

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

EFEITOS DA ADIÇÃO DE Cr NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS Al-Ce E SUA RESISTÊNCIA AO  
ENVELHECIMENTO TÉRMICO

Anderson Damasceno de Paula

São Carlos-SP  
2026

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EFEITOS DA ADIÇÃO DE Cr NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS Al-Ce E SUA RESISTÊNCIA AO  
ENVELHECIMENTO TÉRMICO**

Anderson Damasceno de Paula

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais como requisito  
parcial à obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. José Eduardo Spinelli

Coorientador: Dr. Bismarck Luiz Silva

Agência Financiadora: CAPES - Processo: 88887.952689/2024-00

São Carlos-SP  
2026

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus familiares, que sempre acreditaram no meu potencial, e à Luísa, meu porto seguro e incentivo diário.

## VITAE

**Bacharel em Engenharia de Materiais** pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte (2024).

**Bacharel em Ciência e Tecnologia** (ênfase em Tecnologia de Materiais) pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte (2021).



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

**Folha de Aprovação**

---

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Anderson Damasceno de Paula, realizada em 27/02/2026.

**Comissão Julgadora:**

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli (UFSCar)

Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso (UFSCar)

Prof. Dr. Rodrigo André Valenzuela Reyes (IFSP)

O Relatório de Defesa produzido pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se registrado no sistema para o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

## **AGRADECIMENTOS**

À minha família, Sula, Jonas, Lena, Anny, Adryano, por acreditarem no meu potencial. Quando decidi seguir o caminho do mestrado, o apoio de vocês foi a base que me fez acreditar que era possível.

Com todo meu carinho, agradeço à Luísa Santos, minha companheira de vida. Você foi a força que não me deixou desistir, a revisão atenta, o conselho certo e o ombro amigo. Esta conquista também é sua.

Obrigado também aos meus sogros, Ramilson e Ivonete, por acompanharem e torcerem por mim durante essa jornada.

Ao Prof. José Eduardo Spinelli, agradeço não apenas pela orientação acadêmica de excelência, mas pelo exemplo de profissionalismo e pela mentoria que guiou meus passos na Engenharia de Materiais.

Ao grande parceiro Guilherme Gouveia, meu muito obrigado pela disposição em ajudar, pelas correções e por estar sempre acessível para debater os desafios deste trabalho. Ao grupo M2PS, que se tornou uma segunda casa, obrigado pela infraestrutura e pela amizade.

Aos amigos que fiz em São Carlos durante as disciplinas da pós-graduação: obrigado pelas risadas, pelo café compartilhado e pelo apoio mútuo nas semanas de provas e trabalhos. Vocês foram essenciais.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo nº 88887.952689/2024-00.

## RESUMO

O desenvolvimento de ligas de alumínio capazes de operar entre 250 °C e 400 °C constitui um desafio para sistemas comerciais, devido à rápida degradação de suas fases de reforço. Nesse contexto, o sistema Al–Ce destaca-se pela formação da fase intermetálica termicamente estável  $Al_{11}Ce_3$ , associada à baixa solubilidade e difusividade do cério na matriz de alumínio. Esta dissertação compara os sistemas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr (em peso), avaliando a influência das taxas de resfriamento sobre os parâmetros térmicos de solidificação, a evolução microestrutural e o comportamento mecânico. Experimentos de solidificação direcional permitiram correlacionar velocidade de crescimento, taxa de resfriamento e gradiente térmico com espaçamentos dendríticos e eutéticos. Simulações termodinâmicas via CALPHAD indicaram frações totais equivalentes de intermetálicos para ambas as ligas, enquanto o sistema ternário apresentou formação da fase primária  $Al_{20}CeCr_2$ . Observou-se morfologia eutética predominantemente lamelar em toda a faixa de taxas investigadas (0,7 a ~20 °C/s), sendo o refinamento microestrutural diretamente governado pela taxa de resfriamento. Ensaios de microdureza e compressão demonstraram que maiores taxas de resfriamento resultam em melhor desempenho mecânico, associado ao refino dos intermetálicos e ao aumento da eficiência de bloqueio ao movimento de discordâncias. A liga ternária apresentou maior resistência à compressão devido à contribuição mecânica das partículas primárias ricas em Cr. Adicionalmente, foi desenvolvido um algoritmo automatizado de Processamento Digital de Imagens (PDI) para quantificar a evolução morfológica do eutético Al– $Al_{11}Ce_3$  durante envelhecimento a 400 °C por até 100 horas. Os resultados indicaram elevada estabilidade térmica do sistema, com alterações morfológicas sutis e manutenção das propriedades mecânicas.

**Palavras-chave:** Ligas Al–Ce; Solidificação direcional; Estabilidade térmica; Processamento digital de imagens.

## ABSTRACT

### EFFECTS OF CR ADDITION ON THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION AND MECHANICAL BEHAVIOR OF AL–CE ALLOYS AND THEIR RESISTANCE TO THERMAL AGING

The development of aluminum alloys capable of operating between 250 °C and 400 °C remains challenging for commercial Al alloys due to rapid degradation of strengthening phases. The Al–Ce system emerges as a promising alternative because of the thermally stable  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  intermetallic phase and the extremely low solubility and diffusivity of cerium in aluminum. This dissertation compares the Al–13 wt.%Ce and Al–10 wt.%Ce–1 wt.%Cr systems, evaluating the effect of cooling rate on solidification thermal parameters, microstructural evolution, and mechanical performance. Directional solidification experiments enabled correlations between growth velocity, cooling rate, thermal gradient, and dendritic and eutectic spacings. CALPHAD simulations predicted equivalent total intermetallic fractions for both alloys, while the ternary system exhibited the formation of primary  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$ . The eutectic morphology remained predominantly lamellar across the investigated cooling-rate range (0.7 to ~20 °C/s), with microstructural refinement directly governed by cooling conditions. Microhardness and compression tests showed improved mechanical performance at higher cooling rates due to refined intermetallic distributions and enhanced dislocation blocking. The ternary alloy exhibited superior compressive strength owing to the load-bearing contribution of Cr-rich primary particles. An automated digital image processing algorithm was also developed to quantify the morphological evolution of the Al– $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  eutectic during aging at 400 °C for up to 100 hours. Results indicated high thermal stability, with subtle morphological changes and preservation of mechanical properties.

**Keywords:** Al–Ce alloys; Directional solidification; Thermal stability; Digital image processing.

## PUBLICAÇÕES

- PAULA, A. D. ; GONCALVES, V. R. M. ; GOUVEIA, G. L. ; AFONSO, C. R. M. ; SILVA, B. L.; Spinelli, J.E. . Unveiling the impact of Cr on the solidification and mechanical properties of heat-resistant Al-13-%Ce alloy. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, v. 1037, p. 182476, 2025.
- PAULA, A. D. ; GOUVEIA, G. L. ; GONÇALVES, V. R. M. ; SILVA, B. L. ; SPINELLI, J. E. . Influence of Chromium on the Solidification Kinetics and Microstructure of Al–Ce Alloys for High-Temperature Applications. In: XXIII B-MRS MEETING, 2025, Salvador.

## ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO .....	i
AGRADECIMENTOS .....	ii
RESUMO.....	iii
ABSTRACT .....	iv
PUBLICAÇÕES.....	v
SUMÁRIO.....	vi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	viii
ÍNDICE DE TABELAS .....	xi
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xii
Capítulo 1 - INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivo Geral .....	4
1.2 Objetivos Específicos .....	5
Capítulo 2 - SOLIDIFICAÇÃO, EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE LIGAS Al–Ce E Al–Ce–Cr .....	6
2.1 Introdução .....	6
2.2 Revisão Bibliográfica .....	8
2.3 Materiais e Métodos .....	12
2.3.1 Simulação Termodinâmica Computacional .....	13
2.3.2 Preparação das Ligas Metálicas .....	13
2.3.3 Experimentos de Solidificação Direcional.....	14
2.3.4 Preparação metalográfica .....	17
2.3.5 Caracterização Microestrutural.....	19
2.3.6 Caracterização Mecânica .....	20
2.4 Resultados e Discussão .....	21
2.5 Conclusões.....	47
Capítulo 3 - ANÁLISE MORFOLÓGICA AUTOMATIZADA DO MICROCONSTITUINTE EUTÉTICO Al–Al <sub>11</sub> Ce <sub>3</sub> PRESENTE NA LIGA Al– 13%Ce APÓS TRATAMENTO TÉRMICO A 400 °C .....	49
3.1 Introdução .....	49
3.2 Revisão Bibliográfica .....	51

3.2.1 Estabilidade Térmica e Tratamento do Eutético Al–Ce .....	51
3.2.2 Processamento digital de imagens aplicado à metalografia quantitativa	52
3.2.3 Validação de segmentação e métricas de desempenho .....	53
3.3 Materiais e Métodos .....	54
3.3.1 Produção das amostras e tratamento térmico .....	55
3.3.2 Caracterização mecânica e microestrutural .....	56
3.3.3 Pré-processamento das micrografias .....	56
3.3.4 Segmentação da fase intermetálica .....	57
3.3.5 Rotulagem dos objetos e extração de atributos geométricos .....	58
3.3.6 Classificação morfológica das partículas.....	59
3.3.7 Validação qualitativa por mapas rainbow .....	59
3.3.8 Validação quantitativa com máscaras manuais.....	61
3.3.9 Métricas de validação da segmentação .....	62
3.3.10 Fração de fase e espaçamento eutético equivalente por análise de área .....	63
3.3.11 Consolidação estatística e saídas do pipeline.....	64
3.4 Resultados e Discussão .....	65
3.4.1 Desempenho da segmentação.....	65
3.5 Conclusões.....	81
Capítulo 4 - DISCUSSÃO GERAL E CONCLUSÕES .....	83
4.1 Discussão geral.....	83
4.2 Conclusões.....	86
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	89
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	91
APÊNDICE A – Código do processamento digital de imagens .....	101

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 Procedimentos experimentais para solidificação direcional, extração de amostras e análise microestrutural e mecânica das ligas à base de Al–Ce. 13	
Figura 2.2 Dispositivo de solidificação vertical ascendente [42].....	15
Figura 2.3 Plano de extração de amostras para os ensaios de dureza e compressão.....	20
Figura 2.4 Diagrama de caminhos de solidificação pelo método CALPHAD para: (a) Al–13%Ce binária, (b) Al–10%Ce–1%Cr ternária, ambas em condições de equilíbrio; e para: (c) Al–13%Ce binária, (d) Al–10%Ce–1%Cr ternária, ambas em condições fora de equilíbrio.....	23
Figura 2.5 Perfis térmicos obtidos na solidificação direcional ascendente para as ligas: (a) Al–13%Ce binária, (b) Al–10%Ce–1%Cr ternária.....	24
Figura 2.6 Deslocamento da posição da isoterma liquidus em função do tempo para as ligas (a) Al–13%Ce e (b) Al–10%Ce–1%Cr e isoterma eutética em função do tempo (c) Al–13%Ce e (d) Al–10%Ce–1%Cr. ....	25
Figura 2.7 Variações experimentais da (a) taxa de crescimento associada a isoterma liquidus ( $V_L$ ), (b) taxa de resfriamento liquidus ( $\dot{T}_L$ ) e (c) gradiente térmico liquidus ( $G_L$ ) em função da posição para as ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.....	26
Figura 2.8 Variações experimentais da (a) taxa de crescimento eutético ( $V_E$ ), (b) taxa de resfriamento eutético ( $\dot{T}_E$ ) e (c) gradiente térmico eutético ( $G_E$ ) em função da posição ao longo das ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.....	28
Figura 2.9 Macroestruturas solidificadas direcionalmente para: (a) a liga binária Al–13%Ce, e (b) a liga ternária Al–10%Ce–1%Cr.....	30
Figura 2.10 Imagens ópticas longitudinais da liga Al–13%Ce adquiridas para diferentes amostras em diferentes taxas de resfriamento: a) 0,7 °C/s; b) 0,8 °C/s; c) 1,0 °C/s; d) 2,1 °C/s; e) 3,9 °C/s; f) 5,6 °C/s; g) 10,3 °C/s; h) 15,8 °C/s. ....	32
Figura 2.11 Imagens ópticas longitudinais da liga Al–10%Ce–1%Cr adquiridas para diferentes amostras em diferentes taxas de resfriamento: a) 0,7 °C/s; b) 0,8 °C/s; c) 1,1 °C/s; d) 4,9 °C/s; e) 7,8 °C/s; f) 7,5 °C/s; g) 17,6 °C/s; h) 19,8 °C/s. ....	34

Figura 2.12 Imagens de MEV dos constituintes microestruturais formados nas ligas (a) Al–13%Ce e (b) Al–10%Ce–1%Cr. ....	38
Figura 2.13 Padrões de DRX das amostras de ligas Al–10%Ce–1%Cr em vermelho e Al–13%Ce em preto.....	39
Figura 2.14 Imagens MEV-EDS da (a) fase intermetálica $Al_{11}Ce_3$ formada nas ligas Al–13%Ce, e (b) fases intermetálicas $Al_{11}Ce_3$ e $Al_{20}CeCr_2$ formadas na liga Al–10%Ce–1%Cr. ....	40
Figura 2.15 Crescimento microestrutural (coarsening) por meio do (a) espaçamento de braços dendríticos secundários (SDAS) e (b) espaçamento eutético em função da velocidade de crescimento nas ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.....	42
Figura 2.16 Comparação entre as curvas de tensão x deformação de compressão de amostras solidificadas em diferentes taxas de resfriamento das ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr. ....	43
Figura 2.17 (a) Limite de escoamento, (b) resistência à compressão máxima e (c) microdureza em função da taxa de resfriamento para as ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr. ....	44
Figura 2.18 Área da fase intermetálica primária da liga Al–10%Ce–1%Cr em distintas taxas de resfriamento. Setas azuis indicam as taxas de resfriamento e as áreas médias dos intermetálicos associados às amostras extraídas para os testes de compressão. ....	45
Figura 2.19 Frações intermetálicas das ligas Al–10%Ce–1%Cr e Al–13%Ce em distintas taxas de resfriamento. Dentro das colunas estão os valores da taxa de resfriamento para cada amostra.....	46
Figura 3.1 Procedimento experimental utilizado na análise morfológica do microconstituente eutético em amostras tratadas termicamente via algoritmo de processamento de imagem proposto. ....	55
Figura 3.2 Pipeline do código de processamento digital de imagens.....	61
Figura 3.3 Microestruturas em MEV de taxa alta (15,9 °C/s) à esquerda e segmentação computacional de partículas à direita (a) como fundidas e (b) tratadas termicamente por 10 horas e (c) 100 horas.....	68

Figura 3.4 Microestruturas em MEV de taxa baixa (0,7 °C/s) à esquerda e segmentação computacional de partículas à direita (a) como fundidas e (b) tratadas termicamente por 10 horas e (c) 100 horas.....	69
Figura 3.5 Fração de fase de $Al_{11}Ce_3$ ao longo do tempo em alta taxa 15,9 °C/s em vermelho e baixa taxa 0,7 °C/s em verde.....	71
Figura 3.6 Espaçamento médio ao longo do tempo de $Al_{11}Ce_3$ para alta taxa 15,9 °C/s em vermelho e baixa taxa 0,7 °C/s em verde.....	72
Figura 3.7 Comparação entre espaçamento médio do eutético ( $\lambda_E$ ) medido pelo intercepto e pelo método equivalente ( $\lambda_{eq}$ ) ao longo do tempo. ....	74
Figura 3.8 Fração morfológica das amostras de alta taxa (15,9 °C/s) ao longo do tempo. ....	75
Figura 3.9 Fração morfológica das amostras de baixa taxa (0,7 °C/s) ao longo do tempo. ....	76
Figura 3.10 Morfologias típicas classificadas pelo algoritmo em baixa taxa à esquerda e alta taxa à direita ao longo do tempo de (a) 0 horas, (b) 10 horas e (c) 100 horas.....	77
Figura 3.11 Propriedades mecânicas de alta taxa ao longo do tempo de tratamento térmico. ....	78
Figura 3.12 Propriedades mecânicas das amostras solidificadas sob baixa taxa (0,7 °C/s) ao longo do tempo de tratamento térmico.....	80

**ÍNDICE DE TABELAS**

	Pág.
Tabela 2.1 Características cristalográficas das fases identificadas nas ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.....	12
Tabela 3.1 Desempenho médio dos métodos de segmentação avaliados por comparação com máscaras manuais.....	65

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

- A** – Área da partícula ou área da janela analisada ( $\mu\text{m}^2$ )
- ABNT** – Associação Brasileira de Normas Técnicas
- Al** – Alumínio
- AR** – Razão de aspecto (*Aspect Ratio*)
- ASTM** – American Society for Testing and Materials
- BSE** – *Backscattered Electrons* (Elétrons Retroespalhados)
- C** – Circularidade ou fator de forma
- C<sub>0</sub>** – Composição nominal da liga
- CALPHAD** – *CAL*culat*ion of PHA*se *Diagrams*
- Ce** – Cério
- CFC** – Cúbica de Face Centrada
- Cr** – Cromo
- D<sub>eq</sub>** – Diâmetro equivalente
- Dice** – Coeficiente de Dice
- DRX** – Difração de Raios X
- EDS** – *Energy Dispersive Spectroscopy* (Espectroscopia de Energia Dispersiva)
- EDT** – *Euclidean Distance Transform* (Transformada de Distância Euclidiana)
- $\varepsilon$  – Deformação
- f<sub>auto</sub>** – Fração de fase obtida pela segmentação automática
- f<sub>manual</sub>** – Fração de fase obtida pela segmentação manual
- FEG** – *Field Emission Gun* (Canhão de Emissão de Campo)
- FN** – Falso negativo
- FP** – Falso positivo
- G** – Gradiente térmico
- G<sub>E</sub>** – Gradiente térmico associado à isoterma eutética
- G<sub>L</sub>** – Gradiente térmico associado à isoterma liquidus
- HCl** – Ácido clorídrico
- HF** – Ácido fluorídrico
- HNO<sub>3</sub>** – Ácido nítrico

- HV** – Dureza Vickers
- IoU** – *Intersection over Union* ou índice de Jaccard
- L** – Líquido ou fase líquida
- L<sub>i</sub>** – Comprimento da linha de intercepto
- λ<sub>2</sub>** – Espaçamento dendrítico secundário
- λ<sub>E</sub>** – Espaçamento eutético ou interlamelar
- λ<sub>eq</sub>** – Espaçamento eutético equivalente
- MEV** – Microscopia Eletrônica de Varredura
- MO** – Microscopia Óptica
- μm** – Micrômetro
- N** – Número de partículas ou regiões segmentadas
- N<sub>A</sub>** – Densidade de área, expressa como número de partículas por unidade de área
- NaOH** – Hidróxido de sódio
- n** – Número de interseções no método dos interceptos
- P** – Posição ao longo do lingote
- PDI** – Processamento Digital de Imagens
- P<sub>p</sub>** – Perímetro da partícula
- ROI** – *Region of Interest* (Região de Interesse)
- S** – Solidez (*Solidity*)
- SDAS** – *Secondary Dendrite Arm Spacing* (Espaçamento Dendrítico Secundário)
- σ** – Tensão
- σ<sub>c</sub>** – Limite de resistência à compressão
- σ<sub>e</sub>** – Tensão de escoamento
- t** – Tempo
- T** – Temperatura
- Ḥ** – Taxa de resfriamento
- Ḥ<sub>E</sub>** – Taxa de resfriamento associada à isoterma eutética
- Ḥ<sub>L</sub>** – Taxa de resfriamento associada à isoterma liquidus
- TCAL** – *Thermo-Calc Aluminium Database*
- T<sub>E</sub>** – Temperatura eutética

**T<sub>L</sub>** – Temperatura liquidus

**TN** – Verdadeiro negativo

**TP** – Verdadeiro positivo

**TR** – Terras raras

**T<sub>s</sub>** – Temperatura solidus

**V** – Velocidade de deslocamento da isoterma de solidificação

**V<sub>E</sub>** – Velocidade de deslocamento da isoterma eutética

**V<sub>L</sub>** – Velocidade de deslocamento da isoterma liquidus

**Z** – Número atômico

**α** – Matriz de alumínio ou fase alfa

## Capítulo 1 - INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio convencionais, como as séries 2xxx, 6xxx, 7xxx e Al–Si, dominam as aplicações estruturais devido à sua baixa densidade e boa processabilidade. No entanto, sua aplicabilidade é limitada a temperaturas inferiores a 200 °C, pois suas fases de endurecimento sofrem dissolução ou coalescimento rápido acima desse patamar [1,2]. Para atender às demandas dos setores automotivo e aeroespacial por componentes leves que operem entre 250 °C e 400 °C, o sistema alumínio–cério (Al–Ce) emerge como uma alternativa promissora [3,4]. Além disso, ligas fundidas Al–Ce–X têm atraído atenção para uso em componentes resistentes ao calor como alternativa às ligas Al–Si–X da série 300, devido à sua resistência ao engrossamento microestrutural [5].

Do ponto de vista tecnológico, as ligas Al–Ce vêm avançando de sistemas predominantemente acadêmicos para materiais com sinais concretos de maturidade industrial [3]. Pesquisas conduzidas no âmbito de instituições como o Critical Materials Institute[6] e laboratórios associados têm contribuído para o desenvolvimento de ligas Al–Ce voltadas à produção de componentes leves, resistentes à corrosão e estáveis em temperaturas elevadas para os setores automotivo, aeroespacial e de geração de energia[7]. Dessa forma, o sistema Al–Ce apresenta atratividade não apenas pelo uso de um elemento abundante e subutilizado, mas também pela possibilidade de processamento por rotas convencionais de fundição e pela aplicação em componentes submetidos a solicitações térmicas severas, como blocos de motor, cabeçotes de cilindro, turbocompressores, pistões [3] e componentes produzidos por manufatura aditiva [2].

Nesse contexto, elementos como ferro (Fe) [8], níquel (Ni) [9], magnésio (Mg) [10], cobre (Cu) [11], entre outros, têm sido incorporados em ligas Al–Ce como alternativas para melhorar as propriedades mecânicas e a resistência ao engrossamento (estabilidade microestrutural) em exposição a temperaturas mais elevadas. A avaliação da estabilidade térmica do material baseia-se no monitoramento da variação da microdureza em função do tempo de exposição [1,12] e na evolução microestrutural, visando medir e verificar variações no tamanho e na morfologia das fases[4,13].

Metalurgicamente, o Ce é caracterizado por apresentar solubilidade sólida e difusividade extremamente baixas na matriz de alumínio sólido, o que contribui para a estabilidade microestrutural sob exposição térmica prolongada [14]. Essas propriedades estão associadas à formação da fase intermetálica  $Al_{11}Ce_3$  durante a solidificação, criando uma estrutura capaz de manter as propriedades mecânicas entre 250 °C e 400 °C, faixa na qual ligas convencionais sofrem alterações morfológicas indesejadas e perda de resistência mecânica [3].

Além de suas propriedades mecânicas, a introdução de Ce em ligas à base de Al apresenta relevância econômica e estratégica. Embora pertença ao grupo das terras raras, o Ce é um dos elementos mais abundantes desse grupo e, frequentemente, apresenta menor valor agregado em comparação a elementos empregados em aplicações críticas, como Neodímio e Disprósio [6]. Assim, sua utilização em ligas de alumínio representa uma rota de valorização de um recurso disponível e relativamente subutilizado, gerado como coproduto em cadeias de extração e processamento de terras raras [2]. Essa perspectiva é particularmente relevante porque a ampliação de aplicações de maior volume para o Ce pode contribuir para equilibrar economicamente a cadeia de terras raras, ao mesmo tempo em que permite o desenvolvimento de ligas leves, fundíveis e termicamente estáveis para aplicações de engenharia [3,6].

A solidificação das ligas Al–Ce é controlada pela baixa solubilidade do Ce no Al e pela formação do eutético estável  $Al + Al_{11}Ce_3$  [15]. Em composições hipoeutéticas (teor de Ce abaixo da composição eutética), a solidificação se inicia com o crescimento da fase  $\alpha$ -Al, de morfologia dendrítica ou celular, com rejeição de Ce para o líquido interdendrítico até que a composição eutética (10,6% Ce em massa) seja atingida, quando ocorre a reação eutética  $L \rightarrow \alpha\text{-Al} + Al_{11}Ce_3$  [15]. Na composição eutética, a solidificação ocorre predominantemente por essa reação, resultando em uma microestrutura bifásica fina de  $\alpha\text{-Al} + Al_{11}Ce_3$ , cuja morfologia é fortemente dependente da velocidade de solidificação [5]. Já em ligas hipereutéticas (Ce acima da composição eutética), a solidificação pode iniciar com a formação de  $Al_{11}Ce_3$  primário, seguida da formação eutética  $Al + Al_{11}Ce_3$ , sendo possível manter níveis relativamente elevados de ductilidade devido à matriz eutética contínua [16]. Em

todas as faixas composicionais, a taxa de resfriamento é o principal parâmetro de controle microestrutural, definindo o espaçamento dendrítico/celular, o refinamento do eutético e a distribuição das fases intermetálicas [17]. Estudos detalhados com determinação da cinética de solidificação por meio das relações de crescimento dendrítico ainda são escassos para essas ligas, inclusive aquelas modificadas com terceiros elementos[18].

Para melhorar a estabilidade microestrutural de ligas de Al, uma estratégia recorrente é a adição de elementos com baixas solubilidade e difusividade na faixa de 250 °C a 400 °C. A literatura propõe a adição de metais de transição com difusão ainda mais lenta, como manganês (Mn), cromo (Cr), vanádio (V), molibdênio (Mo) e tungstênio (W) [19]. Essa abordagem busca favorecer a formação de intermetálicos ternários associados à resistência ao engrossamento, ao controle do crescimento de grão e à formação de barreiras ao movimento de discordâncias, permitindo a retenção de dureza e resistência mecânica sob exposição prolongada a temperaturas elevadas [19].

Nesse sentido, o sistema Al–Ce–Cr surge como uma alternativa de interesse por combinar a estabilidade térmica associada ao Ce com a baixa difusividade do Cr[19]. No sistema ternário, observa-se a formação da fase primária  $Al_{20}CeCr_2$ , que pode atuar como constituinte intermetálico adicional e modificar o arranjo microestrutural em relação ao sistema binário Al–Ce[20]. Assim, a comparação entre os sistemas Al–Ce e Al–Ce–Cr, em conjunto com a avaliação do efeito da taxa de resfriamento, permite investigar como a presença de fases ricas em Cr, a escala microestrutural e a distribuição dos constituintes influenciam o desempenho mecânico, especialmente após exposição a temperaturas elevadas [19].

Apesar do reconhecido potencial do sistema Al–Ce em aplicações entre 250 °C e 400 °C, a avaliação consistente da estabilidade microestrutural exige quantificação da evolução morfológica do microconstituinte eutético Al +  $Al_{11}Ce_3$ [21]. Em ligas Al–Ce, a taxa de resfriamento define não apenas o refinamento e o espaçamento característico do eutético, mas também a morfologia das fases intermetálicas, que pode variar de lamelas finas a geometrias axiais e redes ramificadas do tipo “escrita chinesa” [22]. Sob

envelhecimento térmico, transformações sutis, associadas à minimização de energia interfacial e a mecanismos de coalescência/esferoidização, podem ocorrer sem mudanças drásticas na fração de fase global, mas com impacto direto na eficiência de reforço e na resposta mecânica [23]. Nessa condição, métodos estereológicos manuais tornam-se limitados por basearem-se em geometrias regulares. Essas análises tradicionais dependem da subjetividade do operador, especialmente quando a fase intermetálica apresenta conectividade elevada e heterogeneidade local [24].

Diante disso, este trabalho incorpora uma abordagem de metalografia automatizada por Processamento Digital de Imagens (PDI), visando garantir reprodutibilidade, rastreabilidade e capacidade amostral compatível com a complexidade do sistema Al–Ce [25]. Rotinas em Python são empregadas para comparar métodos de limiarização, selecionar o procedimento com melhor desempenho frente a máscaras manuais de referência e padronizar a segmentação da fase rica em cério. Executa-se uma etapa de pré-processamento para normalização de contraste, identificação de proximidade das fases por meio de mapas topológicos baseados em Transformada de Distância Euclidiana (EDT) e, por fim, classificar e quantificar morfologias utilizando descritores morfológicos tradicionais e métricas de espaçamento em janelas de amostragem restritas [26]. Essa estratégia permite quantificar estatisticamente a evolução de parâmetros como fração aparente de fase, área e circularidade das partículas, razão de aspecto e espaçamento eutético [27].

