm^3)	$7,33 \times 10^9$
Fração Volumétrica (%)	0,35

Tabela 21: Amostra 4 (alta resolução) - Resultados dos Objetos

	Volume (μm^3)	Espessura (μm)	<i>Feret</i> Máximo (μm)	Área Superficial (μm^2)
Média	$1,16 \times 10^5$	8,13	76,38	19.168
Desvio Padrão	$4,8 \times 10^5$	3,62	123,7	65.554
Max	$4,68 \times 10^6$	42,6	852,7	$5,35 \times 10^5$
Min	102,1	4,34	5,82	14,1

Como podemos observar no histograma da espessura (Figura 87) a grande maioria das trincas tem espessuras de até cerca de 11 μm .

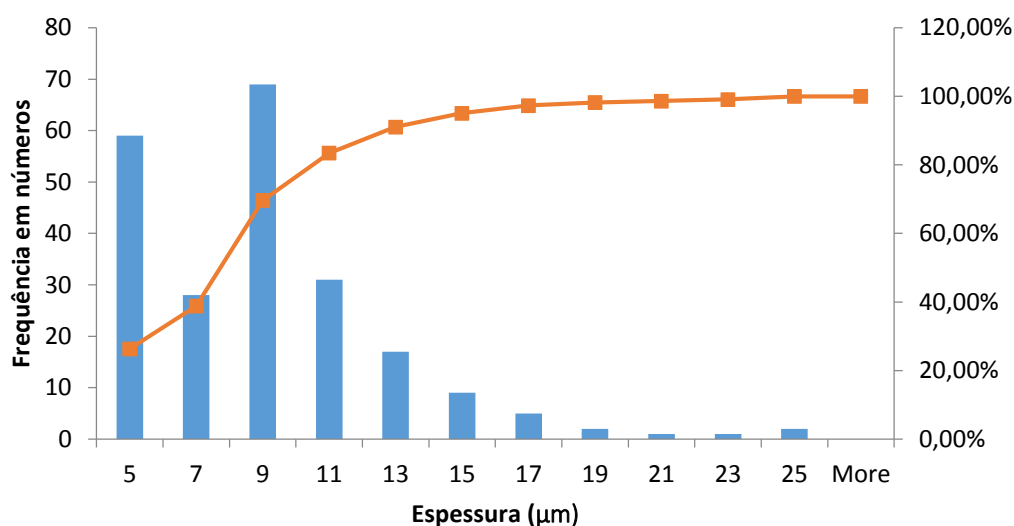


Figura 87: Amostra 4 (alta resolução) – Histograma da distribuição de espessura das trincas e sua curva acumulativa.

A Figura 88 apresenta o histograma do *Feret* Máximo. Podemos notar que a maior parte das trincas tem o valor de *Feret* Máximo entre 30 a 40 μm .

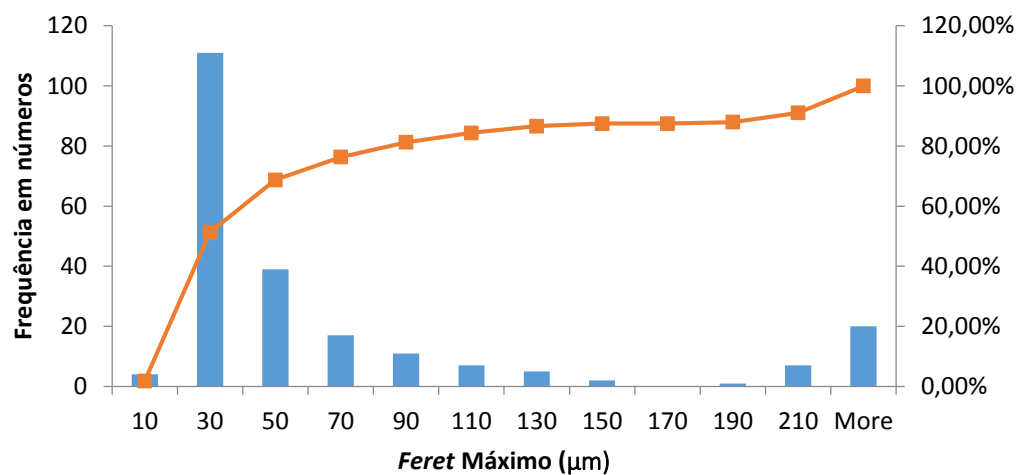


Figura 88: Amostra 4 (alta resolução) – Histograma da distribuição de *Feret Máximo* das trincas e sua curva acumulativa.

Um modelo 3D das trincas é apresentado na Figura 89. Mais uma vez, o alinhamento transversal à direção de soldagem fica evidenciado nesta imagem.

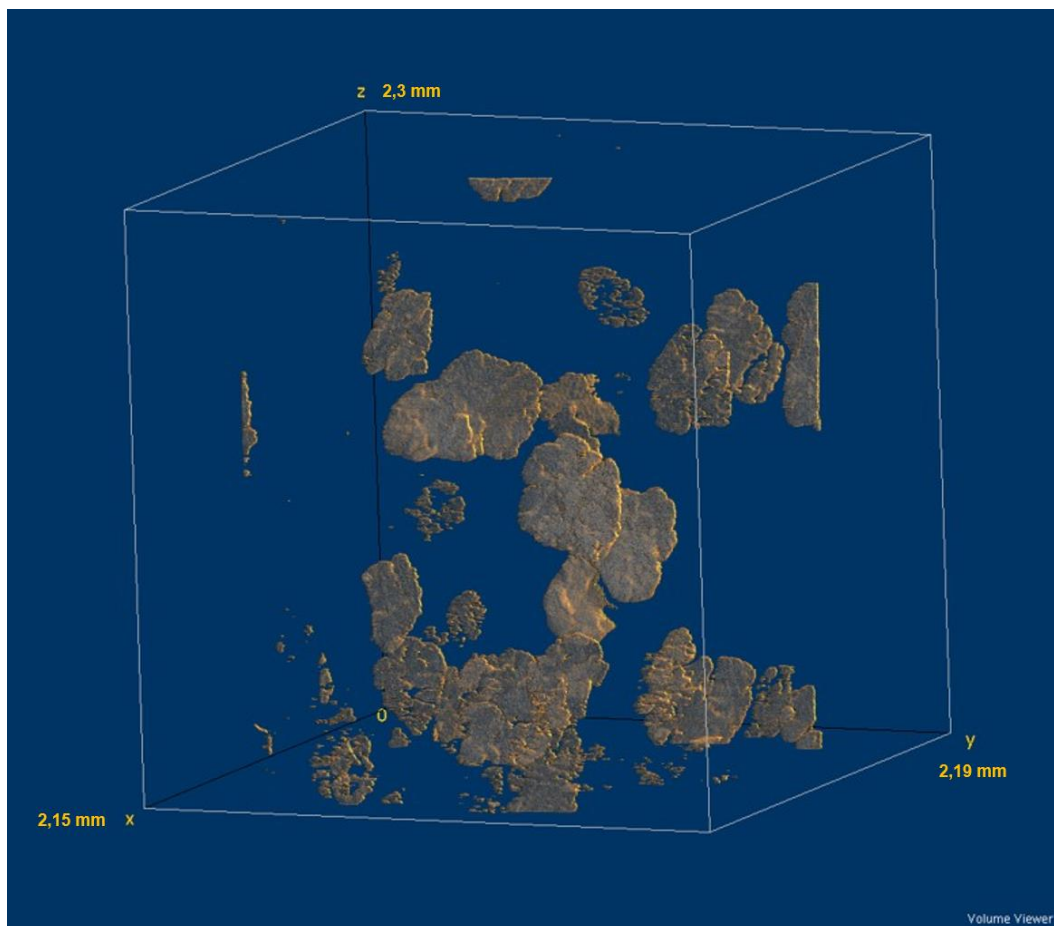


Figura 89: Amostra 4 (alta resolução) - Modelo 3D das trincas.

4.4.3. Comparação da Distribuição de Comprimento (*Feret Máximo*) entre as Trincas de Alta e Baixa Resolução

Ao analisar o comprimento das trincas que foram capturadas com alta e baixa resolução, é visto que existe uma grande variação de escala entre os estes valores. Esta variação de escala é dada pela diferença de resolução utilizada na captura destes dois conjuntos de imagens. No conjunto de imagens capturadas com alta resolução, há de se esperar encontrar trincas maiores quando comparadas as trincas do conjunto de imagens capturadas com baixa resolução, que de fato, são bem menores.

4.5. Amostra 5 – Trincas

Primeiramente, uma breve descrição da metodologia utilizada para o processo de tomografia da amostra 5. O corpo de prova de tração foi tomografado

antes e depois do ensaio de tração como mostra a Figura 90. Para cobrir os seis blocos de larguras diferentes, a amostra foi deslocada verticalmente no tomógrafo.

A análise visual das imagens obtidas antes do ensaio de tração revelou a presença de pouquíssimas trincas, com contraste muito baixo. De fato, apesar das características do metal de solda apontarem para a provável formação de trincas, antes do ensaio elas estavam fechadas e praticamente invisíveis. Assim, não foi possível segmentar os objetos de interesse para obter uma medida da quantidade original de trincas.

Após o ensaio, como descrito a seguir, as trincas abriram e se tornaram visíveis, com algumas limitações de qualidade de imagem. Dos seis blocos apenas cinco foram analisados - o bloco F foi excluído das análises devido à fratura ter ocorrido nesta parte (Figura 90).

Para que os resultados pudessem ser consistentes e comparáveis, uma área de análise de interesse foi definida (no caso, com base na área do bloco E) e usada em todos os blocos.

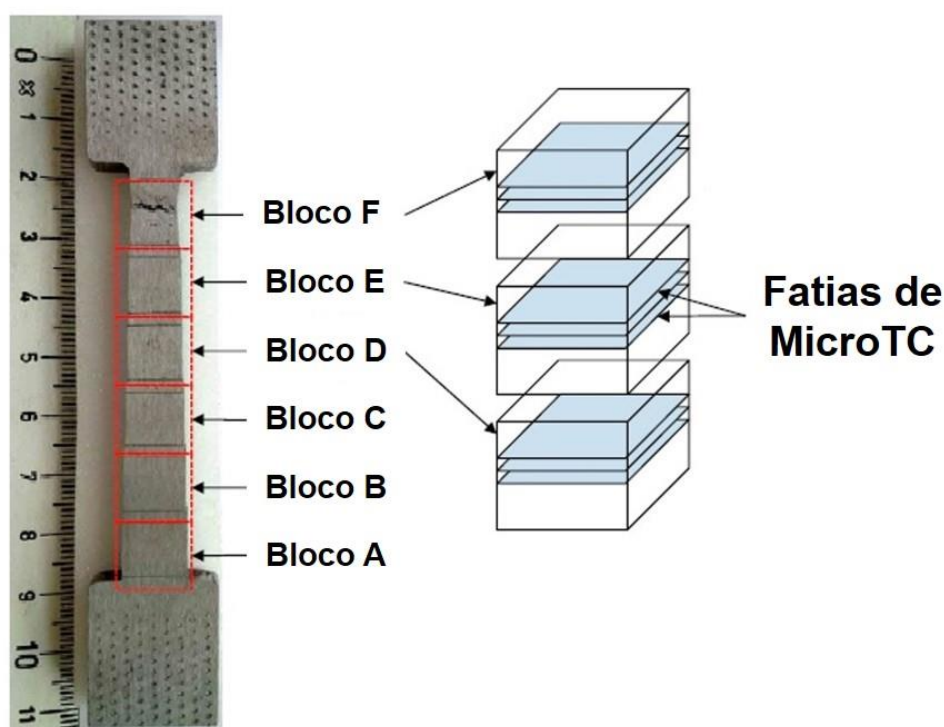


Figura 90: Amostra 5 – Corpo de tração com seção variável. Metodologia utilizada para a obtenção das imagens através do processo de microtomografia.

Todos os blocos passaram pela mesma sequência de processamento. Esta sequência é formada por:

- Pré-processamento: Filtro *Anisotropic Diffusion 2D*, Correção de fundo *Rolling Ball*
- Segmentação: Limiar manual
- Pós-processamento: Eliminação de partículas por tamanho *Analyze Particles 2D*

As figuras a seguir mostram cada passo do processamento de imagens de cada bloco.

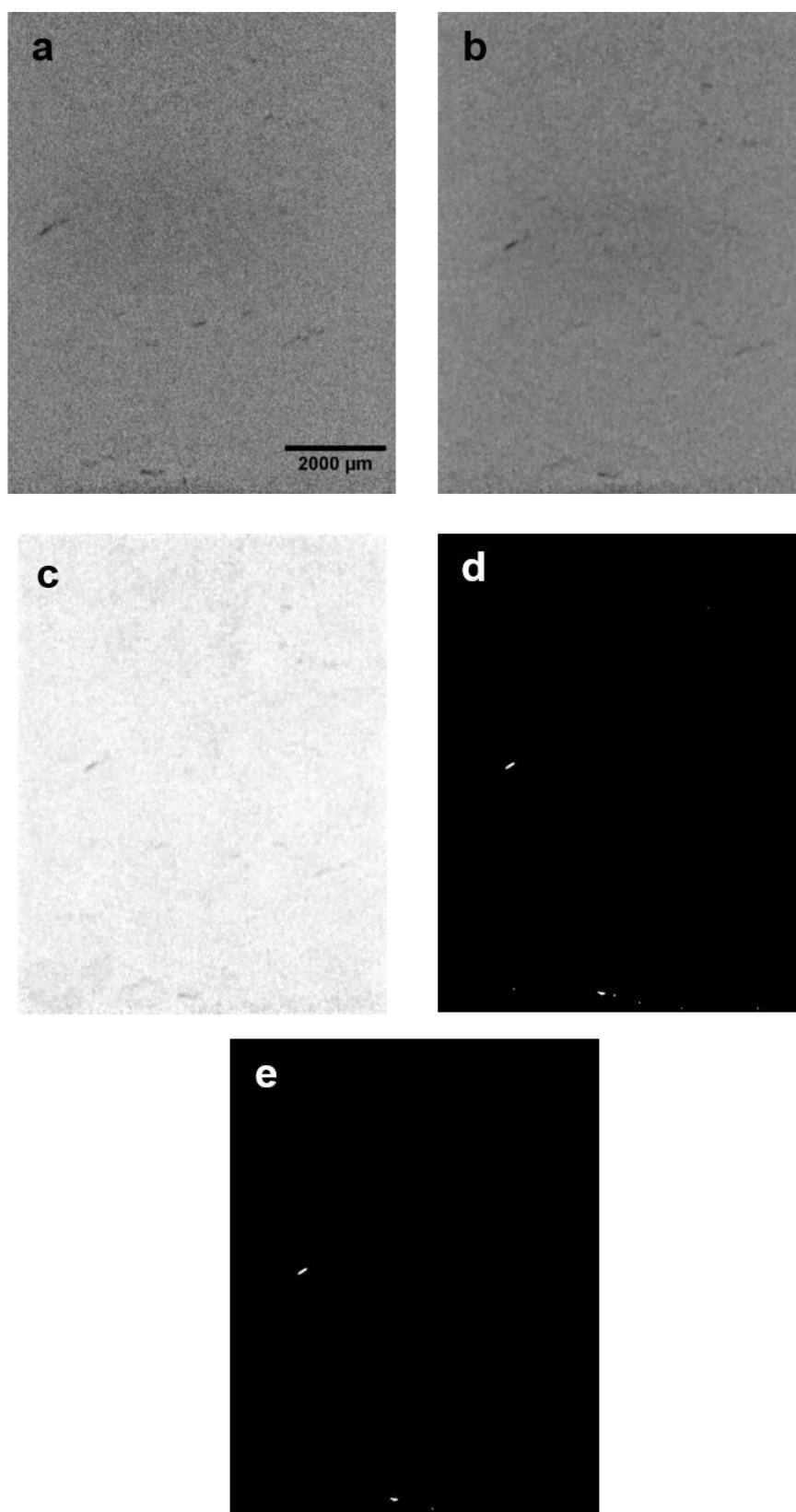
Bloco A

Figura 91: Amostra 5 – bloco A. Sequência de processamento de imagens: (a) Imagem original, (b) *Anisotropic Diffusionc 2D*, (c) Correção de fundo *Rolling Ball*, (d) Segmentação, (e) Eliminação de objetos pequenos.

