

## **Comparação entre as técnicas de segmentação de imagens, difração de raios x e ferritoscopia na quantificação da martensita induzida por deformação no aço AISI 301L**

MORAIS, N.W.S., VIANA, N.F., DE ABREU, H.F.G.

Laboratório de Caracterização de Materiais - LACAM – DEMM/CT/UFC CP: 68505 – 21941-972,  
Fortaleza, CE.

e-mail: [nathanaelwagner@hotmail.com](mailto:nathanaelwagner@hotmail.com) ; [neumanfv@gmail.com](mailto:neumanfv@gmail.com) ; [hamilton@ufc.br](mailto:hamilton@ufc.br)

---

### **RESUMO**

Este trabalho teve como intuito avaliar como as técnicas de segmentação de imagens, através de microscopia ótica, difração de raios x e ferritoscopia, seriam capazes de quantificar a martensita induzida por deformação em no aço inoxidável austenítico AISI 301L. Comparando qualitativamente as três técnicas, nota-se o mesmo comportamento para todas as amostras testadas, ou seja, que o percentual de martensita aumenta com o grau de deformação real medido em relação à redução de área, no entanto a quantificação das fases proposta por cada uma difere significativamente em percentual, tendo a segmentação de imagens menor dispersão entre as técnicas analisadas.

**Palavras chaves:** Segmentação de imagens, martensita, deformação.

---

## **Comparison of image segmentation technique, x-ray diffraction and ferritoscope testing in the quantification of deformation-induced martensite in AISI 301L**

### **ABSTRACT**

This work intended to evaluate how the techniques of image segmentation using optical microscopy, x-ray diffraction and ferritoscope testing would be able to quantify the deformation-induced martensite in stainless steel austenitic AISI 301L. Comparing qualitatively the three techniques, the same behavior for all tested samples is noticed, namely, the percentage of martensite increases with the degree of measured real deformation in relation to the area reduction, however, the quantification of the phases proposed by each one differs significantly in percentage, having the segmentation of images smaller dispersion between the analyzed techniques.

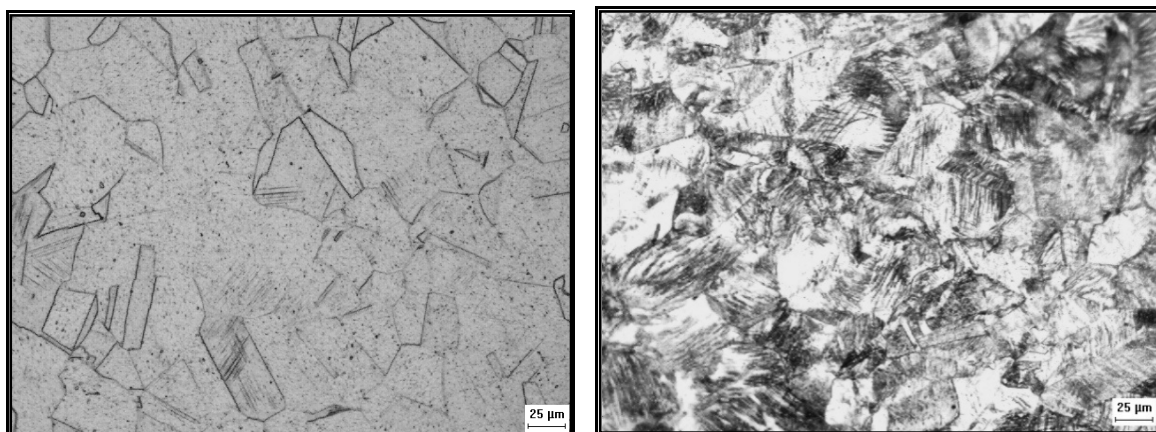
**Keywords:** Image segmentation, martensite, deformation.

---

## **1 INTRODUÇÃO**

Os aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis com o AISI 301L estão suscetíveis à transformação martensítica induzida por deformação. Essa transformação gera alterações microestruturais, alteração na estrutura cristalina [1] e alteração das propriedades magnéticas [2]. Cada uma dessas alterações pode ser notada utilizando-se técnicas de análise específicas.

A técnica de segmentação de imagens consiste na diferenciação de pixels em diferentes faixas tonais. Ao utilizar a microscopia ótica com registro fotográfico eletrônico gera-se uma imagem constituída de pixels que podem quantificados em percentagem de área ou qualquer outra medida em 2D que se queira realizar. No caso da transformação martensítica em aços, as mudanças microestruturais podem ser visualizadas através da microscopia ótica. Na Figura 1, pode-se ver a diferença de uma microestrutura de aço inoxidável austenítica antes e após a transformação martensítica.