Ao integrar controle de solidificação, tratamento térmico e caracterização microestrutural automatizada, o presente Mestrado contribui para o avanço do conhecimento sobre a dinâmica de solidificação em ligas Al–Ce e Al–Ce–Cr. Além disso, contribui para a aplicação de rotinas automatizadas de coleta e análise de dados em microestruturas de fundição, bem como para o avanço do estado da arte das ligas Al–Ce e Al–Ce–Cr.

## 1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é comparar as ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr, investigando o efeito da taxa de resfriamento sobre a

solidificação, a evolução microestrutural e o comportamento mecânico dessas ligas. Adicionalmente, busca-se avaliar a estabilidade térmica do microconstituente eutético Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> da liga binária Al–13%Ce após tratamento térmico a 400 °C por até 100 h, correlacionando as alterações morfológicas com a resposta mecânica.

## 1.2 Objetivos Específicos

Para alcançar o objetivo geral, propõem-se as seguintes etapas:

- avaliar a sequência de solidificação e determinar as leis de crescimento dendrítico e eutético, a fim de comparar a formação microestrutural dos sistemas Al–Ce e Al–Ce–Cr;
- correlacionar as morfologias, dimensões e frações das fases com as variáveis do processo de solidificação;
- compreender as variações de microdureza e de resistência à compressão para amostras Al–13%Ce nas condições solidificada e tratada termicamente;
- avaliar a estabilidade microestrutural em função da microestrutura de partida e submeter as amostras a ensaios de dureza e compressão para investigar a influência do tratamento térmico. Para tanto, foi desenvolvido e apresentado um pipeline de análise de imagens destinado a segmentar, classificar e quantificar as fases do microconstituente eutético.

## Capítulo 2 - SOLIDIFICAÇÃO, EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE LIGAS Al–Ce E Al–Ce–Cr

### 2.1 Introdução

Este capítulo é dedicado à análise detalhada do comportamento de solidificação, dos parâmetros térmicos envolvidos e das morfologias microestruturais associadas, fornecendo a base científica necessária para o controle e a otimização das propriedades das ligas em estudo.

O desenvolvimento de ligas de alumínio para aplicações estruturais em temperaturas elevadas (250–400 °C) representa um desafio metalúrgico, visto que as ligas convencionais endurecidas por precipitação sofrem rápida degradação devido à dissolução e ao engrossamento de suas fases de reforço [1]. Nesse cenário, os sistemas Al–Ce destacam-se pela formação de fases intermetálicas de baixa mobilidade atômica, como a  $Al_{11}Ce_3$ , associadas à solubilidade sólida e à difusividade extremamente baixas do cério na matriz de alumínio, o que contribui para a resistência à degradação térmica dessas ligas [14]. Do ponto de vista tecnológico e industrial, as ligas Al–Ce apresentam potencial para aplicação comercial, tendo em vista sua compatibilidade com processos modernos de fundição e a ausência de necessidade de modificações substanciais na infraestrutura produtiva existente [3,28].

No âmbito da solidificação, a microestrutura dessas ligas é governada pela competição entre a nucleação e o crescimento das fases primárias e eutéticas [29]. O controle da taxa de resfriamento e do gradiente térmico é fundamental, pois determina a transição de morfologias facetadas, típicas de solidificação lenta, para morfologias mais refinadas em regimes de resfriamento mais rápido [29]. No sistema Al–Ce–Cr, a presença de cromo está associada à formação da fase primária  $Al_{20}CeCr_2$ , que pode atuar como constituinte de reforço adicional sem comprometer a estabilidade da rede eutética [19].

O desenvolvimento de ligas de fundição requer um estudo aprofundado dos mecanismos de solidificação, das estruturas formadas, de suas variações morfológicas e da influência das condições térmicas sobre a microestrutura final.

O ensaio de dureza Vickers serve como um indicador primário da efetividade do refinamento microestrutural, revelando, por exemplo, que ligas ternárias Al–Ce–X retêm grande parte de sua resistência mecânica mesmo após longas exposições a 400 °C, superando sistemas eutéticos convencionais como o Al–Si [30]. Complementarmente, o comportamento mecânico sob compressão a altas temperaturas permite identificar os mecanismos de deformação atuantes[5].

É bem estabelecido que o controle dos parâmetros térmicos de solidificação, para uma determinada composição química da liga, é determinante na definição da microestrutura final [17]. O processo de solidificação tem início na temperatura do metal líquido, evoluindo de acordo com os mecanismos de transporte de energia térmica que atuam a partir desse instante. As paredes do molde, além de definirem a geometria da peça, desempenham papel fundamental na extração de calor do metal, viabilizando a transformação de fase [17,31]. Variações na cinética de transferência de calor implicam diretamente em mudanças nas taxas de resfriamento ao longo do volume da peça. Conseqüentemente, a forma como o calor é removido durante a solidificação da massa metálica condiciona o arranjo microestrutural, afetando tanto a morfologia quanto a distribuição das fases formadas [32].

Estudos recentes demonstram que existem parâmetros térmicos críticos para o controle da microestrutura de solidificação, tais como a velocidade de solidificação ( $V$ ), o gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido ( $G$ ), a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e a composição química da liga ( $C_0$ ) [33,34]. Esses parâmetros podem ser diretamente correlacionados com a morfologia microestrutural, os aspectos quantitativos da microestrutura e a distribuição das fases [35], os quais são adequadamente avaliados por meio de metalografia quantitativa, utilizando técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

No caso das ligas Al–Si, por exemplo, diversos desses efeitos já são relativamente bem compreendidos. Sabe-se que o tamanho, a morfologia e a distribuição do silício dependem principalmente das rotas de processamento, das condições de solidificação e do tratamento aplicado ao metal líquido [36]. Em contraste, para sistemas menos explorados, como as ligas Al–Ce, o

entendimento dos mecanismos de solidificação, da formação e evolução das fases eutéticas e intermetálicas e da influência das taxas de resfriamento sobre o refinamento microestrutural ainda é insuficiente [15]. Dessa forma, torna-se essencial investigar de maneira sistemática as relações entre parâmetros térmicos e microestrutura nesses sistemas, estabelecendo correlações quantitativas que permitam o projeto microestrutural preditivo e a ampliação do uso de ligas Al–Ce em aplicações de fundição estrutural e de alta temperatura [21].

Assim, a correlação entre os parâmetros térmicos de solidificação e as propriedades mecânicas, como resistência à compressão e dureza, torna-se fundamental para avaliar o potencial de aplicação das ligas à base de Al–Ce como alternativas a materiais comerciais de maior densidade ou maior custo agregado, tais como aços e ligas de titânio, especialmente em ambientes sujeitos a condições térmicas severas[9].

## **2.2 Revisão Bibliográfica**

As ligas Al–Ce e Al–Ce–X são materiais relativamente novos que apresentam grande potencial para uso nos setores industrial, automotivo e aeroespacial, entre outros [13]. Nesse sentido, relatórios recentes do Pacific Northwest National Laboratory (PNNL) expandem esse potencial para o campo dos materiais trabalhados, demonstrando que a aplicação de técnicas emergentes [37]. Sims et al. [6] relataram que as ligas Al–Ce apresentam elevada fundibilidade e são compatíveis com a infraestrutura de fundição existente, além de possuírem flexibilidade composicional para adições de terceiros elementos.

Os compostos intermetálicos contendo cério (Ce) que se formam nesses sistemas apresentam estabilidade térmica a longos períodos de envelhecimento térmico até aproximadamente 500 °C[38]. Essa característica confere a tais ligas atratividade para aplicações que exigem exposição prolongada a elevadas temperaturas, como componentes de motores e peças fundidas por injeção no setor automotivo[3]. Ademais, as ligas Al–Ce apresentam baixa retração, adequado comportamento de alimentação e reduzida susceptibilidade à trinca a quente, o

que amplia sua compatibilidade com técnicas de fundição convencionais [39]. Além disso, a baixa solubilidade do Ce na matriz  $\alpha$ -Al reduz a tendência de transformações difusionais extensas após a solidificação, o que contribui para a estabilidade microestrutural das ligas Al–Ce [22].

Enquanto correlações bem estabelecidas existem para o crescimento dendrítico e eutético em ligas Al–Si e nas ligas comerciais da série 3XX [23,35], tais relações permanecem pouco compreendidas para os sistemas Al–Ce e requerem investigação adicional. Adicionalmente, a morfologia, distribuição e escala iniciais das fases são determinadas pela solidificação [15]. Estes fatores têm um impacto significativo na resposta do material a exposições térmicas posteriores [32].

Embora as ligas à base de Al–Ce sejam promissoras para aplicações no estado bruto de fundição, não foram encontrados estudos detalhados de solidificação que estabeleçam correlações entre espaçamentos dendríticos ou celulares e taxas de resfriamento. Os trabalhos de referência consultados não incluem estudos dedicados às ligas Al–Ce–X [2,9,12,15,30,40–42] que avaliem, de forma ampla, o efeito das taxas de resfriamento da solidificação sobre o crescimento das microestruturas dendrítica e eutética, a dinâmica de formação da fase eutética ou a influência de terceiros elementos no comportamento de solidificação.

No estado bruto de fundição, as ligas são microestruturalmente caracterizadas por um arranjo policristalino de grãos, no interior dos quais se observa, tipicamente, uma rede de ramificações dendríticas ou celulares [17]. É amplamente reconhecido que a escala microestrutural, comumente indicada pelos espaçamentos interdendríticos, pode ter um impacto ainda maior nas propriedades mecânicas do que o próprio tamanho de grão [43–46]. A distância dos espaçamentos celulares, dendríticos ou interfásicos depende das condições locais de resfriamento durante a solidificação [17,32]. Espaçamentos mais finos promovem uma distribuição mais uniforme de fases secundárias, constituintes eutéticos, fases intermetálicas e outros componentes na microestrutura resultante [4,28].

Algumas investigações examinaram os efeitos da composição e do envelhecimento na evolução microestrutural e no comportamento mecânico de ligas Al–Ce de base. Inicialmente, Belov et al. [18] propuseram o Fe, o Ni e o Cu como potenciais adições de liga para fortalecer ligas binárias Al–Ce. Dado o desempenho superior em alta temperatura das ligas Al–Ni (na faixa de 150 °C a 300 °C), seu foco direcionou-se ao sistema Al–Ce–Ni [18]. Essa linha de pesquisa gerou estudos posteriores [47,48] que demonstraram uma microestrutura eutética refinada com elevada estabilidade térmica e resistência à fluência até 300 °C.

Um estudo recente investigou ligas Al–Ce–Fe com diferentes teores de Fe [8]. Na composição eutética (Al–10%Ce–1%Fe), o ferro induziu a formação de uma fase eutética fina de  $Al_{10}CeFe_2$ , que coexistiu com  $Al_{11}Ce_3$  sem comprometer a dureza à temperatura ambiente ou a resistência à fluência a 300 °C. Já na liga hipereutética (Al–10%Ce–3%Fe), o maior teor de Fe resultou em maior dureza e resistência à fluência devido à precipitação da fase primária  $Al_{10}CeFe_2$ . Ambas as ligas apresentaram elevada estabilidade térmica (400–425 °C), com redução modesta de dureza após 384 h de exposição [8]. Contudo, até o presente momento, investigações similares sobre adições de Cr a ligas Al–Ce próximas à composição eutética ainda são escassas.

A solubilidade do Cr no Al conduz à formação de precipitados termicamente estáveis de  $Al_7Cr$  e  $Al_{13}Cr_2$  durante a solidificação e tratamentos térmicos, os quais inibem o movimento de contornos de grão e suprimem a recristalização [49,50]. Considerando ligas conformadas mecanicamente, como as do sistema Al–Mg e Al–Zn–Mg–Cu, o efeito de ancoramento de contornos de grão por partículas intermetálicas contendo Cr pode auxiliar na manutenção de estruturas de grão refinadas e alongadas, contribuindo para o aumento da resistência mecânica, à fadiga e da estabilidade térmica [50]. Adicionalmente, observa-se que o cromo (Cr) interage com impurezas de ferro (Fe) modificando a morfologia acicular de intermetálicos ricos neste elemento, convertendo-as em estruturas compactas, a exemplo da fase  $\alpha$ -AlFe(Cr)Si [51]. Tal transformação favorece a integridade mecânica ao reduzir os sítios de iniciação de trincas, efeito verificado tanto em ligas conformadas quanto em fundidas [52–54]. Em

virtude dessas características, o Cr é amplamente empregado como estabilizador microestrutural em ligas de alumínio de alto desempenho voltadas a aplicações aeroespaciais e estruturais[55].

Devido à sua solubilidade extremamente baixa na matriz de Al (inferior a 0,1% em peso na temperatura eutética), e à sua baixa difusividade no Al, o Cr se destaca como particularmente atraente entre os elementos de liga em estudo [5]. As propriedades complementares do Ce e do Cr podem conferir maior potencial às ligas Al–Ce–Cr, seja para aplicações no estado bruto de fundição, seja para uso em alta temperatura[19,20]. De fato, elementos como Cr, W, V, Mn e Mo são caracterizados por solubilidade e difusividade extremamente baixas no Al [19]. Dentre estes, o Cr apresenta tanto baixa solubilidade quanto baixa difusividade, atuando de forma eficaz na ancoragem de contornos de grão e no retardamento da recristalização [19,49]. O W e o Mo apresentam difusividades ainda mais baixas que as do Cr, aliadas a uma solubilidade igualmente limitada, o que reforça seu papel na melhoria da estabilidade em alta temperatura. O vanádio (V) é ligeiramente mais solúvel e difusivo que o Cr, porém ainda adequado para promover efeitos estabilizadores. Em contrapartida, o Ce desempenha um papel distinto no sistema Al–Ce: devido à sua baixa solubilidade na matriz de Al e à forte tendência de formação de compostos intermetálicos, favorece a formação do microconstituente eutético Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, em vez de atuar principalmente por precipitação convencional de fases endurecedoras [12,15].

A Tabela 2.1 apresenta as características cristalográficas das fases identificadas e discutidas para as ligas Al–Ce e Al–Ce–Cr. No sistema ternário, além da matriz  $\alpha$ -Al e da fase Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, a adição de Cr favorece a formação da fase ternária Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> [20,56]. Em ligas Al–Ce-X contendo elementos de transição, fases Al<sub>20</sub>CeX<sub>2</sub> foram identificadas como precipitados ou partículas primárias, sendo reportado especificamente para o sistema Al–Ce–Cr que a fase Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> coexiste com Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> e apresenta baixa solubilidade de Cr tanto na matriz  $\alpha$ -Al quanto na fase Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> [20,56]. Assim, a formação dessa fase ternária é consistente com a alteração do caminho de solidificação do sistema Al–Ce–Cr e com a introdução de partículas intermetálicas primárias na liga ternária [20,56].

Tabela 2.1 Características cristalográficas das fases identificadas nas ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.

Fase	Símbolo de Pearson	Grupo espacial	Sistema cristalino	Protótipo	Parâmetros de rede (Å)	Ângulos	Referência
$\alpha$ -Al	cF4	Fm-3m, nº 225	Cúbico, CFC	Cu	a = b = c = 4,0496	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	[19]
$\alpha$ -Al <sub>11</sub> Ce <sub>3</sub>	oI28	Immm, nº 71	Ortorrômbico	$\alpha$ -Al <sub>11</sub> La <sub>3</sub>	a = 4,392; b = 10,082; c = 13,018	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	[19]
Al <sub>20</sub> CeCr <sub>2</sub>	cF184	Fd-3m, nº 227	Cúbico, CFC	CeCr <sub>2</sub> Al <sub>20</sub>	a = b = c = 14,491	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	[20]

Em ligas Al–Ce, a fase termorresistente Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> presente na microestrutura eutética melhora a transferência de carga e a resistência em alta temperatura, tornando-as competitivas frente a ligas de Al endurecidas por precipitação [9]. Além disso, essas ligas exibem elevada ductilidade mesmo em composições hipereutéticas (12–16% Ce), atribuída à fratura dúctil da matriz que envolve as partículas primárias de Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> [13,21]. Partindo dessa análise, os teores de Ce e Cr foram selecionados com base em dois critérios principais. Primeiro, o objetivo foi projetar ligas com alto teor de soluto e frações eutéticas significativas, deslocando as composições para a região hipereutética dos respectivos diagramas de fases. Segundo, buscou-se um equilíbrio entre Ce e Cr para garantir que as frações de fases intermetálicas resultantes fossem equivalentes ou muito próximas entre as duas composições de liga. A seleção do Cr foi ainda motivada pela escassez de pesquisas disponíveis sobre a evolução morfológica das fases intermetálicas em ligas contendo Cr sob diferentes condições de solidificação.

### 2.3 Materiais e Métodos

Conforme ilustrado na Figura 2.1, três procedimentos experimentais principais foram utilizados para atingir os resultados necessários para esta investigação. Um forno de solidificação direcional foi utilizado para produzir os lingotes, permitindo a obtenção de diferentes taxas de resfriamento da base ao

topo e a extração do fluxo de calor transiente. Para avaliar as propriedades à compressão e as características de crescimento microestrutural dos lingotes de Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr (% em peso), as amostras foram selecionadas, conforme ilustrado. Em seguida, foram realizadas a caracterização mecânica e a caracterização da microestrutura de solidificação.

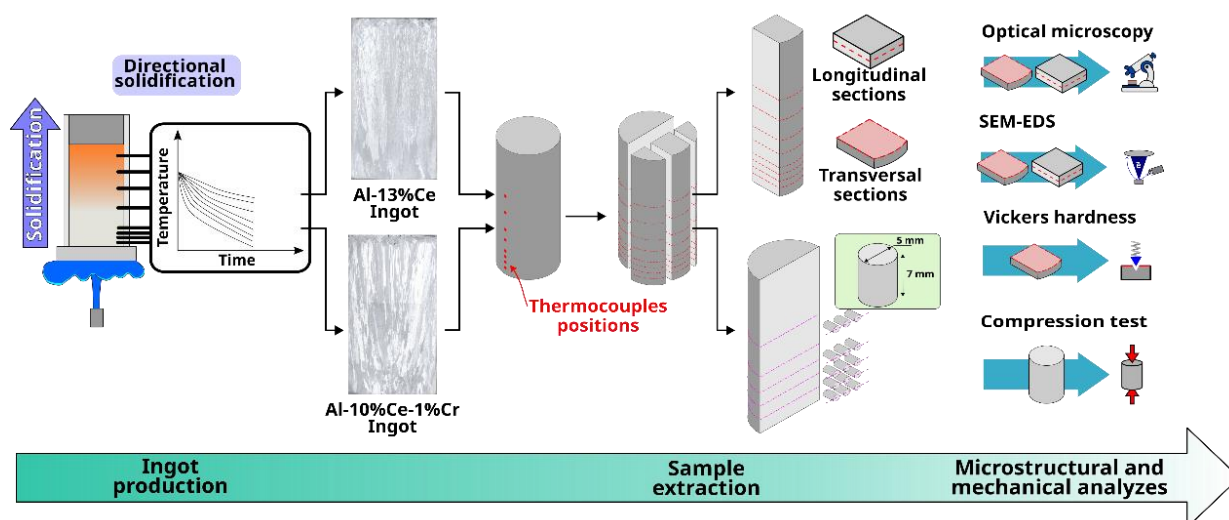


Figura 2.1 Procedimentos experimentais para solidificação direcional, extração de amostras e análise microestrutural e mecânica das ligas à base de Al-Ce.

### 2.3.1 Simulação Termodinâmica Computacional

Para investigar a solidificação sob condições que variam de quase-equilíbrio a fora do equilíbrio, foram realizados cálculos termodinâmicos. A ferramenta empregada permitiu a determinação das temperaturas de transformação, a sequência de reações de fases iniciais e intermediárias e as frações de fases intermetálicas formadas durante a solidificação. Utilizou-se o software Thermo-Calc (versão 2020; Thermo-Calc Software AB, Estocolmo, Suécia) e o banco de dados TCAL7.1 (2022), seguindo o método CALPHAD.

### 2.3.2 Preparação das Ligas Metálicas

Para a formulação das composições estudadas, foram utilizados metais comercialmente puros e ligas-mãe. Os materiais de partida consistiram em:

alumínio (99,8% de pureza em peso), cromo (99,95% de pureza em peso) e uma liga-mãe Al-20%Ce (em peso). Os materiais foram seccionados mecanicamente em dimensões adequadas para o carregamento do cadinho. A pesagem foi realizada em uma balança digital de precisão (0,01 g), garantindo a estequiometria correta para as ligas alvo: Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr.

A fusão das ligas foi conduzida em um forno de indução Inductotherm VIP Power-Trak (Rancocas, NJ, EUA), operando com uma potência de saída de 50 kW e frequência operacional de 3,2 kHz. O metal líquido foi mantido no forno por um período suficiente para assegurar a completa homogeneização térmica e química antes do vazamento. Cabe ressaltar que, para minimizar a presença de gases dissolvidos (especialmente hidrogênio), o procedimento padrão para este tipo de equipamento prevê a desgaseificação do banho metálico.

### **2.3.3 Experimentos de Solidificação Direcional**

Os experimentos foram conduzidos em um dispositivo de solidificação vertical ascendente projetado para operar sob regime transitório de extração de calor. O equipamento (Figura 2.2) consiste em um forno de resistências elétricas alojado em uma carcaça cilíndrica de cerâmica refratária isolante. O controle térmico é realizado por um controlador de potência, permitindo o ajuste das temperaturas de vazamento e a manutenção dos níveis de superaquecimento desejados no metal líquido.

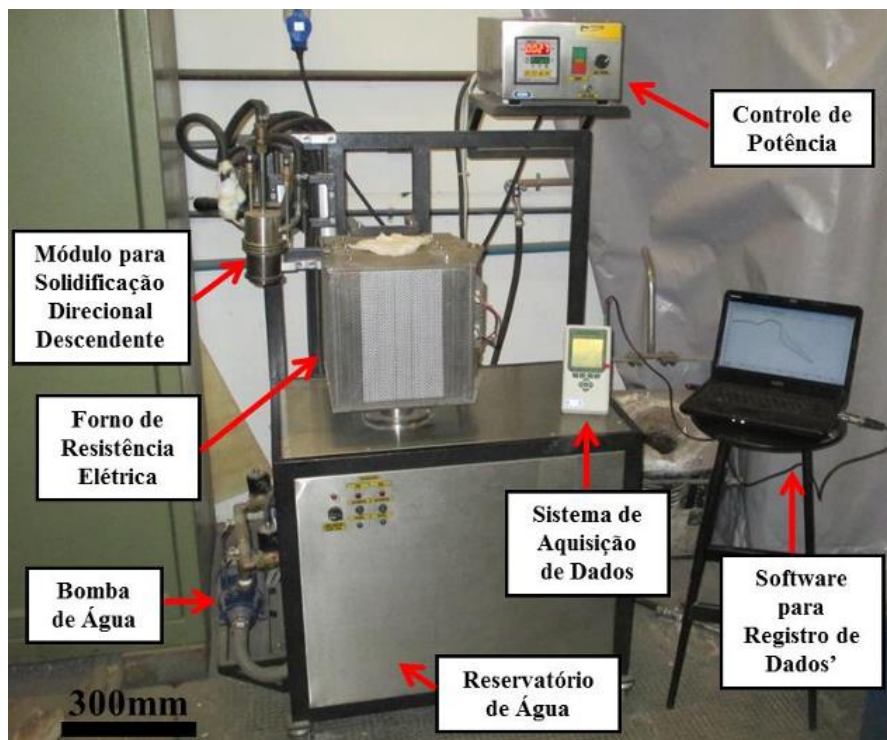


Figura 2.2 Dispositivo de solidificação vertical ascendente [42].

A lingoteira utilizada é fabricada em aço inoxidável AISI 310, com dimensões de 60 mm de diâmetro interno, 157 mm de altura e 5 mm de espessura de parede. Para assegurar a unidirecionalidade do fluxo de calor, as paredes internas da lingoteira foram revestidas com uma camada de aproximadamente 1,5 mm de cimento à base de fibra cerâmica sílico-aluminosa (QF-180). Este revestimento desempenha função tripla: minimizar o fluxo de calor radial, vedar contra vazamentos de metal líquido e facilitar a desmoldagem do lingote. A base da lingoteira é constituída por uma chapa de aço carbono SAE 1020 com 3 mm de espessura, a qual atua como superfície de troca térmica. Para garantir o contato térmico ideal, a superfície da chapa em contato com o metal deve ser preparada mediante lixamento sequencial (até 1200 mesh). O sistema de extração de calor, localizado na base do dispositivo, é composto por um reservatório, bomba de água acionando um jato de água direcionado à superfície inferior da chapa-molde.

Para o monitoramento térmico, termopares do tipo K (Chromel-Alumel) foram posicionados em oito orifícios de 1,5 mm de diâmetro distribuídos longitudinalmente na parede da lingoteira. Os sensores foram conectados a um

sistema de aquisição de dados (*Lynx*, modelo ADS-1800), configurado para uma taxa de aquisição de 5 Hz por canal. A temperatura de superaquecimento utilizada foi a de 10 °C acima da  $T_L$ . A partir das curvas de resfriamento obtidas, foram determinadas as velocidades de deslocamento das isothermas liquidus e eutética, bem como as taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e os gradientes térmicos ( $G$ ) associados a cada posição monitorada [17,57,58].

A aquisição de dados térmicos fornece um conjunto de curvas de resfriamento para cada posição instrumentada no lingote. O tratamento desses dados para a obtenção dos parâmetros de solidificação, Velocidade de deslocamento da isoterma ( $V$ ), Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e Gradiente térmico ( $G$ ) baseou-se na metodologia clássica de análise de intersecções das isothermas liquidus ( $T_L$ ) e eutética ( $T_E$ ) [59,60]. A passagem das frentes de solidificação (liquidus e eutética) por cada termopar é identificada no momento em que a temperatura registrada cruza os valores críticos de  $T_L$  e  $T_E$ . A partir desses pontos, plota-se a posição do termopar ( $P$ ) em função do tempo ( $t$ ) [61].

A determinação experimental das curvas de posição das isothermas liquidus e eutética baseia-se na intersecção das temperaturas críticas ( $T_L$  e  $T_E$ ) com as curvas de resfriamento reais obtidas pelos termopares. Para cada posição monitorada ( $P$ ), determina-se o tempo ( $t$ ) decorrido desde o início do resfriamento até a passagem da frente de solidificação. Conforme estabelecido nas metodologias, os pares de dados experimentais ( $P$ ,  $t$ ) são plotados e submetidos a uma regressão não linear por mínimos quadrados. A função que melhor descreve o avanço da solidificação em regime transitório é uma equação de potência, em que  $c$  e  $m$  são constantes de ajuste dependentes da eficiência da troca térmica e das propriedades da liga. Este ajuste matemático suaviza os dados discretos e permite uma descrição analítica contínua do movimento da interface sólido-líquido ao longo do lingote.

A velocidade de solidificação ( $V$ ) não é constante em processos transitórios, sofrendo uma desaceleração progressiva à medida que a frente de solidificação se afasta da base refrigerada, devido ao distanciamento da fonte de resfriamento pela camada solidificada. Para quantificar esse comportamento, calcula-se a derivada temporal da função de posição determinada anteriormente.

Ao derivar a equação de potência ajustada, obtém-se a expressão analítica para a velocidade em função do tempo.