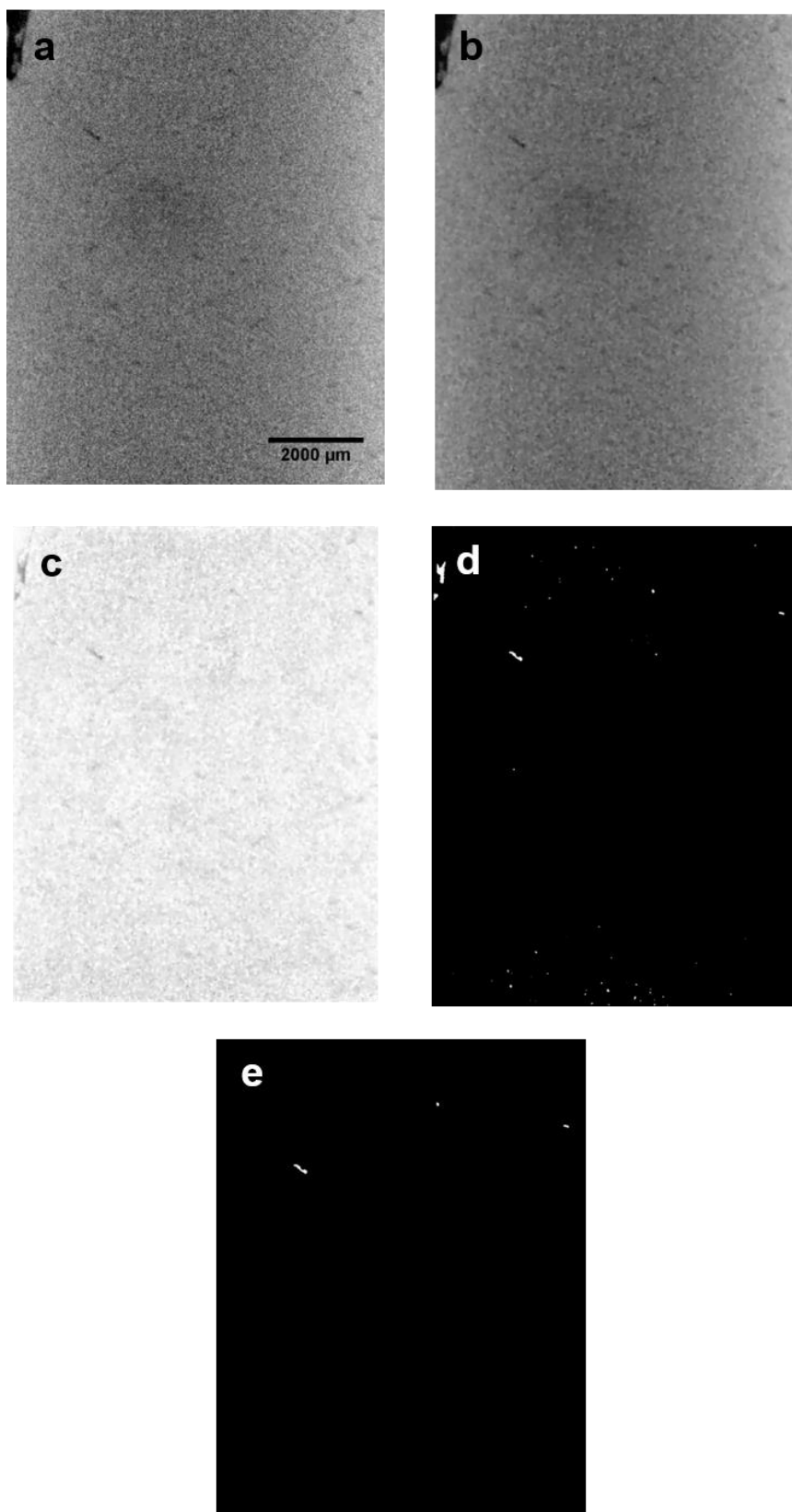
Bloco B

Figura 92: Amostra 5 – bloco B. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.

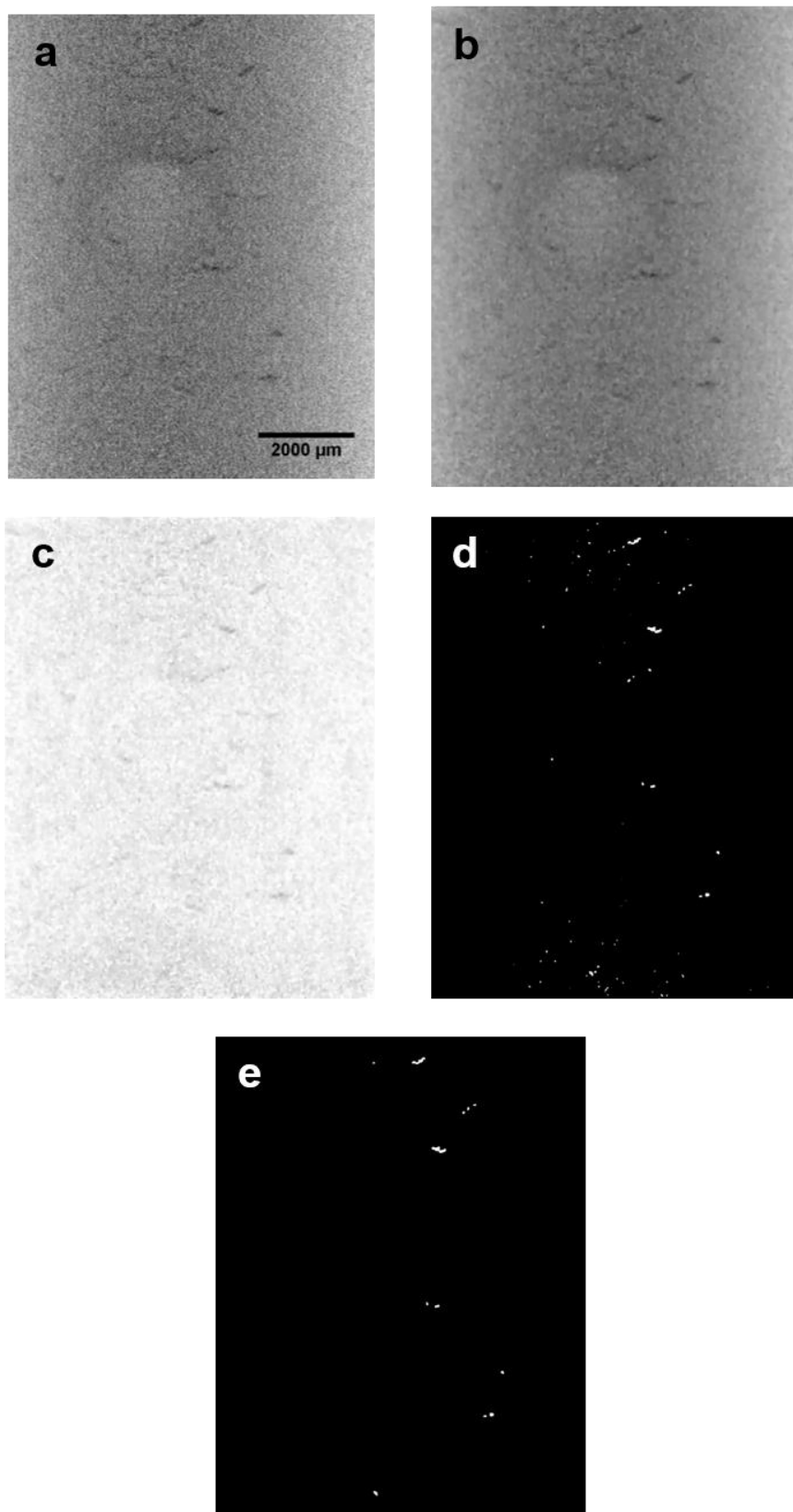
Bloco C

Figura 93: Amostra 5 – bloco C. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.

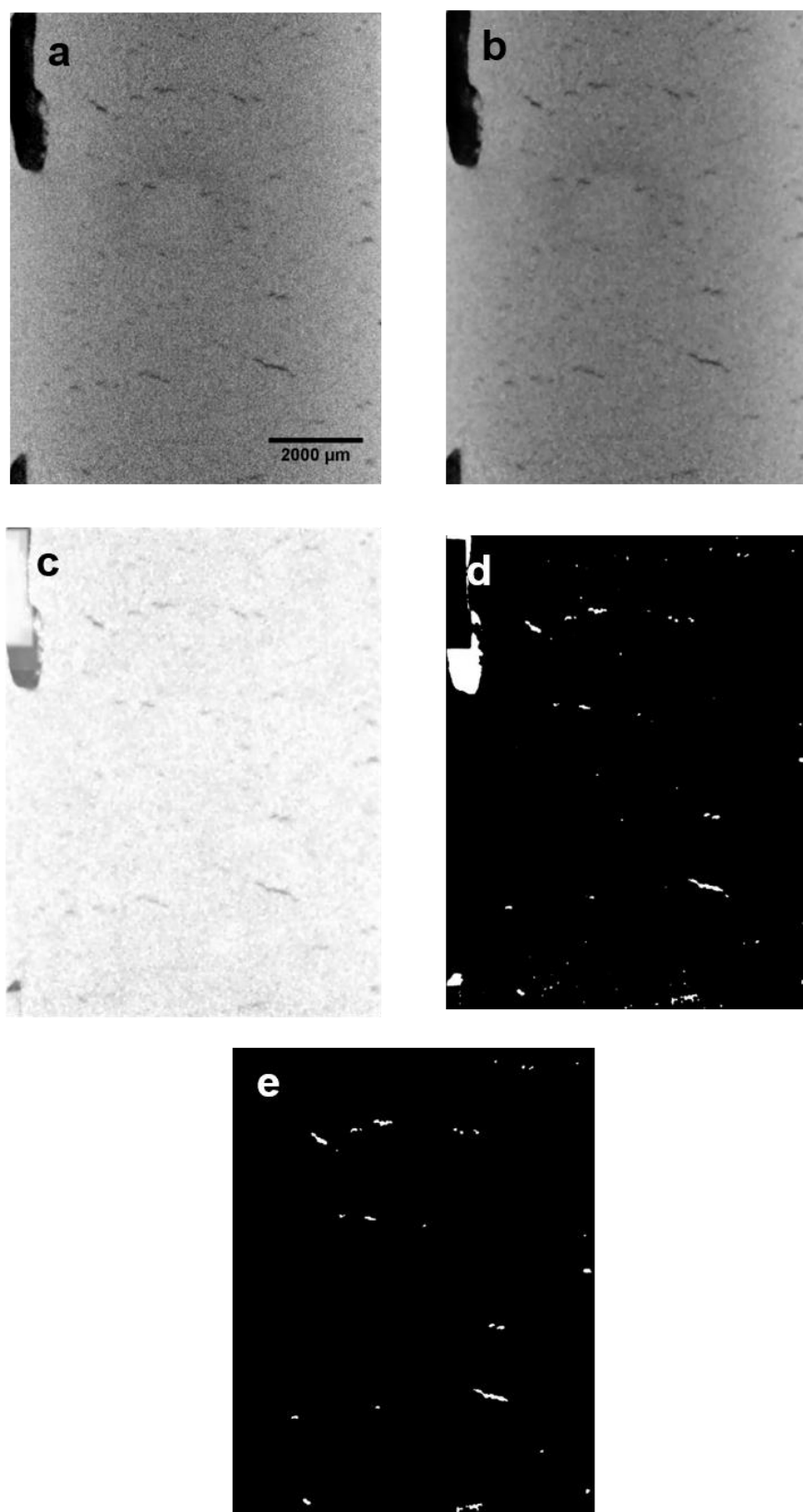
Bloco D

Figura 94: Amostra 5 – bloco D. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.

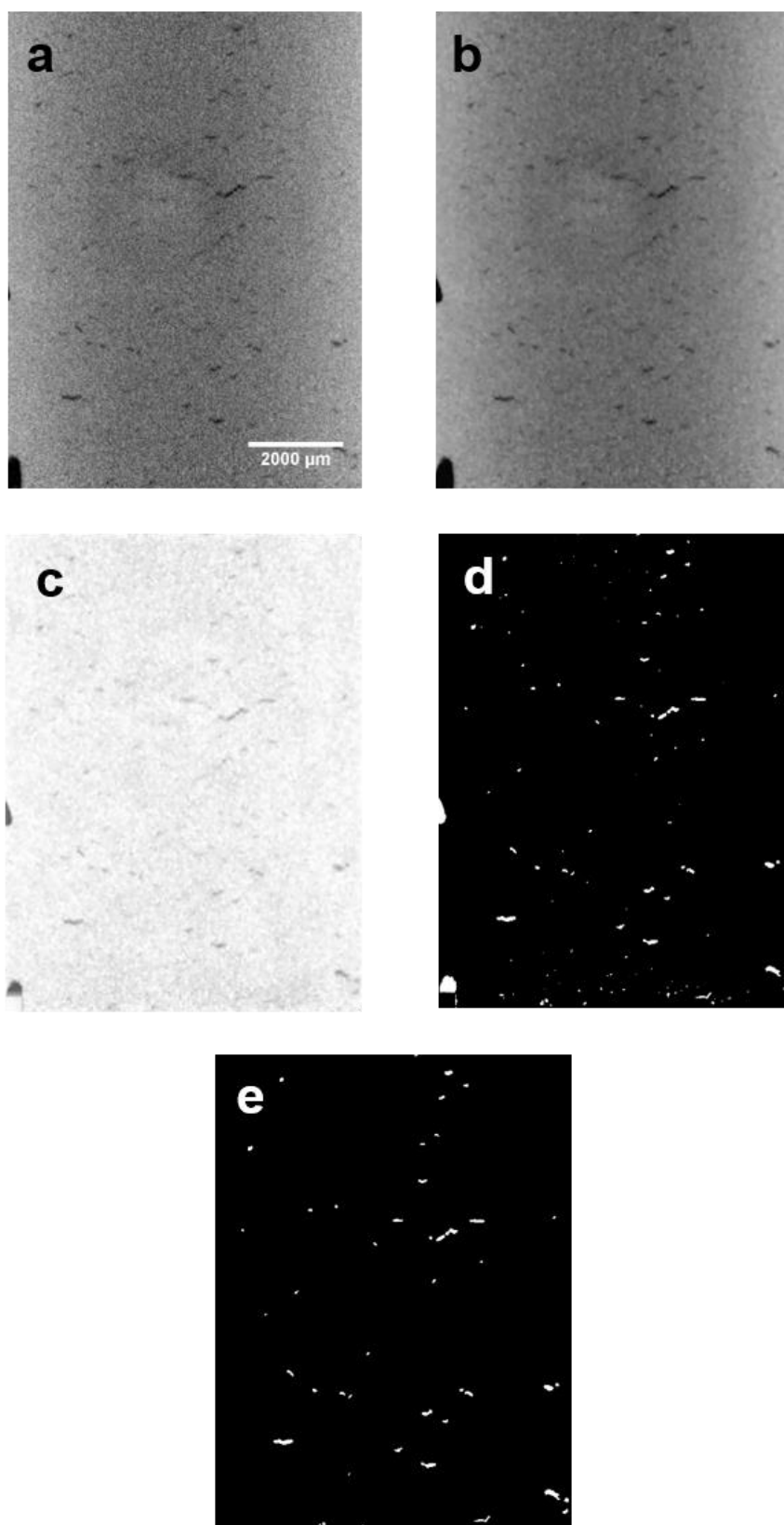
Bloco E

Figura 95: Amostra 5 – bloco B. Sequência de processamento de imagens. Mesmos passos do bloco A.

