

## MEDIDA DE POROSIDADE EM SiC ATRAVÉS DE PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

Vinício C. da Silva<sup>1\*</sup>, Marília G. Diniz<sup>1</sup>, José B. de Campos<sup>1</sup> e Celio A. Costa Neto<sup>2</sup>

1 - Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ, Rio de Janeiro – RJ, [viniciorj@hotmail.com](mailto:viniciorj@hotmail.com)

2 - Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, Rio de Janeiro – RJ

### ABSTRACT:

Search constant efforts have been conducted in material selection, combining properties of interest (mechanical, chemical, electrical or thermal), versatility of use, time of high life and low cost of production. The search for high mechanical performance materials aroused great interest in the research and development of advanced ceramic structural and functional applications, such as silicon carbide (SiC). However, the porosity is still seen as high-performance limiting factor seen these materials, above a certain percentage, greatly reduces its mechanical strength. Its control is currently carried out through expensive techniques by the use of scanners. This study quantified the porosity through analysis and digital imaging (PDI), obtained by optical microscopy with control of grinding and polishing parameters across multiple depths of advanced ceramics. The methodology was compared to the method of Archimedes, more traditionally used. The results showed that the PDI technique for the type and distribution of the pores existing been successful to a hard material characterization.

Keywords: Silicon carbide; Porosity; Digital image processing, Archimedes Method

### RESUMO:

Esforços constantes de pesquisa têm sido conduzidos na seleção de materiais, combinando propriedades de interesse (mecânicas, químicas, elétricas ou térmicas), versatilidade de uso, tempo de vida útil elevado e baixo custo de produção. A busca por materiais de elevado desempenho mecânico despertou grande interesse na pesquisa e desenvolvimento dos cerâmicos avançados com aplicações estruturais e funcionais, como o carbeto de silício (SiC). Entretanto, a porosidade ainda é vista como fator limitador do alto desempenho destes materiais visto que, acima de determinada porcentagem, reduz largamente sua resistência mecânica. Seu controle atualmente é realizado através de técnicas de alto custo, com a utilização de tomógrafos. Este trabalho quantificou a porosidade através de análise e processamento digital de imagens (PDI), obtidas por microscopia ótica com controle dos parâmetros de lixamento e polimento ao longo de diversas profundidades da cerâmica avançada. A metodologia foi comparada ao método de Arquimedes, mais tradicionalmente utilizado. Os resultados mostraram que a técnica de PDI para o tipo e distribuição de poros existentes foi bem sucedida pra um material de difícil caracterização.

Palavras-chave: Carbeto de silício; Porosidade; Processamento digital de imagens, método de Arquimedes.

### INTRODUÇÃO

A busca por materiais de elevado desempenho mecânico despertou grande interesse na pesquisa e desenvolvimento dos cerâmicos avançados com aplicações estruturais. Estes cerâmicos experimentaram nas últimas décadas uma contínua evolução e ampliação do campo de utilização em engenharia, uma vez que apresentam propriedades únicas, tais como resistência a

elevadas temperaturas, baixo coeficiente de atrito, inércia química, para citar algumas. Todavia continuam frágeis, muitas vezes devido à elevada porosidade [1].

O carbeto de silício é grande destaque desta classe de cerâmicos. Esta cerâmica avançada possui excelentes propriedades mecânicas a baixa e alta temperaturas, elevada resistência ao desgaste, estabilidade térmica e alta resistência a corrosão. As características singulares do carbeto de silício permitem que

Alguns problemas ainda limitam o campo de aplicação do carbetto de silício, assim como de outros cerâmicos em geral. O alto custo do processo de fabricação, a dificuldade de sinterização e o controle da porosidade, juntamente com a dificuldade de se obter geometrias mais complexas. Uma baixa densidade e uma elevada fragilidade, inerentes aos materiais cerâmicos, são os principais fatores limitantes ao uso do SiC. Alguns avanços relacionados ao processamento do SiC foram observados ao longo dos últimos anos e promoveram a obtenção de componentes de menor porosidade [2].

O controle da porosidade representa um desafio no processo de obtenção do SiC visto que, dependendo do percentual presente no material, pode influenciar importantes propriedades como resistência mecânica e condutividade térmica [2], sendo que muitas vezes não ocorre a eliminação completa dos poros durante a obtenção do material. Existem técnicas eficazes para avaliação e quantificação da porosidade existente em cerâmicas avançadas, como a tomografia computadorizada, no entanto, estas técnicas demandam altos custos de equipamentos e manuseio, o que levou à busca de alternativas que forneçam resultados igualmente seguros e menos dispendiosos, como a estereologia quantitativa que utiliza o Processamento Digital de Imagens (PDI).