A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) representa a velocidade de queda de temperatura no momento exato em que a frente de solidificação atravessa uma determinada posição. Diferentemente da velocidade de crescimento, que deriva da relação espacial entre termopares, a taxa de resfriamento é obtida a partir da análise individual da curva de resfriamento ( $T \times t$ ) de cada termopar. O procedimento consiste em calcular a derivada da temperatura em relação ao tempo no ponto em que  $T = T_L$  (para a taxa de resfriamento na ponta das dendritas) ou  $T = T_E$  (para a taxa no patamar eutético). Esse cálculo é realizado ajustando-se uma função polinomial aos dados de temperatura na vizinhança imediata da temperatura de transformação e extraíndo-se a inclinação da reta tangente nesse ponto [62]

O gradiente térmico ( $G$ ) à frente da interface de solidificação é um parâmetro termodinâmico que governa a estabilidade da interface e a morfologia das estruturas de solidificação (celular ou dendrítica). Em experimentos de solidificação unidirecional transitória, a medição direta de  $G$  é complexa devido à natureza dinâmica do campo térmico. Portanto, sua determinação é realizada analiticamente pela relação fundamental entre a taxa de resfriamento e a velocidade de crescimento. Utilizando os valores de  $\dot{T}$  e  $V$  previamente calculados para a mesma posição no lingote, obtém-se o perfil de  $G$  ao longo do comprimento da amostra. Esta abordagem, amplamente utilizada, permite mapear a variação da força motriz térmica disponível para a rejeição de soluto e crescimento cristalino [61,62].

#### **2.3.4 Preparação metalográfica**

Após a finalização dos experimentos de solidificação direcional, os lingotes cilíndricos foram removidos da lingoteira e submetidos a um plano de corte demonstrado na Figura 2.1 e preparação superficial, visando a caracterização macro e microestrutural, bem como a extração de corpos de prova para ensaios mecânicos.

Inicialmente, cada lingote foi seccionado longitudinalmente ao meio, no sentido do crescimento (da base para o topo), utilizando uma cortadeira de precisão refrigerada para evitar alterações microestruturais induzidas por calor. Uma das metades foi destinada ao exame metalográfico (macro e microestrutura), enquanto a outra metade foi para a usinagem dos corpos de prova mecânicos (detalhada na seção 2.3.6).

As seções longitudinais da macroestrutura foram submetidas a uma sequência de lixamento manual com lixas de carbetto de silício (SiC) de granulometrias progressivas (variando de #240 a #600 mesh). Para a revelação da macroestrutura e visualização dos grãos colunares, aplicou-se o reagente de Keller sobre a superfície polida. A solução, composta por 2,5% HNO<sub>3</sub>, 1,5% HCl, 1% HF e 95% H<sub>2</sub>O (em volume), foi aplicada manualmente por algodão por aproximadamente 10 segundos, até a adequada revelação do contraste dos grãos.

A preparação das superfícies para análise metalográfica seguiu as diretrizes da norma ASTM E3 [63]. As seções longitudinais foram embutidas em resina poliéster e submetidas a uma sequência de lixamento manual com lixas de carbetto de silício (SiC) de granulometrias progressivas (variando tipicamente de #600 a #3000 mesh). Posteriormente, as amostras foram polidas mecanicamente em pratos rotativos utilizando panos de polimento com pasta de alumina (3 µm até 0,01 µm), garantindo uma superfície plana e sem riscos. Para a caracterização microestrutural, foi estabelecido um plano de amostragem abrangendo oito posições associadas aos termopares ao longo do comprimento de cada lingote, medidas a partir da interface metal/molde. Estas posições foram selecionadas para cobrir uma ampla faixa de taxas de resfriamento e gradientes térmicos. Para a análise específica das fases e morfologia dendrítica nestas posições, realizou-se um ataque químico seletivo por imersão em solução aquosa de 20% NaOH (microataque), permitindo o contraste adequado para microscopia óptica e eletrônica.

### 2.3.5 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural foi conduzida por meio de uma abordagem multiescalar, iniciando-se pela microscopia óptica (MO) para análises qualitativas e quantitativas, seguida de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por dispersão de energia (EDS) e difração de raios X (DRX) para identificação e caracterização das fases.

As análises por microscopia óptica foram realizadas em um microscópio Olympus BX41M-LED (Tóquio, Japão). O foco principal desta etapa foi a quantificação da escala microestrutural em função dos parâmetros térmicos, por meio da medição do espaçamento de braços dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) e do espaçamento interlamelar eutético ( $\lambda_E$ ) nas posições longitudinais pré-estabelecidas do lingote. O protocolo de medição dos espaçamentos seguiu o método das interseções lineares proposto por McCartney e Hunt [59], no qual o espaçamento médio é obtido pela razão entre o comprimento da linha de referência traçada na micrografia e o número de interseções efetivas com a fase ou ramificação de interesse. Nessa relação,  $L$  representa o comprimento da linha e  $n$  representa o número de interseções. Para garantir a confiabilidade estatística, adotou-se um mínimo de 40 medições individuais para cada posição analisada, reportando-se os resultados em termos de média e desvio padrão.

A determinação da fração volumétrica de fases intermetálicas foi realizada via PDI utilizando o software *ImageJ*. O procedimento metodológico consistiu na conversão das imagens capturadas para escala de cinza (16-bit), seguida pela aplicação de um limiar de intensidade (*thresholding*) para a binarização e segmentação entre a matriz de alumínio (fundo claro) e os intermetálicos (fundo escuro). A quantificação foi executada pela fração de fases auxiliada pela intensidade de cor do histograma.

A morfologia detalhada e a composição química dos constituintes microestruturais foram investigadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e o mapeamento da distribuição de solutos e a análise química pontual das fases foram em um equipamento Philips XL 30 FEG, equipado com

microanálise de Raios-X (EDS – Espectroscopia por Dispersão de Raios-X), pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE/DEMa-UFSCar).

Para a identificação cristalográfica das fases presentes, utilizou-se a técnica de Difractometria de Raios X (DRX) em um difratômetro XRDynamic 500 (Anton Paar, Graz, Áustria) pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE – DEMa - UFSCar). Os difratogramas foram coletados utilizando radiação Mo-K $\alpha$ , em uma varredura angular ( $2\theta$ ) de 5° a 45° com passo de 0,02° no modo de reflexão. Esta análise foi direcionada a amostras representativas em ambas as ligas.

### 2.3.6 Caracterização Mecânica

A caracterização mecânica foi estruturada para avaliar a resposta do material em função das distintas microestruturas obtidas pela solidificação direcional. Foram realizados ensaios de microdureza e compressão uniaxial em amostras extraídas de posições correspondentes (Figura 2.3) a diferentes taxas de resfriamento.

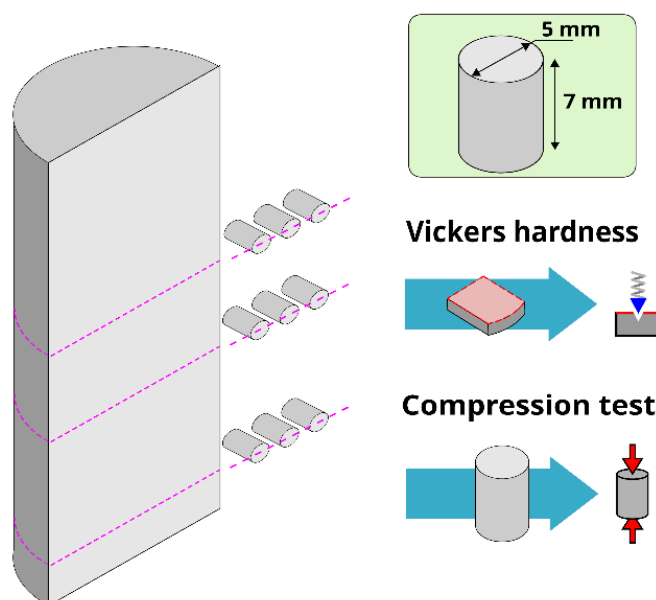


Figura 2.3 Plano de extração de amostras para os ensaios de dureza e compressão.

Os ensaios de microdureza foram conduzidos em um microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G20ST, operando de acordo com as diretrizes da norma ASTM E92-17 [64]. As medições foram realizadas nas mesmas seções longitudinais utilizadas para a caracterização microestrutural. Para garantir a representatividade estatística dos dados, foram efetuadas 10 indentações aleatórias para cada posição analisada ao longo do lingote. Os parâmetros de ensaio consistiram na aplicação de uma carga de 2,0 N (aproximadamente 200 gf) com um tempo de permanência (*dwelt time*) de 10 segundos. As diagonais das impressões foram medidas opticamente para o cálculo do valor de dureza Vickers (HV), reportando-se a média aritmética e o desvio padrão para cada posição.

Visando correlacionar o comportamento mecânico com o espaçamento microestrutural, foram usinados corpos de prova cilíndricos a partir de três regiões distintas do lingote, selecionadas com base nas mesmas taxas de resfriamento para as duas ligas. A extração foi realizada de modo transversal ao eixo de crescimento do lingote, com dimensões finais de 5 mm de diâmetro e 7 mm de altura.

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios Instron, modelo 5500R (Norwood, MA, EUA), à temperatura ambiente. O procedimento experimental seguiu as recomendações metodológicas aplicáveis a ensaios de deformação uniaxial, conforme ASTM E9-19 [65], sendo os testes conduzidos até uma deformação total de 30% ou até a fratura do material. Foram ensaiados três corpos de prova (triplicata) para cada condição de resfriamento, permitindo a obtenção das curvas tensão-deformação de engenharia e a determinação da tensão máxima e do limite de escoamento convencional (offset de 0,2%).

## 2.4 Resultados e Discussão

A Figura 2.4 mostra os perfis de evolução teórica da fração de massa por fase solidificada pela temperatura, para as ligas binária Al–13%Ce e ternária Al–10%Ce–1%Cr. As Figura 2.4(a) e (b) mostram os resultados da solidificação em equilíbrio para ambas as ligas, enquanto as Figura 2.4(c) e (d) exibem os perfis

de solidificação de Scheil (fora do equilíbrio) correspondentes para as mesmas ligas. A comparação dos diagramas de fração de fase na Figura 2.4(a) e (b) revela que em ambas as ligas a reação eutética ocorre a aproximadamente 640 °C, formando 77,8% da fase CFC Al (rica em Al). Os 22,2% restantes de fases formadas são referentes aos intermetálicos formados no processo de solidificação. Na liga binária, a fração de 22,2% corresponde a fase primária  $Al_{11}Ce_3$ , enquanto na liga ternária 7,4% corresponde a formação da fase primária rica em Cr  $Al_{20}CeCr_2$  e 14,8% é a fase  $Al_{11}Ce_3$  formando o microconstituente eutético. A comparação entre os sistemas indica que a composição ternária modifica o caminho de solidificação em equilíbrio, estabilizando uma fase primária distinta rica em Cr e reduzindo a fração relativa de  $Al_{11}Ce_3$ . Embora as fases intermetálicas sejam diferentes, previu-se a mesma fração total de fases intermetálicas formadas quando comparadas ambas as ligas.

Os diagramas de Scheil nas Figuras 2.4(c) e 2.4(d) indicam a formação de fases intermetálicas primárias semelhantes àquelas observadas nas condições de equilíbrio. O microconstituente eutético Al +  $Al_{11}Ce_3$  permaneceu dominante, representando aproximadamente 93% da fração total solidificada em ambas as ligas.

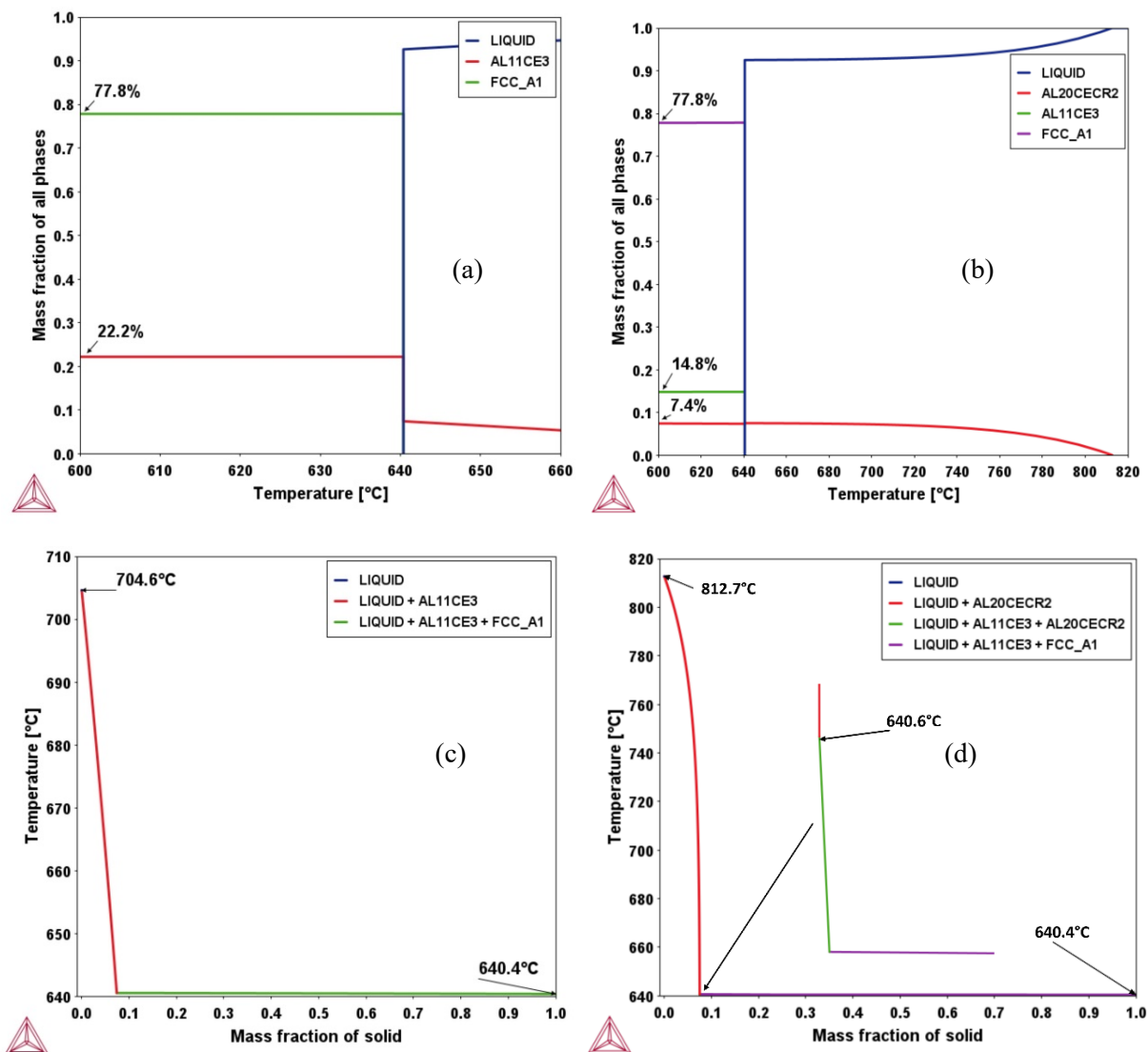


Figura 2.4 Diagrama de caminhos de solidificação pelo método CALPHAD para: (a) Al–13%Ce binária, (b) Al–10%Ce–1%Cr ternária, ambas em condições de equilíbrio; e para: (c) Al–13%Ce binária, (d) Al–10%Ce–1%Cr ternária, ambas em condições fora de equilíbrio.

Na Figura 2.5, são apresentados os perfis térmicos obtidos durante o resfriamento das ligas na solidificação direcional. Essas curvas foram utilizadas para determinar, em cada posição de termopar, os parâmetros de solidificação associados à velocidade da frente de solidificação, à taxa de resfriamento e ao gradiente térmico. Cada termopar fornece uma curva de resfriamento

representativa da transformação líquido-sólido e da extração de calor ao longo do lingote.

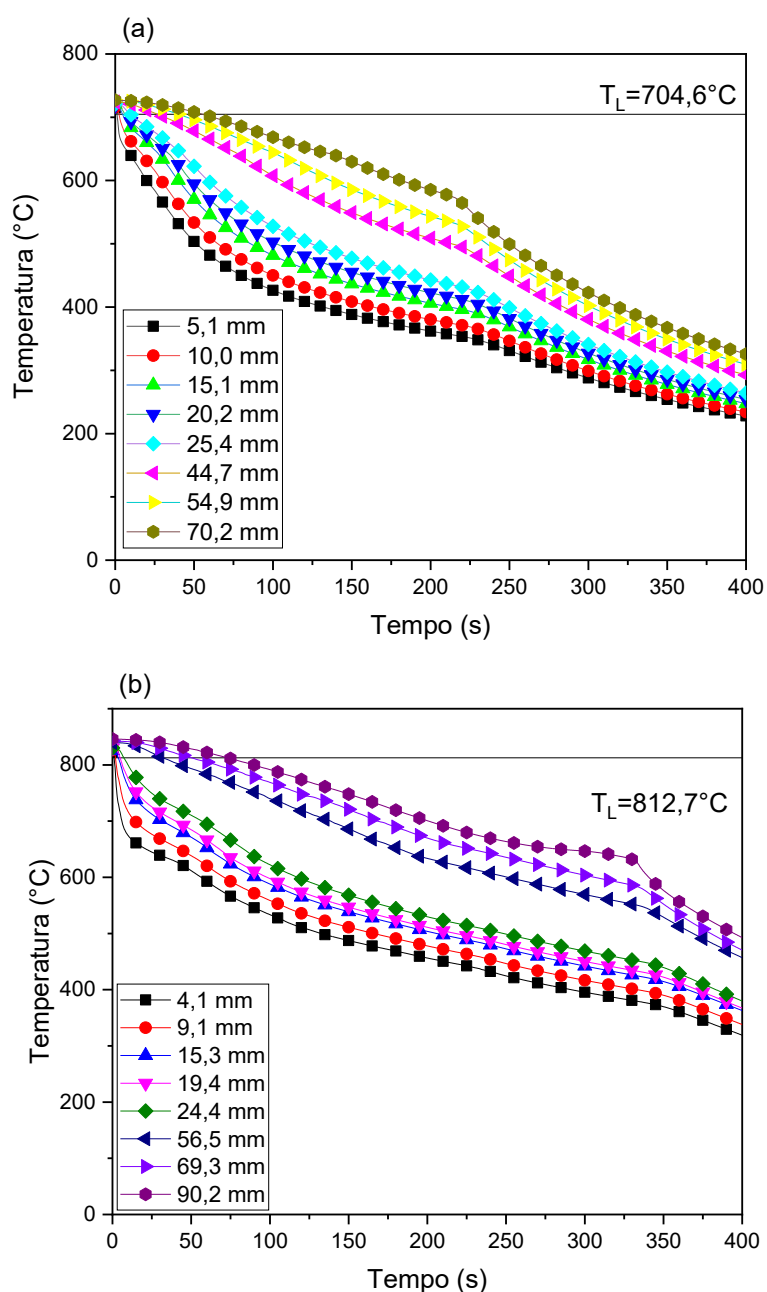


Figura 2.5 Perfis térmicos obtidos na solidificação direcional ascendente para as ligas: (a) Al-13%Ce binária, (b) Al-10%Ce-1%Cr ternária.

Após a obtenção dos perfis térmicos experimentais das ligas binária e ternária, foram construídas curvas de deslocamento da posição da isoterma liquidus ( $P_L$ ), nas figuras 2.6(a) e 2.6(b), e curvas de deslocamento da posição

da isoterma eutética ( $P_E$ ), nas figuras 2.6(c) e 2.6(d), ambas em função do tempo de passagem das isothermas liquidus ( $T_L$ ) e eutética ( $T_E$ ). Essas curvas foram utilizadas para determinar o perfil de velocidade e compor o cálculo das demais variáveis térmicas associadas à frente eutética.

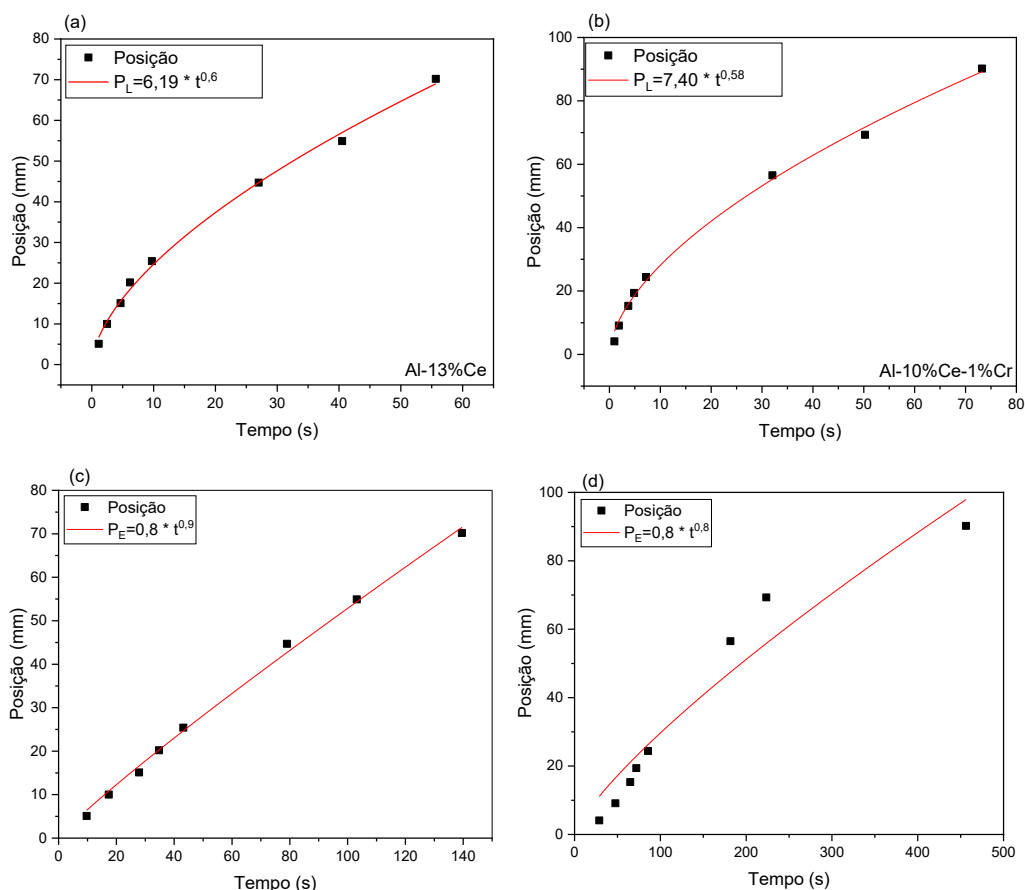


Figura 2.6 Deslocamento da posição da isoterma liquidus em função do tempo para as ligas (a) Al-13%Ce e (b) Al-10%Ce-1%Cr e isoterma eutética em função do tempo (c) Al-13%Ce e (d) Al-10%Ce-1%Cr.

De modo geral,  $V_L$ ,  $\dot{T}_L$  e  $G_L$  apresentam valores ligeiramente mais elevados para a liga ternária. Considerando a formação de partículas primárias na liga Al-10%Ce-1%Cr e o intervalo de solidificação mais amplo indicado na Figura 2.7, tais diferenças podem estar associadas a modificações locais nas condições de extração de calor e na dinâmica da interface metal/molde.

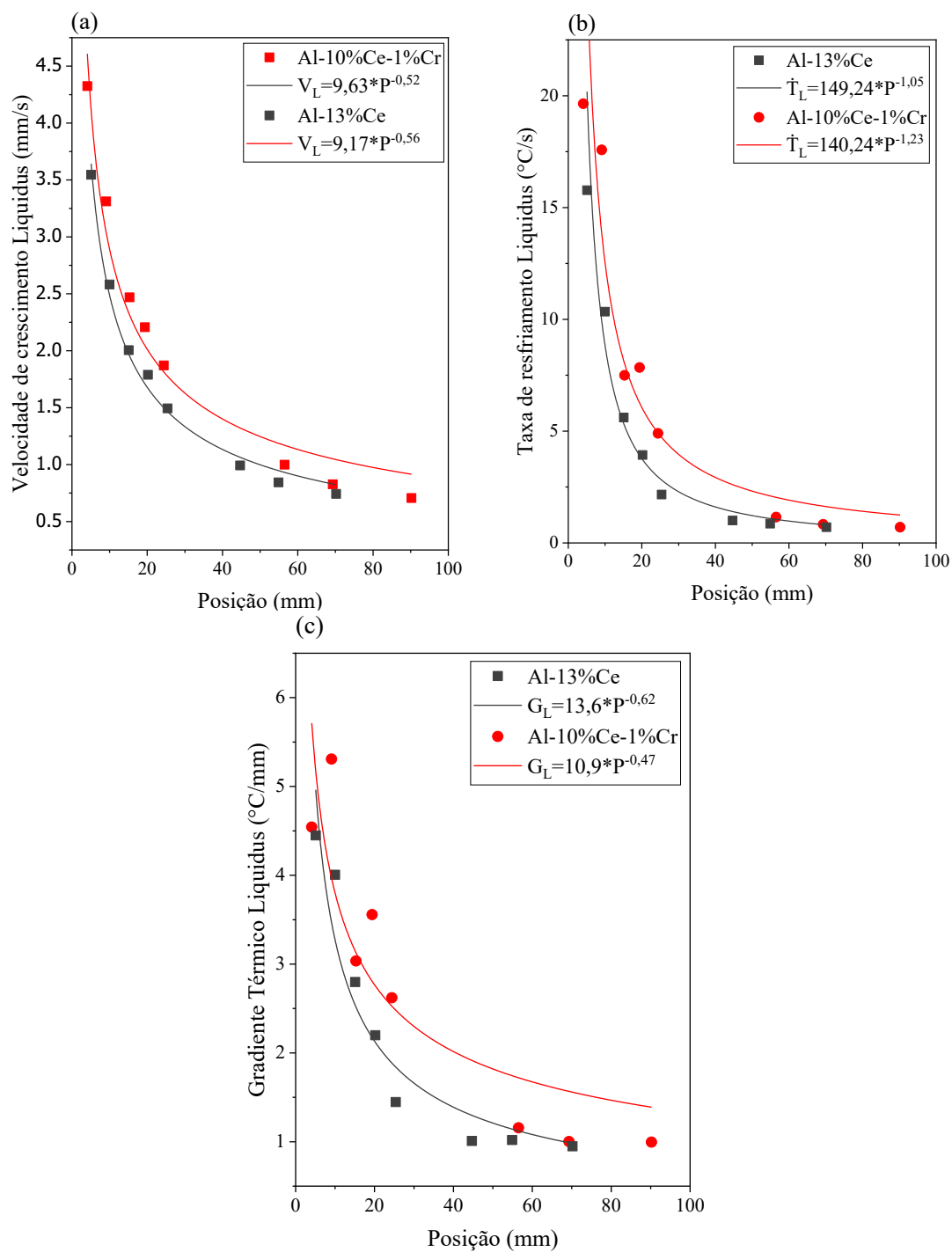


Figura 2.7 Variações experimentais da (a) taxa de crescimento associada a isoterma liquidus ( $V_L$ ), (b) taxa de resfriamento liquidus ( $\dot{T}_L$ ) e (c) gradiente térmico liquidus ( $G_L$ ) em função da posição para as ligas Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr.

A Figura 2.8 mostra a variação experimental dos parâmetros térmicos de solidificação associados à isoterma eutética em ambas as ligas. Enquanto  $V_E$  apresenta a evolução esperada ao longo do comprimento do lingote, com redução progressiva a partir da interface metal/molde,  $\dot{T}_E$  e  $G_E$  na liga Al-10%Ce-1%Cr inicialmente aumentam até aproximadamente 25 mm da interface e passam a diminuir em posições mais afastadas. Esse comportamento pode estar associado à convecção induzida pela presença e movimentação de partículas primárias durante a solidificação. O aumento local de  $G_E$  indica uma perturbação significativa no campo térmico, compatível com o acúmulo de partículas grosseiras observado na análise macroestrutural.