A Tabela 22 apresenta os resultados para os 5 blocos da amostra 5. Foram medidos o número total e os valores médios de *Feret* Máximo e espessura para as populações de objetos em cada bloco. Valores de tensão e deformação obtidos no ensaio de tração, apresentados anteriormente na Seção 3.2.2, também são mostrados nesta tabela e serão utilizados mais adiante na análise dos resultados.

Tabela 22: Amostra 5 – Resultados de todas as seções

	σ (Mpa)	ε (%)	Número de trincas	<F> (μm)	<Esp> (μm)	Volume (μm^3)
Bloco A	374,98	0,00	398	141	30	$5,2 \times 10^{10}$
Bloco B	394,72	0,72	628	130	29	$5,27 \times 10^{10}$
Bloco C	416,65	0,36	632	144	33	$5,26 \times 10^{10}$
Bloco D	441,15	1,66	721	172	37	$5,26 \times 10^{10}$
Bloco E	468,73	3,09	1.200	163	38	$5,28 \times 10^{10}$

<F>: *Feret* Máximo, <Esp>: Espessura (valores médios)

A Figura 96 mostra o gráfico do número de trincas detectados nos blocos. É possível observar que a quantidade de trincas aumenta a cada bloco, o que está relacionado com a tensão e a deformação crescentes devido à diminuição da largura do bloco. Também, seria de se esperar um aumento da espessura das trincas, o que de fato foi verificado e pode ser visualizado na Figura 97, ainda que de maneira menos marcante.

No entanto, é fundamental comentar que este experimento está limitado pela resolução do tomógrafo utilizado (9 μm). Desta forma, trincas menores do que este valor não são detectadas. Assim, parte da variação do número de trincas está associada ao fato de que as trincas mais abertas (p.ex. no Bloco E) passam a ser detectadas, enquanto as trincas mais fechadas (p. ex. no Bloco A), são invisíveis para o equipamento.

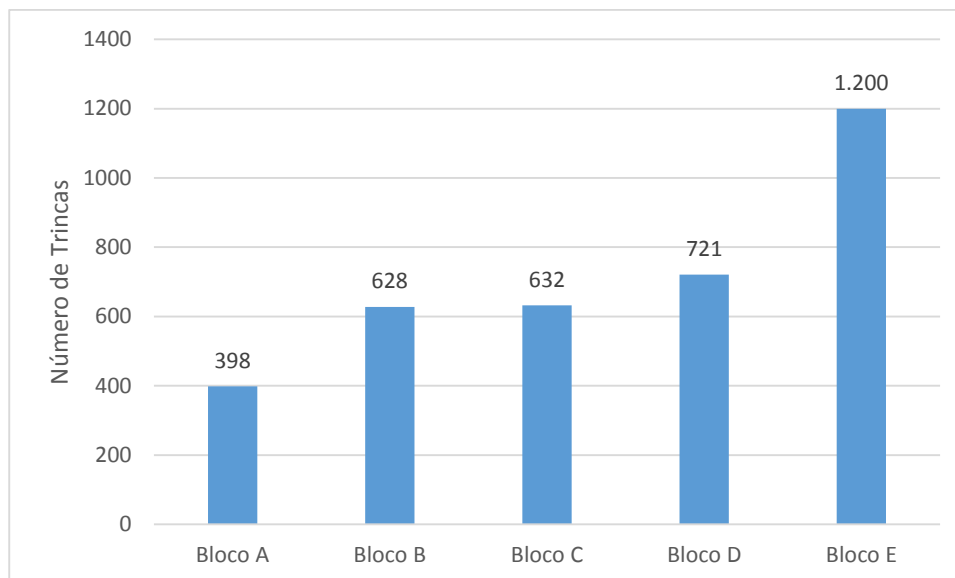


Figura 96: Amostra 5 - Número de trincas para os cinco blocos.

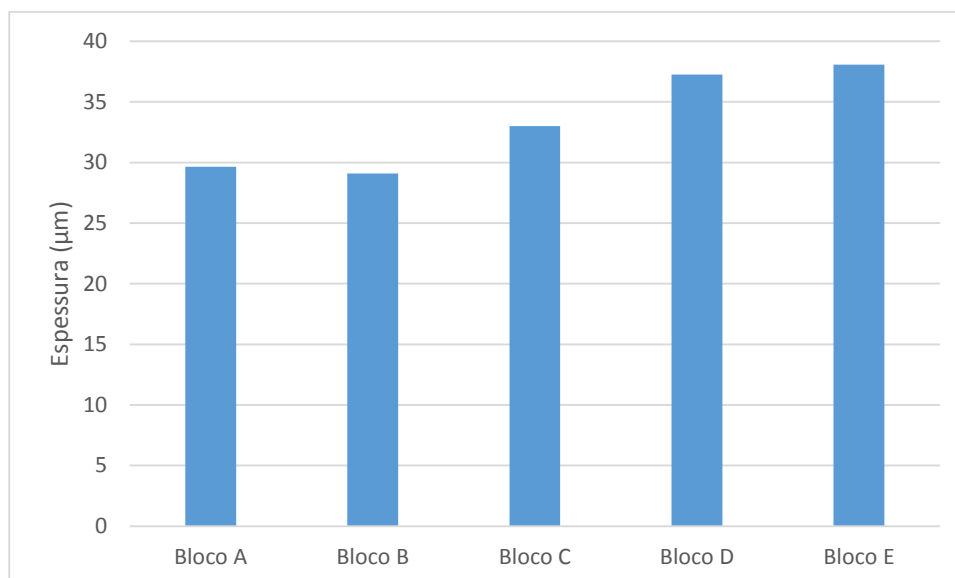


Figura 97: Amostra 5 - Espessura média das trincas para os cinco blocos.

Além disso, a parte mais fina das trincas, próxima à ponta (*crack tip*), também será mascarada se estiver abaixo da resolução do equipamento. Isto pode explicar o comportamento mais constante identificado para o comprimento das trincas, medido pelo *Feret* Máximo, apresentado na Figura 98.

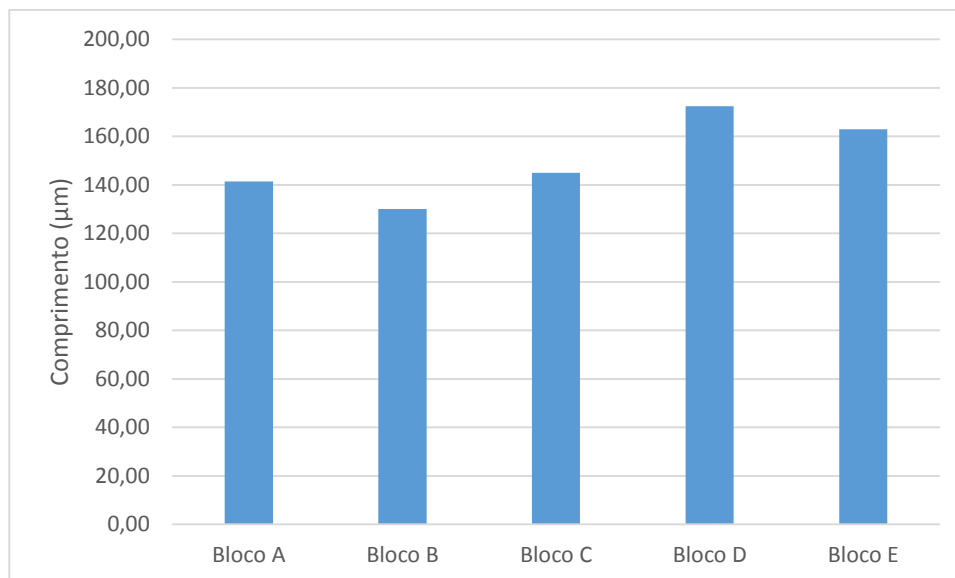


Figura 98: Amostra 5 – Comprimento médio das trincas em cada bloco.

Os modelos 3D a seguir (Figura 99 e Figura 100) mostram as trincas dos blocos E e A. Pode-se notar que o bloco E possui muito mais trincas que o bloco A, como já foi representado pelos gráficos anteriormente. Na imagem do Bloco A a linha central é causada por ruído presente nas imagens mais internas da pilha, e que não foi totalmente eliminado no processamento das imagens. Este ruído está presente em todos os blocos.

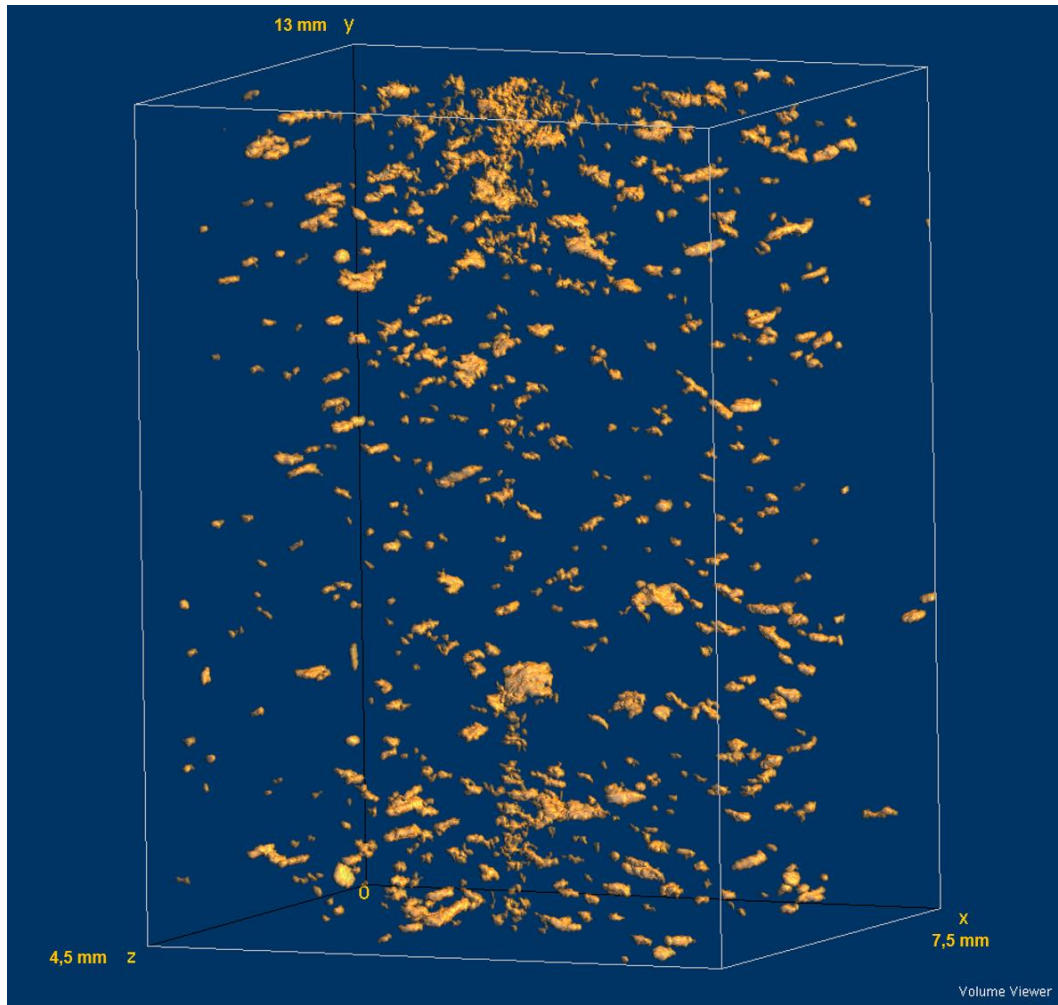


Figura 99: Amostra 5 - Modelo 3D do bloco E

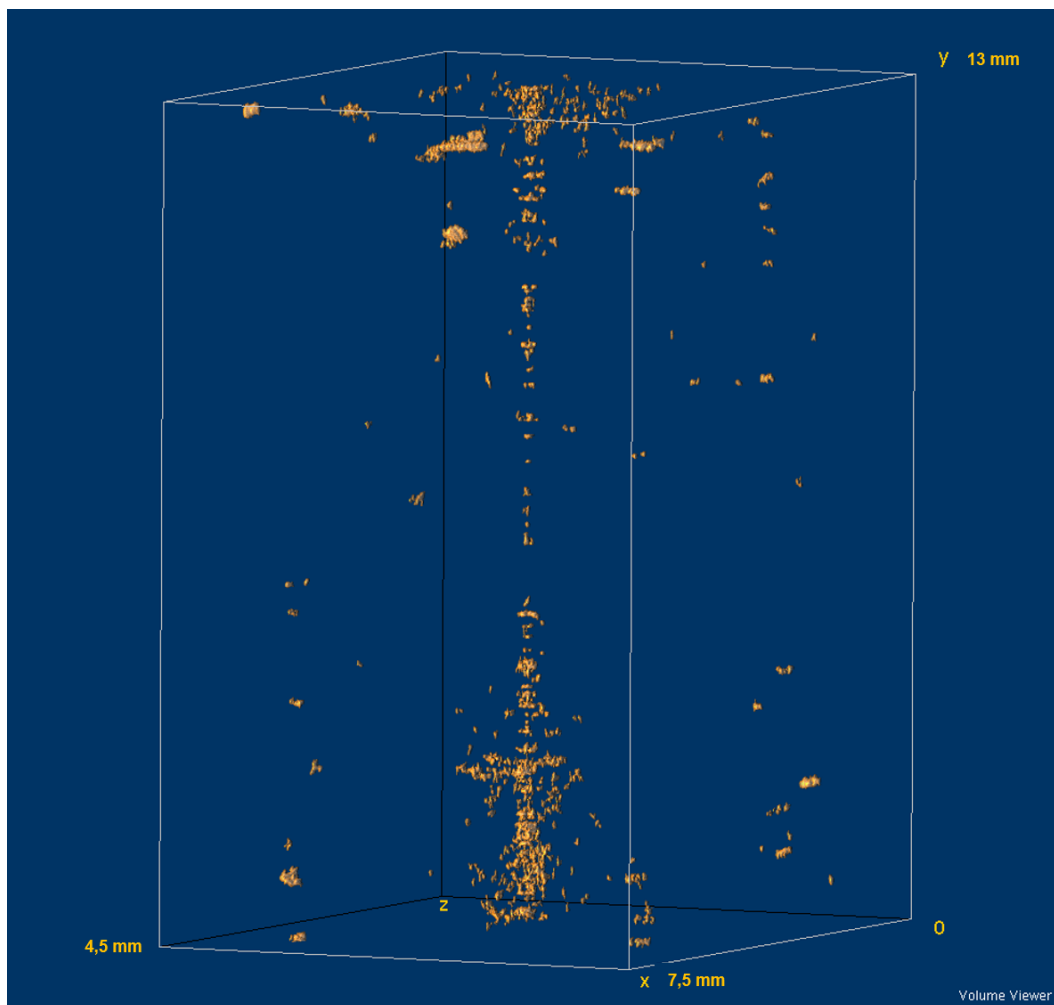


Figura 100: Amostra 5 - Modelo 3D do bloco A

Os resultados apresentados acima certamente estão distorcidos por pelo menos três fatores: a resolução do tomógrafo, a presença de ruído, e a possibilidade de que parte da população analisada não corresponda a trincas, mas sim poros ou até mesmo a outros defeitos da amostra.

Visando uma análise mais detalhada, a população de objetos foi filtrada. Utilizou-se uma medida de forma baseada na razão $RA = \text{Comprimento}/\text{Espessura}$ dos objetos e selecionou-se os objetos com $RA \geq 8$, ou seja, objetos fortemente alongados e finos, como se espera das trincas.