Este trabalho utilizou técnicas de preparação de amostras cerâmicas, microscopia óptica (MO), estereologia quantitativa e análise e processamento digital de imagens para a quantificação da porosidade existente em amostras comerciais de carbetto de silício, a fim de se desenvolver uma met

## Experimental

Foram utilizadas três amostras de 10x10x11mm fornecidas pelo fabricante ESK, lote Ekasic F [2]. Estas amostras foram

submetidas ao procedimento de Arquimedes para medidas de densidade, de acordo com a norma NBR 6220 da ABNT [2]. Estas amostras foram embutidas, lixadas e polidas, em diversas profundidades para a obtenção de imagens de microscopia óptica ao longo do material.

O lixamento utilizou uma politriz automática PRESI MECATECH 334 e discos de lixa Reflex Concept i-MAX, nas sequências granulométricas 54 $\mu$ m e 18 $\mu$ m. Para o disco de lixa de 54  $\mu$ m programou-se a politriz para desbastar uma pressão de 4 N e velocidade de 150 rpm para base e 150 rpm para o cabeçote, girando em sentidos opostos.

Foram realizados lixamentos em 09 profundidades para todas as amostras: 100, 200, 500, 1000, 2000, 3000, 4000, 5000 e 6000  $\mu$ m. Estas profundidades foram obtidas com a lixa de 54  $\mu$ m. A lixa de 18  $\mu$ m foi usada apenas para melhorar o acabamento superficial, sem, entretanto promover alteração nas profundidades já alcançadas.

Em seguida ocorreu o processo de polimento com panos PRESI MECAPREX de 6 e 1  $\mu$ m, suspensões de diamante PRESI MECAPREX de 6 e 1  $\mu$ m com velocidade de 300 rpm para base, 150 rpm para o cabeçote e pressão de 10 N. Foi usado como lubrificante 50% de água destilada e deionizada e 50% de álcool etílico 95% (etanol). As condições de polimento usadas estão detalhadas na Tab. 1.

Tabela 1: Condições de polimento.

Etapa do Polimento	Pano de Polimento	Lubrificante	Suspensão de Diamante	Tempo (seg.)	Pressão
01	6 $\mu$ m	0,85ml a cada 20 seg.	0,25ml a cada 100 seg.	1800	10 N
02	1 $\mu$ m	0,85ml a cada 20 seg.	0,25ml a cada 100 seg.	6600	10 N

Na sequência as imagens das superfícies das amostras foram coletadas com um microscópio óptico Olympus BX60M. Foram obtidas 108 imagens, 36 para cada amostra, sendo 04 em cada uma das nove seções (profundidades), em regiões distintas da superfície. Todas foram coletadas sob aumento de 100x.

O processamento digital de imagens foi realizado por meio do software AxionVision [2]. As 108 imagens foram processadas individualmente e envolveram etapas de pré-processamento, segmentação e extração de atributos. Não houve necessidade de eliminação de “ruídos” e correção de iluminação para a geração de histogramas bimodais para imagens.

## Resultados e Discussão

O procedimento experimental foi conduzido de tal forma a minimizar alterações na porosidade original do material. Métodos de lixamento e polimento não controlados promovem arrancamentos da superfície de materiais, o que pode mascarar o número de poros presentes na superfície. Uma metodologia semelhante à usada neste trabalho foi utilizada anteriormente para quantificação da porosidade existente em amostras de carbetos de Boro ( $B_4C$ ) não comerciais [3, 4, 5], apresentando resultados que comprovaram que parâmetros inadequados de lixamento e polimento alteram a porosidade original do material. Por se tratarem de amostras comerciais, o fabricante afirma que o grau de porosidade do material é inferior a 2,0% de seu volume e sua densidade é de  $3,15\text{g/cm}^3$ . As Figuras 1 e 2 exemplificam respectivamente uma imagem obtida por MO e seu resultado após a etapa de segmentação para a extração de atributos e quantificação do número de poros (pontos claros na Figura 2) A Tab.2 fornece os resultados do método de Arquimedes para todas as amostras testadas; a Tab. 3 apresenta

os resultados obtidos das porosidades medidas por PDI da amostra 1. A Tab. 4 apresenta os resultados obtidos para os valores percentuais médios das porosidades para todas as amostras testadas e a porosidade média do material.

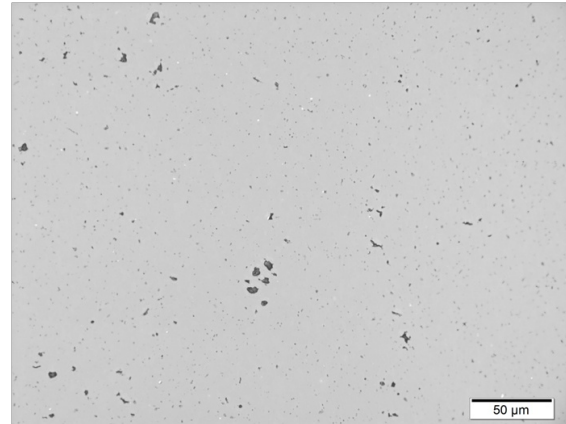


Figura 1: Imagem de microscopia óptica do SiC com aumento de 500x após lixamento e polimento.