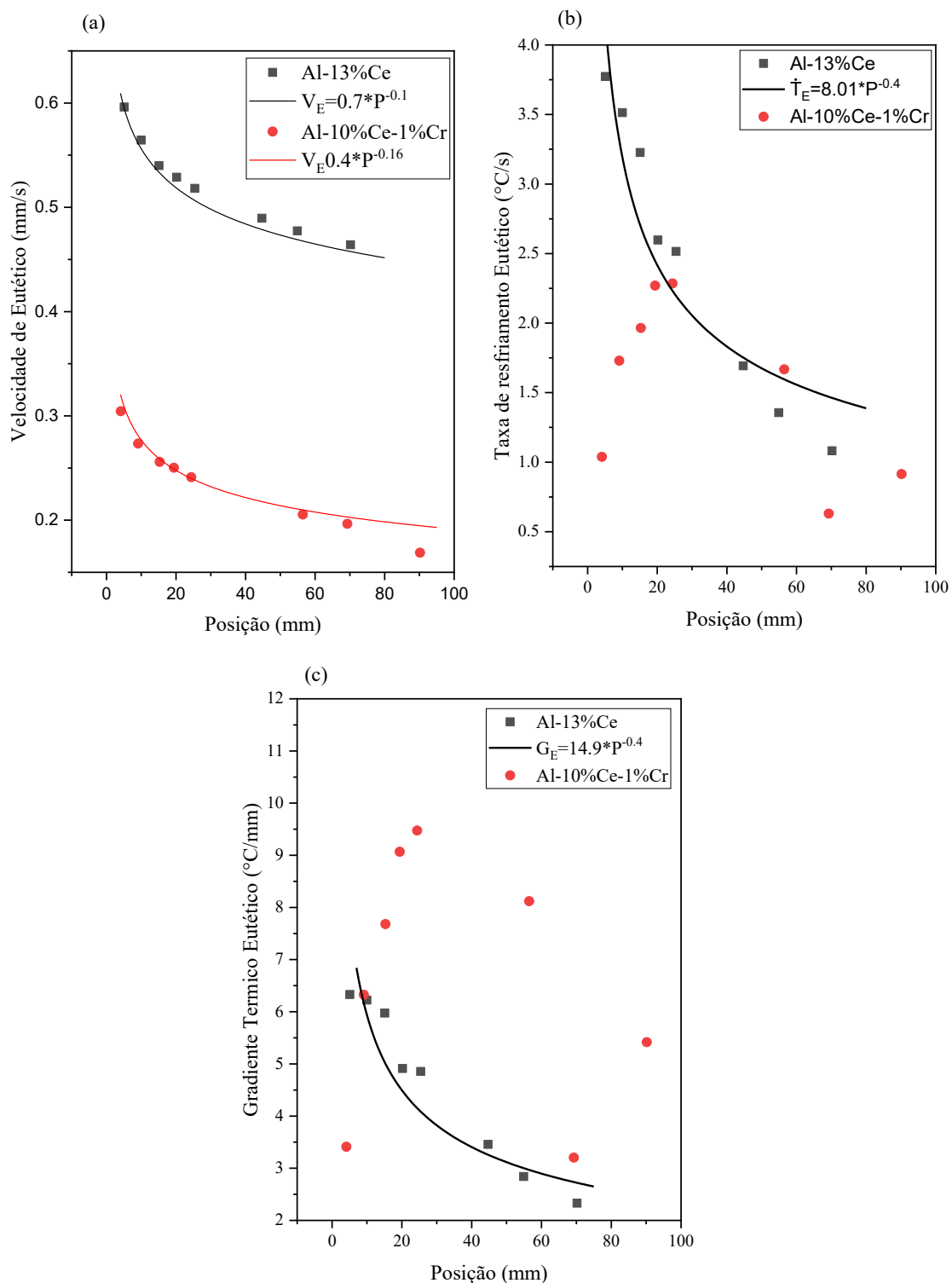


Figura 2.8 Variações experimentais da (a) taxa de crescimento eutético ( $V_E$ ), (b) taxa de resfriamento eutético ( $\dot{T}_E$ ) e (c) gradiente térmico eutético ( $G_E$ ) em função da posição ao longo das ligas Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr.

A Figura 2.9 exibe as macroestruturas longitudinais das amostras solidificadas direcionalmente. Em ambas as ligas, predominam grãos colunares ao longo de todo o comprimento. Regiões sujeitas a altas taxas de resfriamento apresentam grãos menores e com certo desalinhamento. Entretanto, aproximadamente abaixo de  $5\text{ °C/s}$ , observa-se uma transição gradual para um alinhamento mais uniforme.

Na liga ternária (Figura 2.9(b)), observa-se um contraste côncavo, destacado pela linha tracejada azul, no intervalo de taxas entre  $0,8\text{ °C/s}$  e  $1,1\text{ °C/s}$ . Esse contraste pode ser atribuído ao movimento de partículas primárias transportadas pela frente de solidificação e pela convecção gerada durante o processo. De acordo com Bouchard e Kirkaldy [32], o fluxo de fluido próximo às paredes do cadinho pode alterar a espessura da camada limite rica em soluto, resultando em solidificação mais rápida nas regiões próximas às paredes em comparação ao centro. Esse movimento de partículas primárias e sua interferência nos campos térmico e solutal também foram demonstrados em ligas Al–Si hipereutéticas, nas quais a segregação e a evolução morfológica da fase Si dependem dos parâmetros térmicos e dos fluxos internos [66]. Além disso, em sistemas como Al–Ce, cristais primários podem atuar como sítios de nucleação heterogênea para a matriz de alumínio, alterando a distribuição local de fases durante o resfriamento [66].

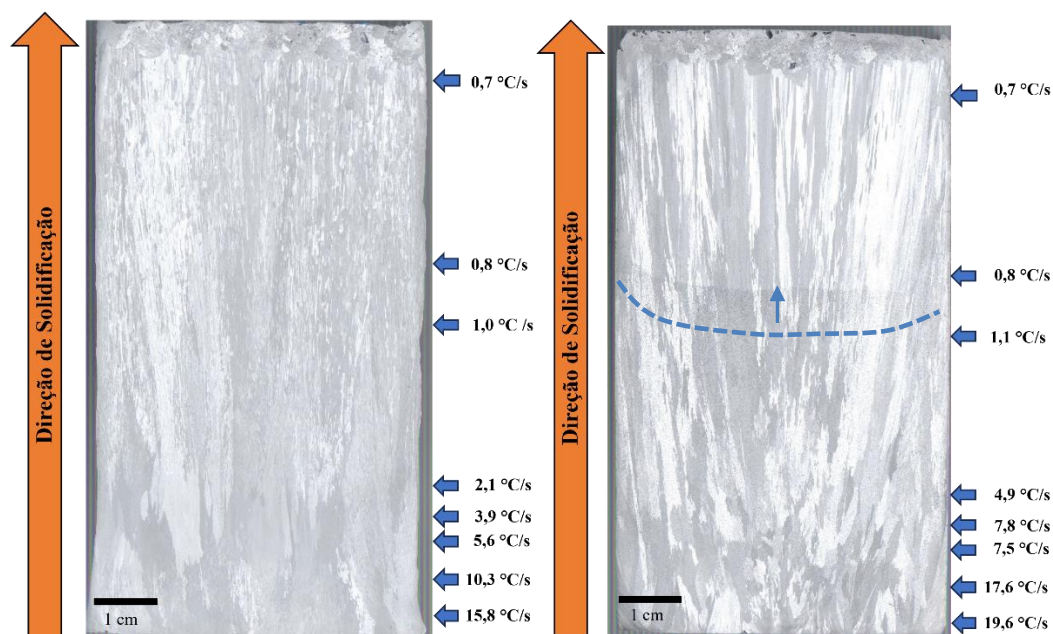


Figura 2.9 Macroestruturas solidificadas direcionalmente para: (a) a liga binária Al–13%Ce, e (b) a liga ternária Al–10%Ce–1%Cr.

As micrografias da liga Al–13%Ce (Figura 2.10) ilustram o comportamento de solidificação ao longo das taxas de resfriamento investigadas. Verifica-se o estabelecimento de crescimento acoplado, evidenciado pela matriz majoritariamente eutética, pela baixa fração de fases primárias nas menores taxas e pela presença de dendritas eutéticas. Esse comportamento diverge das tendências previstas na Figura 2.4. Em taxas de resfriamento elevadas, como na Figura 2.10(h), observam-se morfologias globulares e dendritas eutéticas mais refinadas. Esse refinamento diminui progressivamente com a redução da taxa de resfriamento, até a obtenção de uma morfologia eutética mais homogênea na menor taxa investigada.

Nas ligas hipereutéticas do sistema Al–Ce, a formação de uma microestrutura eutética via crescimento acoplado é favorecida por mecanismos interativos análogos aos observados para o sistema Al–Si. Apesar da natureza distinta da segunda fase, ambos os sistemas apresentam similaridades notáveis no comportamento de crescimento eutético. Ambos envolvem uma reação entre a matriz  $\alpha$ -Al e uma fase facetada Si no sistema Al–Si e  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  no sistema Al–Ce, resultando em um crescimento acoplado do tipo facetado/não-facetado

(F/NF) [33]. Nesses casos, a fase  $\alpha$ -Al cresce isotropicamente, enquanto a segunda fase exibe crescimento anisotrópico e facetado, devido à baixa compatibilidade cristalográfica e à elevada energia interfacial com o Al [34]. Conseqüentemente, o aumento do super-resfriamento constitucional ou das taxas de resfriamento promove transições de morfologias grosseiras para refinadas, estabilizando o crescimento acoplado e suprimindo a formação de fases primárias [31]. Sob as condições experimentais do presente estudo, fatores cinéticos associados ao super-resfriamento constitucional e às taxas de solidificação relativamente elevadas podem ter contribuído para a estabilização da frente eutética e para a inibição do crescimento das fases primárias. A interação desses mecanismos governa a microestrutura final apresentada na Figura 2.10.

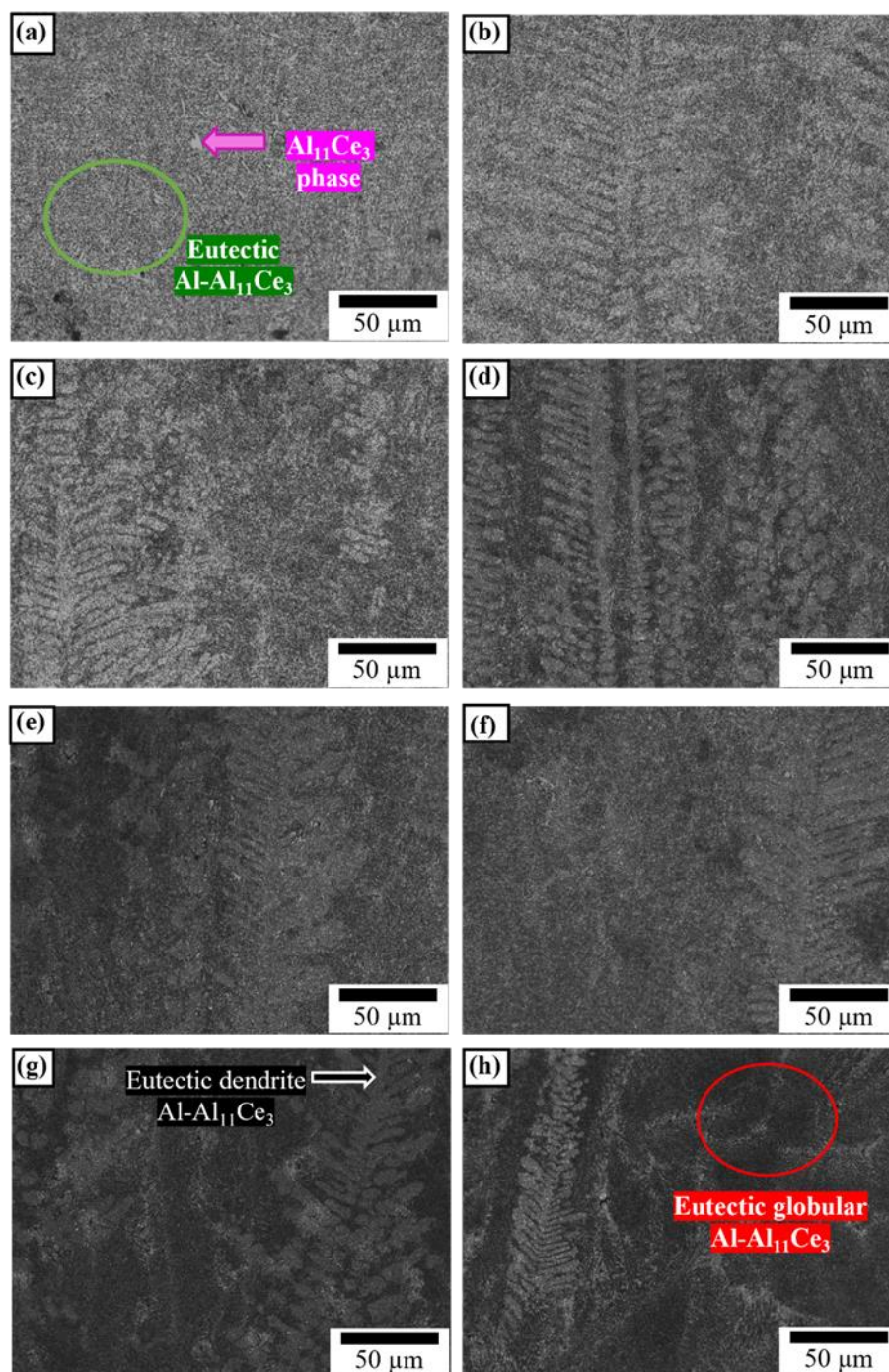


Figura 2.10 Imagens ópticas longitudinais da liga Al–13%Ce adquiridas para diferentes amostras em diferentes taxas de resfriamento: a) 0,7 °C/s; b) 0,8 °C/s; c) 1,0 °C/s; d) 2,1 °C/s; e) 3,9 °C/s; f) 5,6 °C/s; g) 10,3 °C/s; h) 15,8 °C/s.

A Figura 2.11 apresenta micrografias ópticas representativas da evolução microestrutural da liga ternária Al–Ce–Cr em função da taxa de resfriamento.

Observa-se uma configuração estrutural mais complexa, composta por três constituintes principais: partículas intermetálicas primárias  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$ , dendritas de  $\alpha\text{-Al}$  e regiões eutéticas  $\text{Al-Al}_{11}\text{Ce}_3$ . Uma fração mais elevada da fase primária é observada na Figura 2.11(c), para uma taxa de resfriamento de aproximadamente  $1,1\text{ }^\circ\text{C/s}$ . O acúmulo de partículas grosseiras provavelmente está relacionado à cinética de solidificação discutida a partir da Figura 2.9(b).

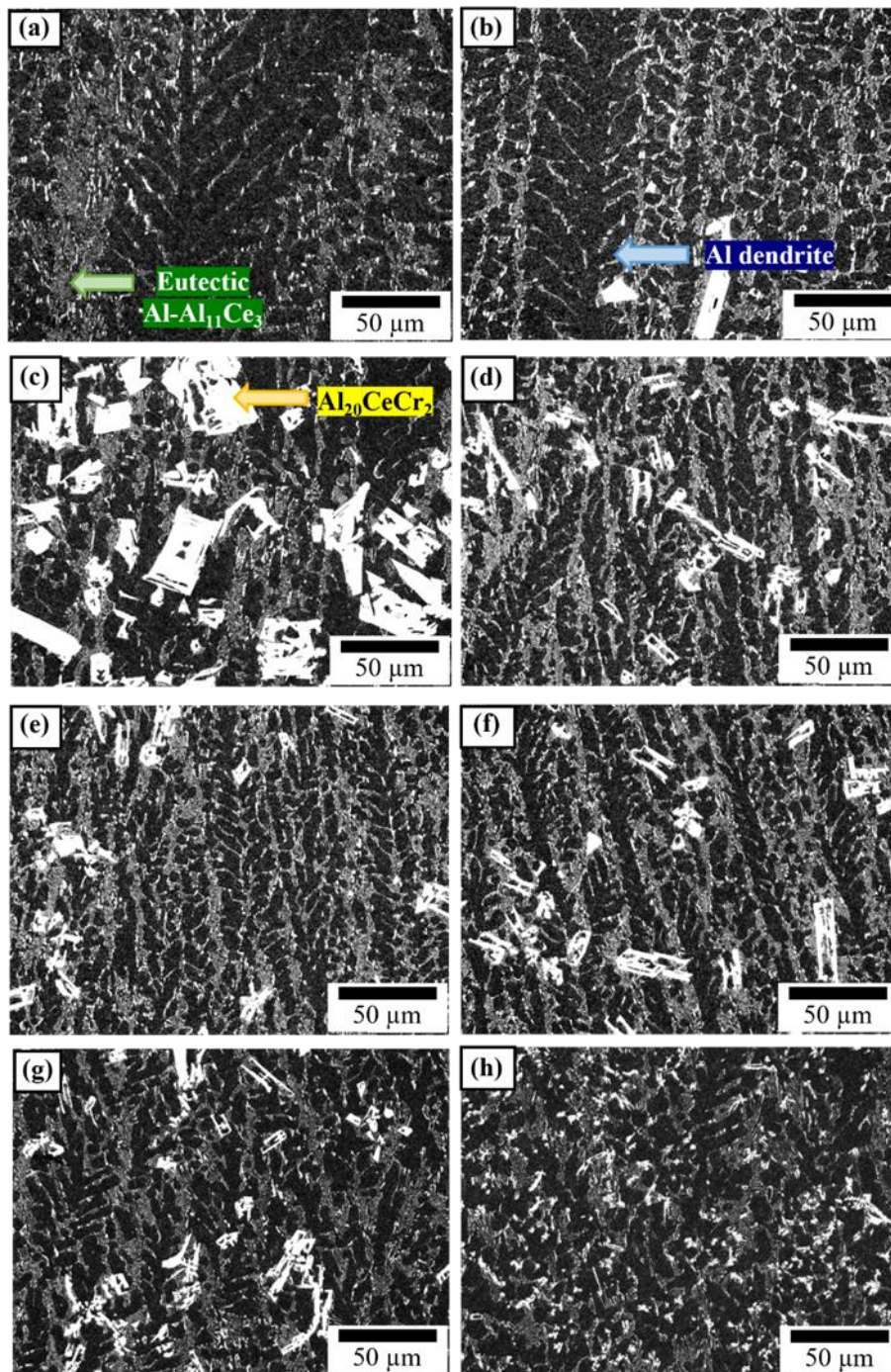


Figura 2.11 Imagens ópticas longitudinais da liga Al–10%Ce–1%Cr adquiridas para diferentes amostras em diferentes taxas de resfriamento: a) 0,7 °C/s; b) 0,8 °C/s; c) 1,1 °C/s; d) 4,9 °C/s; e) 7,8 °C/s; f) 7,5 °C/s; g) 17,6 °C/s; h) 19,8 °C/s.

A morfologia facetada e angular observada nos intermetálicos primários  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  indica um modo de solidificação governado pela cinética de interface,

em contraste com o controle difusional típico da matriz. Tal comportamento decorre da estrutura cristalográfica complexa e da alta energia interfacial, que resultam em interfaces atômicamente planas. Nessas condições, a adição de átomos não ocorre de forma contínua, mas sim por meio do mecanismo de propagação lateral de degraus (*ledge*) [31]. Essa forte anisotropia de crescimento favorece a formação de placas grosseiras que nucleiam livremente no líquido, sem estabelecer o crescimento cooperativo necessário para a formação de uma estrutura eutética refinada com a fase  $\alpha$ -Al.

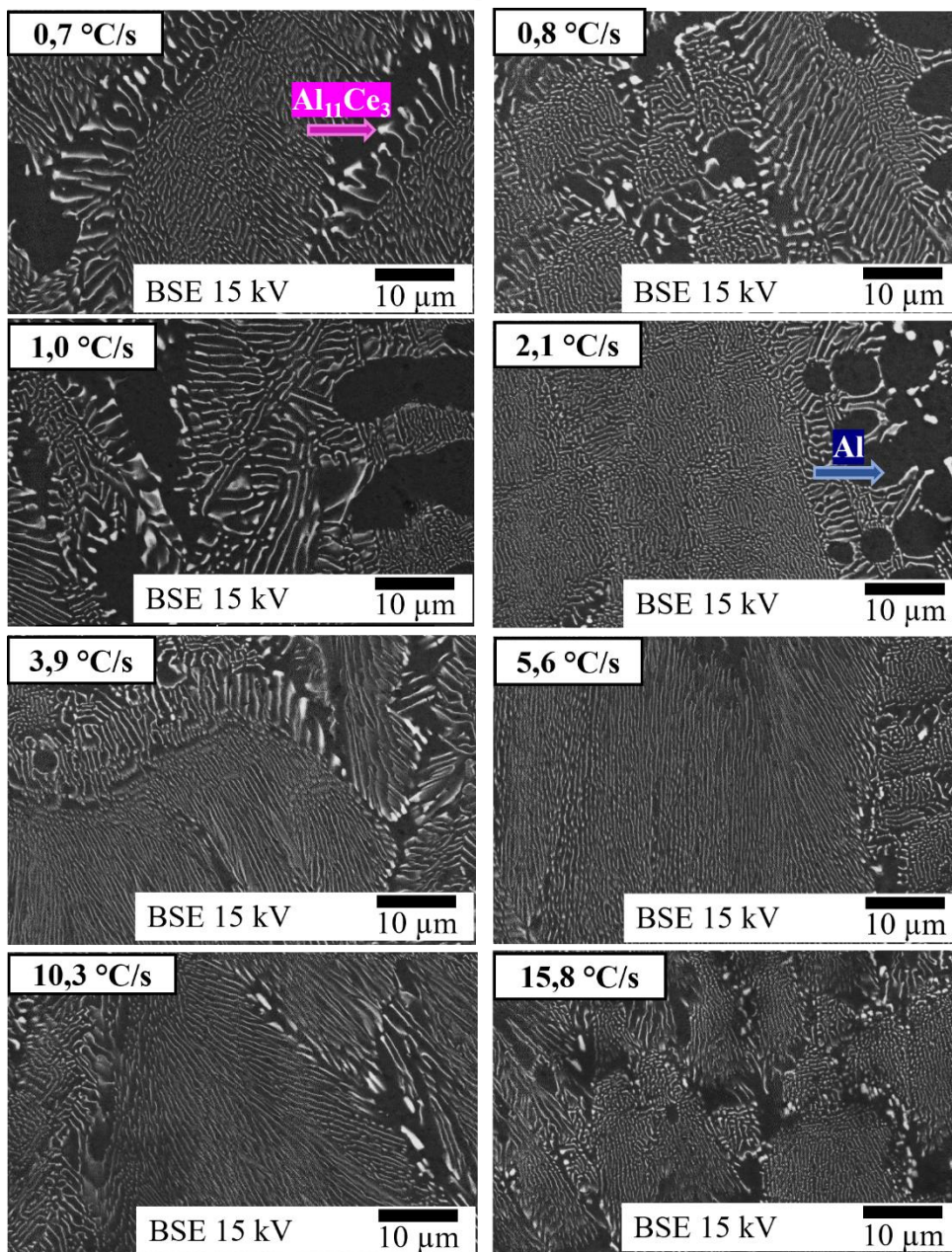
Um número significativo de partículas primárias de  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  foi transportado para a região à frente da interface eutética, provavelmente devido a correntes de convecção induzidas por gradientes térmicos e de soluto durante a solidificação [32]. Esse fenômeno é relevante na solidificação direcional de ligas de Al, onde a segregação e a dinâmica dos intermetálicos impactam diretamente a estrutura bruta de fusão e as propriedades mecânicas. A redistribuição de soluto, impulsionada pelo transporte ou rejeição de partículas intermetálicas, pode alterar o perfil de concentração local. O movimento dessas fases grosseiras ricas em Cr tende a promover um enriquecimento localizado de soluto (ex.: Cr e Ce) à frente da interface, elevando a temperatura *liquidus* local e, conseqüentemente, aumentando a zona de super-resfriamento constitucional.

A Figura 2.12 mostra a evolução do microconstituente eutético  $\text{Al}+\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  de ambas as ligas por meio de imagens MEV de alta ampliação, todas relacionadas às oito amostras de taxa de resfriamento já mencionadas. De acordo com Ye et al. [16], seus resultados de EDS e DRX demonstraram que o  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  representa a fase rica em Ce para composições hipereutéticas, o que está de acordo com o diagrama de fases binário Al–Ce [16,38]. A análise revela a predominância da morfologia lamelar independentemente da taxa de resfriamento ou da composição da liga. De acordo com Dantzig e Rappaz [31], as ligas Al–Ce exibem um sistema eutético facetado/não facetado, tipicamente formando morfologias eutéticas irregulares. Isso contrasta com os eutéticos lamelares ou fibrosos regulares observados em sistemas totalmente não facetados, uma distinção atribuída à alta entropia de fusão do  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  [4]. No entanto, sob regime de solidificação moderado, essa morfologia transitou para a

forma lamelar, já que o crescimento facetado da fase  $Al_{11}Ce_3$  pode ser inibido. Esse comportamento foi relatado por outros autores e justificado pela inibição do crescimento facetado pela taxa de resfriamento relativamente mais altas [28,67,68]. O tempo limitado para difusão atômica da interface suprime o crescimento facetado e resulta em modos de crescimento cooperativos como o lamelar.

Essas microestruturas são compostas principalmente por eutético lamelar  $\alpha-Al + Al_{11}Ce_3$  no centro das colônias, seguido por algum engrossamento nos seus contornos. Enquanto a Figura 2.12(a) mostra o engrossamento eutético com a diminuição da taxa de resfriamento na liga binária Al–Ce, essa tendência é menos evidente na liga Al–Ce–Cr. Além disso, a estrutura eutética da liga ternária apresenta, em geral, morfologia mais grosseira do que a da liga binária. A presença de partículas intermetálicas ternárias  $Al_{20}CeCr_2$  (apontadas em verde), como observado na Figura 2.12(b), modifica o equilíbrio de fases e afeta o crescimento cooperativo do eutético Al +  $Al_{11}Ce_3$ , favorecendo instabilidades locais e morfologias mais grosseiras.

(a) Liga Al-Ce



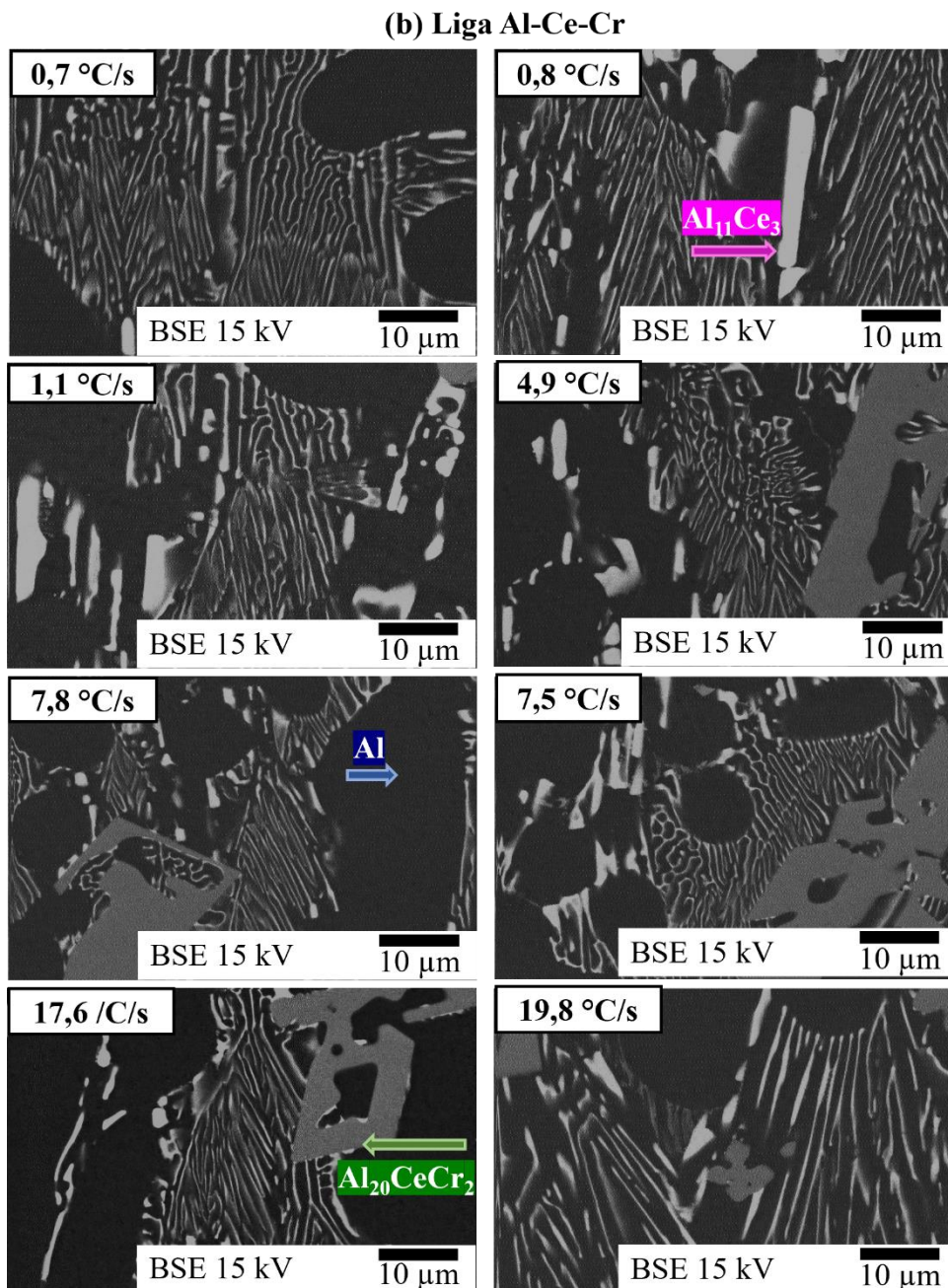


Figura 2.12 Imagens de MEV dos constituintes microestruturais formados nas ligas (a) Al–13%Ce e (b) Al–10%Ce–1%Cr.