Esta filtragem implicou em uma expressiva redução da população de objetos considerados na análise e em um expressivo aumento dos valores médios de comprimento (*Feret Máximo*), conforme apresentado na Tabela 23.

Tabela 23: Amostra 5 – Resultados da filtragem de trincas com $RA \geq 8$

	Número de trincas	<F> (μm)	<Esp> (μm)
Bloco A	33	318	30
Bloco B	45	353	26
Bloco C	45	340	26
Bloco D	45	438	44
Bloco E	68	511	51

<F>: *Feret*, <Esp>: Espessura (valores médios)

A relação entre tensão aplicada a cada bloco do corpo de prova e os valores médios de comprimento e espessura das trincas está apresentada nos gráficos da Figura 101 e da Figura 102, respectivamente. Em cada gráfico, inclui-se uma curva de tendência linear por partes, que representa aproximadamente o comportamento para duas faixas de tensão aplicada.

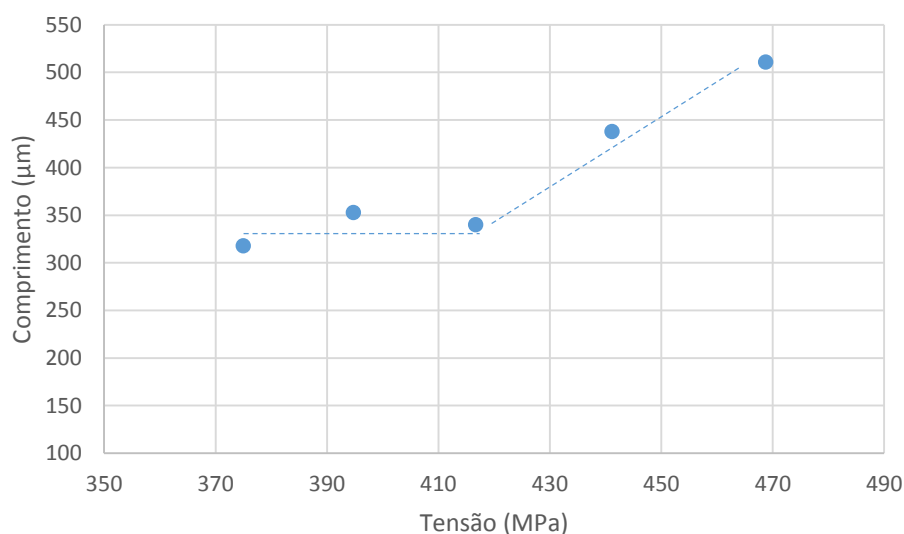


Figura 101: Amostra 5 – Trincas filtradas. Relação entre o comprimento médio das trincas em cada bloco e o valor da tensão aplicada. O par de linhas pontilhadas é uma aproximação com duas retas para a tendência observada.

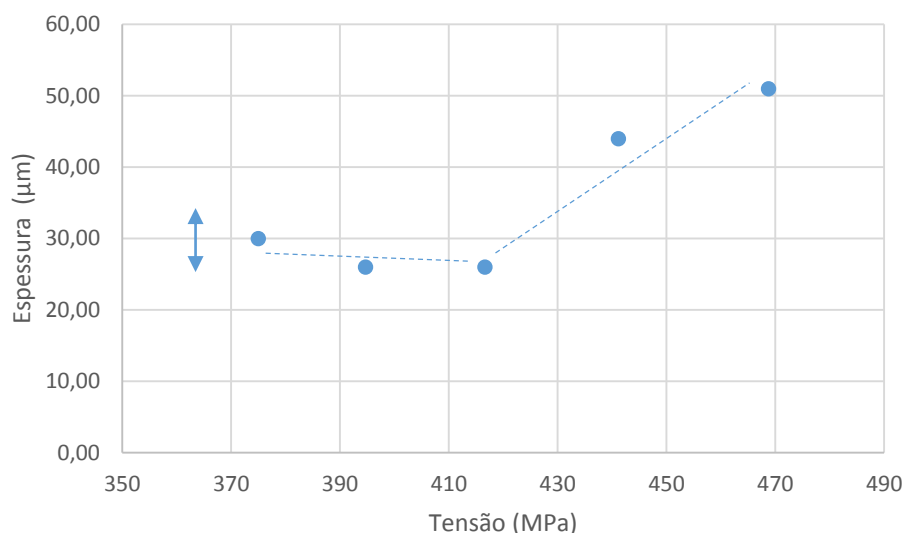


Figura 102: Amostra 5 - Trincas filtradas. Relação entre a espessura média das trincas em cada bloco e o valor da tensão aplicada. O par de linhas pontilhadas é uma aproximação com duas retas para a tendência observada. A resolução espacial (9 μm) está representada pela seta vertical.

O comportamento do comprimento e da espessura das trincas, constante para tensões mais baixas e crescente para tensões maiores, pode estar associado ao regime de deformação – elástico ou plástico – a que cada bloco está sujeito. A tensão limite de escoamento para esta peça soldada tem valores entre 400 e 440 MPa. Ainda que estes valores contenham uma certa imprecisão, é possível que os blocos A, B e C estivessem no regime elástico, no qual as trincas não deveriam abrir quando submetidas à tensão mecânica, ao passo que os blocos D e E estivessem no regime plástico, levando à abertura e ao crescimento das trincas. Levando em conta a resolução do experimento (9 μm) pode-se afirmar, inclusive, que os valores de espessura medidos para os blocos A, B e C são equivalentes.

4.6. Amostra 6 – Inclusões (Síncrotron)

Para validar os resultados obtidos para esta amostra foi feita uma análise complementar de Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), comprovando que os objetos analisados são, de fato, inclusões e não poros.

4.6.1. Análise por Microscopia Ótica (MO)

Primeiramente, através da MO, foram capturados vários campos da amostra 6. Foi possível observar e medir o diâmetro das inclusões no metal de solda. O valor médio do diâmetro encontrado foi de 2,7 μm . A Figura 103 mostra as inclusões no metal de solda.

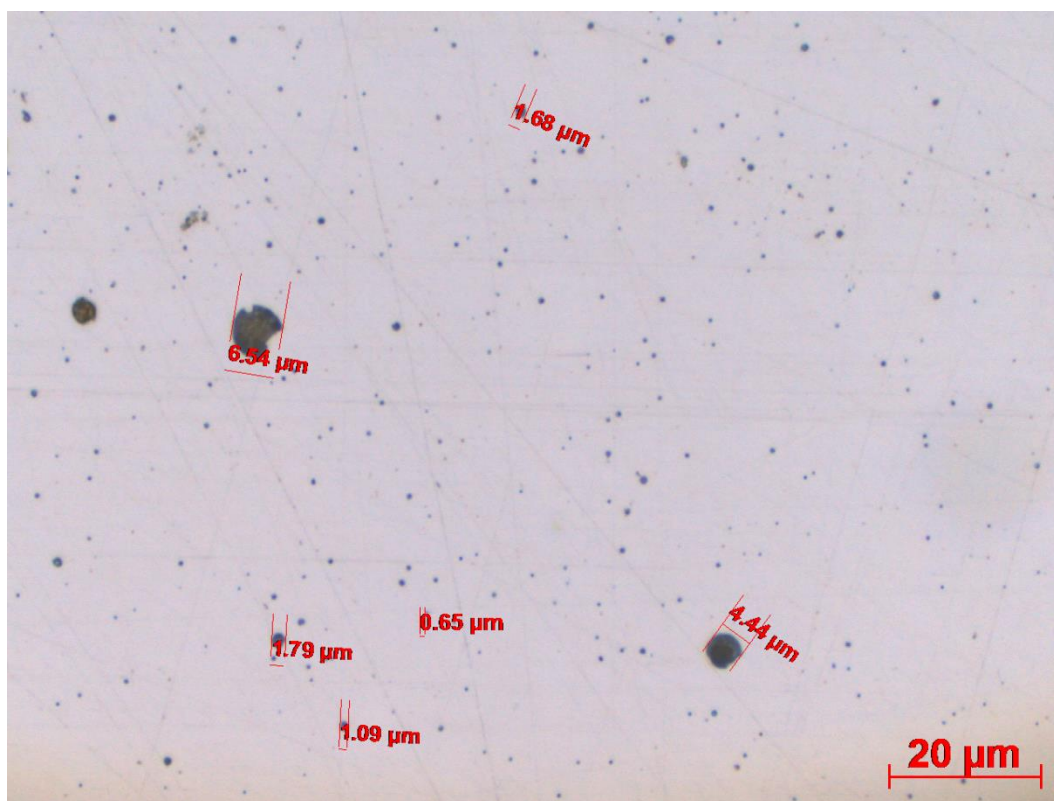


Figura 103: Imagem de MO das inclusões no metal de solda

4.6.2. Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises através do MEV também comprovaram que os objetos são inclusões. A média do diâmetro das inclusões também foi calculada, além da análise feita por EDS. Várias imagens foram capturadas para esta investigação. A média do diâmetro encontrada foi de 3,42 μm . Estas imagens podem ser vistas na Figura 104 e na Figura 106 e seus respectivos espectros de EDS na Figura 105 e na Figura 107.

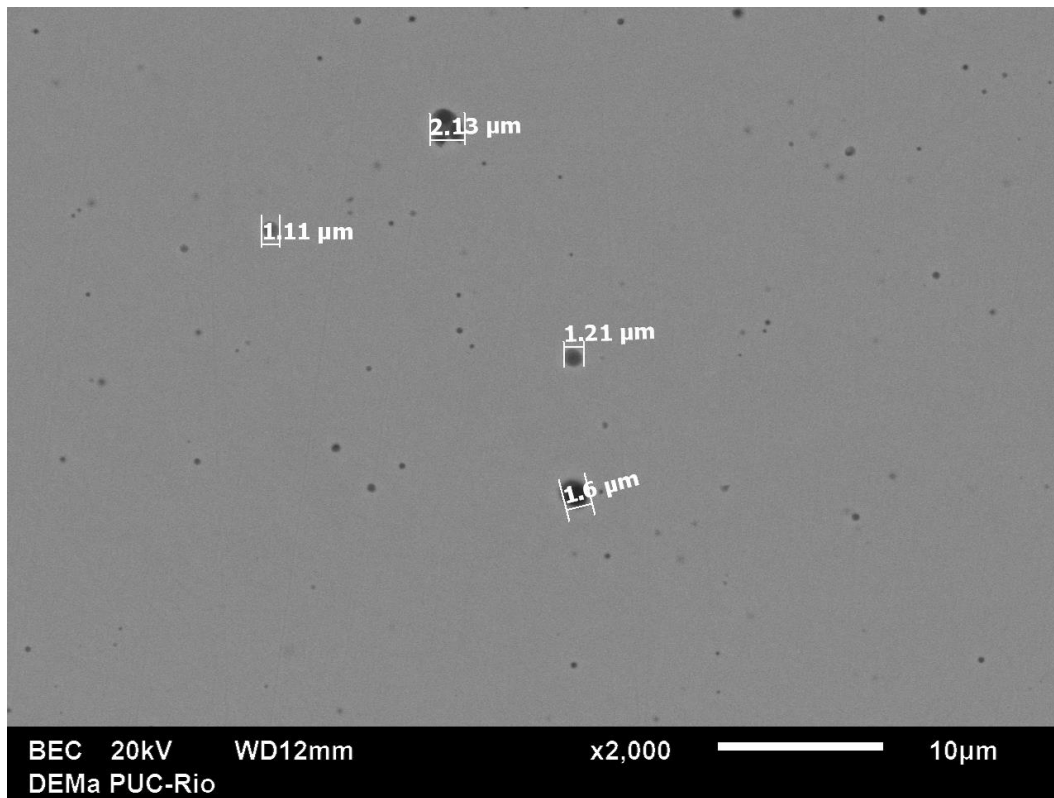
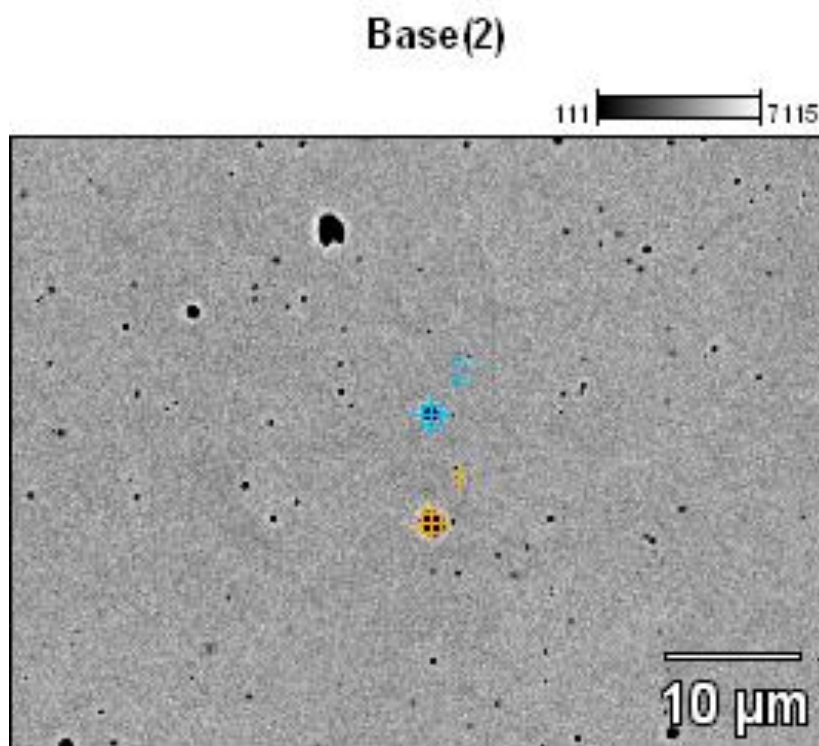


Figura 104: Imagem de MEV das inclusões no metal de solda.



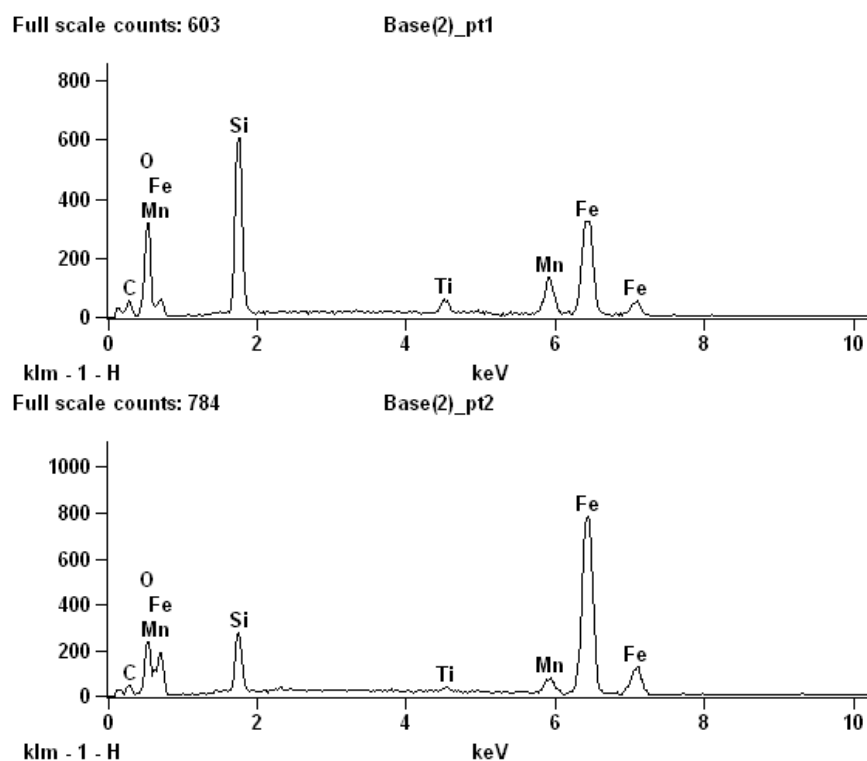


Figura 105: Análise de EDS da Figura 104 e respectivos espectros de EDS das localidades.