**Figura 1:** Micrografias do aço inoxidável austenítico 304. a) Recozido, b) Laminado a frio 30%. Magnificação 200x [3].

A técnica de segmentação é capaz de indicar o percentual de área da imagem que sofreu transformação martensítica.

A transformação martensítica ocorre com um caráter adifusional através de uma mudança na estrutura cristalina, essa mudança ocorre quando a estrutura austenítica CFC transforma-se em martensítica CCC, essa mudança na estrutura pode ser verificada através da difração de raios-x utilizando-se a lei de Bragg para a identificação das estruturas cristalinas e as fases encontradas podem ser quantificadas através do Refinamento Rietveld.

A técnica da ferritoscopia baseia-se na quantificação de fase ferromagnética. A medida do ferritoscópio é baseada no método da indução magnética: um campo magnético gerado por uma bobina interage com as fases magnéticas da amostra, as mudanças no campo magnético induzem uma voltagem proporcional ao conteúdo de fase ferromagnética numa segunda bobina. Essa voltagem é proporcional ao volume de fase ferromagnética [4].

Assim, esse trabalho comparou as técnicas de segmentação de imagens, difração de raios-x e ferritoscopia na quantificação da martensita induzida por deformação no aço AISI 301L.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste estudo foi o aço inoxidável austenítico AISI 301L com a composição mostrada na Tabela 1:

**Tabela 1:** Composição química do aço utilizado neste estudo

Elemento	C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
%(Peso)	<0,03	0,6	1,6	17,51	6,65	Bal.

Foram retiradas três amostras para de uma chapa comercial do aço 301L, empregaram-se medidas magnéticas e análises metalográficas a fim de verificar se havia martensita presente antes das deformações, após essa verificação as amostras foram submetidas à níveis diferentes de deformação por tração: 5,10 e 15%.

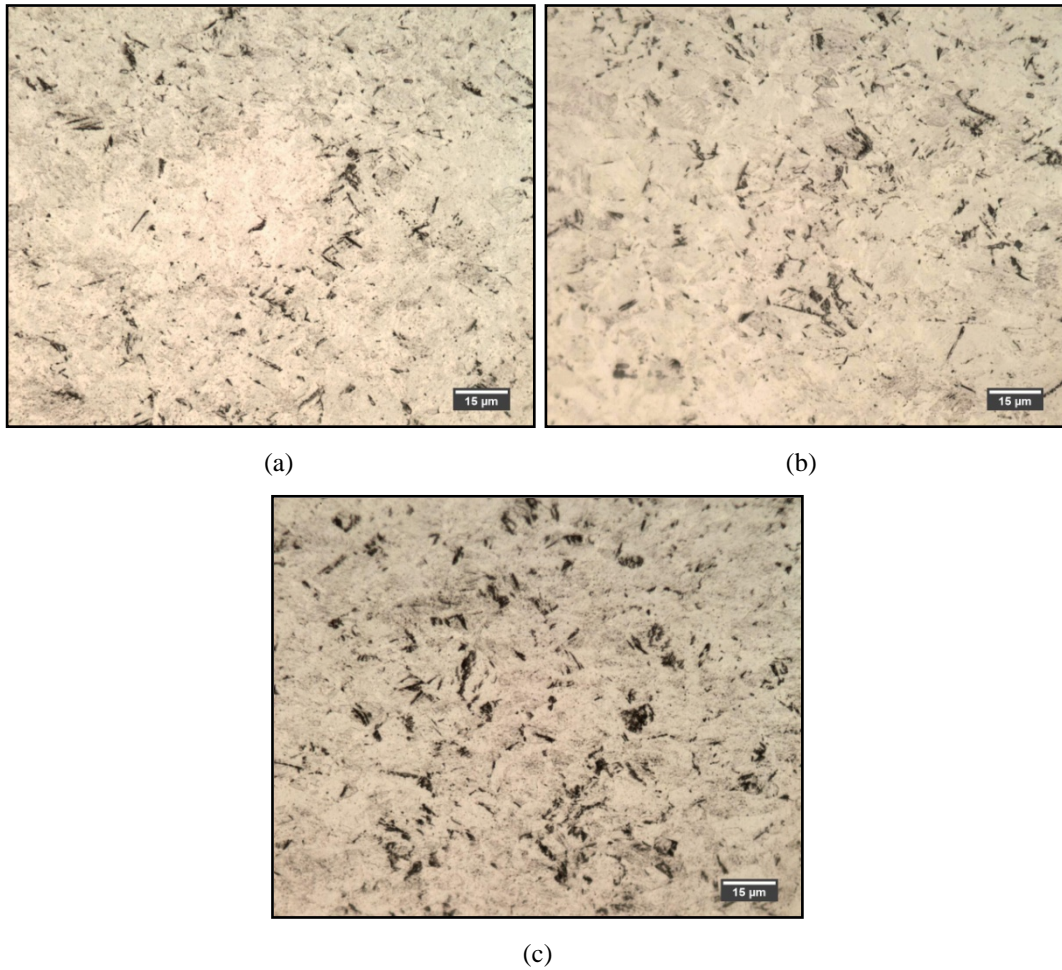
Posteriormente às deformações, foram retiradas amostras de cada condição para caracterização por metalografia e difração de raios-x. Os ensaios metalográficos foram realizados lixando-se cada amostra até a granulometria de 1200 granas e posteriormente polindo com pasta de diamante até a granulometria de 1µm. A análise microestrutural não teve como fim a revelação dos contornos de grão, mas das fases presentes no material, logo, utilizou-se um reagente específico, Morais [3], composto de 150ml de água, 4ml de HF, 100ml de ácido acético e 4g de persulfato de amônio. Os ensaios de difração de raios-x foram feitos em um difratômetro PanAnalytical X-Pert utilizando um tubo de cobalto com tamanho de passo de 0,013°, tendo