Análises de DRX foram conduzidas para identificar as fases formadas em ambas as ligas. A Figura 2.13 mostra os padrões de DRX das amostras solidificadas. A interpretação foi orientada pelas previsões termodinâmicas apresentadas na Figura 2.14, com foco nas fases Al,  $Al_{11}Ce_3$  e  $Al_{20}CeCr_2$ . Os

resultados indicam a presença da matriz  $\alpha$ -Al e do intermetálico  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  na liga binária Al-13%Ce, confirmando as fases previstas. Para a liga ternária, foram observados picos de difração em posições semelhantes, além de picos compatíveis com a formação da fase intermetálica ternária rica em Cr.

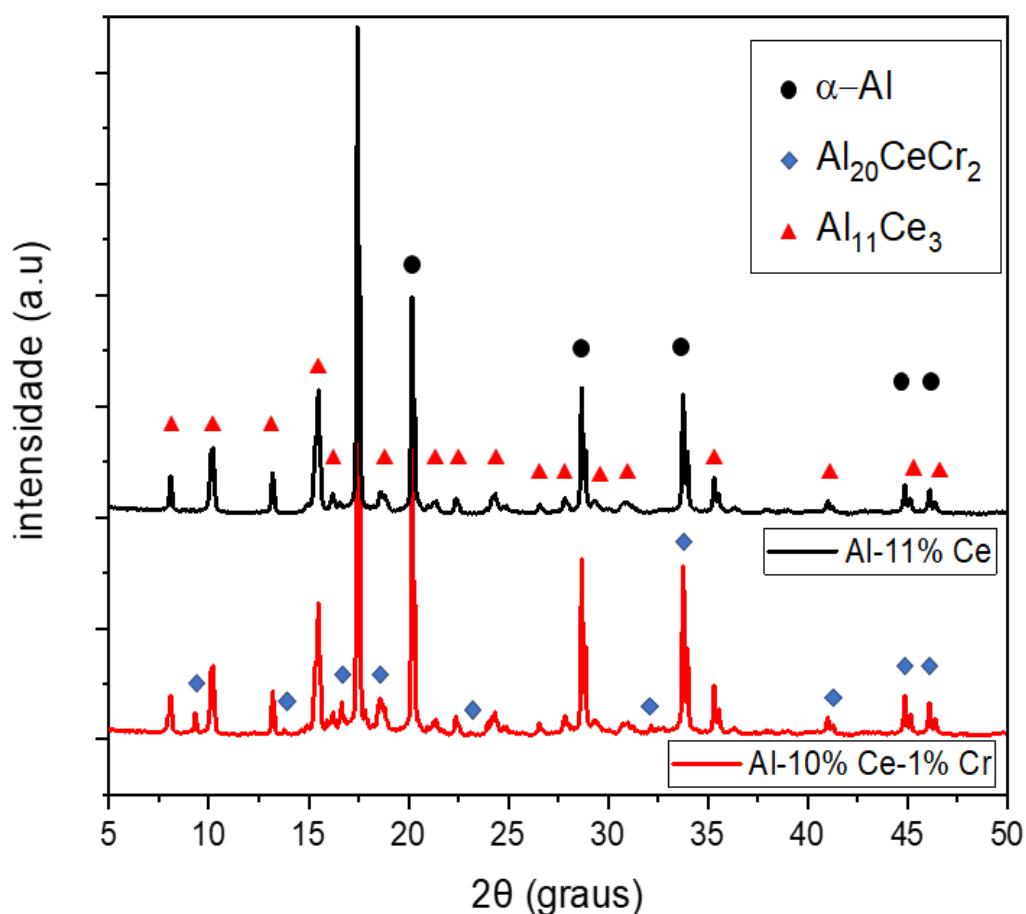


Figura 2.13 Padrões de DRX das amostras de ligas Al-10%Ce-1%Cr em vermelho e Al-13%Ce em preto.

Análises pontuais por MEV-EDS foram realizadas para caracterizar as fases intermetálicas e compará-las com os resultados de DRX. A Figura 2.14 mostra as composições químicas das fases intermetálicas obtidas para ambos os intermetálicos eutéticos e primários nas amostras solidificadas. As composições medidas são consistentes com a fase  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ . Teores mais altos de Al nos dados de EDS são atribuídos à inclusão parcial da matriz de Al dentro da contagem EDS das regiões analisadas, o que pode ter reduzido a precisão

das composições medidas para o intermetálico ternário quando comparado aos valores teóricos. A tabela inserida na figura Figura 2.14(a) mostra a composição média obtida a partir de três medições na fase  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ . Na Figura 2.14(b), a composição da fase  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  apresentada na Tabela corresponde à média das análises pontuais de EDS rotuladas #1 e #2, enquanto o ponto #3 refere-se à análise relacionada ao  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ .

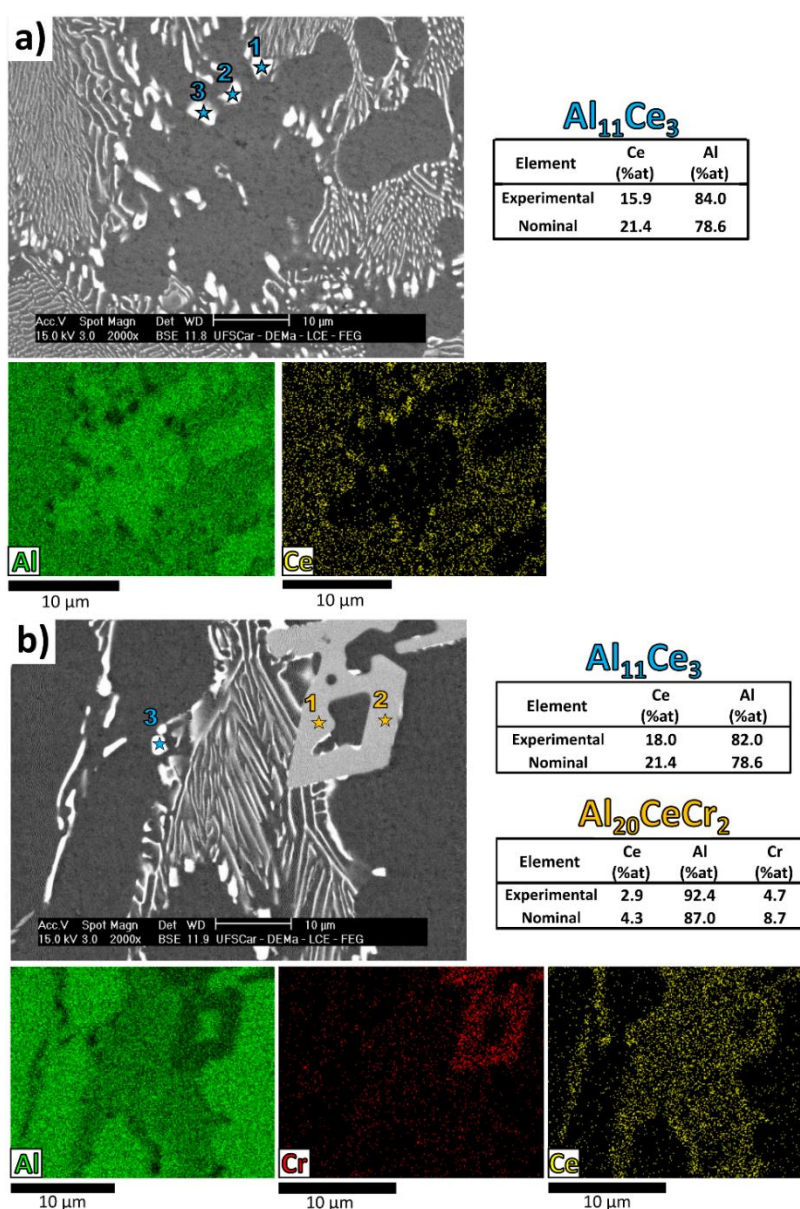


Figura 2.14 Imagens MEV-EDS da (a) fase intermetálica  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  formada nas ligas Al–13%Ce, e (b) fases intermetálicas  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  e  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  formadas na liga Al–10%Ce–1%Cr.

As relações experimentais apresentadas na Figura 2.15 revelam que os espaçamentos microestruturais em ambas as ligas são governados pela difusão de soluto durante o avanço da interface de solidificação. Na análise do espaçamento dendrítico secundário (SDAS), Figura 2.15(a), tanto a liga binária Al–13%Ce quanto a ternária Al–10%Ce–1%Cr seguem uma lei do tipo potência, apresentando expoentes experimentais da ordem de  $-0,2$ . Esse valor é significativamente inferior, em módulo, ao expoente clássico de  $-0,67$  ( $-2/3$ ) proposto por Bouchard e Kirkaldy [32] para ligas monofásicas, indicando que o desenvolvimento dos braços secundários nessas ligas hipereutéticas é restringido pela presença abundante da estrutura eutética ao redor, que dificulta o crescimento lateral. Quanto ao espaçamento eutético ( $\lambda_E$ ), Figura 2.15(b), enquanto a liga binária segue a tendência clássica de refinamento proporcional à velocidade eutética ( $V_E$ ), a liga ternária exhibe comportamento anômalo, com quase constância do espaçamento médio. As regiões localizadas com maior refinamento, destacadas na Figura 2.15(b), evidenciam perturbações na dinâmica de crescimento atribuídas ao aumento do super-resfriamento local e ao acúmulo de partículas primárias de  $Al_{20}CeCr_2$ .

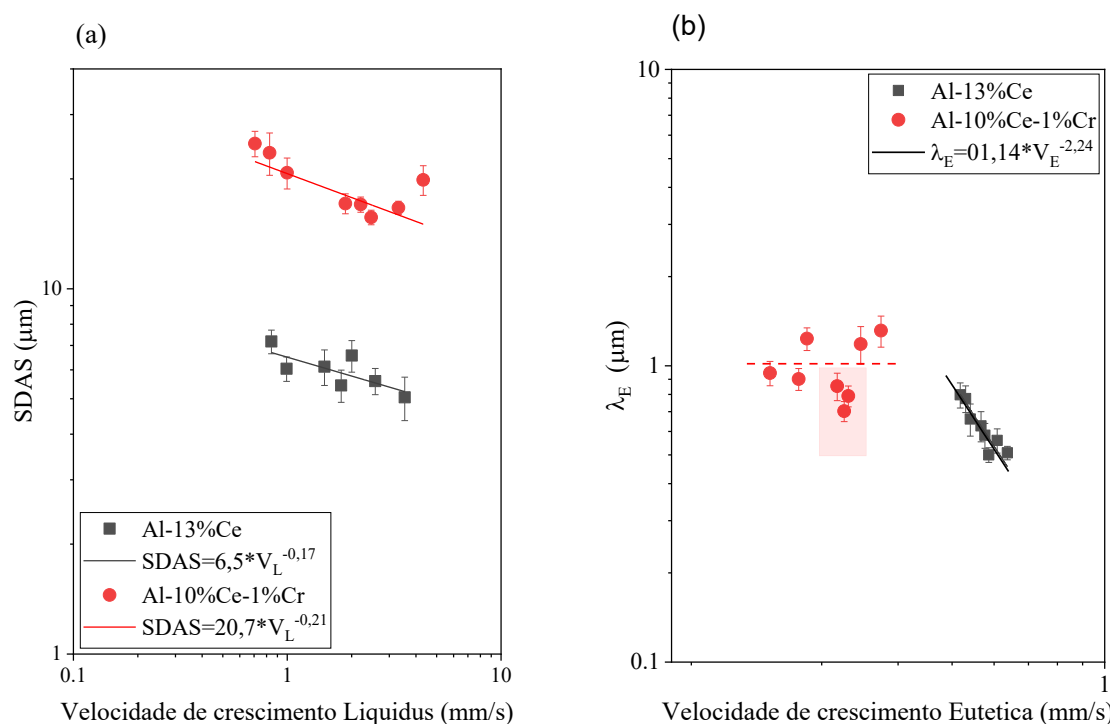


Figura 2.15 Crescimento microestrutural (coarsening) por meio do (a) espaçamento de braços dendríticos secundários (SDAS) e (b) espaçamento eutético em função da velocidade de crescimento nas ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr.

A Figura 2.16 mostra curvas representativas de tensão-deformação de engenharia sob compressão para as amostras das ligas Al–10%Ce–1%Cr e Al–13%Ce. Os valores de limite de escoamento, resistência à compressão máxima e microdureza são resumidos na Figura 2.17. Conforme demonstrado por Ghassemali et al. [46], os mecanismos de fortalecimento em ligas no estado bruto de fundição são principalmente governados por estruturas dendríticas e eutéticas, que intensificam as interações de discordâncias e concentrações de tensão local, especialmente nos limites entre essas estruturas. Portanto, a correlação entre propriedades compressivas e taxa de resfriamento é significativa, pois este parâmetro térmico de solidificação influencia diretamente essas características microestruturais.

No caso da liga ternária, as curvas de compressão na Figura 2.16 exibem uma mudança perceptível na inclinação para deformações superiores a 20%, o que pode ser atribuído à interação entre partículas intermetálicas e

discordâncias, bem como a uma transição entre mecanismos de deformação distintos, como encruamento seguido por recuperação dinâmica. Esse comportamento sugere uma resposta mecânica complexa influenciada pelos constituintes microestruturais.

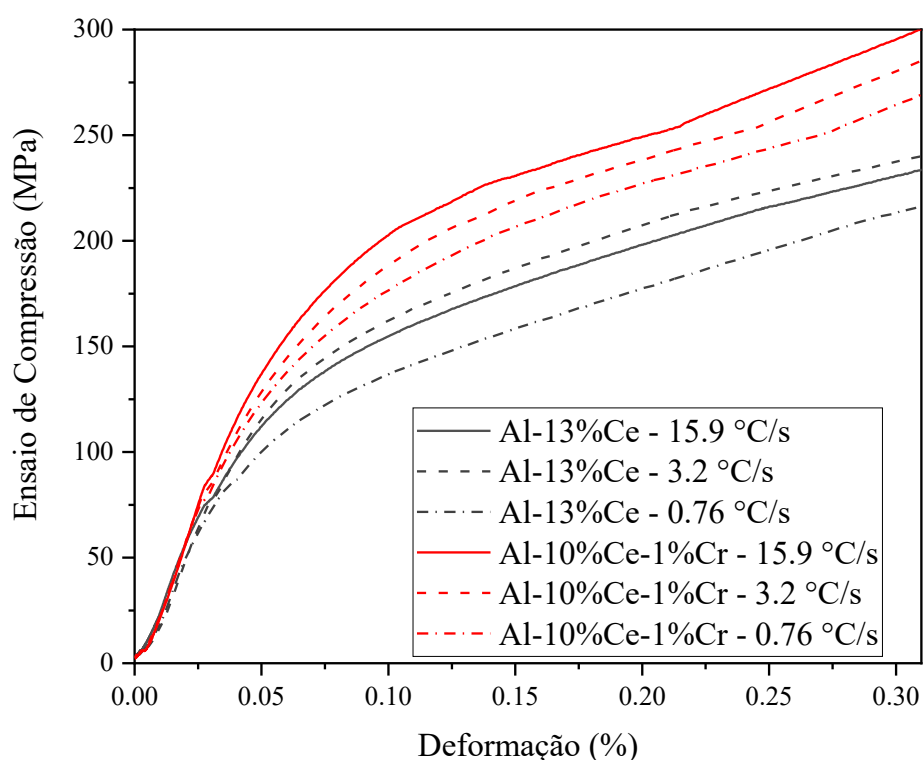


Figura 2.16 Comparação entre as curvas de tensão x deformação de compressão de amostras solidificadas em diferentes taxas de resfriamento das ligas Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr.

Na compressão, ligas de Al no estado bruto de fundição contendo intermetálicos duros mais maciços, mas de fração relativamente baixa, podem exibir maior resistência à compressão devido a vários efeitos microestruturais sinérgicos. Primeiro, esses intermetálicos grossos servem como fortes barreiras ao movimento de discordâncias, forçando as discordâncias a contorná-los ou empilhar-se ao seu redor, o que aumenta a tensão de escoamento da liga. Diferentemente da tração, onde partículas grossas podem atuar como sítios de

iniciação de trincas, na compressão essas partículas são menos propensas a causar falha prematura, permitindo que a liga sustente cargas mais altas [51,69]. Em contraste, a liga contendo Cr exibiu valores de microdureza mais baixos, principalmente devido à microestrutura do constituinte eutético mais grossa formada neste caso. Adicionalmente, as cargas aplicadas relativamente baixas durante o teste de dureza limitaram a contribuição das partículas primárias para as durezas medidas.

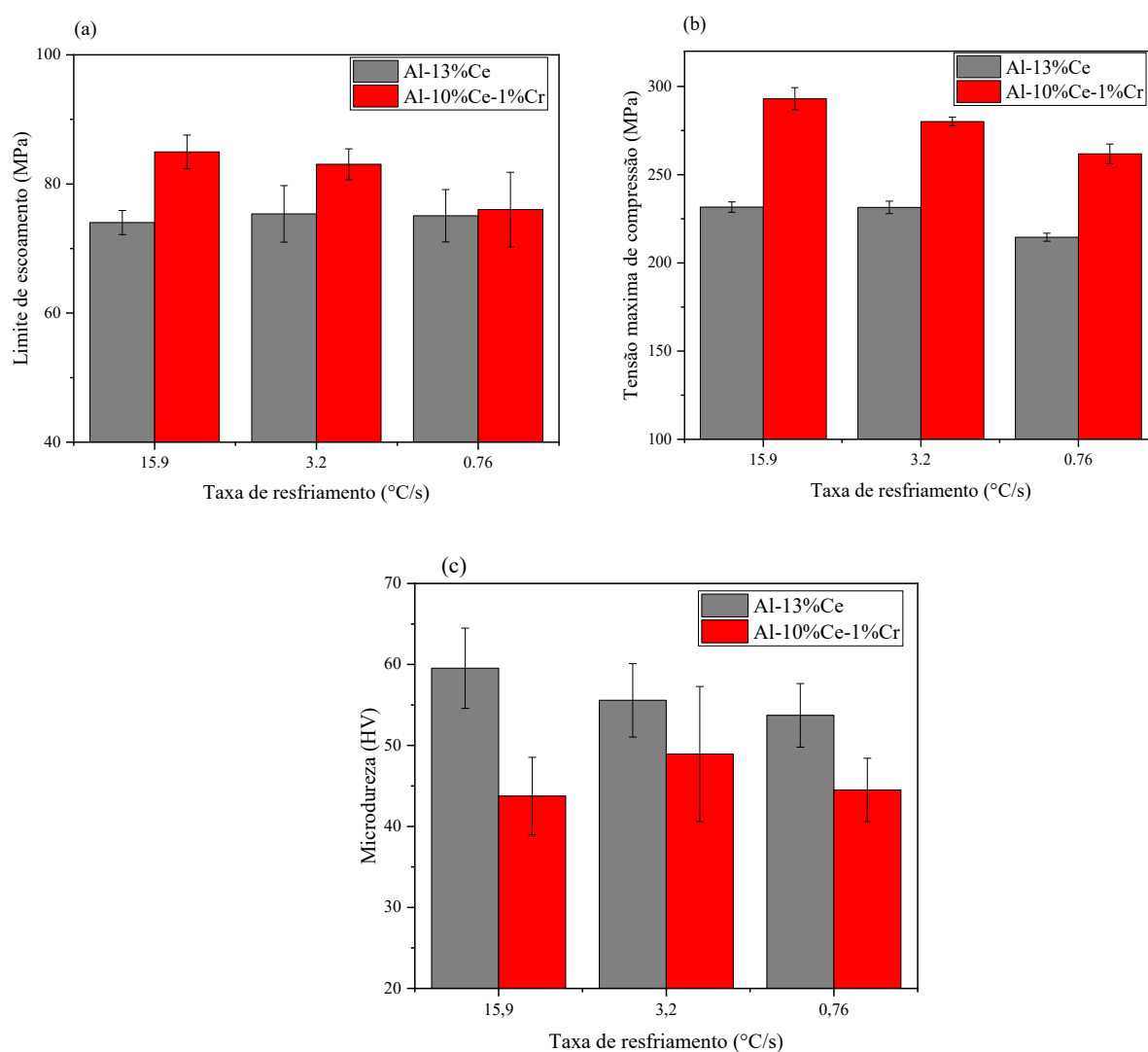


Figura 2.17 (a) Limite de escoamento, (b) resistência à compressão máxima e (c) microdureza em função da taxa de resfriamento para as ligas Al-13%Ce e Al-10%Ce-1%Cr.

A rigidez das partículas primárias de  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  ajuda a suportar a matriz circundante sob deformação compressiva, retardando mecanismos de deformação localizados como bandas de cisalhamento ou deslizamento de contorno de grão. Esses intermetálicos, ainda que grosseiros, correspondendo às taxas de resfriamento de  $15,9\text{ }^\circ\text{C/s}$  na Figura 2.18, fornecem uma maior densidade de obstáculos à discordância por unidade de deformação. Adicionalmente, a Figura 2.18 mostra a área média dessas partículas intermetálicas em função da taxa de resfriamento. Áreas menores promovem uma distribuição de deformação e encruamento mais uniformes. Conseqüentemente, mesmo com uma fração volumétrica menor, tais intermetálicos podem melhorar substancialmente a resistência à compressão, impedindo a deformação plástica e estabilizando a microestrutura.

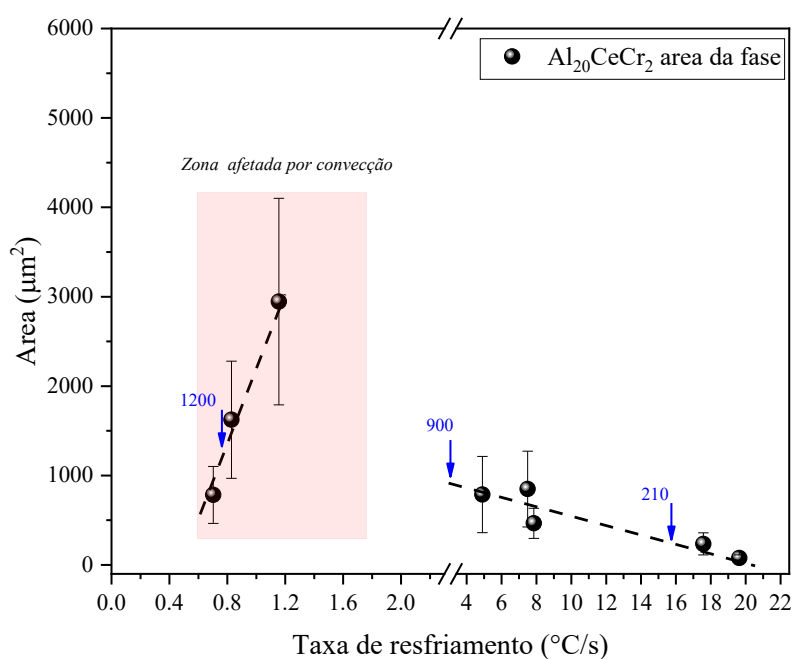


Figura 2.18 Área da fase intermetálica primária da liga  $\text{Al-10\%Ce-1\%Cr}$  em distintas taxas de resfriamento. Setas azuis indicam as taxas de resfriamento e as áreas médias dos intermetálicos associados às amostras extraídas para os testes de compressão.

A Figura 2.19 mostra a variação na fração total de intermetálicos para ambas as ligas de interesse. Enquanto a liga binária exibiu fração total próxima à prevista pela simulação CALPHAD, a liga ternária apresentou desvio positivo em relação à previsão termodinâmica, possivelmente associado à redistribuição das partículas primárias e à heterogeneidade local da microestrutura. A variação da fração é mínima ou negligenciável para a liga binária, mas tende a aumentar com a diminuição da taxa de resfriamento na liga ternária. Embora frações intermetálicas menores sejam observadas em taxas de resfriamento mais altas, a distribuição melhorada de partículas mais finas contribui para propriedades mecânicas aprimoradas. Em contraste, as propriedades mecânicas na Figura 2.17 mostram pouca variação para a liga Al–13%Ce, pois sua fração total de intermetálicos permanece quase constante.

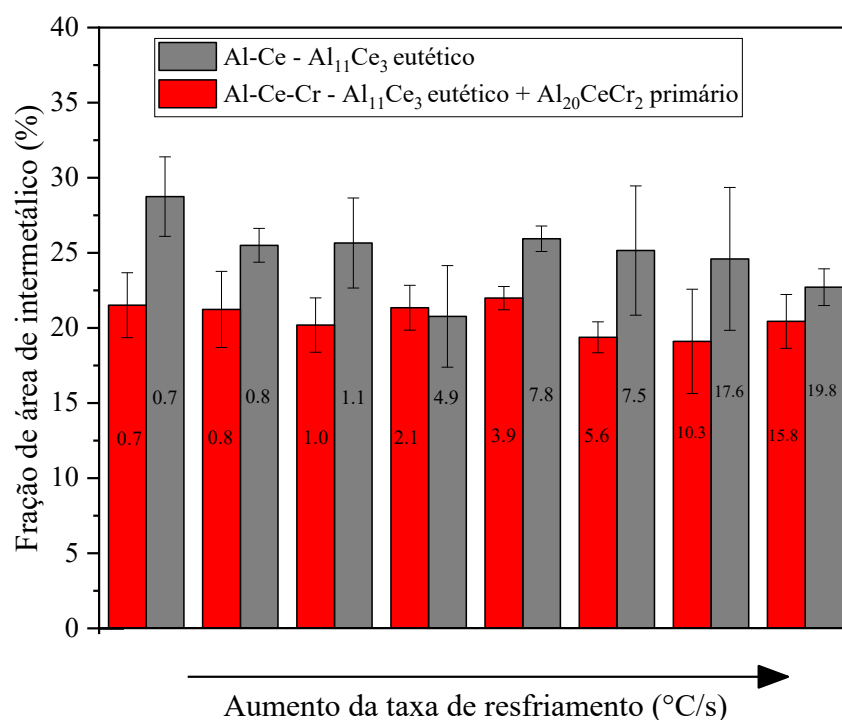


Figura 2.19 Frações intermetálicas das ligas Al–10%Ce–1%Cr e Al–13%Ce em distintas taxas de resfriamento. Dentro das colunas estão os valores da taxa de resfriamento para cada amostra.

Devido à estabilidade térmica reportada de seus compostos intermetálicos, as ligas de Al contendo Ce e Cr podem ser cada vez mais utilizadas em aplicações estruturais que requerem resistência térmica. Garantir desempenho confiável sob tais condições demanda uma compreensão clara de seu comportamento de solidificação e das propriedades mecânicas resultantes. Este estudo fornece informações relevantes sobre a influência da taxa de resfriamento na morfologia e distribuição dos intermetálicos, estabelecendo uma base para futuras otimizações. Identificar essas características de solidificação é um passo fundamental para refinar estratégias de processamento e ajustar propriedades para aplicações de alta temperatura.