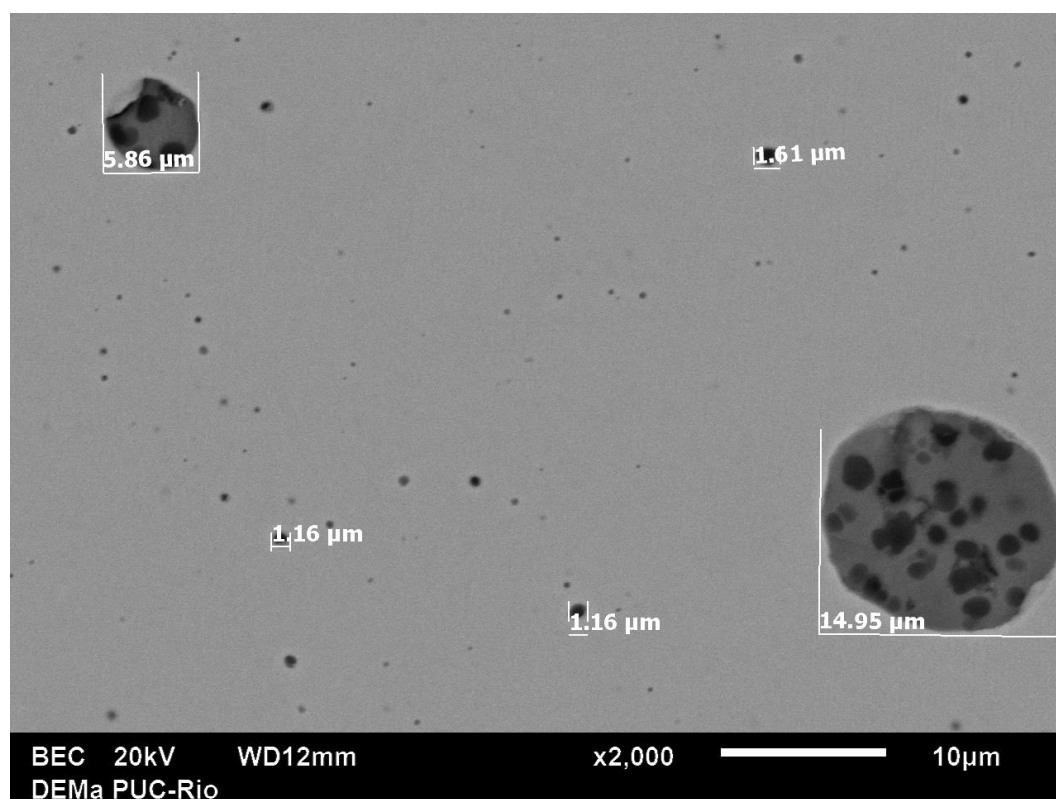
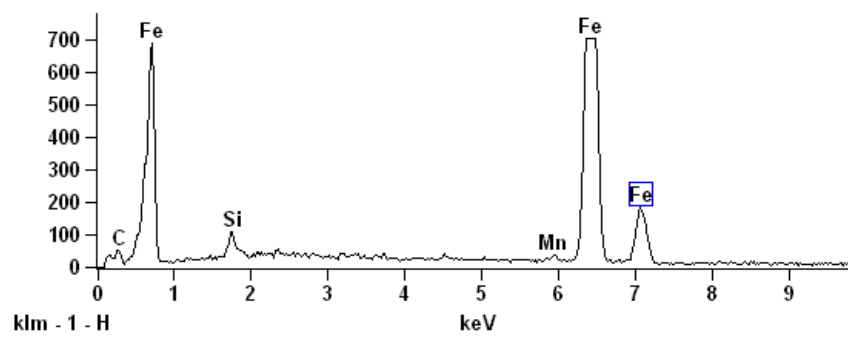
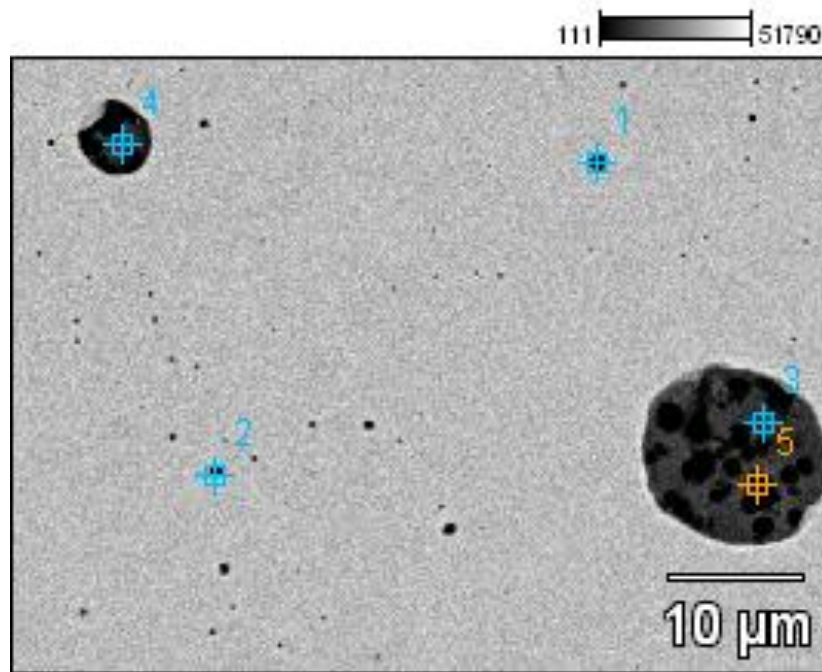


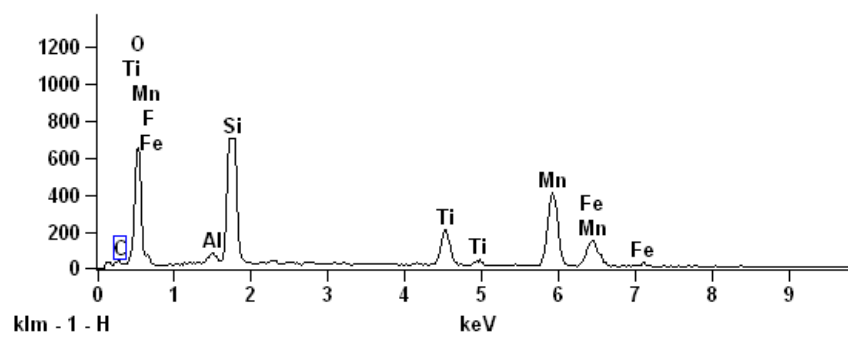
Figura 106: Imagem de MEV das inclusões no metal de solda.

Base(5)



Full scale counts: 704

Base(5)_pt3



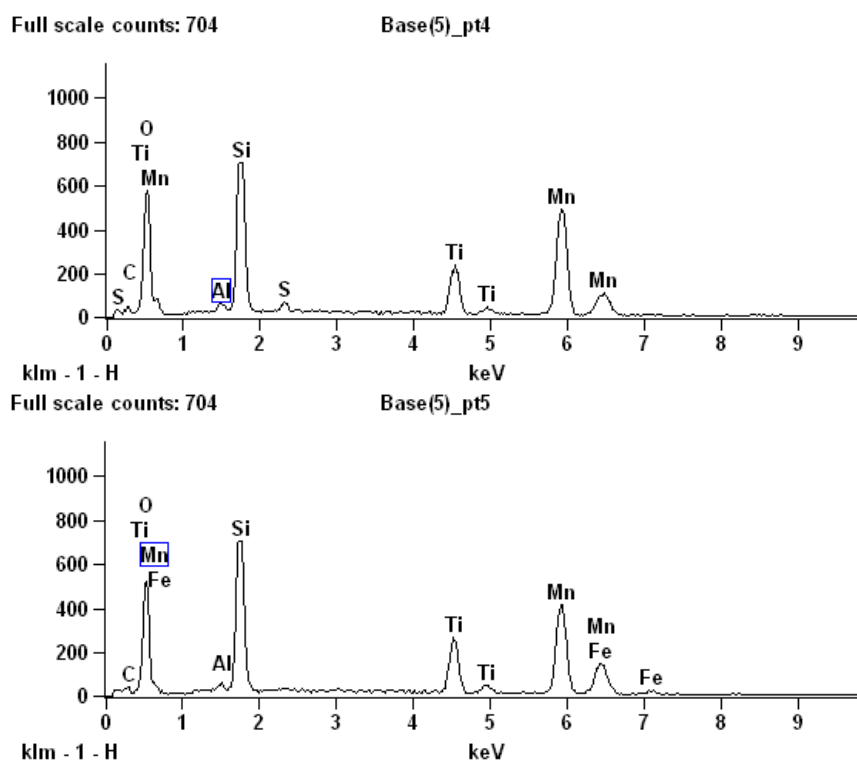


Figura 107: Análises de EDS da Figura 106 e respectivos espectros de EDS das localidades.

4.6.3. Análise por MicroTC Síncrotron

Com os resultados das análises de MO e MEV ficou comprovado que os objetos revelados nas imagens geradas pelo síncrotron são inclusões e não poros.

A Figura 108 mostra uma imagem original da pilha reconstruída a partir das projeções.

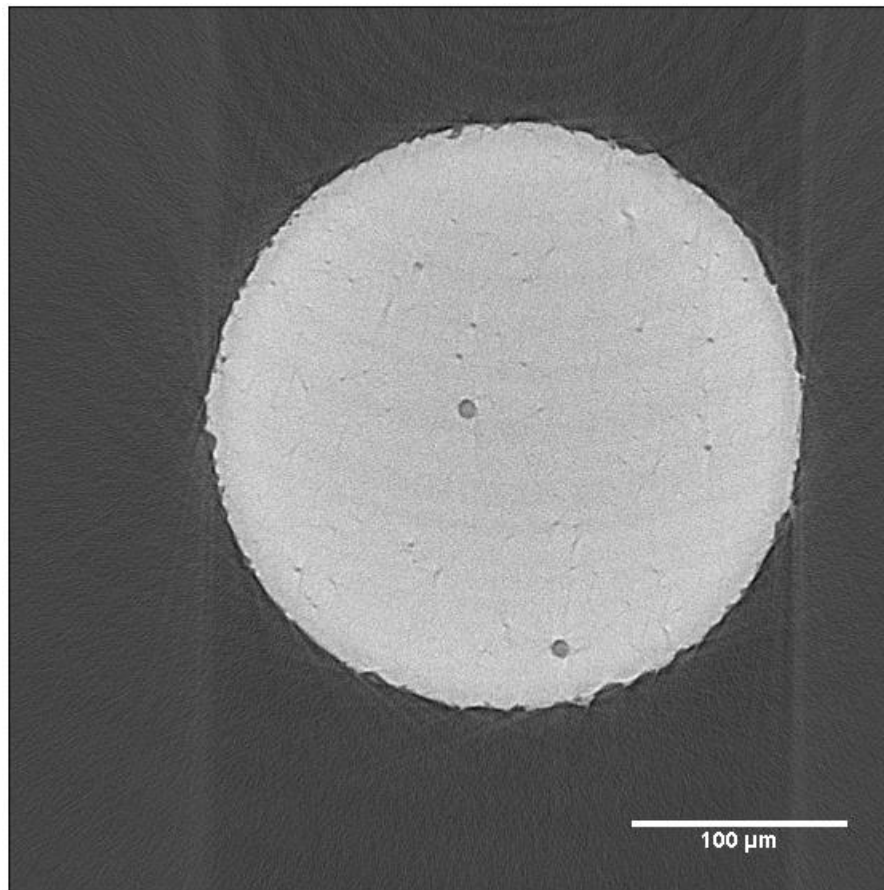


Figura 108: Amostra 6 – Síncrotron – Imagem típica mostrando inclusões.

Esta amostra foi preparada com o diâmetro de 0,5 mm, porém foi necessário um polimento manual com o objetivo de diminuir o diâmetro pela metade (0,25 mm) para uma análise mais adequada. A Figura 109 mostra o formato final e três imagens mostrando os variados diâmetros ao longo da amostra.

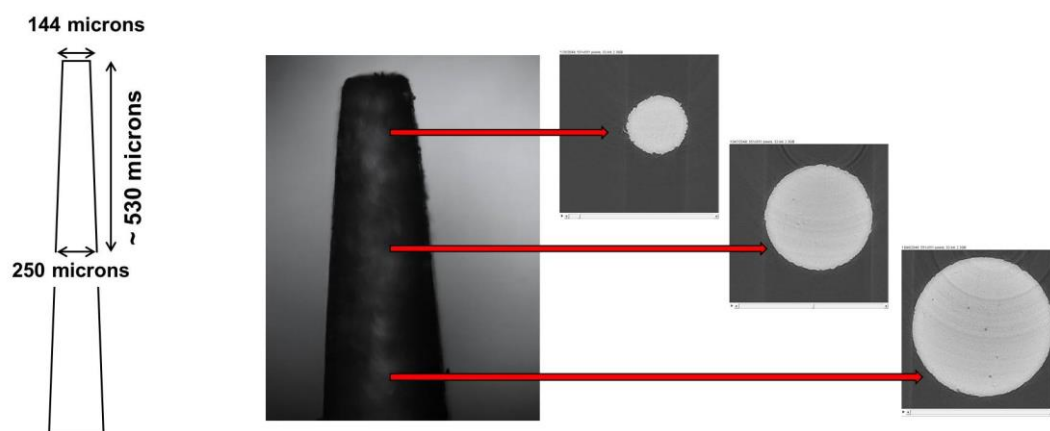


Figura 109: Formato da amostra 6

Sequência do processamento de imagens:

A Figura 110 mostra as etapas do processamento de imagem desta amostra.

- Pré-processamento: *Filtro Sigma*.
- Processamento: Limiar manual.
- Pós-processamento: Exclusão de objetos que tocam as bordas e eliminação de partículas por tamanho (*Analyze Particles 2D*).