como início a posição de 45° e como final a posição de 115°. Para a quantificação da fase martensítica foi utilizado o refinamento Rietveld com cartões obtidos da base de dados CRISMET.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

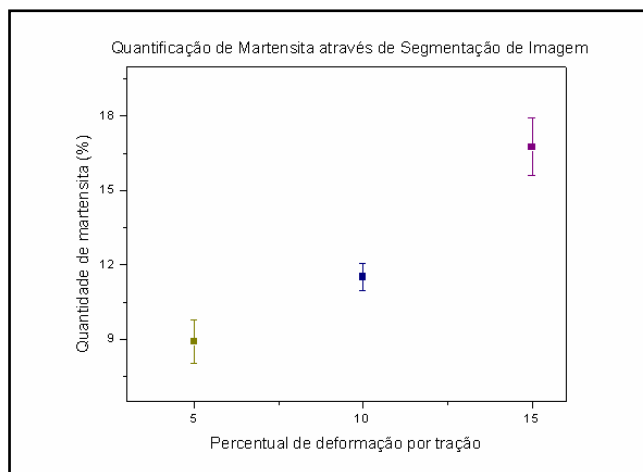
#### 3.1 Análises por Segmentação de Imagens

A Figura 2 mostra micrografias das amostras testadas, sendo que cada imagem refere-se a uma condição de deformação diferente.



**Figura 2:** Micrografias para as amostras estudadas: a) tracionada 5%, b) tracionada 10% e c) tracionada 15%.

Nota-se que com o evoluir da deformação por tração, há um aumento da quantidade de martensita induzida por deformação, esse fato pode ser notado pelo aumento na quantidade de área escura com o evoluir do percentual de deformação. O percentual médio de área escura para cada condição está mostrado na Figura 3.



**Figura 3:** Gráfico para a quantificação de martensita induzida por deformação a partir da segmentação de imagens.

A Tabela 2 mostra os valores das médias e erros medidos para cada condição.

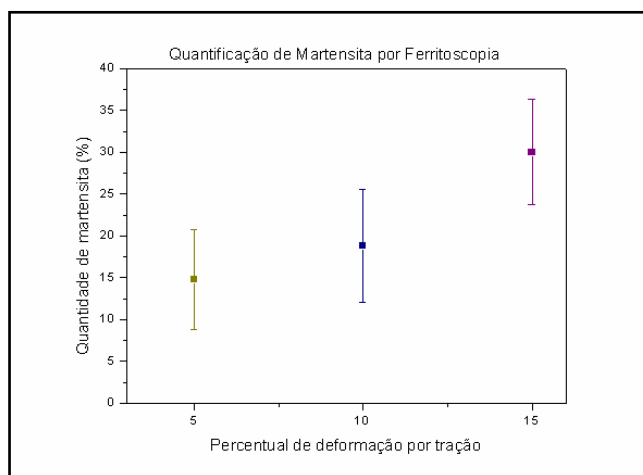
**Tabela 2:** Valores das médias e erros para a quantificação da martensita induzida por deformação na análise por segmentação de imagens.