## 2.5 Conclusões

O presente estudo realizou uma comparação sistemática entre os sistemas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr quanto aos parâmetros térmicos de solidificação, à evolução das fases intermetálicas e às propriedades mecânicas. A partir das caracterizações microestruturais e dos ensaios de compressão nas duas ligas, as seguintes conclusões foram estabelecidas:

A composição ternária Al–10%Ce–1%Cr apresentou comportamento de solidificação distinto em equilíbrio, favorecendo a estabilização da fase primária rica em Cr  $Al_{20}CeCr_2$  em detrimento da fase binária  $Al_{11}Ce_3$ , embora a fração volumétrica total de intermetálicos prevista tenha permanecido praticamente inalterada. Observou-se uma discrepância entre as previsões termodinâmicas (CALPHAD) e os resultados experimentais para a liga binária Al–13%Ce. Apesar da previsão de fases primárias, predominou uma microestrutura puramente eutética. Isso evidencia um forte favorecimento cinético do crescimento acoplado, capaz de suprimir a nucleação da fase primária sob solidificação direcional.

Independentemente da composição da liga, a morfologia do eutético (Al +  $Al_{11}Ce_3$ ) manteve-se consistentemente lamelar em toda a faixa de taxas de resfriamento investigada (0,7 a ~20 °C/s). Tal comportamento é atribuído às taxas de solidificação moderadas a altas, que restringem a difusão atômica e o rearranjo interfacial, promovendo um crescimento cooperativo não facetado.

No âmbito das propriedades mecânicas, o refino microestrutural induzido por maiores taxas de resfriamento resultou na redução do tamanho das partículas intermetálicas e na maior uniformidade do espaçamento eutético, correlacionando-se diretamente com o aprimoramento das propriedades. Na liga Al–10%Ce–1%Cr, a presença de partículas de  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  atuou como barreira eficaz ao movimento de discordâncias, elevando a resistência à compressão. As amostras solidificadas sob maior taxa de resfriamento (15,9 °C/s) apresentaram desempenho superior ao das amostras solidificadas sob menor taxa (0,76 °C/s). Esse comportamento está associado ao refino das partículas primárias e à redução de sua atuação como concentradores de tensão, reforçando o potencial dessas ligas para aplicações que combinam baixa densidade e resistência térmica.

### Capítulo 3 - ANÁLISE MORFOLÓGICA AUTOMATIZADA DO MICROCONSTITUINTE EUTÉTICO $\text{Al-Al}_{11}\text{Ce}_3$ PRESENTE NA LIGA $\text{Al-13\%Ce}$ APÓS TRATAMENTO TÉRMICO A $400\text{ }^\circ\text{C}$

#### 3.1 Introdução

As ligas Al–Ce têm despertado interesse para aplicações estruturais em temperaturas moderadas e elevadas devido à formação do microconstituente eutético  $\text{Al-Al}_{11}\text{Ce}_3$ , cuja estabilidade térmica decorre das baixas solubilidade e mobilidade do Ce na matriz de alumínio [12,13,21]. Diferentemente de ligas endurecidas por precipitação, nas quais a degradação das fases de reforço ocorre rapidamente em temperaturas acima de aproximadamente  $200\text{ }^\circ\text{C}$ , o sistema Al–Ce apresenta uma fase intermetálica termicamente estável, capaz de preservar parte significativa da resistência mecânica após exposição prolongada ao calor [5,12,21].

A estabilidade do eutético  $\text{Al-Al}_{11}\text{Ce}_3$ , entretanto, não deve ser avaliada apenas pela manutenção da fração de fase. Alterações sutis na forma, no tamanho, na conectividade e na distribuição espacial das partículas intermetálicas podem modificar a eficiência de transferência de carga, a densidade de interfaces, a concentração local de tensões e a interação entre fases duras e a matriz dúctil [5,9,12]. Assim, a análise da evolução microestrutural durante o tratamento térmico requer a quantificação de descritores morfológicos capazes de captar mudanças que podem não ser evidentes em uma avaliação convencional [1,25,70,71].

A literatura recente aponta para a adoção crescente de métodos computacionais automatizados, capazes de aumentar a reprodutibilidade e a robustez estatística. Trabalhos como os de Campbell et al. [63] demonstram que algoritmos de PDI podem reduzir o tempo de análise e medir automaticamente um maior volume de grãos ou lamelas, melhorando a acurácia estatística [24,70]. A caracterização microestrutural emprega métodos manuais sujeitos à subjetividade do operador. Para reduzir essa subjetividade, normas como ASTM E112 [72], para tamanho de grão, e ASTM E562 [73], para fração volumétrica, são utilizadas como referências metodológicas [73,74]. No entanto, em

microestruturas eutéticas irregulares ou parcialmente conectadas, podem se tornar dependentes do operador, da escolha da região de interesse e da orientação das linhas de medida [25,70]. A presença de morfologias axiais, lamelares e ramificadas dificulta a aplicação direta de um único parâmetro geométrico e torna necessária uma abordagem capaz de analisar um volume maior de imagens com critérios constantes [25,71].

Neste capítulo, a estabilidade térmica da liga Al-13%Ce foi avaliada por meio de tratamento térmico a 400 °C por até 100 h, combinando caracterização mecânica, microscopia eletrônica de varredura e PDI [1,5,12]. A abordagem computacional foi reestruturada para incluir organização automática do banco de dados, validação quantitativa da segmentação com máscaras manuais, seleção do método de limiarização com melhor desempenho e extração de atributos morfológicos por partícula, por imagem e por condição experimental [24-26,71,75]. O espaçamento eutético foi tratado como espaçamento eutético equivalente por análise de área, indicado por  $\lambda_{eq}$ , definido neste trabalho a partir da densidade de partículas nas janelas de amostragem [25,70,73]. Esse parâmetro deve ser interpretado como uma escala equivalente de distribuição espacial, e não como uma distância interlamelar direta [31].

Neste contexto, foi empregada a análise morfológica automatizada do microconstituente eutético da liga Al-13%Ce, processada sob duas taxas de resfriamento distintas e submetida a tratamentos de envelhecimento a 400 °C por 0, 10 e 100 horas [1,5,12]. A metodologia teve como objetivo quantificar a evolução de atributos microestruturais, tais como circularidade média, área das partículas e espaçamento eutético [24-26,70], permitindo relacionar as alterações morfológicas observadas às propriedades mecânicas ao longo do tratamento térmico. A aplicação seriada de técnicas de PDI buscou aumentar a rastreabilidade da análise [25,70,71,73], reduzir a subjetividade inerente à caracterização manual e estabelecer correlações mais consistentes entre a microestrutura e a resposta mecânica. Dessa forma, o capítulo não se limita à aplicação de um algoritmo, mas propõe uma estratégia metodológica para quantificar a evolução morfológica do microconstituente eutético Al-Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> durante o envelhecimento térmico.

## 3.2 Revisão Bibliográfica

### 3.2.1 Estabilidade Térmica e Tratamento do Eutético Al–Ce

A elevada estabilidade térmica das ligas Al–Ce está associada à formação da fase intermetálica  $Al_{11}Ce_3$  durante a solidificação, a qual apresenta baixa tendência à dissolução ou ao coalescimento rápido quando comparada aos precipitados metastáveis presentes em ligas de alumínio convencionais [12]. Essa característica favorece a retenção de dureza e resistência mecânica em temperaturas da ordem de 300–400 °C [1,5,12,14]. Nesse contexto, estudos de exposição térmica prolongada realizados por Liu et al. demonstraram que a microdureza da liga e a morfologia característica de “escrita chinesa” da fase eutética permanecem praticamente inalteradas mesmo após envelhecimento a 400 °C por 12 semanas [5]. Essa estabilidade morfológica é atribuída, em parte, à coerência parcial das interfaces entre a matriz de alumínio e o intermetálico  $Al_{11}Ce_3$ , o que contribui para retardar processos de esferoidização rápida [22].

Entretanto, alterações microestruturais e de propriedades podem ocorrer sob regimes térmicos extremos. Czerwinski [12] observou que, após tratamento a 500 °C por 168 horas, o eutético sofre modificações morfológicas perceptíveis: as lamelas finas e interconectadas sofreram fragmentação e esferoidização, transformando-se em placas espessas ou bastões isolados. Do ponto de vista mecânico, embora a liga retenha entre 80% e 90% de sua dureza inicial após essa exposição severa, o limite de escoamento em ensaios de compressão a quente a 500 °C cai para aproximadamente 25% do valor à temperatura ambiente. Isso sugere que, apesar da alta estabilidade da fase intermetálica contra a dissolução, o amolecimento da matriz de alumínio e a perda da morfologia lamelar interconectada reduzem a eficiência da transferência de carga em temperaturas homólogas muito altas [12].

Embora a estrutura geral da rede eutética permaneça estável, análises quantitativas detalhadas revelam uma evolução morfológica local sutil em escalas submicrométricas sob regimes térmicos moderados. Saini et al. [1] observaram que, durante o tratamento térmico a 300 °C, a morfologia da fase exhibe uma transição de lamelas interconectadas para estruturas do tipo bastão (*rod-like*) ou esferoidizadas. Este fenômeno é termodinamicamente

impulsionado pela instabilidade da estrutura lamelar e pela necessidade do sistema em minimizar a energia interfacial total por meio da difusão superficial. Essa reconfiguração resulta em um discreto engrossamento (*coarsening*) após 10 horas de exposição a 300 °C, onde o diâmetro médio das partículas aumentou de  $142\pm 26$  nm (na condição bruta de fusão) para  $175\pm 21$  nm [12]. Apesar desse leve aumento dimensional e da alteração de forma, a microestrutura não sofreu mudanças drásticas nos mecanismos de reforço. Esses resultados indicam que a estabilidade do sistema não deve ser avaliada apenas por variação volumétrica de fase, mas também por mudanças morfológicas locais [1].

### **3.2.2 Processamento digital de imagens aplicado à metalografia quantitativa**

A metalografia quantitativa tem avançado de métodos manuais para rotinas automatizadas baseadas em visão computacional. Campbell et al. mostraram que o PDI pode reduzir o tempo de análise, aumentar a quantidade de regiões avaliadas e melhorar a reprodutibilidade na quantificação de características microestruturais [69]. Zhao et al. [24] também demonstraram a aplicação de rotinas automatizadas para mapear e quantificar heterogeneidades microestruturais em materiais metálicos, reforçando a relevância de abordagens computacionais para correlacionar processamento, microestrutura e propriedades.

Trabalhos recentes ampliaram essa perspectiva ao propor fluxos completos de visão computacional para metalografia quantitativa. Rusanovsky et al. destacaram que uma metodologia deve integrar segmentação, extração de atributos, validação e análise estatística [25,75]. Em paralelo, Luengo et al. [71] apresentaram uma revisão tutorial sobre segmentação de imagens metalográficas, enfatizando que microestruturas metálicas apresentam desafios próprios, como contornos pouco definidos, fases conectadas, contraste variável e regiões de interesse pequenas em relação ao campo total [76].

A segmentação é uma etapa crítica porque todos os parâmetros subsequentes dependem da coerência da máscara binária. Stuckner et al. mostraram que modelos treinados em bases de micrografias [76] podem

melhorar a segmentação de microestruturas, mas também evidenciaram que a generalização depende fortemente da variabilidade de aquisição, do material e da preparação da amostra. Assim, mesmo quando se opta por métodos determinísticos e interpretáveis, a validação com máscaras de referência é indispensável.

Neste trabalho, optou-se por um pipeline baseado em limiarização, operações morfológicas e descritores geométricos, em vez de aprendizado de máquina supervisionado. Essa escolha foi motivada pela necessidade de interpretabilidade física dos parâmetros, pela quantidade limitada de máscaras manuais disponíveis para treinamento e pela possibilidade de validação direta em relação às máscaras binárias de referência.

### **3.2.3 Validação de segmentação e métricas de desempenho**

Nos últimos anos, a segmentação automatizada de microestruturas tornou-se uma etapa central em estudos que buscam estabelecer relações quantitativas entre processamento, microestrutura e propriedades. Trabalhos recentes em visão computacional aplicada a materiais demonstram que a segmentação de imagens metalográficas é desafiadora devido à variabilidade de contraste, às diferenças de preparação metalográfica, às condições de aquisição e à complexidade morfológica das fases [25,70]. Nesse contexto, tanto métodos clássicos de limiarização quanto abordagens baseadas em aprendizado de máquina têm sido empregados para separar constituintes microestruturais [75–79].

A comparação entre máscaras automáticas e máscaras manuais permite quantificar a confiabilidade da segmentação [71,76,79]. As métricas Dice e IoU/Jaccard são amplamente utilizadas para medir a sobreposição espacial entre uma máscara estimada e uma referência, enquanto precisão e recall avaliam, respectivamente, a tendência de supersegmentação e subsegmentação. Em imagens de materiais, Han et al. utilizaram métricas de segmentação para avaliar modelos em diferentes microestruturas, reforçando a adequação dessas medidas para caracterização computacional em ciência dos materiais [79].

O coeficiente Dice é sensível à concordância entre a região prevista e a região de referência, enquanto o IoU é uma métrica mais restritiva por penalizar simultaneamente falsos positivos e falsos negativos. A precisão elevada indica que a fase segmentada pelo algoritmo corresponde majoritariamente à fase marcada na referência, ao passo que o recall elevado indica que o algoritmo recupera grande parte da fase de interesse. Dessa forma, a interpretação conjunta das métricas é mais informativa do que a avaliação isolada de um único índice [71,76,79].

No contexto deste trabalho, a validação foi empregada para comparar métodos de limiarização e selecionar o procedimento mais adequado para o conjunto de micrografias analisado. A escolha do método final foi baseada no desempenho médio frente às máscaras manuais, na estabilidade visual das máscaras e na necessidade de aplicar um critério único a todas as condições experimentais.

### **3.3 Materiais e Métodos**

O procedimento experimental adotado neste capítulo está ilustrado no fluxograma da Figura 3.1. Para avaliar o impacto do tratamento térmico na região eutética, foram empregadas duas taxas de solidificação distintas, além de ensaios mecânicos, caracterização via microscopia eletrônica de varredura e análise de imagens automatizada por meio de rotinas em Python.

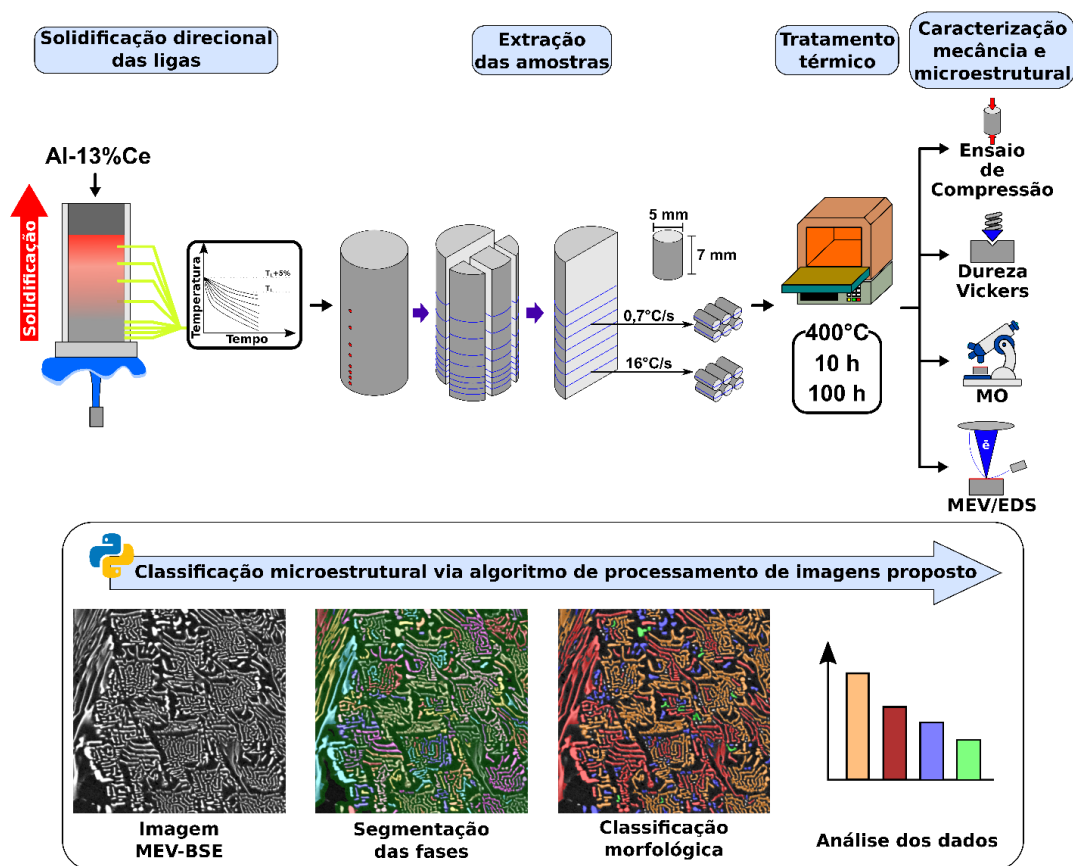


Figura 3.1 Procedimento experimental utilizado na análise morfológica do microconstituente eutético em amostras tratadas termicamente via algoritmo de processamento de imagem proposto.

### 3.3.1 Produção das amostras e tratamento térmico

As amostras submetidas ao estudo de estabilidade térmica foram extraídas dos lingotes solidificados direcionalmente, cujas descrições detalhadas são apresentadas no Capítulo 2. Duas posições foram selecionadas, correspondentes a duas taxas de resfriamento distintas: 15,9 °C/s (representativa de resfriamento rápido) e 0,7 °C/s (representativa de resfriamento lento). O tratamento térmico de envelhecimento foi conduzido a 400 °C, utilizando uma mufla EDG, modelo 7000, disponível no laboratório M2PS – Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação do DEMa-UFSCar. Foram estabelecidos três tempos de exposição para análise: 0 h (condição como fundida), 10 h e 100 h. Após cada ciclo térmico, as amostras foram resfriadas bruscamente em água para interromper os processos difusivos.

Para cada combinação de taxa de resfriamento e tempo de tratamento, foram processados dois corpos de prova cilíndricos com geometria padronizada para ensaios de compressão.

### **3.3.2 Caracterização mecânica e microestrutural**

Para caracterização microestrutural e mecânica, as superfícies de todas as amostras foram submetidas às mesmas etapas descritas no Capítulo 2. A caracterização mecânica foi realizada por meio de ensaios de microdureza Vickers em uma amostra representativa de cada condição (taxa × tempo). Foram efetuadas 10 indentações aleatórias ao longo da superfície preparada, permitindo a obtenção de uma média estatisticamente representativa da resistência do material em cada estágio do envelhecimento.

A análise da evolução microestrutural foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), adotando-se os mesmos parâmetros operacionais, tensão de aceleração e detector BSE detalhados na metodologia do Capítulo 2. Para a análise quantitativa de fases e a avaliação morfológica por processamento de imagens, descritas nas seções 3.3.3 e 3.3.4, foi padronizada a aquisição de quatro micrografias para cada tempo de tratamento. Todas as imagens foram capturadas com ampliação fixa de 2000x, o que permitiu distinguir a matriz de alumínio e as fases intermetálicas tanto nas condições refinadas quanto nas grosseiras.

### **3.3.3 Pré-processamento das micrografias**

O processamento das micrografias foi realizado em ambiente Google Colab, com acesso direto ao banco de dados armazenado no Google Drive. O banco foi organizado em diretórios hierárquicos contendo as pastas P1 e P5, correspondentes às condições de 15,9 °C/s e 0,7 °C/s, respectivamente. Em cada pasta, as imagens foram subdivididas conforme o tempo de tratamento térmico: 0 h, 10 h e 100 h. O algoritmo foi desenvolvido para reconhecer automaticamente imagens originais e máscaras manuais de validação. Arquivos de máscaras binarizadas manualmente para comparação do método foram identificados como referência e excluídas do processamento geral, evitando sua

contagem duplicada nas estatísticas microestruturais. Essas máscaras foram utilizadas exclusivamente para validação da segmentação automática[26].

Inicialmente, cada micrografia foi convertida para escala de cinza e padronizada em formato de 8 bits. Em seguida, aplicou-se um corte de 15% na região inferior da imagem, com o objetivo de remover tarjas de identificação, legendas e barras de escala que não pertencem à região microestrutural analisada. O mesmo corte foi aplicado às máscaras manuais correspondentes durante a etapa de validação, garantindo que a máscara de referência e a imagem processada apresentassem a mesma região útil de análise.

Após o corte, a imagem foi submetida à normalização de contraste por reescalamento de intensidade entre os percentis 1% e 99%. Esse procedimento reduz a influência de pixels extremos e melhora a separabilidade entre a matriz de alumínio e a fase intermetálica rica em cério, preservando a distribuição relativa de intensidades associada ao contraste BSE das micrografias de MEV. Essa etapa é particularmente relevante em microestruturas eutéticas heterogêneas, nas quais variações locais de iluminação, topografia ou polimento podem influenciar a definição do limiar de segmentação.

### **3.3.4 Segmentação da fase intermetálica**

A segmentação da fase intermetálica  $Al_{11}Ce_3$  foi realizada por limiarização automática em imagens em escala de cinza. O pipeline permite comparar diferentes métodos de limiarização, incluindo Otsu, Li, Yen, Triangle e limiarização local. O método de Otsu seleciona automaticamente o limiar por maximização da separabilidade entre classes no histograma [75]. O método de Li baseia-se na minimização da entropia cruzada entre a imagem original e sua versão segmentada, com formulações iterativas voltadas à obtenção eficiente do limiar [77,80]. O método de Yen e o método Triangle foram incluídos como alternativas de limiarização global, enquanto a limiarização local foi empregada como estratégia sensível a variações espaciais de contraste [26,78,81].

Na análise final, o método empregado deve ser escolhido com base no desempenho médio obtido na validação quantitativa e na coerência visual das máscaras geradas. Após a limiarização, a imagem foi convertida em uma máscara binária, na qual a fase intermetálica foi representada por pixels brancos e a matriz de alumínio por pixels pretos. Em seguida, foram aplicadas operações morfológicas de limpeza, incluindo a remoção de objetos inferiores ao limite mínimo de área estabelecido e fechamento binário com elemento estruturante em disco. A remoção de pequenos objetos reduz ruídos de segmentação, enquanto o fechamento morfológico minimiza pequenas descontinuidades internas nas partículas segmentadas.

A etapa de segmentação foi mantida como determinística e baseada em regras, sem emprego de modelos supervisionados de aprendizado de máquina. Essa escolha foi motivada pela necessidade de interpretabilidade dos parâmetros, pela quantidade limitada de máscaras anotadas disponíveis para treinamento supervisionado e pela possibilidade de validação direta por comparação com máscaras manuais de referência.

### **3.3.5 Rotulagem dos objetos e extração de atributos geométricos**

Após a obtenção da máscara binária, os objetos conectados foram individualizados por rotulagem de componentes conectados. Cada componente recebeu um identificador numérico único, possibilitando a extração de atributos geométricos individuais. Para cada partícula ou região segmentada foram calculados área, perímetro, diâmetro equivalente, eixo maior, eixo menor, razão de aspecto, circularidade, excentricidade e solidez. As medidas lineares e de área foram convertidas de pixels para micrômetros utilizando o fator de calibração da micrografia. Essa etapa está alinhada ao uso de funções de extração de propriedades de regiões segmentadas em bibliotecas de processamento de imagens, como o scikit-image.

A circularidade foi calculada pela relação entre área e perímetro, sendo utilizada para estimar o grau de arredondamento das partículas. A razão de aspecto foi determinada pela razão entre o eixo maior e o eixo menor da elipse

equivalente ajustada ao objeto, permitindo identificar partículas alongadas ou lamelares. A solidez, definida como a razão entre a área do objeto e a área de seu fecho convexo, foi empregada como indicador de convexidade e ramificação. Objetos com solidez baixa tendem a apresentar reentrâncias, conectividade complexa ou morfologia ramificada.

### **3.3.6 Classificação morfológica das partículas**

A classificação morfológica foi conduzida por meio de uma árvore de decisão baseada nos descritores geométricos extraídos de cada objeto segmentado. As partículas foram classificadas em três categorias: axial, lamelar e ramificada. Partículas com elevada razão de aspecto foram classificadas como lamelares. Partículas com razão de aspecto reduzida, elevada circularidade e elevada solidez foram classificadas como axiais. As demais regiões, caracterizadas por maior irregularidade, menor convexidade ou conectividade complexa, foram classificadas como ramificadas.

Os limiares geométricos foram aplicados de forma fixa a todas as imagens, garantindo reprodutibilidade entre as condições experimentais. A classificação deve ser interpretada como uma classificação geométrica automatizada e não como identificação cristalográfica ou mecânica direta. Seu objetivo é quantificar tendências de forma e conectividade da fase intermetálica ao longo do tratamento térmico, possibilitando correlacionar alterações morfológicas com a resposta mecânica.

### **3.3.7 Validação qualitativa por mapas rainbow**

Além da validação quantitativa baseada em máscaras manuais, foi incorporada uma etapa de validação qualitativa por mapas pseudocoloridos do tipo rainbow. Nessa etapa, cada componente conectado da máscara segmentada recebeu uma cor própria, gerada a partir de uma paleta de alta variação cromática. O objetivo foi permitir inspeção visual especializada da segmentação, especialmente em regiões eutéticas densas, nas quais partículas muito próximas podem ser indevidamente unidas pelo algoritmo. O código

completo pode ser verificado no APÊNDICE A – Código do processamento digital de imagens.

O mapa rainbow foi gerado após a rotulagem dos componentes conectados. Assim, cada partícula segmentada é representada por uma cor distinta. Caso duas ou mais partículas sejam unidas indevidamente durante a segmentação, elas aparecem como uma única região contínua de mesma cor, permitindo identificar visualmente subsegmentação ou fusão artificial de partículas. Por outro lado, partículas corretamente separadas aparecem com cores distintas, facilitando a inspeção local da conectividade.

Foram geradas duas saídas visuais: o mapa rainbow isolado, com fundo preto, e o overlay rainbow, no qual as partículas coloridas são sobrepostas à micrografia normalizada. O mapa isolado facilita a inspeção dos componentes conectados, enquanto o overlay permite verificar a correspondência entre os objetos segmentados e a microestrutura original. Essa validação qualitativa complementa as métricas globais de segmentação, pois Dice e IoU avaliam a concordância pixel a pixel, mas não necessariamente revelam problemas locais de união indevida entre partículas. O fluxo do código pode ser acompanhado através da Figura 3.2.

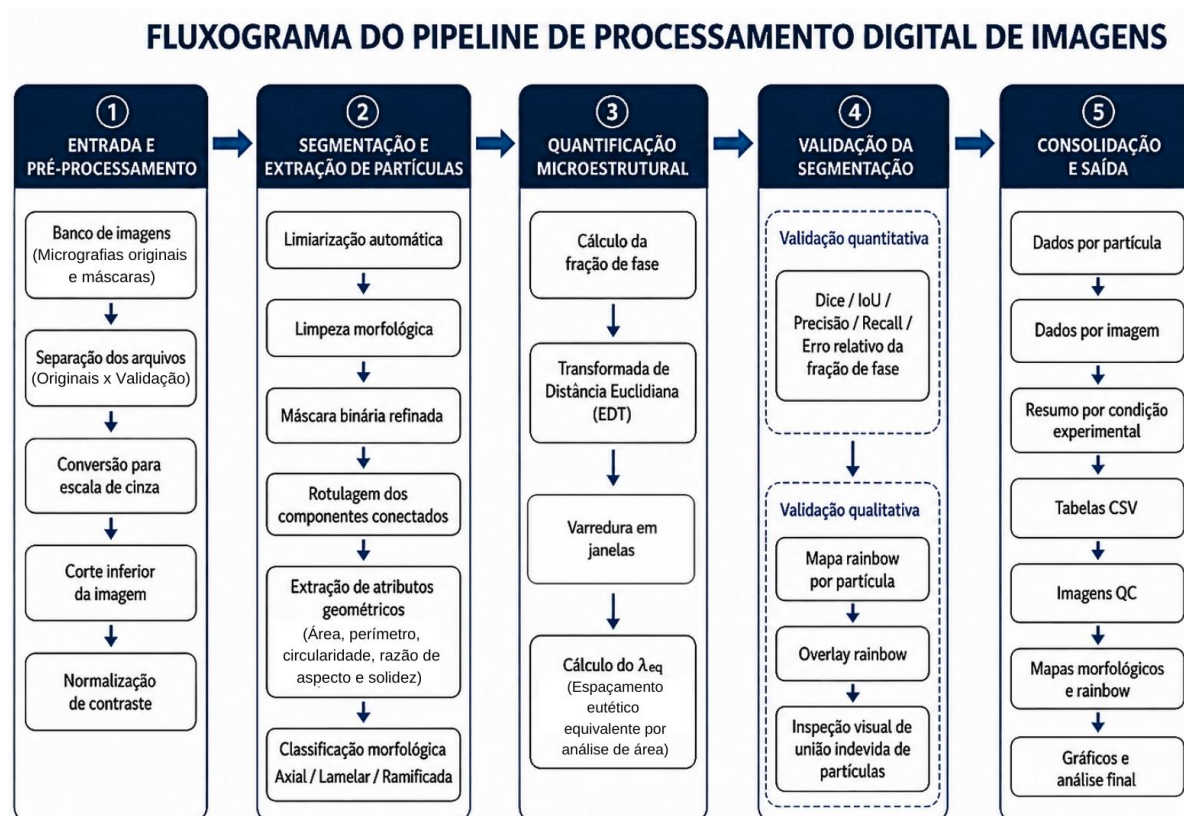


Figura 3.2 Pipeline do código de processamento digital de imagens.