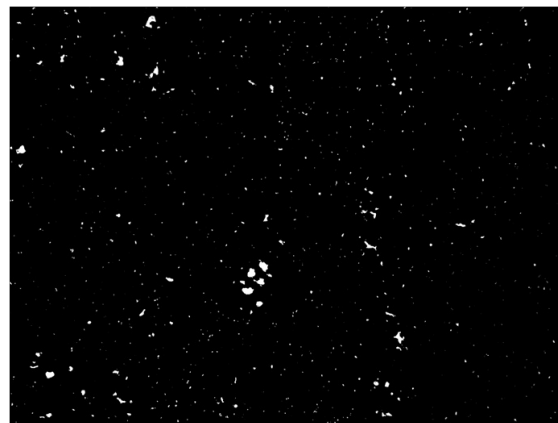


Figura 2: Mesma imagem da Figura 1 após a segmentação durante o processamento digital. A quantificação apresentou 0,75% de área ocupada por poros para a região em questão.

Tabela 2: Densidades obtidas pelo método de Arquimedes.

Densidade Aparente ( $\text{g/cm}^3$ )	Densidade Relativa	Densidade Relativa (%)
3,09	0,98	98,09
3,15	1,00	100,00
3,16	1,00	100,00
3,17	1,00	100,00
Porosidade média (%):	0,48 <sup>10,82</sup>	

Tabela 3: Fração de área ocupada por poros para todas as imagens processadas da amostra 01.

Amostra 01	Poros. Imagem 01 (%)	Poros. Imagem 02 (%)	Poros. Imagem 03 (%)	Poros. Imagem 04 (%)	Porosidade média da amostra 01 (%)
Profundidade de 0,1mm	0,746	0,746	0,841	0,816	0,787
0,2 mm	0,556	0,864	0,757	1,122	0,824
0,5 mm	0,734	0,750	0,792	0,791	0,766
1,0mm	0,426	0,489	0,457	0,526	0,474
2,0 mm	0,457	0,489	0,418	0,442	0,451
3,0 mm	0,505	0,485	0,404	0,472	0,466
4,0 mm	0,795	0,741	0,598	0,673	0,701
5,0 mm	0,565	0,532	0,482	0,544	0,530
6,0 mm	0,584	0,622	0,571	0,610	0,596

Tabela 4: Porosidades médias obtidas para as amostras 01, 02 e 03 e do material.

Porosidade da amostra 01 (%)	0,622
Porosidade da amostra 02 (%)	0,606
Porosidade da amostra 03 (%)	0,579
Porosidade média do material (%)	0,602 <sup>19,19%</sup>

## Conclusões

Este trabalho utilizou a técnica de análise e processamento digital de imagens (PDI) em amostras de Carbetto de Silício obtidas industrialmente com a finalidade de se obter a porosidade desse material e compará-la com os resultados obtidos pelo Método de Arquimedes.

Constatou-se que as porosidades encontradas para os dois métodos apresentaram uma grande semelhança ( $0,48\% \pm 0,82$  por Arquimedes e  $0,6\% \pm 0,018$  por PDI) e não ultrapassaram o limite de 2,0% estipulado pelo fabricante ESK para o lote Ekasic F do SiC

Foi elaborado um procedimento detalhado que servirá como manual para futuras pesquisas. O Processamento Digital de Imagens teve sua credibilidade afirmada para as amostras testadas, mostrando ser um método adequado e que se baseia em procedimentos de metalografia quantitativa.

## Agradecimentos

À FAPERJ e ao Professor Hector

Reynaldo Meneses, do CEFET/ RJ.

## Referências Bibliográficas

1. Silva, C. E. R. (2008), “Processamento de Carbetto de Silício Ligado por Reação”, (COPPE/UFRJ, D.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2008), Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, Rio de Janeiro.
2. Coelho, V. S. (2015), “Medida de Porosidade em SiC Através de Processamento Digital de Imagens”, Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ, Rio de Janeiro.
3. Lannes. R. A. (2013), Processamento e Caracterização do Carbetto de Boro Produzido por Sinterização. Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ, Rio de Janeiro.
4. Campos, R. M., Leite, R. S. B. (2013), “Influência da Preparação de Superfícies de Amostras de Carbetto de Boro (B4C) nas Medidas de Microdureza Knoop”, Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ, Rio de Janeiro.
5. Silva, L. P. (2013), “Utilização do Processamento Digital de Imagens para Obtenção da Porosidade do Carbetto de Boro”, Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ, Rio de Janeiro.