Condição	Média ± Desvio Padrão (% Área)
5%	8,91±0,91
10%	11,52±0,80
15%	16,76±1,16

Nota-se que o desvio padrão é cerca de 10% do valor das médias, mostrando que essa técnica oferece uma pequena margem de erro.

### 3.2 Análises por Ferritoscopia

A Figura 4 mostra as médias de quantificação por ferritoscopia.



**Figura 4:** Quantificação de martensita induzida por deformação a partir da ferritoscopia.

Nota-se uma diferença significativa no comportamento das medidas, no entanto nota-se também que devido ao erro, as medidas das condições de 5% e 10% não apresentaram grandes variações, tendo diferença significativa somente na amostra tracionada 15%.

Nota-se também um comportamento diferenciado das medições por segmentação de imagens, onde a amostra tracionada em 10% apresenta uma baixa quantidade de martensita A Tabela 3 mostra os valores das médias e erros medidos para cada condição.

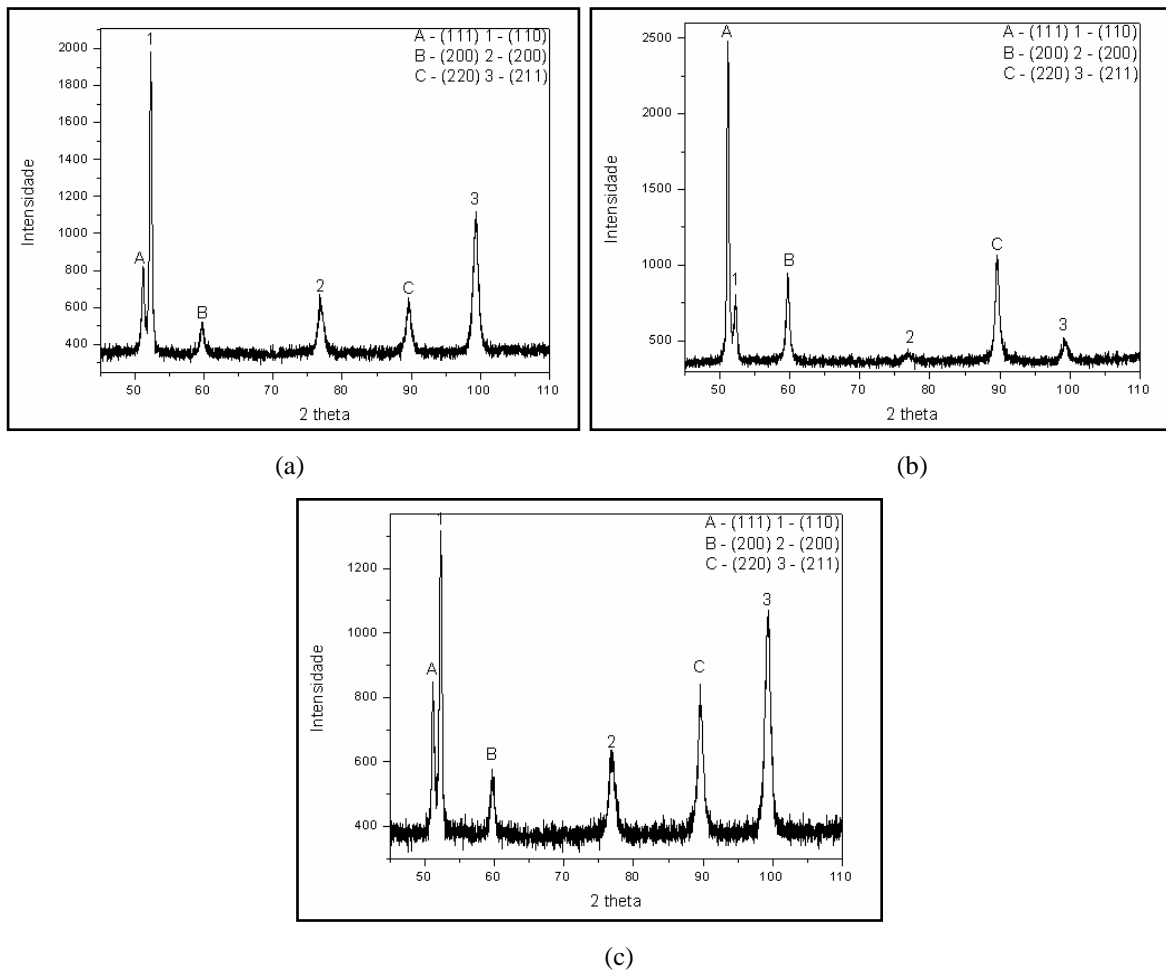
Note que neste caso o erro na medição é de cerca de 30% nas duas primeiras medidas e de 20% na última medida.