### 3.3.8 Validação quantitativa com máscaras manuais

A validação quantitativa da segmentação foi realizada por comparação com máscaras binárias de referência elaboradas manualmente. As máscaras foram armazenadas nos mesmos diretórios das micrografias originais e diferenciadas pelo nome do arquivo. O algoritmo identificou automaticamente cada máscara manual com sua respectiva micrografia original e aplicou o mesmo pré-processamento, incluindo o corte inferior, antes da comparação. Essa estratégia segue a prática de avaliação de segmentações automáticas por comparação com máscaras de referência em estudos de visão computacional aplicada à metalografia [25,71,79].

A comparação foi realizada pixel a pixel, considerando verdadeiro positivo (TP), falso positivo (FP), falso negativo (FN) e verdadeiro negativo (TN). A partir desses valores foram calculadas as métricas Dice, IoU/Jaccard, precisão, recall e erro relativo da fração de fase. Essas métricas permitiram avaliar tanto a

concordância espacial entre a segmentação automática e a máscara manual quanto a diferença quantitativa na fração de fase estimada.

A seleção do método de segmentação empregado no processamento final deve considerar o desempenho médio nas métricas de validação, a coerência visual das máscaras e a inspeção qualitativa por mapas rainbow. Essa combinação é necessária porque uma máscara pode apresentar boa sobreposição global e, ainda assim, conter uniões locais indevidas de partículas, as quais impactam diretamente a contagem de objetos, o cálculo de área média, a classificação morfológica e o espaçamento eutético equivalente.

### 3.3.9 Métricas de validação da segmentação

As métricas de validação foram calculadas a partir da comparação pixel a pixel entre a máscara automática e a máscara manual de referência. Considerando TP como os pixels corretamente classificados como fase, FP como os pixels classificados como fase apenas pela segmentação automática e FN como os pixels de fase presentes apenas na máscara manual, as métricas foram definidas pelas seguintes expressões [76,79]:

$$\text{Dice} = \frac{2TP}{(2TP + FP + FN)} \quad (3.1)$$

$$\text{IoU} = \frac{TP}{(TP + FP + FN)} \quad (3.2)$$

$$\text{Precisão} = \frac{TP}{(TP + FP)} \quad (3.3)$$

$$\text{Recall} = \frac{TP}{(TP + FN)} \quad (3.4)$$

$$\text{Erro rel. da fração de fase (\%)} = \frac{|f_{\text{auto}} - f_{\text{manual}}|}{f_{\text{manual}}} \times 100 \quad (3.5)$$

O coeficiente Dice (Equação 3.1) e o índice IoU (Equação 3.2) avaliam a sobreposição espacial entre as máscaras, enquanto Precisão (Equação 3.3) e recall (Equação 3.4) informam tendências de supersegmentação ou subsegmentação. A precisão elevada indica que a maior parte dos pixels classificados como fase realmente pertence à máscara de referência. O recall elevado indica que a maior parte da fase presente na referência foi recuperada

pela segmentação automática. O erro relativo da fração de fase (Equação 3.5) foi usado para verificar o impacto da segmentação sobre uma variável metalográfica diretamente utilizada na discussão microestrutural.

### **3.3.10 Fração de fase e espaçamento eutético equivalente por análise de área**

A fração aparente da fase intermetálica foi calculada pela razão entre o número de pixels classificados como fase e o número total de pixels da região analisada. Esse parâmetro foi calculado em nível de imagem e também em janelas de análise, permitindo avaliar variações locais de distribuição da fase.

O espaçamento eutético foi tratado como espaçamento eutético equivalente por análise de área, indicado por  $\lambda_{eq}$ [27,82]. Diferentemente do método clássico do intercepto, que mede diretamente uma distância linear entre lamelas ou interseções,  $\lambda_{eq}$  é estimado a partir da densidade de partículas em uma área conhecida. Para cada janela válida,  $\lambda_{eq}$  foi calculado pela raiz quadrada da razão entre a área da janela e o número de partículas identificadas nessa janela.

Nessa expressão,  $A$  corresponde à área da janela analisada, em  $\mu\text{m}^2$ , e  $N$  corresponde ao número de partículas ou regiões eutéticas segmentadas na janela. Assim, menores valores de  $\lambda_{eq}$  indicam maior densidade de partículas por área e, conseqüentemente, microestrutura mais refinada. Maiores valores de  $\lambda_{eq}$  indicam menor densidade de partículas por área e microestrutura mais grosseira. Por se tratar de uma métrica baseada em densidade de área,  $\lambda_{eq}$  deve ser interpretado como uma escala média equivalente da distribuição espacial da fase intermetálica, e não como uma distância interlamelar direta.

Para restringir a análise às regiões associadas ao microconstituente eutético, foi utilizada a Transformada de Distância Euclidiana (EDT). A EDT foi aplicada sobre a máscara binária para gerar um mapa de proximidade em relação à fase segmentada. Somente janelas localizadas dentro da zona definida por esse critério espacial foram consideradas válidas para o cálculo de fração de fase local e  $\lambda_{eq}$ . A EDT, nesse pipeline, não foi empregada como etapa de

separação por Watershed, mas como critério espacial para seleção das janelas de análise.

Para complementar a interpretação do parâmetro  $\lambda_{eq}$ , as medidas obtidas automaticamente foram comparadas com os valores determinados manualmente pelo método convencional dos interceptos. Essa comparação foi utilizada como forma de avaliar a correspondência entre uma métrica linear clássica de espaçamento eutético e uma métrica automatizada baseada na densidade de partículas por área. Ressalta-se que os dois métodos não são geometricamente equivalentes: enquanto o método dos interceptos mede distâncias lineares locais entre lamelas ou regiões eutéticas atravessadas por uma linha de teste, o  $\lambda_{eq}$  representa uma escala espacial equivalente dependente do número de partículas individualizadas pelo algoritmo em uma área conhecida. Portanto, o método manual foi empregado como referência para o espaçamento eutético convencional, enquanto o  $\lambda_{eq}$  foi utilizado como parâmetro complementar para descrever a densidade espacial, a conectividade e a redistribuição morfológica da fase intermetálica ao longo do tratamento térmico.

### **3.3.11 Consolidação estatística e saídas do pipeline**

Os resultados foram exportados em diferentes níveis de organização: dados por partícula, dados por imagem, dados por janela, resumo por condição experimental, relatório de controle de qualidade e métricas de validação. A tabela por partícula contém os atributos geométricos individuais e a classe morfológica de cada objeto segmentado. A tabela por imagem reúne número de partículas, fração de fase, área média, distribuição morfológica e indicadores de controle. A tabela por janela contém os valores locais de fração de fase e  $\lambda_{eq}$ . O resumo por condição consolida as métricas por taxa de resfriamento e tempo de tratamento térmico.

Além das tabelas, o pipeline gera imagens de controle de qualidade, máscaras binárias, mapas morfológicos e mapas rainbow. O painel de controle visual reúne a imagem normalizada, a máscara binária, a sobreposição de contornos, o mapa morfológico e o overlay rainbow. Essa saída visual foi

incorporada como parte da validação qualitativa da segmentação e permite ao especialista verificar a coerência local do particionamento das partículas.

### 3.4 Resultados e Discussão

#### 3.4.1 Desempenho da segmentação

O banco processado pelo novo pipeline apresentou 44 micrografias originais e 16 máscaras manuais de validação. A validação quantitativa mostrou que o método de Li apresentou o melhor desempenho global, com Dice médio de 0,903 e IoU médio de 0,830. O método de Otsu apresentou precisão média elevada, de 0,979, mas menor recall, de 0,803, indicando comportamento mais conservador e tendência à subsegmentação de regiões de menor contraste. Assim, a escolha do método de Li é justificada por sua maior capacidade de recuperar a fase intermetálica marcada nas máscaras manuais, ainda que com precisão inferior à do Otsu.

Com base no conjunto de validação, o método de Li apresentou o maior Dice médio e o maior IoU médio, enquanto o método de Otsu apresentou maior precisão média, porém menor recall. Assim, o método de Li foi adotado como referência recomendada para o processamento final por apresentar maior concordância global com as máscaras manuais, especialmente na recuperação de regiões finas ou de menor contraste da fase intermetálica. A Tabela 3.1 resume o desempenho médio dos métodos de segmentação avaliados em comparação com máscaras manuais.

Tabela 3.1 Desempenho médio dos métodos de segmentação avaliados por comparação com máscaras manuais.

Método	Dice	IoU	Precisão	Recall	Erro relativo da fração (%)
Li	0,903	0,830	0,858	0,966	17,986
Local	0,883	0,794	0,821	0,961	18,453
Otsu	0,878	0,787	0,979	0,803	18,401
Yen	0,832	0,727	0,909	0,815	30,292
Triangle	0,535	0,366	0,404	0,957	169,836

A Figura 3.3 apresenta a micrografia original obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na primeira coluna e a respectiva segmentação computacional das fases intermetálicas na segunda coluna. Na imagem processada, as partículas são individualizadas por meio de rotulação de componentes conectados (labeling), na qual cores distintas são atribuídas a objetos adjacentes para reduzir ambiguidades visuais. Esse procedimento fornece o resultado qualitativo para a caracterização morfológica. A metodologia de segmentação demonstrou elevada eficácia em regiões de alta intensidade de sinal, associadas à fase  $Al_{11}Ce_3$ , permitindo a delimitação dos contornos em função do contraste.

Entretanto, a delimitação de partículas com dimensões reduzidas e baixa intensidade pode apresentar imprecisões, resultando em erros de conectividade onde objetos distintos são interpretados como uma única entidade. Este fenômeno está vinculado à natureza da imagem, tratada como uma matriz de pixels com valores discretos de intensidade. Objetos que estão muito próximos e apresentam a mesma intensidade podem ser representados como um só. Esse efeito decorre da resolução espacial da imagem e do tamanho de pixel da ampliação das imagens usadas. Durante a etapa de normalização e limiarização (thresholding), define-se um valor crítico de brilho para segregar a fase de interesse. Caso duas partículas fisicamente independentes possuam uma união de apenas um pixel com intensidade superior ao limite estabelecido, o algoritmo as classifica como um único componente. Esse caso é um desafio comum na visão computacional aplicada à metalografia, ocorrendo quando a proximidade espacial das fases é comparável à resolução da malha de pixels da imagem original.

Adicionalmente, imprecisões na delimitação ocorrem devido a efeitos físicos da interação entre o feixe de elétrons do equipamento e a amostra. Em matrizes de baixo número atômico, como o alumínio, o volume de interação dos elétrons pode atingir um plano abaixo da superfície e interagir com elementos de maior refletividade e aparecer na imagem. Elétrons incidentes que atravessam a superfície podem interagir com fases ricas em cério situadas imediatamente

abaixo do plano de polimento. O sinal retroespalhado proveniente dessas partículas abaixo da superfície aumenta a intensidade luminosa captada pelo detector acima do limiar de segmentação definido. Consequentemente, a leitura de pixel é mais clara, podendo gerar uniões artificiais entre partículas ou variações morfológicas que não representam estritamente a geometria superficial da amostra.

Nas microestruturas referentes à alta taxa de resfriamento (Figura 3.3), o elevado grau de refinamento morfológico impõe desafios à delimitação precisa dos contornos das partículas em regiões de maior densidade. Apesar dessa dificuldade, a segmentação computacional das fases demonstrou-se eficaz. A heterogeneidade evidenciada na máscara de detecção da Figura 3.3 constitui um resultado qualitativo relevante, assegurando a representatividade necessária para a execução dos cálculos metalográficos automatizados discutidos na sequência.

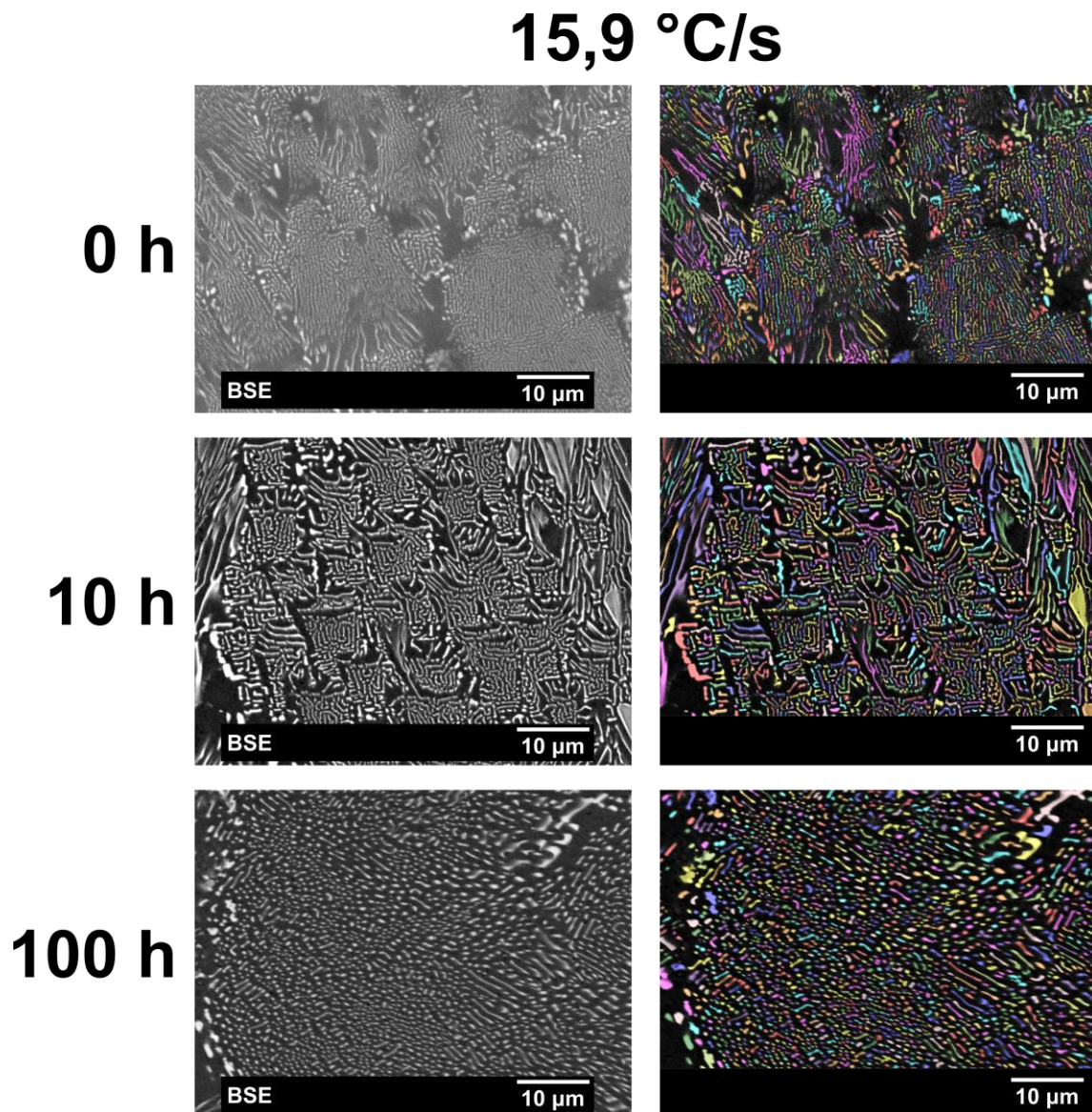


Figura 3.3 Microestruturas em MEV de taxa alta (15,9 °C/s) à esquerda e segmentação computacional de partículas à direita (a) como fundidas e (b) tratadas termicamente por 10 horas e (c) 100 horas.

Nas amostras solidificadas sob baixa taxa de resfriamento (0,7 °C/s), as partículas apresentam dimensões significativamente maiores em comparação à condição de alta taxa. A análise da Figura 3.4 evidencia uma elevada heterogeneidade no contraste das partículas em ambos os tempos de tratamento. Essa característica favoreceu a segmentação computacional, permitindo uma identificação mais eficaz das partículas unitárias e um

delineamento de contornos mais preciso. Consequentemente, minimizou-se a ocorrência de agrupamentos artificiais (uniões indevidas), corroborando a premissa de que partículas com maior área superficial proporcionam maior precisão na detecção algorítmica.

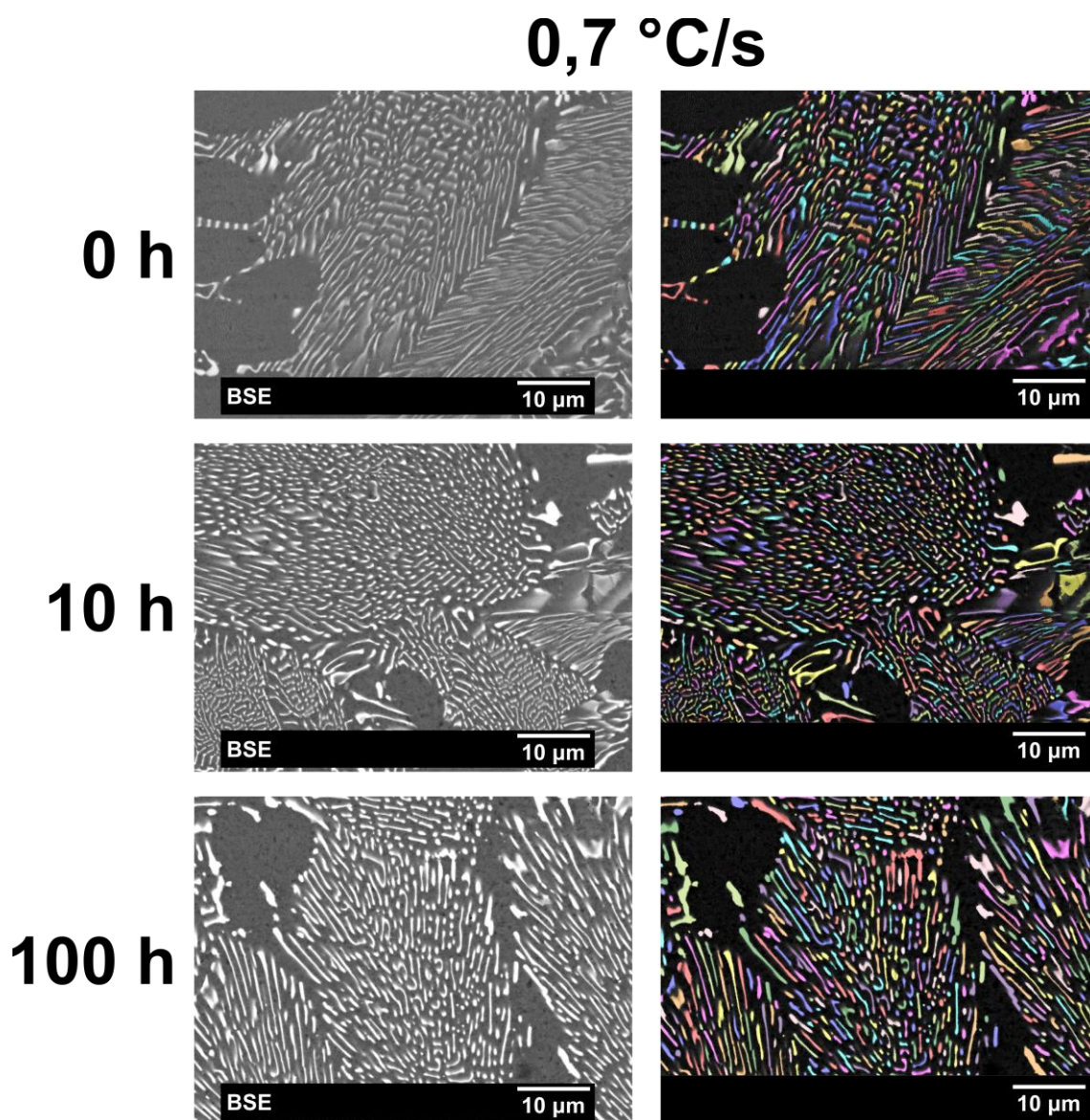


Figura 3.4 Microestruturas em MEV de taxa baixa (0,7 °C/s) à esquerda e segmentação computacional de partículas à direita (a) como fundidas e (b) tratadas termicamente por 10 horas e (c) 100 horas.

A Figura 3.5 apresenta a fração aparente da fase intermetálica calculada em janelas eutéticas. Para a condição de alta taxa de resfriamento, observa-se fração média de aproximadamente 0,234 na condição como fundida, aumentando para 0,263 após 10 h e retornando para cerca de 0,224 após 100 h. A variação é moderada e deve ser interpretada considerando as barras de incerteza, uma vez que a fração de fase é sensível ao contraste local e à delimitação das regiões eutéticas.

Na condição de baixa taxa de resfriamento, a fração de fase apresenta valor próximo de 0,217 na condição inicial, reduz-se levemente para 0,201 após 10 h e aumenta para 0,272 após 100 h. O aumento em 100 h pode estar relacionado à maior eficiência de detecção de regiões intermetálicas mais grosseiras ou à heterogeneidade local da rede eutética. Ainda assim, os valores não indicam alteração abrupta da quantidade de fase, mas sim variações associadas à morfologia e à segmentação da fase intermetálica.

De modo geral, a fração de fase não apresentou alteração sistemática capaz de indicar dissolução ou crescimento volumétrico expressivo da fase  $Al_{11}Ce_3$ . Esse resultado reforça a elevada estabilidade térmica do sistema Al–Ce a 400 °C e sugere que as mudanças relevantes durante o tratamento ocorrem majoritariamente na forma, na distribuição e no tamanho das partículas, e não na quantidade global da fase.

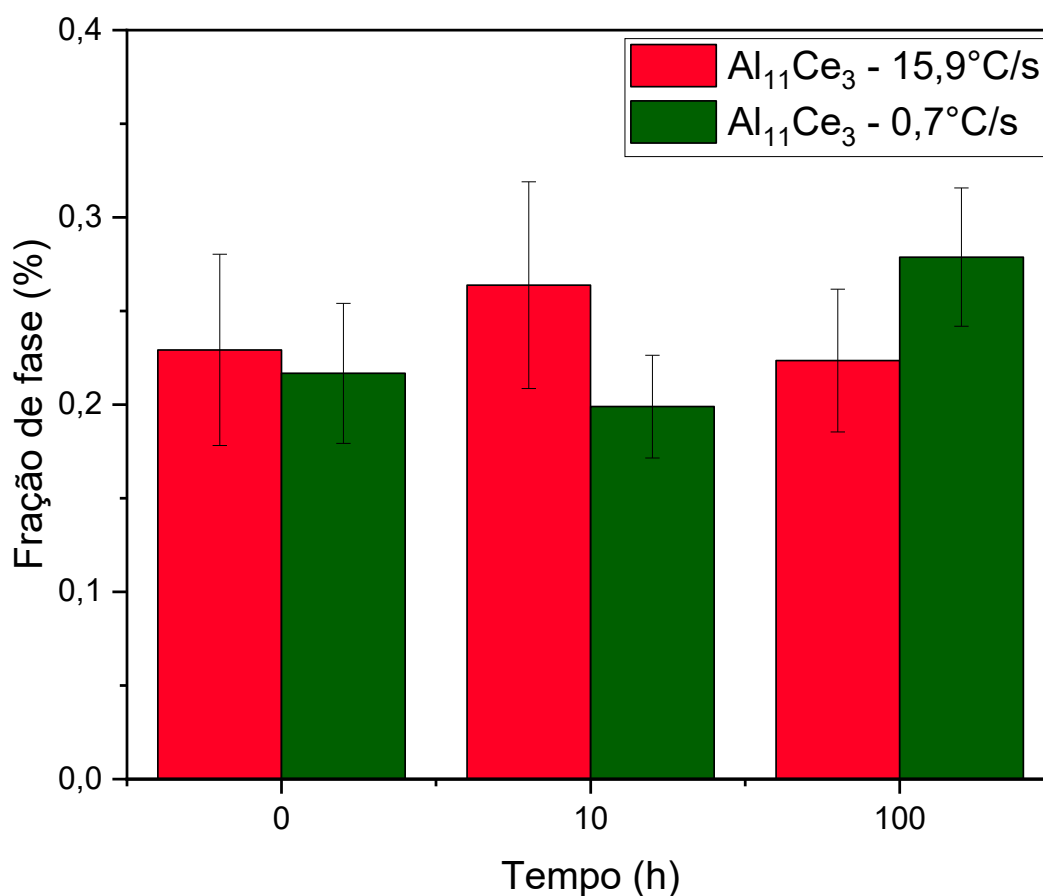


Figura 3.5 Fração de fase de Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> ao longo do tempo em alta taxa 15,9 °C/s em vermelho e baixa taxa 0,7 °C/s em verde.

A Figura 3.6 apresenta o espaçamento eutético equivalente  $\lambda_{eq}$ . Na condição de alta taxa,  $\lambda_{eq}$  aumenta de aproximadamente 0,99  $\mu\text{m}$  na condição inicial para 1,19  $\mu\text{m}$  após 10 h, permanecendo praticamente estável em 100 h, com valor de 1,21  $\mu\text{m}$ . Essa evolução indica que o maior efeito do tratamento térmico ocorre nas primeiras 10 h, possivelmente associado à coalescência inicial ou à redução da densidade de partículas detectadas nas janelas eutéticas.

A estabilidade entre 10 h e 100 h sugere que, após o estágio inicial de rearranjo morfológico, a microestrutura tende a uma condição mais estável em termos de densidade de área de partículas. Esse comportamento é coerente com a elevada resistência ao coalescimento atribuída ao Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, cuja baixa mobilidade no alumínio limita transformações microestruturais drásticas.

Na condição de baixa taxa,  $\lambda_{eq}$  é maior na condição inicial, com valor próximo de 1,50  $\mu\text{m}$ , reduz-se para 1,26  $\mu\text{m}$  após 10 h e permanece próximo de

1,28  $\mu\text{m}$  após 100 h. A redução aparente entre 0 h e 10 h não deve ser interpretada como refino induzido pelo tratamento térmico, mas como consequência da maior eficiência de segmentação e da mudança na conectividade das partículas após exposição térmica. Como  $\lambda_{\text{eq}}$  é calculado a partir do número de partículas por área, qualquer alteração na individualização das regiões conectadas influencia diretamente o valor obtido.

Assim,  $\lambda_{\text{eq}}$  deve ser discutido como parâmetro equivalente de densidade de área, e não como espaçamento interlamelar direto. Essa abordagem é adequada para microestruturas eutéticas irregulares ou parcialmente conectadas, mas deve ser complementada, sempre que possível, por medidas manuais de intercepto para avaliar a tendência global de espaçamento linear.