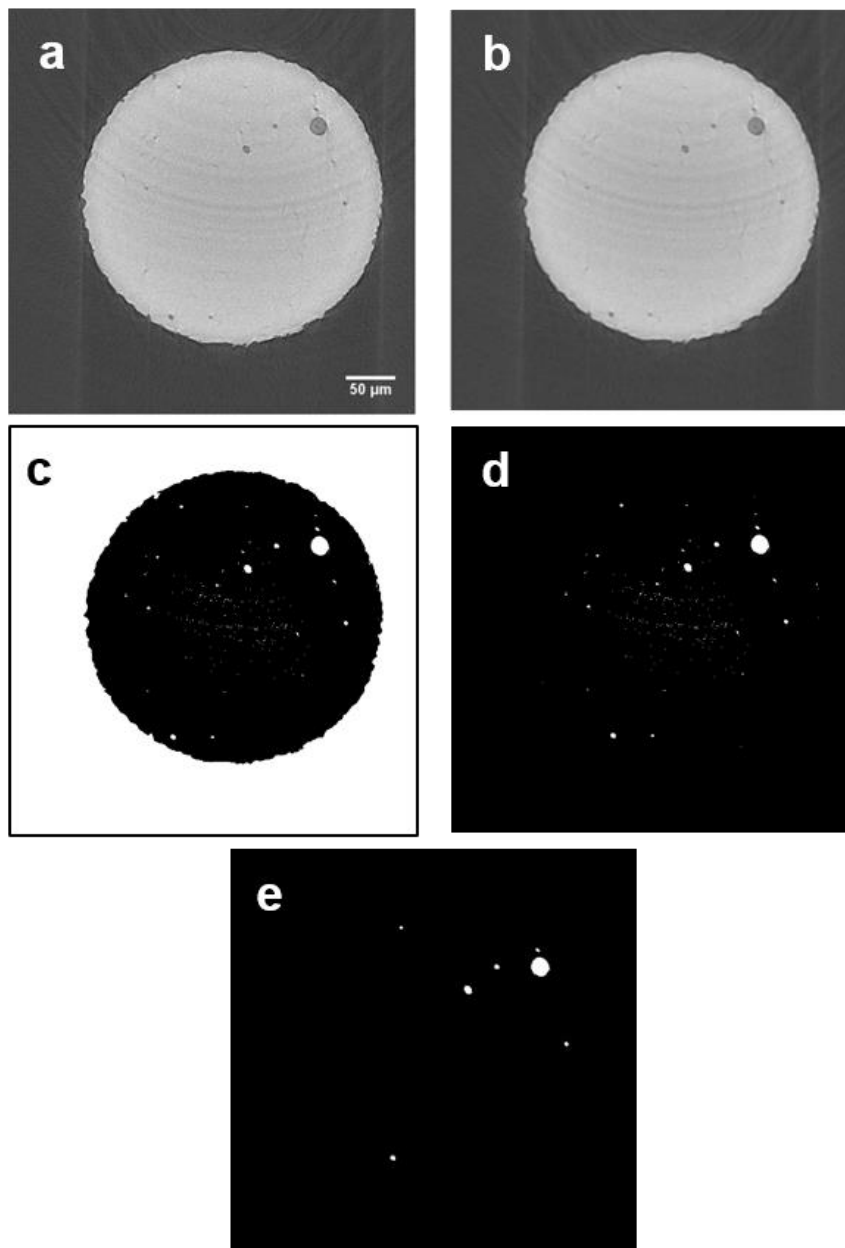


Figura 110: Amostra 6 - Etapas do processamento de imagens: (a) Imagem original, (b) Filtro *Sigma*, (c) Limiar manual, (d) Exclusão de objetos tocando as bordas da imagem, (e) Eliminação de objetos pequenos.

A Tabela 24 e a Tabela 25 apresentam os resultados quantitativos e estatísticos dos objetos de interesse da amostra 2.

Tabela 24: Amostra 6 - Resultados Globais

Número de Inclusões	4.260
Volume de Inclusões (μm^3)	$1,02 \times 10^5$
Volume Total da Amostra (μm^3)	$2,43 \times 10^8$
Fração Volumétrica (%)	0,12

Tabela 25: Amostra 6 - Resultados dos Objetos

	Diâmetro (μm)	Feret Máximo (μm)	Volume (μm^3)	Esfericidade
Média	2,56	2,33	24,42	1,11
Min	0,91	0,74	0,4	0,5
Max	20,1	30,34	4.256	1,6
Desvio Padrão	1,57	2,13	117	0,19

Os valores acima não são relacionados e sim independentes para cada objeto, ou seja, o objeto com menor diâmetro não é o mesmo objeto com menor esfericidade.

A Figura 111 mostra o histograma do diâmetro das inclusões. Notamos que quase todas as inclusões possuem valores de diâmetro menores que $5 \mu\text{m}$.

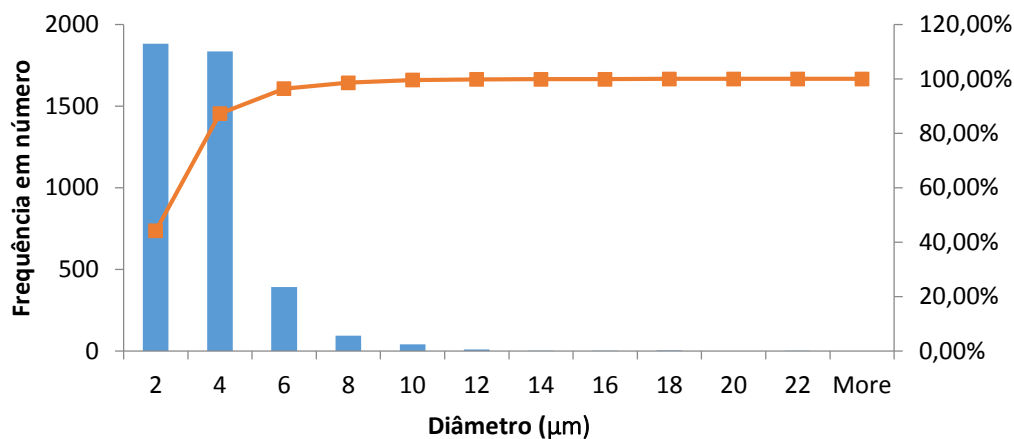


Figura 111: Amostra 6 – Histograma da distribuição de diâmetro das inclusões e sua curva acumulativa.

A Figura 112 apresenta o histograma da esfericidade das inclusões. Observamos que a maioria das inclusões é esférica.

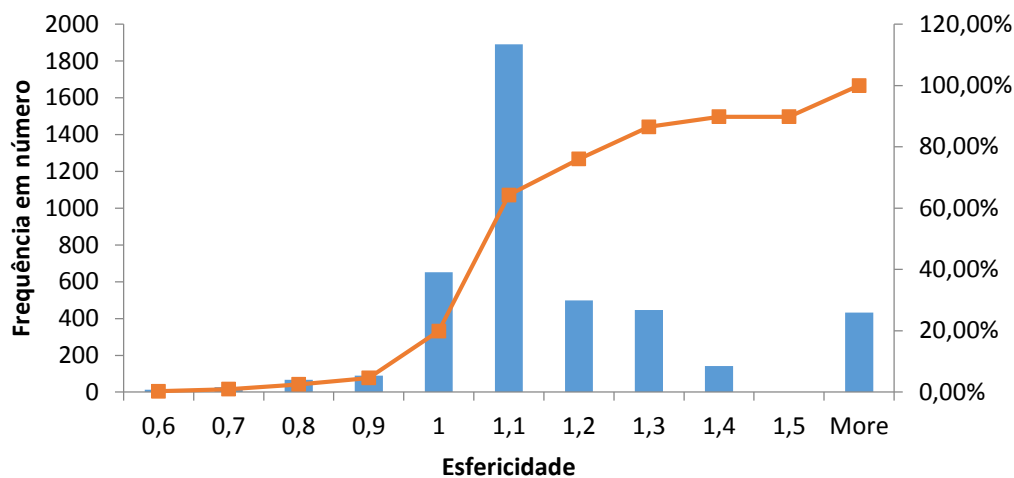


Figura 112: Amostra 6 – Histograma da distribuição de esfericidade das inclusões e sua curva acumulativa.

Os modelos em 3D das inclusões e do metal de solda da amostra 6 estão apresentados na Figura 113. É possível notar que as inclusões estão bem distribuídas no metal de solda.

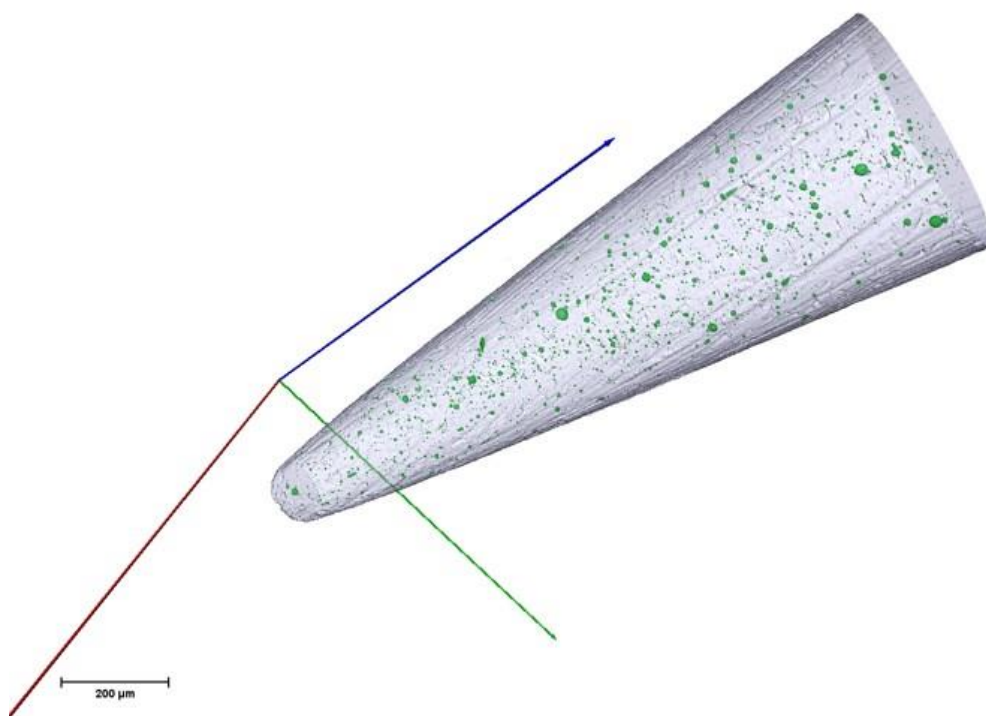


Figura 113: Amostra 6 - Modelo 3D das inclusões e do metal de solda.

4.7. Amostra 7 – Inclusões (FIB-SEM)

A Amostra 7 foi a única analisada pela técnica de FIB-SEM. Como anteriormente comentado, neste caso o processo é destrutivo, as imagens das camadas são obtidas durante o experimento, e a resolução e contraste são típicos de uma imagem de MEV. A Figura 114 mostra a primeira imagem da pilha de 196 imagens capturadas no experimento.

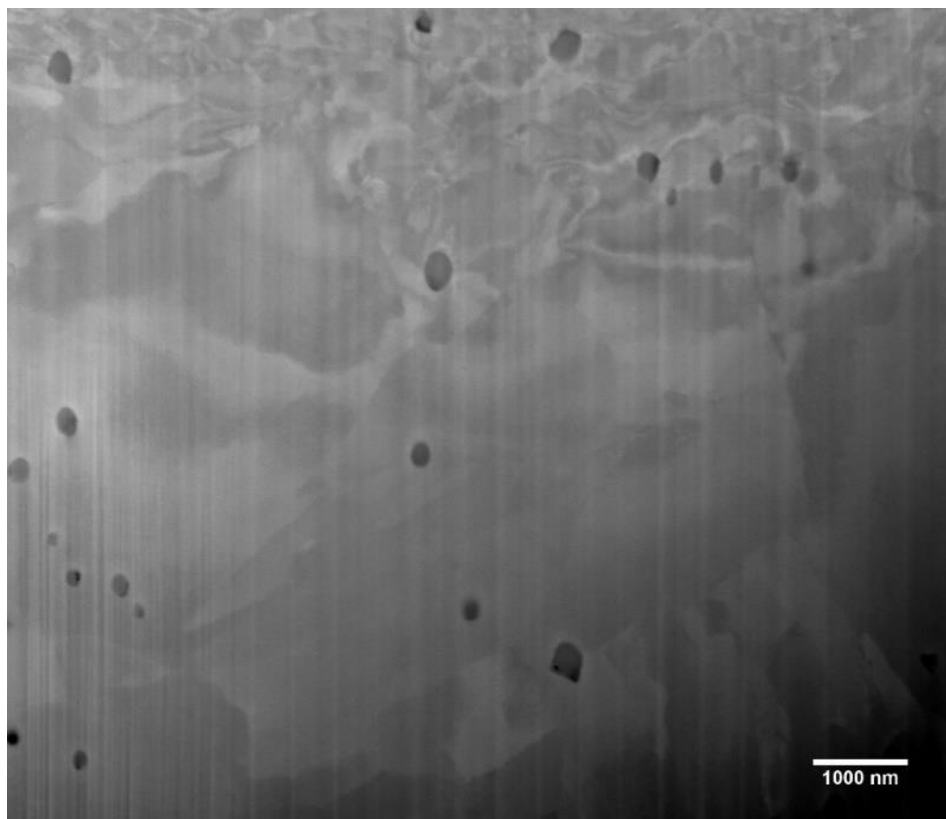


Figura 114: Amostra 7 – FIB-SEM. Imagem original BSE

Dadas as características específicas destas imagens, a sequência de processamento de imagens foi bastante diferente das demais apresentadas até agora. Esta sequência de processamento está apresentada na Figura 115.

- Pré-processamento:
 - Filtragem de ruído vertical com *FFT*,
 - Alinhamento entre camadas com *Linear Stack Alignment with SIFT*,
 - Correção de fundo através da subtração *Low Pass*,

- Redução de ruído com Filtro *Sigma*.
- Segmentação: Limiar manual.
- Pós-processamento:
 - Preenchimento de buracos com a função *Fill Holes*,
 - Eliminação de partículas por tamanho (*Analyze Particles 2D*),
 - Remoção manual de objetos espúrios;
 - Interpolação de camadas para corrigir a diferença entre a resolução no plano x-y (4,85 nm) e a resolução no eixo z (46 nm).

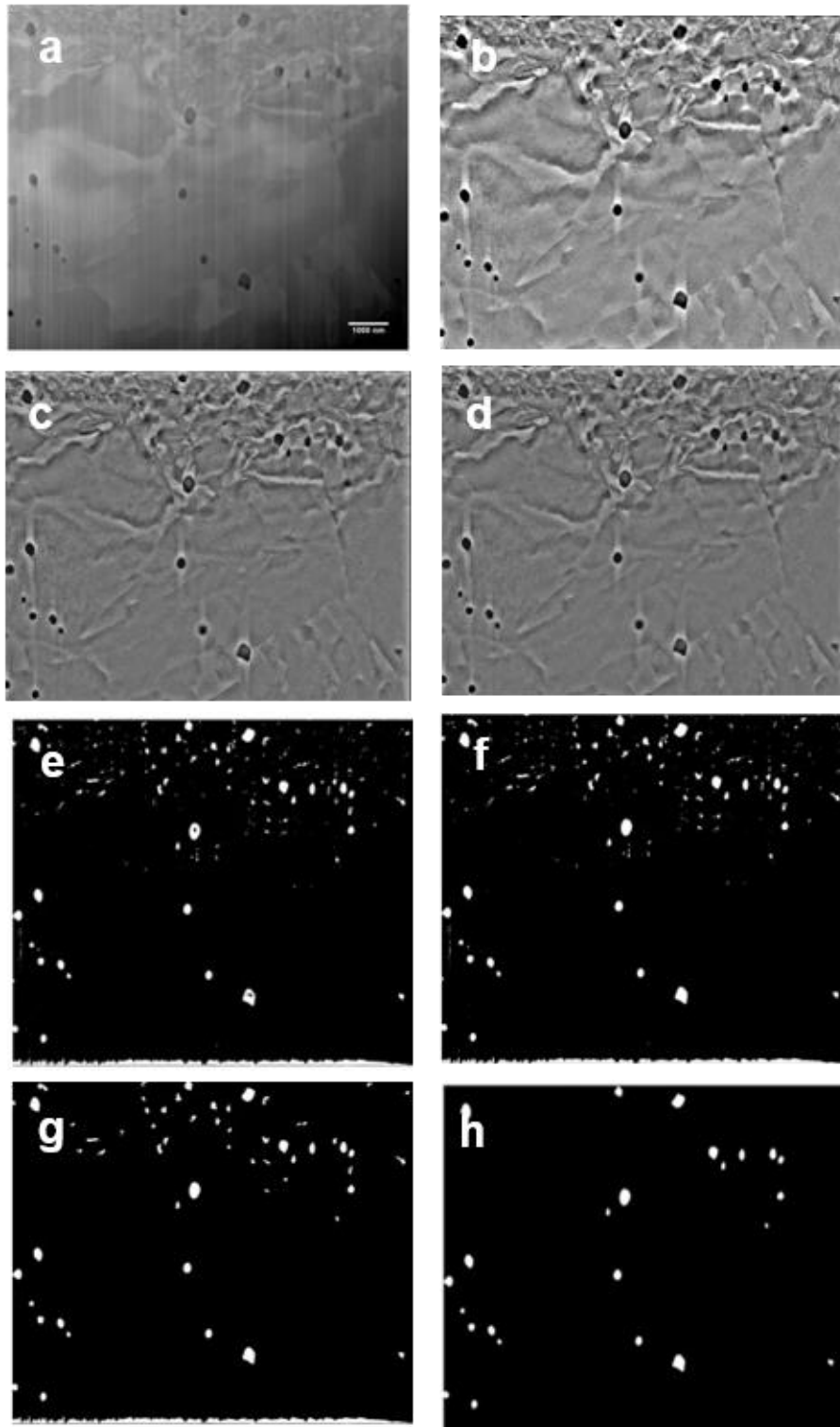


Figura 115: Amostra 7 - Etapas do processamento de imagens: a) Imagem original, b) Filtragem de ruído vertical com FFT e Alinhamento entre camadas com *Linear Stack Alignment with SIFT*, c) *Low Pass*, d) com Filtro *Sigma*, e) Limiar manual, f) *Fill Holes*, g) *Analyze Particles 2D*, h) Remoção manual de objetos espúrios e interpolação de camadas.