**Tabela 3:** Valores das médias e erros para a quantificação da martensita induzida por deformação na análise por segmentação ferritoscopia.

Condição	Média ± Desvio Padrão (% Volume)
5%	14,99±5,7
10%	18,8±6,9
15%	29,9±6,45

### 3.3 Análises por Difração de Raios-x

A Figura 5 mostra os difratogramas a partir dos quais foi realizado o refinamento Rietveld para a quantificação da martensita.



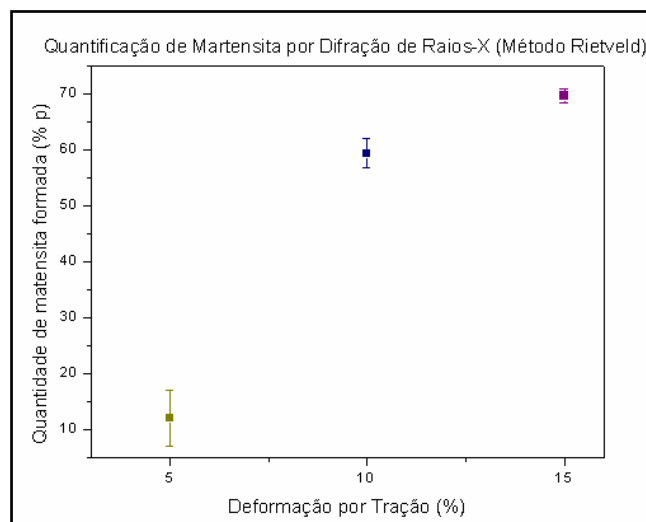
**Figura 5:** Difratogramas utilizados para a quantificação através do Refinamento Rietveld. a) tracionada 5%, b) tracionada 10% e c) tracionada 15%.

Na Figura 6 mostra-se a quantificação de martensita através do refinamento Rietveld para cada condição estudada.

Os valores quantificados estão mostrados na Tabela 4. Pode notar-se a mesma tendência das medidas magnéticas e de segmentação de imagens.

**Tabela 4:** Quantificação de martensita por difração de raios-x utilizando o método Rietveld.

Condição	Média $\pm$ Desvio Padrão (% Massa)
5%	12,01 $\pm$ 4,92
10%	59,33 $\pm$ 2,67
15%	69,66 $\pm$ 1,21

**Figura 6:** Quantificação de martensita induzida por deformação a partir do refinamento Rietveld baseado nos difratogramas mostrados na Figura 5.

#### 4 CONCLUSÕES

- Todas as técnicas foram capazes de detectar as mudanças ocorridas no material e todas apresentaram as mesmas tendências com relação à quantificação.
- A quantificação por segmentação de imagens demonstrou ter a menor dispersão.
- As técnicas não podem ser comparadas em termos de valores dentro deste trabalho, pois cada técnica quantifica a martensita em uma unidade diferente.

#### 5 BIBLIOGRAFIA

- [1] BHADSHIA, H.D.K. Disponível em: <http://cml.postech.ac.kr/a/lectures45.pdf>. Acessado em abril de 2011.
- [2] TAVARES, S.S.M., NETO, J.M., DA SILVA, M.R., *et al.*, “Magnetic properties and  $\alpha'$ martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling”, v. 59, n. 7. pp. 901-904, July 2008.
- [3] MORAIS, N.W.S, VIANA, N.F. ABREU, H.F.G., “Efeito da laminação e tração a frio na resistência à corrosão do aço AISI 304”, In: *65º Congresso Internacional da ABM – Rio de Janeiro*, julho 2010.
- [4] BORBA, R.M. Comparativo de técnicas de determinação de fase ferrita no aço UNS S31803 – disponível eletronicamente em: [http://fei.edu.br/~rodrmagm/PROJETOS\\_IC/2008/IC08\\_RMB.pdf](http://fei.edu.br/~rodrmagm/PROJETOS_IC/2008/IC08_RMB.pdf), acessado em março de 2011.