A Tabela 26 e a Tabela 27 mostram os resultados quantitativos e estatísticos.

Tabela 26: Amostra 7 - Resultados Globais

Número de Inclusões	1044
Volume total de Inclusões (μm^3)	1,12
Volume total da amostra (μm^3)	72,38
Fração Volumétrica (%)	1,54

Tabela 27: Amostra 7 - Resultados dos Objetos

	Volume (nm^3)	Feret Máximo (nm)	Diâmetro (nm)	Esfericidade
Média	$1,07 \times 10^6$	157,6	194,6	0,55
Desvio Padrão	$2,39 \times 10^6$	135,1	131,3	0,07
Max	$3,5 \times 10^7$	1.440	870,9	0,74
Min	687	3,73	23,4	0,24

A Figura 116 apresenta o histograma do diâmetro das inclusões. Observa-se que muitas inclusões possuem diâmetro em torno de 100 a 149 nm. Também é possível notar que o número de inclusões cai de acordo com o aumento do diâmetro.

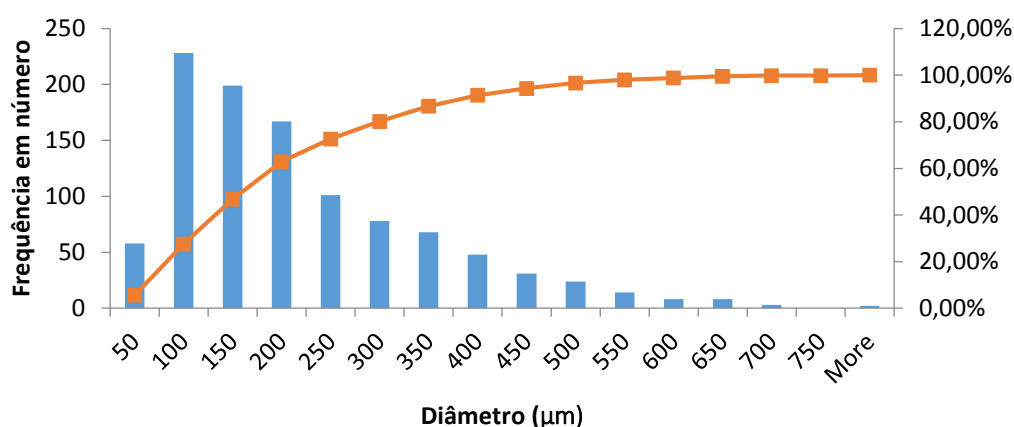


Figura 116: Amostra 7 – Histograma da distribuição de diâmetro das inclusões e sua curva acumulativa.

A Figura 117 mostra o histograma de esfericidade das inclusões. Neste caso, praticamente toda a população é não esférica.

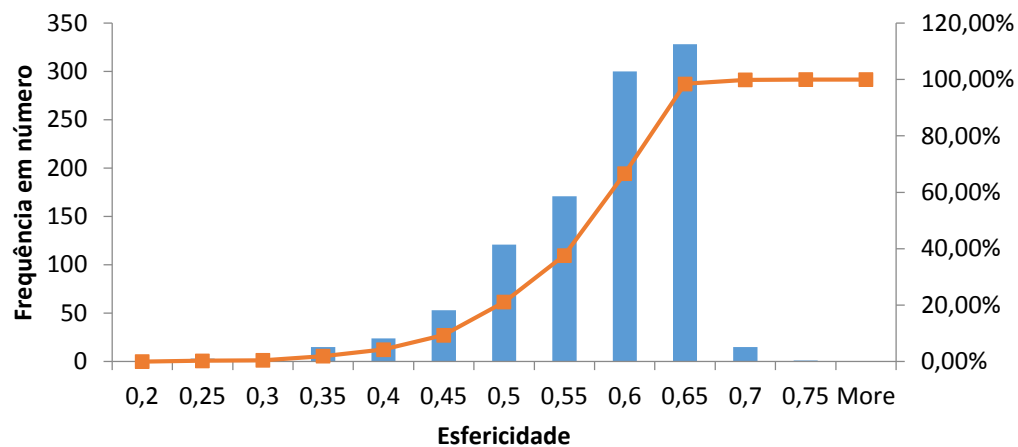


Figura 117: Amostra 7 – Histograma da distribuição de esfericidade das inclusões e sua curva acumulativa.

A Figura 118 apresenta um modelo 3D das inclusões.

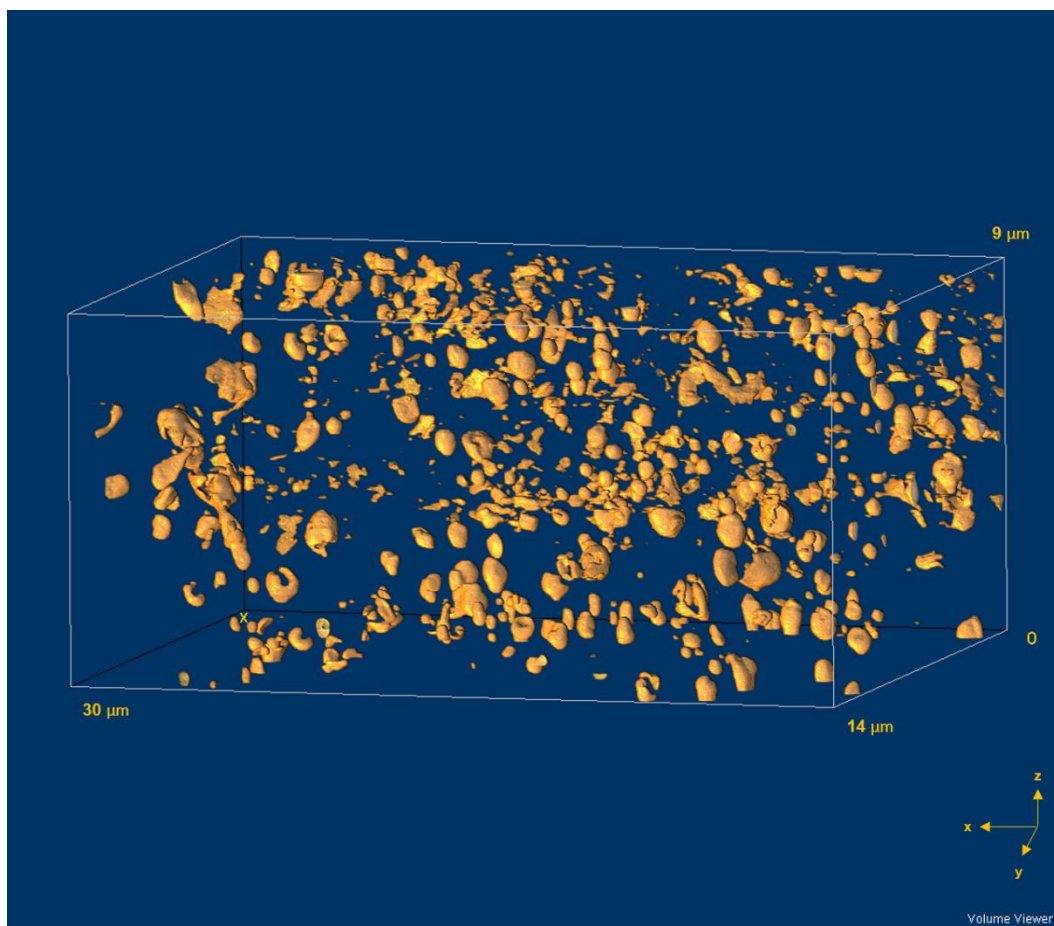


Figura 118: Amostra 7 – Modelo 3D mostrando as inclusões.

4.8. Considerações Finais

Os resultados para as amostras 6 e 7, apesar de ambos se referirem a inclusões, são muito distintos. Na verdade, não faz sentido comparar diretamente as duas amostras e suas medidas. Em primeiro lugar, são de fato amostras diferentes, de soldas diferentes, ainda que obtidas com eletrodos iguais. Em segundo lugar, as condições de formação de imagens são muito diferentes, devido às diferenças entre as técnicas de aquisição.

No caso da amostra 6, obtida por MicroTC com fonte síncrotron, a resolução espacial foi de $0,74\ \mu\text{m}$ e o volume da amostra foi de $243,2 \times 10^6\ \mu\text{m}^3$, dentro do qual se detectou 4260 inclusões, ocupando 0,042% do volume total.

Já no caso da amostra 7, obtida por FIB-SEM, a resolução x-y chegou a $4,86\ \text{nm}$, enquanto o volume da amostra foi de apenas $72\ \mu\text{m}^3$, dentro do qual 1044 inclusões ocuparam 1,54% do volume. Evidentemente, a melhor resolução espacial permitiu detectar inclusões muito menores, mas que ocupavam uma maior fração do pequeno volume analisado.

Vale comentar, também, que a análise de forma das inclusões nas duas amostras também levou a resultados muito diferentes. No caso da amostra 6 a maioria das inclusões tinha forma esférica (Figura 112), enquanto para a amostra 7 as inclusões parecem menos esféricas (Figura 117). Em princípio, pelas análises de Microscopia Ótica e MEV (Figura 103, Figura 104 e Figura 106) seria de se esperar que as inclusões fossem esféricas.

Este desvio com relação à forma esférica pode ser parcialmente explicado pelas características peculiares das imagens obtidas por FIB-SEM já que a resolução no eixo z, dada pela retirada de camadas pelo feixe de íons, é muito pior ($46\ \text{nm}$). Por isso, antes de medir e reconstruir a imagem 3D das inclusões da amostra 7, foi necessário interpolar camadas ortogonais ao eixo z, de forma a obter *voxels* aproximadamente cúbicos. No entanto, esta interpolação linear, realizada a partir das camadas originais após a segmentação, não é capaz de representar corretamente a forma das inclusões, que se supõe esféricas. Isto pode explicar os valores bem mais baixos de esfericidade medidos neste caso, bem como o aspecto mais alongado das inclusões na imagem da Figura 118.

5

Conclusões e Trabalhos Futuros

As principais conclusões deste trabalho estão listadas a seguir:

1. Técnicas de microcaracterização 3D – MicroTC e FIB-SEM – apresentaram resultados razoáveis na detecção, discriminação e quantificação de descontinuidades em metal de solda molhada, ou seja, é possível fazer uma análise 3D geral destes objetos através das técnicas citadas. Estas descontinuidades – poros, trincas e inclusões – têm uma grande faixa de tamanhos, além de variações expressivas de forma, orientação e distribuição espacial.
2. A microtomografia de raios-X com fonte de tubo, com equipamentos de características distintas, permitiu visualizar poros e trincas. Em geral, como os poros são maiores e são, efetivamente, espaços vazios, o contraste é maior, o que permite uma melhor discriminação. Já no caso das trincas, objetos mais finos e de forma mais complexa, a discriminação é muito mais difícil e mais fortemente afetada por ruído.
3. A microtomografia de raios-X com fonte síncrotron, ainda que realizada em apenas uma amostra, mostrou a possibilidade de detectar inclusões, que são muito menores do que os poros. Esta detecção foi confirmada por análise de microscopia ótica e eletrônica de varredura.
4. Um dos pontos críticos foi a presença de diversos tipos de ruído nas imagens de microTC. Ruído aleatório na aquisição, não uniformidade de campo, artefatos de reconstrução, dentre outros, dificultaram a segmentação dos objetos de interesse, especialmente as trincas. Assim, diversos métodos de filtragem digital foram testados. Os melhores resultados do ponto de vista da redução de ruído aleatório e preservação de bordas foram obtidos com os filtros *Sigma* e *Anisotropic Diffusion 2D*. Este último é aparentemente superior, mas tem a desvantagem do grande tempo de processamento. Técnicas tradicionais de correção de fundo foram bem sucedidas para corrigir não uniformidade de campo.

5. Como era esperado, a segmentação foi a etapa mais difícil, e que exigiu mais intervenção do operador. Ruído residual, baixo contraste dos objetos, variações de brilho e contraste entre camadas de cada pilha foram alguns dos problemas encontrados. Após diversas tentativas de utilizar métodos automáticos de segmentação, optou-se, na maioria dos casos, em definir o limiar de forma interativa, mantendo-o constante para todas as camadas de cada pilha. Em alguns casos este enfoque pode ter contribuído para alguma super-segmentação, talvez incluindo ruído residual.
6. A etapa de pós-processamento permitiu corrigir defeitos remanescentes da segmentação, ainda que com limitações. Especificamente, optou-se por utilizar a eliminação de pequenos objetos em cada camada (2D), o que implica em alguma alteração na forma 3D do objeto. Este limiar de eliminação foi determinado empiricamente para cada amostra.
7. Em certas amostras foi importante discriminar objetos por forma, por exemplo, para separar trincas de poros. Para isso utilizou-se medidas de volume e compacidade, simultaneamente.
8. Para a amostra 5, o corpo de prova com seção variável, foi possível correlacionar a tensão mecânica aplicada às dimensões das trincas, e identificar limites de detecção para este tipo de objeto. Neste caso particular, aponta-se para a necessidade de trabalhar com amostras menores, visando atingir melhor resolução, e em condições de aquisição que minimizem o ruído.
9. A técnica de FIB-SEM permitiu discriminar as inclusões, objetos em escala muito menor do que os demais. No entanto, trata-se de um experimento trabalhoso, destrutivo, e que analisa volume muito pequeno do material. Além disso, as imagens capturadas através do MEV exigem outras etapas de pré-processamento (alinhamento e filtragem de ruído periódico), e interpolação de camadas para adequar a resolução vertical. Assim, é possível que as inclusões analisadas tenham sofrido alguma deformação no processo.
10. Além dos resultados quantitativos fornecidos pela análise de imagens 3D, a representação das imagens em modelos tridimensionais se mostrou muito útil. Características impossíveis de identificar em 2D, tais como a forma das e o alinhamento de trincas ou poros, se tornam evidentes.

Aliado à possibilidade rotação e criação de vídeos, este recurso contribui de forma decisiva para a análise microestrutural.

A partir das metodologias desenvolvidas, é possível apontar para algumas possibilidades de trabalhos futuros nesta área.

1. A principal limitação da MicroTC é a relação entre dimensão da amostra e resolução – quanto maior a espessura da amostra pior a resolução. Esta característica teve forte impacto, como comentado, sobre a detecção de trincas. Uma possível evolução implica o uso de microtomógrafos que vençam parcialmente esta limitação utilizando um sistema ótico interno para focalizar em regiões menores da amostra, sem a necessidade de aproximar a amostra da fonte, e portanto com menos restrições sobre a espessura da amostra. Na verdade, este tipo de tomógrafo aproxima as condições de feixe paralelo do síncrotron.
2. É importante dispor de filtros de ruído que atuem diretamente sobre a imagem 3D (tal como o *Gaussian Filter 3D*) preservando melhor as bordas (como o *Anisotropic Diffusion 2D*). Além disso, outros esquemas de processamento para acelerar a aplicação dos filtros mais complexos (computação paralela, utilização da placa gráfica do computador para cálculos) seriam também muito úteis.
3. É crucial desenvolver métodos mais automáticos de segmentação que se adaptem às variações entre camadas da pilha de imagens.
4. Alguma ferramenta que permita separar objetos por forma, em 3D, gerando uma imagem 3D dos objetos selecionados, seria também muito útil.
5. Medidas de alinhamento e distribuição espacial em 3D permitiriam complementar a análise quantitativa realizada.
6. No caso da técnica de FIB-SEM, seria importante poder analisar uma maior quantidade de volumes da amostra (mais que uma análise), para ampliar o campo amostral e também tentar obter melhor resolução no eixo z, para minimizar problemas de interpolação.

1. S. A. Saltykov. Stereometricheskaya Metallografiya. Ed. Let Me Print. April 2003.
2. L. Salvo, P. Cloetens, E. Marie, S. Zable, J. J. Blandin, J. Y. Buffière, W. Ludwig, D. Boller, C. Josserond. X-Ray Micro-Tomography an Atractive Characterization Technique in Materials Science. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 200, pp. 273-286, 2003.
3. R.T. DeHoff, F. N. Rhines. Microscopie Quantitative. Eds Masson, 1972.
4. J. H. Han, D.Y. Kim. Acta Mater. 43 (1995) 3185.
5. J. H. Han, D.Y. Kim. Acta Mater. 46 (1998) 2021.
6. E. Krestel. Imaging Systems for Medical Diagnostics. Siemens/Publicis, ISBN 3-8009-1564-2.
7. R. Eisberg, R. Resnick. Física Quântica. Livro. 23º Edição. Ed Campus.
8. Blog do Tecnológico. Imagens de modelo por moorsky. Disponível em: <http://blogtecrad.blogspot.com.br/2010/06/revisao-de-fisica.html> Acesso em: 20 fev. 2014.
9. Faiz M. Khan. The Physics of Radiation Therapy. M-Medicine Series. Ed: Lippincott Williams & Wilkins, 2010.
10. G. C. Baldwin. Blewett had help with GE Synchrotron, Physics Today, pp. 76, 2001.
11. Marcos de Oliveira. Revista Pesquisa FAPESP, ed 172, junho 2010. Disponível em: <http://revistapesquisa.fapesp.br/2010/06/25/brilho-maior/> Acesso em: 12 jan. 2014.
12. A. Das, Th. Ferbel. Introduction to Nuclear and Particle Physics. 2ª ed. World Scientific, 2003.
13. G. T. Herman. Image Reconstruction from Projections: The Fundamentals of Computerized Tomography. New York: Academic Press, 1980.

14. B. L. Henke, E. M. Gullikson, J. C. Davis. X-Ray Interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission and Reflection at $E=50\text{--}30000\text{ eV}$, $Z=1\text{--}92$. At Data Nuclear Data Tables 1993. 54. pp, 181-342.
15. S. R. Stock. Microcomputed Tomography: Methodology and Applications. CRC Press, Talylor & Francis Group, 2009.
16. J. D. J. Ingle, S. R. Crouch. Spectrochemical Analysis. New Jersey: Prentice Hall, 1988.
17. E. N. Landis, D. T. Keane. X-Ray Microtomography. Mat. Char. 61, 1605, 2010
18. G.T. Herman. Image Reconstruction from Projections, Academic Press, New York, 1980.
19. J. Ball, T. Price. Chesneys Radiographic Imaging. Blackwell Publishing. USA, 1995.
20. F. E. Boas, D. Fleischmann. CT Artifacts: Causes and Reduction Techniques. Imaging Med. 4(2), 229-240. 2012.
21. Y. Imura, T. Yanagida, H. Morii, H. Mimura, T. Aoki. Reduction of the Beam Hardening Artifacts in the X-Ray Computer Tomography: Energy Discrimination with a Photon-Counting Detector. World Journal of Nuclear Science and Technology, 2. pp. 169-173, 2012.
22. P. Hammersberg, M. Mangard, J. X-ray Sci. Technol. 8 (1998) 75.
23. S. Krimmel, J. Stephan, J. Baumann. 3D Computed Tomography Using a Microfocus X-ray Source: Analysis of Artifact Formation in the Reconstructed Images Using Simulated as well as Experimental Projection Data. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 542. pp 399-407, 2005.
24. G. Matsumoto, Y. Imura, H. Morii, A. Miyake, T. Aoki. Analysis of Artifact with X-Ray CT Using Energy Band by Photon Counting CdTe Detector. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, Vol. 621, No. 1-3, pp. 292-294, 2010.
25. L. Repeto, R. Buzio, C. Denurchis, G. Firpo. E. Piano and U. Valbusa. Fast Three-Dimensional Nanoscale Metrology in Dual-Beam FIB-SEM Instrumentation. Ultramicroscopy 109. pp. 1338-1342, 2009

26. C. A. Volkert, A. M. Minor. Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining. MRS Bulletin. Vol 32. Maio, 2007.
27. S. Reyntjens, R. Puers. A Review of Focused Ion Beam Applications in Microsystem Tecnology. Journal of Micromechanics and Microengineering. Vol 11. pp. 287-300, 2001.
28. L. Holzer, B. Muench, M. Wegmann, and P. Gasser. FIB-Nanotomography of Particulate System-Part I: Particle Shape and Topology of Interfaces. Journal of the American Ceramic Society. Vol 89, N° 8. pp. 2577-2585, 2006.
29. A. Suutala. Focused Ion Beam Technique in Nanofabrication. Microeletronics and Materials Physics Laboratories. University of Oulu, 2009
30. Thomas Gunthner. Focused Ion Beam (FIB). Disponível em: <http://www.ehdtg.com/images,01/17/2009> Acesso em: 05 fev. 2014.
31. N. Yao, A. K. Epstein. Surface Nanofabrication Using Focused Ion Beam. Microscopy: Science, Technology, Applications and Education. A. Méndez-Vilas and J. Díaz (Eds.). pp. 2190-2199, 2010.
32. T. Fuji, N. Yao. Focused Ion Beam System as a Multifunctional Tool for Nanotechnology. Focused Ion Beam System: Basics and Applications. Ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2007.
33. J. Goldstein, D. E. Newbury, D. C. Joy and C. E. Lyman. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. Third Edition. April 30, 2007.
34. M. D. Uchic. Serial Sectioning Methods for Generating 3D Characterization Data of Grain and Precipitate-Scale Microstructures. Materials and Manufacturing Directorate, Air Force Research Laboratory, Wright-Patterson Air Force Base, OH, USA. S. Ghosh and D. Dimiduk (eds.). Computational Methods for Microstructure-Property Relationships. pp. 31-52, 2011.
35. N. Yao. Introduction. Focused Ion Beam System: Basics and Applications. Ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2007.
36. M. A. Dudek, L. Hunter, S. Kranz, J. J. Williams, S. H. Lau, N. Chawla. Three-Dimensional (3D) Visualization of Reflow Porosity and Modeling of Deformation in Pb-free Solder Joints. Materials Characterization, 61, pp. 433-439, 2010.

37. L. Qian, H. Toda, K. Uesugi, T. Ohgaki, M. Kobayashi. Three-Dimensional Visualization of Ductile Fracture in Al-Si Alloy by High-Resolution Synchrotron X-Ray Microtomography. *Material Science and Engineering*. pp 293-296, 2008.
38. E. Padilha, N. Chawla, L.F. Silva, V.R. dos Santos, S. Paciornik. Image Analysis of Cracks in the Weld Metal of a Wet Welded Steel Joint by Three Dimensional (3D) X-Ray Microtomography. *Material Characterization* 83, pp 139-144, 2013.
39. L. Holzer, F. Indutnyi, Ph. Gasser, B. Münch and M. Wegmann. Three-Dimensional Analysis of Porous BaTiO₃ Ceramics Using FIB Nanotomography. *Journal of Microscopy*, Vol. 216, Pt 1 October 2004, pp. 84–95, June 2004.
40. M. D. Uchic, M. A. Groebel, D. M. Dimiduk, J. P. Simmons. 3D Microstructural Characterization of Nickel Superalloys Via Serial-Sectioning Using a Dual-Beam FIB-SEM. *Scripta Materialia* 55, pp. 23-28, March 2006.
41. N. Christensen. The Metallurgy of MMA Hyperbaric Welding, SINTEF report N°. STF34 F83032, Trondheim, 1983.
42. C. L. Tsai, K. Masubuchi. Interpretive Report on Underwater Weldng. *Welding Research Council Bulletin*, 224, February 37 pg, 1977.
43. T. Kuwana, Y. Sato. Oxygen Absorption and Oxide Inclusion of Iron Weld Metal During Arc Welding. *IIW Doc. IX – 1392 – 86*. April 1986.
44. N. S. Randhawa, R. K. Jana and N. N. Das. Manganese Nodules Residue: Potential Raw Material for FeSiMn Production. *International Journal of Metallurgical Engineering* 1(2): 22-27, 2012.
45. L. H. Van Vlack. Oxide Inclusions in Steel. *Int. Metal Reviews*, p. 78-86, September, USA, 1977.
46. M. A. Rebello. *Apostila Metalurgia da Soldagem*. COPPE/UFRJ. 1987.
47. T. B. Massalski. *Binary Alloy Phase Diagrams*. Materials Park, Ohio: ASM International, ed, 1990.
48. Infosolda. *Biblioteca digital. Soldagem - Coleção Tecnológica SENAI - 1ª ed.* 1997.

49. P. D. Watson, C. L. TSAI, B. Wood. Fitness for Service. Design Application for Underwater Wet Welds, International Workshop on Underwater Welding of Marine Structures, Louisiana, USA, pp 201-236, 1994.
50. R. E. Trevisan, D. D. Schwemmer and D. L. Olson. The Fundamentals of Weld Metal Pore Formation. Welding Theory and Practice, Chapter 3, pp. 79, 1990.
51. S. Osio, A. Liu, S. D. L. Olson, S. Ibarra. Underwater Wet Welding Consumables for Offshore Applications. Preceedings OMAE; Vol.III-A, pp. 119-128, 1993.
52. L. P. C. da Silva Andrade. Soldagem Subaquática Molhada com Eletrodo Tubular. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Florianópolis, Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, Dissertação, 124f, 1995.
53. E. C. P. Pessoa. Estudo da Porosidade ao Longo do Cordão em Soldas Subaquáticas Molhadas. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Minas Gerais: Universidade Federal de Minas Gerais. Tese de doutorado, 157f, abril, 2007.
54. S. Paciornik, T. Bernthaler, V. dos Santos, M. Monteiro, M. H. Mauricio, A. Bracarense e E. Pessoa. Characterization of Pores and Cracks in Underwater Welds by μ CT and Digital Optical Microscopy. 1st International Conference on 3D Materials Science, 2012, Seven Springs. Proceedings of the 1st International Conference on 3D Materials Science. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2012. p 177-182.
55. X. Di-Jing, Q. Hong, J. Jianming. Investigation on Susceptibility to Hydrogen Assisted Cracking in HSLA Steel Weldments. Welding Journal, n. 12, pp. 286s, 1994.
56. C. L. da Silva Jacintho, R. Paranhos. Fissuração pelo Hidrogênio “Trincas a Frio”. Infosolda, 2003.
57. A. Q. Bracarense, E. Pessoa, V. R. dos Santos, M. J. Monteiro, F. C. Rizzo, S. Paciornik, R. Reppold, J. R. Domingues, L. A. Vieira. Estudo Comparativo de Eletrodos Comerciais para Soldagem Subaquática Molhada. CONSOLDA, Outubro, 2009.

58. P. V. Marques, P. J. Modenesi, A. Q. Bracarense. Soldagem Fundamentos e Tecnologia. 3ª Edição. Editora UFMG.
59. R. Kiessling. Non-metallic Inclusions in Steel (Part III: The origins and behavior of inclusions and their influence on the properties of steel). The Iron and Steel Institute, London, 1968.
60. L. F. Silva. Influência do Molibdênio em Propriedades do Metal de Solda na Soldagem Subaquática Molhada com Eletrodos Oxi-Rutílicos. Dissertação de Mestrado. PUC-Rio. Agosto, 2010.
61. O. Grong, A. O. Kluck. Microstructure and Properties of Steel Weld Metals. Key Engineering Materials, v. 69-70, pp. 21-46, 1992.
62. D. J. Abson. Non-Metallic Inclusions in Ferritic Steel Weld Metals – A Review. Welding in the World, v. 27, n. 3-4, 1989.
63. S. A. Court, G. Pollard. Inclusion Chemistry and Morphology in Shielded Metal Arc (SMA) Steel Weld Deposits. Metallography, v. 22, pp. 219-243, 1989
64. J. C. Payão, R. T. Mello, R. C. Medeiros, R. Paranhos. Histórico Recente da Soldagem Subaquática Molhada. INFOSOLDA. 2004.
65. D. Lowe. Distinctive Image Features from Scale-Invariant Keypoints. International Journal of Computer Vision 60 (2): 91-110, 2004.
66. Michael Schmid e Tony Collins. Plugins ImageJ – Sigma Filter. Disponível em: <<http://rsbweb.nih.gov/ij/plugins/sigma-filter.html>>. Acesso em: 21 mar. 2014
67. Vladimir Pilny and Jiri Janacek. Plugins ImageJ – Anisotropic Diffusion 2D Filter. Disponível em: <http://fiji.sc/Anisotropic_Diffusion_2D>. Acesso em: 30 Abr. 2014.
68. Michael Castle e Janice Keller. Plugins ImageJ - Rolling Ball Background Subtraction. Disponível em: http://fiji.sc/Rolling_Ball_Background_Subtraction>. Acesso em: 24 Maio 2014.
69. Gabriel Landini. Plugins ImageJ – Auto Thershold. Disponível em: <http://fiji.sc/wiki/index.php/Auto_Threshold#Available_methods>. Acesso em: 03 jan. 2014.

70. J. C. Yen, F.J. Chang, S. Chang. A New Criterion for Automatic Multilevel Thresholding. IEEE Trans. on Image Processing 4 (3): 370-378, 1995
71. J. N. Kapur, P. K. Sahoo, A. C. K. Wong. A New Method for Gray-Level Picture Thresholding Using the Entropy of the Histogram. Graphical Models and Image Processing 29(3): 273-285, 1985
72. ImageJ User Guide, 2012. Disponível em: <http://rsbweb.nih.gov/ij/docs/guide/146-29.html>. Acesso em: 13 mar. 2014.
73. ImageJ User Guide, 2012. Disponível em: <http://rsbweb.nih.gov/ij/docs/guide/146-30.html>. Acesso em: 13 mar. 2014.
74. ImageJ Documentation Wiki, Tutorial for 3DRoiManager. Disponível em: http://imagejdocu.tudor.lu/doku.php?id=tutorial:working:tutorial_for_3d_roi_manager. Acesso em 17 mar. 2014.
75. J. J. Williams, Z. Flom, A. A. Amell, N. Chawla, X. Xiao and F. De Carlo. Damage Evolution in SiC Particle Reinforced Al Alloy Matrix Composites by X-ray Synchrotron Tomography. Acta Materialia. Vol 58. pp 6194-6205. October 2010.
76. J. C. E. Mertens, J. J. Williams and N. Chawla. Design and Construction of a Multi-Scale, High-Resolution, Tube-Generated X-Ray Computed-Tomography System for Three-Dimensional (3D) Imaging. Scientific Instruments 85. 016103, 2014.
77. J. C. E. Mertens, J. J. Williams, N. Chawla. Development of a Lab-Scale, High-Resolution, Tube-Generated X-Ray Computed-Tomography System for Three-Dimensional (3D) Materials Characterization. Materials Characterization 92. pp 36-48. 2014.
78. AVIZO 8. AVIZO Use's Guide. July 2013.