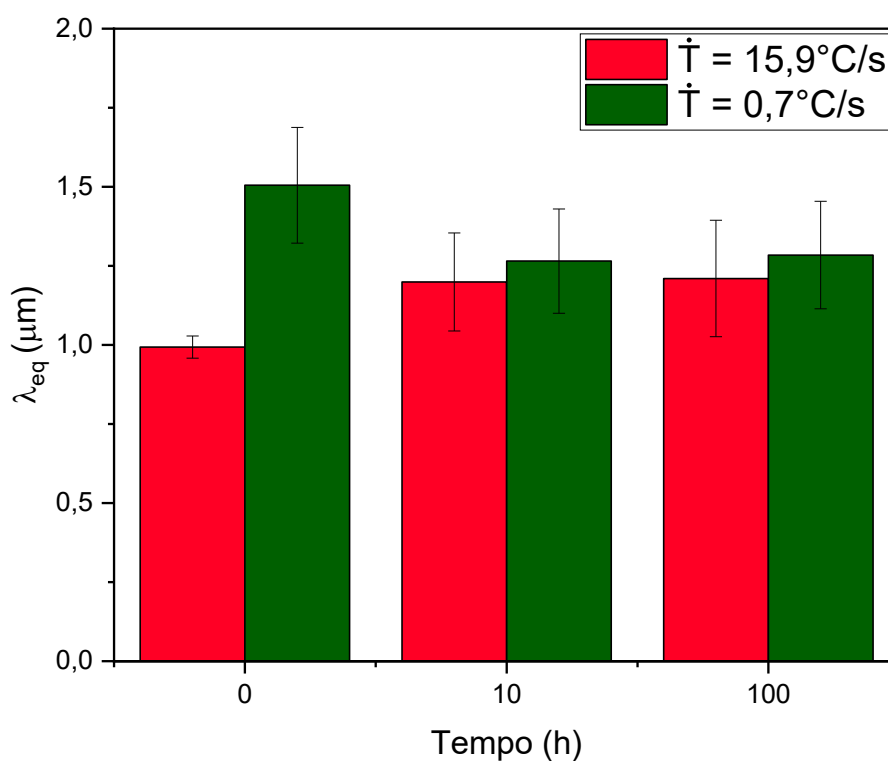


Figura 3.6 Espaçamento médio ao longo do tempo de  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  para alta taxa 15,9 °C/s em vermelho e baixa taxa 0,7 °C/s em verde.

Para complementar essa análise, a Figura 3.7 compara a evolução do espaçamento eutético  $\lambda_{\text{E}}$  obtido pelo método convencional dos interceptos com o parâmetro  $\lambda_{\text{eq}}$  calculado por PDI. Observa-se que os valores absolutos obtidos

pelos dois procedimentos não são coincidentes, uma vez que cada método descreve a microestrutura a partir de um princípio geométrico distinto. Enquanto o método dos interceptos reflete predominantemente a distância linear entre regiões eutéicas selecionadas, o parâmetro  $\lambda_{eq}$  é mais sensível à conectividade, coalescência, fragmentação e individualização das partículas segmentadas ao longo do tratamento térmico. Essa distinção é particularmente importante para o sistema Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, cuja morfologia pode apresentar lamelas interconectadas, regiões ramificadas e partículas de contraste variável.

Na condição de alta taxa de resfriamento, a comparação entre os métodos indica que o procedimento convencional por interceptos não evidenciou uma alteração significativa do espaçamento eutéico ao longo do tratamento térmico. Os valores obtidos manualmente permaneceram relativamente próximos entre as condições analisadas, sugerindo estabilidade do espaçamento linear local. Em contrapartida, o parâmetro automatizado  $\lambda_{eq}$  apresentou variação mais evidente, com aumento entre a condição inicial e 10 h, seguido de estabilização até 100 h. Esse comportamento indica que o  $\lambda_{eq}$  foi mais sensível às alterações de conectividade, individualização e densidade de partículas segmentadas nas regiões eutéicas, capturando mudanças morfológicas que não foram claramente detectadas pelo método linear convencional.

Para as amostras de baixa taxa de resfriamento, embora os valores absolutos obtidos pelos dois métodos tenham sido distintos, ambos apresentaram tendência semelhante, com redução do espaçamento entre a condição inicial e os tempos tratados. Esse resultado sugere que, nas microestruturas mais grosseiras, a evolução morfológica induzida pelo tratamento térmico foi capturada de forma mais coerente por ambos os procedimentos, ainda que cada um represente aspectos geométricos diferentes da microestrutura.

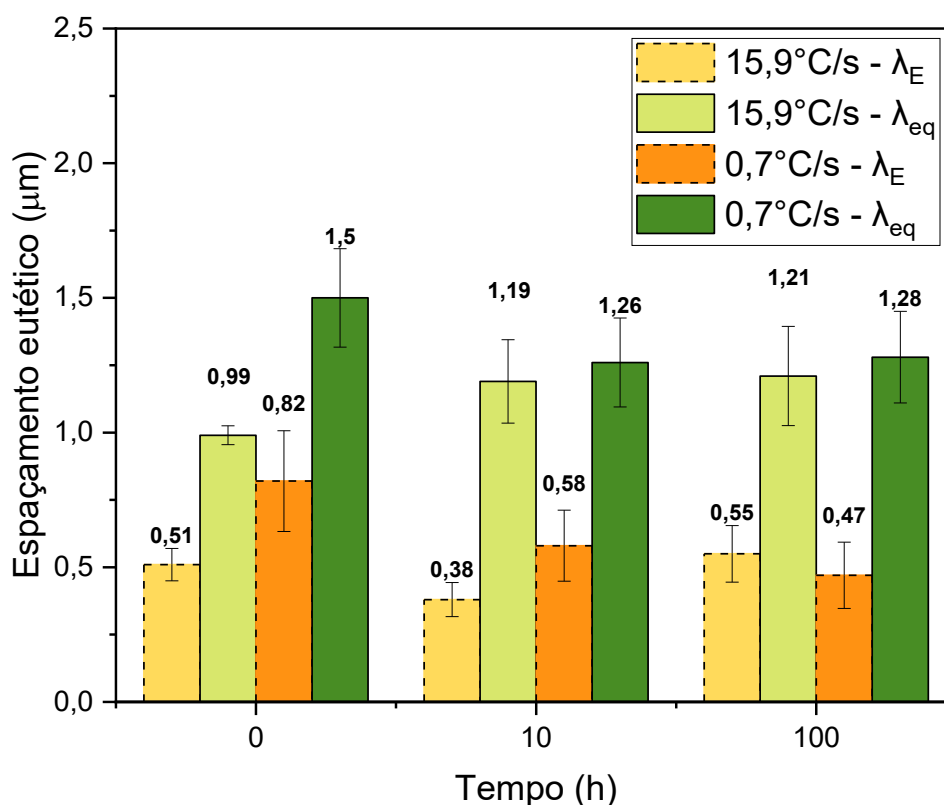


Figura 3.7 Comparação entre espaçamento médio do eutético ( $\lambda_E$ ) medido pelo intercepto e pelo método equivalente ( $\lambda_{eq}$ ) ao longo do tempo.

As Figuras 3.8 e 3.9 apresentam a evolução das frações morfológicas classificadas como axial, lamelar e ramificada. É importante compreender que a variação de resultados de morfologias axial, lamelar e ramificada representam apenas a visualização de uma face da amostra e não necessariamente indicam que a partícula em questão possui aquela morfologia como um todo. A estrutura eutética analisada possui um caráter complexo e, a depender do plano de visualização de cada partícula e dos descritores morfológicos, elas foram classificadas como axial, ou lamelar ou ramificada.

Na condição de alta taxa (Figura 3.8), a microestrutura inicial apresenta predominância axial, com aproximadamente 64% das partículas classificadas nessa categoria. Essa predominância é compatível com a elevada densidade de partículas pequenas, geradas pelo maior refino imposto pela solidificação rápida. Após 10 h de tratamento, observa-se redução expressiva da fração axial para cerca de 29% e aumento da fração lamelar para aproximadamente 52%. Essa

alteração indica que a exposição térmica inicial modifica a geometria aparente dos constituintes, favorecendo o alongamento, a coalescência lateral ou a conexão de partículas em morfologias classificadas como lamelares. Em 100 h, a fração axial aumenta para aproximadamente 38%, enquanto a fração lamelar permanece elevada, em torno de 45%. Assim, a condição de alta taxa apresenta rearranjo morfológico significativo nas primeiras 10 h, seguido de estabilização parcial.

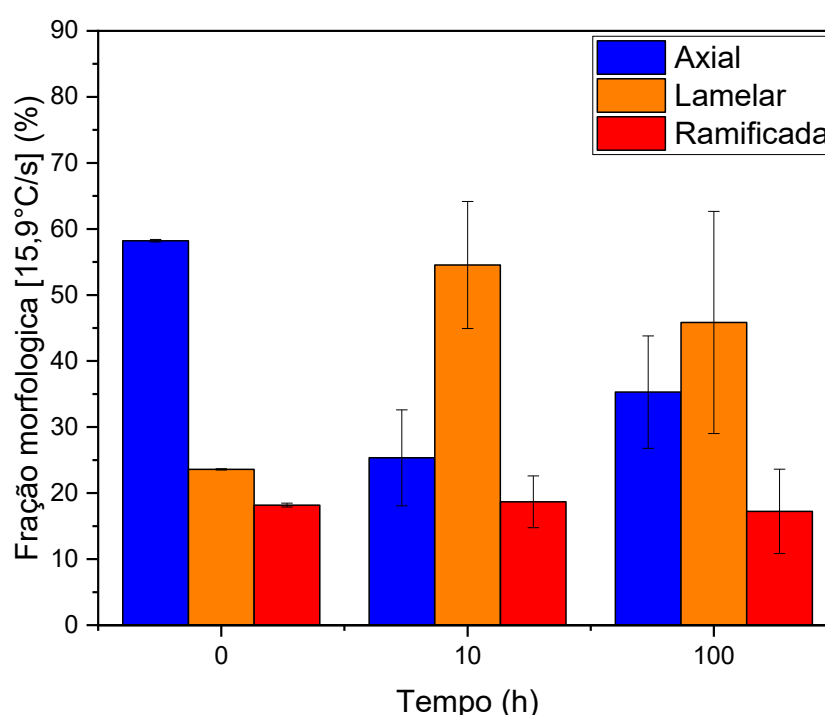


Figura 3.8 Fração morfológica das amostras de alta taxa (15,9 °C/s) ao longo do tempo.

Na condição de baixa taxa (Figura 3.9), a microestrutura inicial apresenta predominância lamelar, com fração próxima de 51%, enquanto a fração axial corresponde a aproximadamente 30%. Essa diferença em relação à alta taxa reflete a formação de uma microestrutura de partida mais grosseira e menos fragmentada, compatível com maior tempo disponível para crescimento durante a solidificação. Após 10 h, as frações axial e lamelar tornam-se semelhantes, ambas próximas de 40%, indicando estado intermediário de rearranjo

morfológico. Em 100 h, a fração lamelar permanece ligeiramente superior à axial e a fração ramificada aumenta para cerca de 23%.

A fração ramificada apresentou menor variação relativa nas duas taxas, permanecendo entre aproximadamente 16% e 23%. Esse comportamento sugere que regiões mais complexas e conectadas da fase intermetálica são menos sensíveis ao tratamento térmico de 400 °C, ou que sua identificação depende de conectividade geométrica que não se altera de forma abrupta. A estabilidade relativa da fração ramificada é coerente com a resistência ao engrossamento atribuída ao  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ .

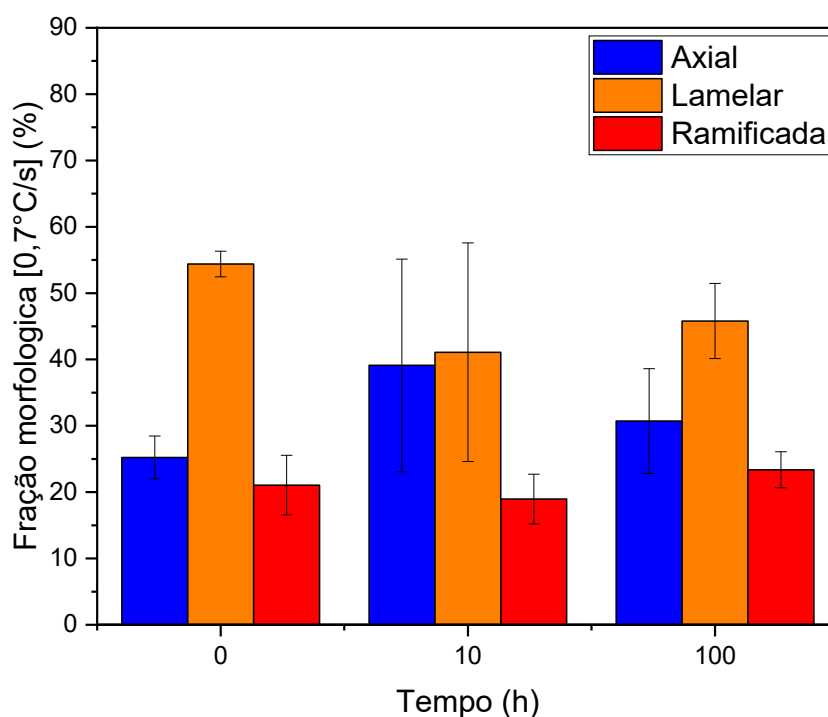


Figura 3.9 Fração morfológica das amostras de baixa taxa (0,7 °C/s) ao longo do tempo.

De forma quantitativa, os gráficos das Figuras 3.8 e 3.9 evidenciam a variação morfológica das microestruturas. A Figura 3.10 apresenta exemplos representativos da variação morfológica ao longo do tempo para as condições de baixa taxa, à esquerda, e alta taxa, à direita. O algoritmo permite visualizar com maior clareza a disposição das fases, indicando uma classificação eficiente das morfologias aparentes. Na condição de baixa taxa, a morfologia lamelar

prevalece em 0 h; após 10 h, observa-se aumento de partículas axiais e maior variação dimensional das lamelas; após 100 h, as partículas tornam-se mais grosseiras e a fração lamelar aumenta. Para a alta taxa, a condição inicial apresenta elevada quantidade de morfologia axial, seguida por aumento de morfologia lamelar após 10 h, com partículas mais grosseiras. Após 100 h, observa-se novo aumento da fração de partículas axiais.

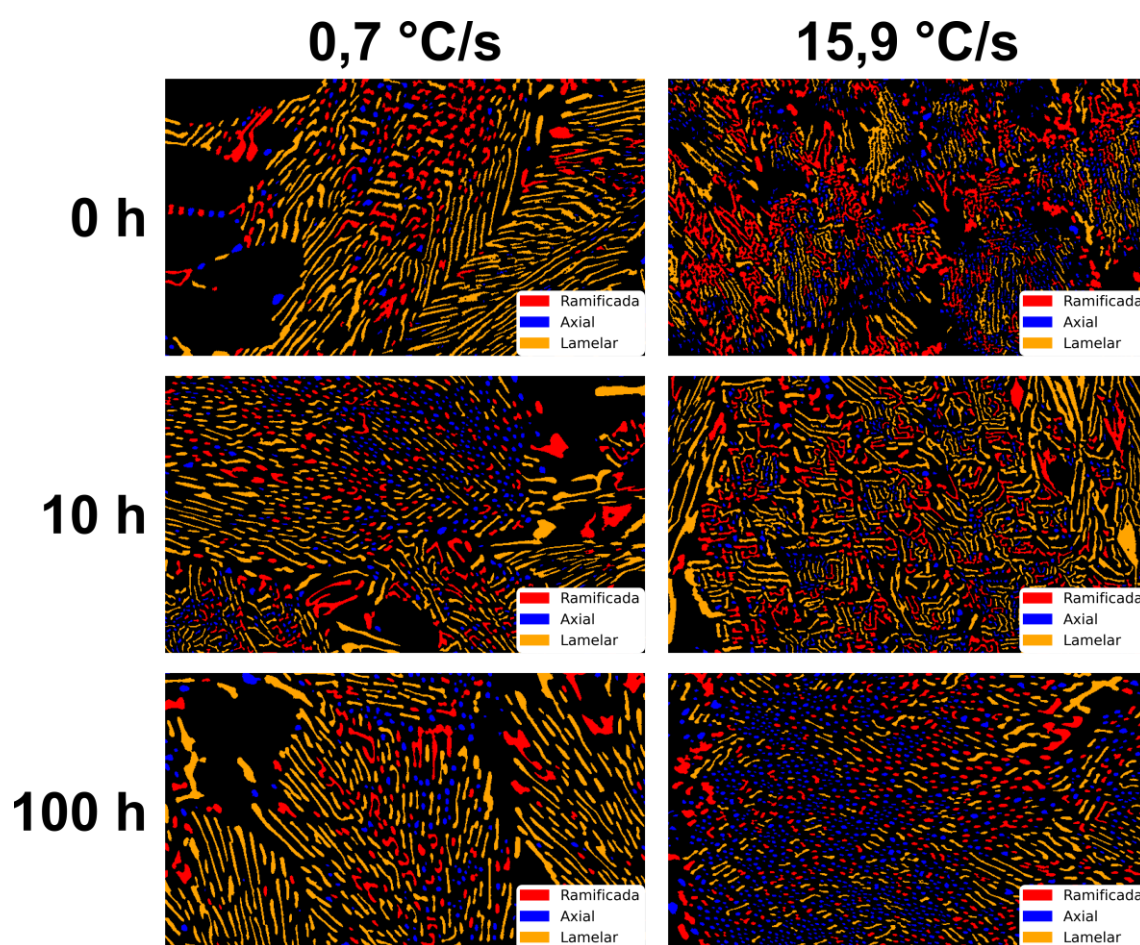


Figura 3.10 Morfologias típicas classificadas pelo algoritmo em baixa taxa à esquerda e alta taxa à direita ao longo do tempo de (a) 0 horas, (b) 10 horas e (c) 100 horas.

A Figura 3.11 apresenta a evolução das propriedades mecânicas das amostras solidificadas sob alta taxa de resfriamento ao longo do tratamento térmico. A microdureza apresenta redução moderada, passando de aproximadamente 51,4 HV na condição inicial para 45,8 HV após 100 h. O limite

de escoamento também apresenta variação limitada, diminuindo de aproximadamente 79,3 MPa para 70,1 MPa após 100 h. Essa relativa estabilidade indica que o tratamento térmico a 400 °C não promove degradação mecânica acentuada nessa condição, sendo coerente com a manutenção da fração de fase intermetálica e com a elevada resistência térmica do microconstituente Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>. Em contrapartida, a tensão a 30% de deformação apresenta comportamento distinto, aumentando de 229,7 MPa na condição inicial para 289,2 MPa após 10 h, seguida de redução para 271,3 MPa após 100 h. Esse aumento inicial sugere que a evolução morfológica nas primeiras horas de tratamento pode favorecer a capacidade de suporte de carga em compressão, mesmo sem aumento expressivo da fração de fase.

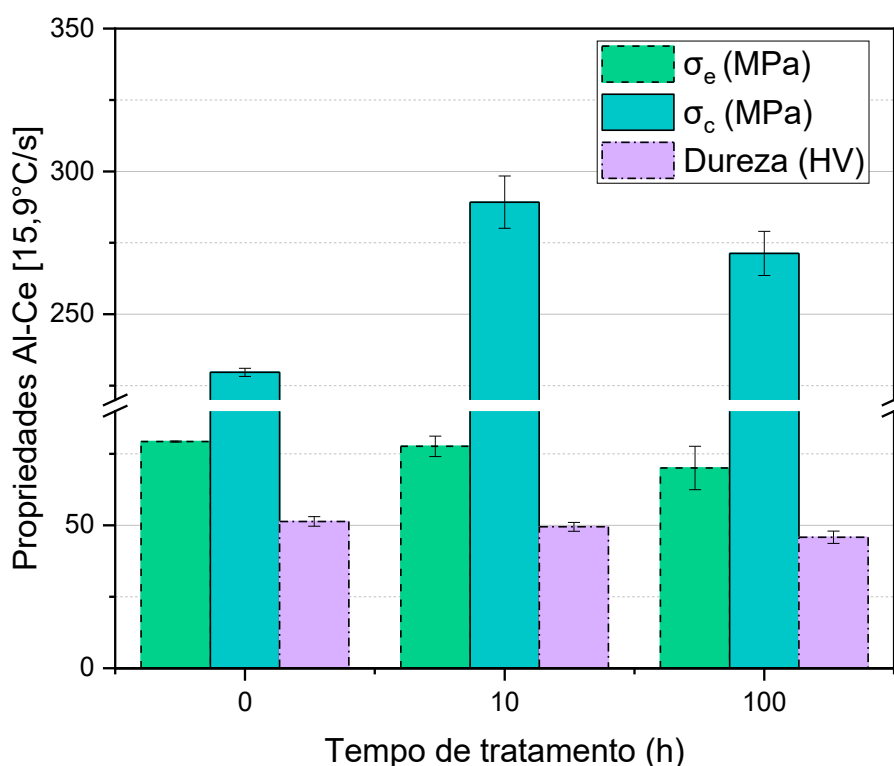


Figura 3.11 Propriedades mecânicas de alta taxa ao longo do tempo de tratamento térmico.

A Figura 3.12 apresenta o mesmo conjunto de propriedades para as amostras solidificadas sob baixa taxa de resfriamento, correspondente a 0,7 °C/s. Nessa condição, a microdureza apresenta maior estabilidade, variando de

aproximadamente 46,7 HV na condição inicial para 45,6 HV após 100 h. O limite de escoamento também se mantém relativamente constante, passando de cerca de 80,1 MPa para 77,5 MPa após 100 h. A tensão a 30% de deformação, por sua vez, aumenta de 213,0 MPa para 255,5 MPa após 10 h e permanece em valor próximo, 248,1 MPa, após 100 h. Esse comportamento indica que, na condição de baixa taxa, o tratamento térmico também não compromete as propriedades mecânicas avaliadas e promove aumento da resistência em regime avançado de compressão, especialmente após as primeiras 10 h de exposição.

A correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas deve ser interpretada de forma exploratória, uma vez que o número de condições globais avaliadas é limitado. Ainda assim, os dados indicam que a dureza tende a diminuir quando  $\lambda_{eq}$  e a área média das partículas aumentam, sugerindo perda parcial do efeito de barreira associado ao refinamento microestrutural. Por outro lado, a tensão a 30% de deformação parece responder de forma mais sensível ao rearranjo morfológico, especialmente ao aumento relativo de partículas lamelares e à redução da fração axial nas primeiras 10 h de tratamento.

Esse comportamento é consistente com a diferença entre propriedades medidas em regimes distintos de deformação. A dureza e o limite de escoamento são mais sensíveis ao início da deformação plástica e ao espaçamento entre obstáculos ao movimento de discordâncias, enquanto a tensão a 30% reflete um estágio avançado de compressão, no qual partículas intermetálicas mais alongadas ou conectadas podem contribuir para a transferência de carga e para a resistência ao fluxo plástico. Assim, o tratamento térmico a 400 °C não degrada as propriedades mecânicas da liga de forma significativa, mas promove rearranjos morfológicos sutis que influenciam principalmente a resposta em compressão em maiores níveis de deformação.

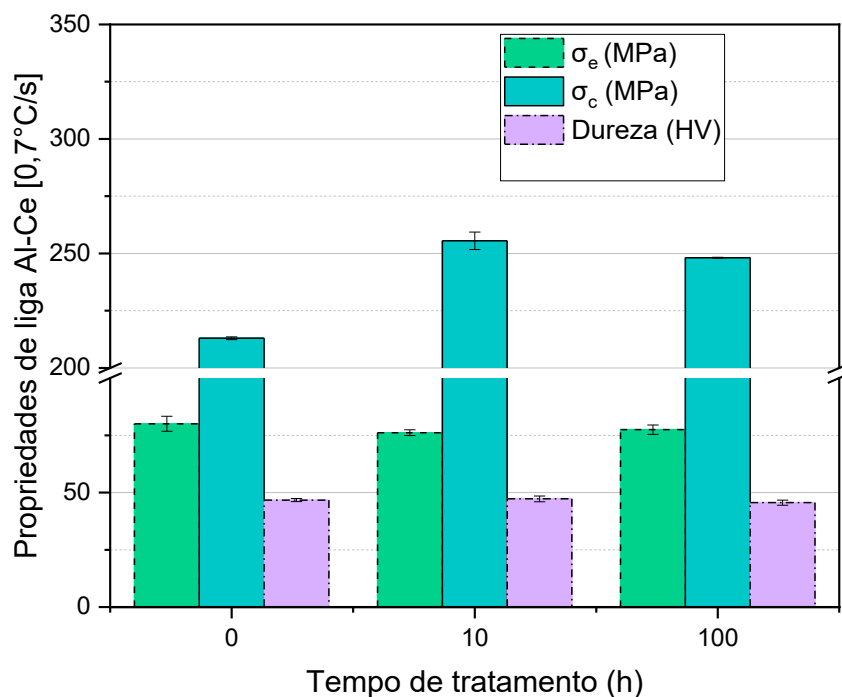


Figura 3.12 Propriedades mecânicas das amostras solidificadas sob baixa taxa (0,7 °C/s) ao longo do tempo de tratamento térmico.

A análise geral indica que a liga Al-13%Ce apresenta elevada estabilidade térmica após tratamento a 400 °C por até 100 h. A fração de fase permanece relativamente estável, o que indica ausência de dissolução ou crescimento volumétrico expressivo da fase intermetálica. Entretanto, parâmetros como área média,  $\lambda_{eq}$  e fração morfológica revelam mudanças mais sutis na geometria e na distribuição das partículas.

A condição de alta taxa de resfriamento é mais sensível ao tratamento térmico, pois parte de uma microestrutura mais refinada e com maior fração axial. A exposição por 10 h promove reorganização morfológica significativa, com aumento da fração lamelar, aumento da área média e aumento de  $\lambda_{eq}$ . Após 100 h, a microestrutura apresenta estabilização parcial, mantendo fração lamelar elevada, porém sem alteração drástica da fração de fase.

A condição de baixa taxa apresenta microestrutura inicial mais grosseira e predominantemente lamelar. O tratamento térmico provoca mudanças menos abruptas, associadas principalmente à individualização de partículas e ao engrossamento parcial após 100 h. A menor variação mecânica dessa condição

é compatível com uma microestrutura de partida menos refinada e, portanto, menos suscetível a mudanças relativas expressivas durante o envelhecimento. Em conjunto, os resultados indicam que a estabilidade térmica do sistema Al–Ce não significa ausência completa de evolução microestrutural. O tratamento promove rearranjos morfológicos locais, mas esses rearranjos não são suficientes para causar degradação mecânica acentuada. Essa conclusão é compatível com a literatura sobre ligas Al–Ce, que atribui a retenção de propriedades à estabilidade do  $Al_{11}Ce_3$  e à baixa difusividade do Ce na matriz de alumínio [5,10,24].

### 3.5 Conclusões

A aplicação do pipeline de PDI permitiu quantificar, validar e correlacionar a evolução morfológica do microconstituente eutético Al– $Al_{11}Ce_3$  durante o tratamento térmico a 400 °C. A validação com máscaras manuais demonstrou que a segmentação automatizada é adequada para a análise do microconstituente eutético, sendo que, entre os métodos avaliados, o método de Li apresentou o melhor desempenho global em termos de Dice e IoU, sendo recomendado como método principal de processamento.

Os resultados indicaram que a fração aparente da fase intermetálica permaneceu relativamente estável ao longo do tratamento térmico, sugerindo ausência de dissolução significativa ou de crescimento volumétrico expressivo da fase  $Al_{11}Ce_3$ . Por outro lado, o espaçamento eutético equivalente,  $\lambda_{eq}$ , calculado por análise de área, revelou alterações na densidade de partículas por área, especialmente nas primeiras 10 h de tratamento, devendo ser interpretado como uma medida equivalente e não como espaçamento interlamelar direto. A comparação com o método convencional dos interceptos reforçou essa distinção metodológica, uma vez que o intercepto linear descreve o espaçamento eutético local entre lamelas ou regiões eutéticas, enquanto  $\lambda_{eq}$  representa uma escala espacial associada à densidade e à individualização das partículas segmentadas. Assim, os dois métodos mostraram-se complementares: o método dos interceptos foi mais adequado para representar o espaçamento linear

convencional, enquanto  $\lambda_{eq}$  permitiu acompanhar alterações de conectividade, distribuição espacial e densidade de partículas ao longo do tratamento térmico.

A área média das partículas e as frações morfológicas mostraram maior sensibilidade ao tratamento térmico do que a fração de fase, indicando que a evolução microestrutural ocorre predominantemente por rearranjos de forma, conectividade e tamanho das partículas. Nesse sentido, a condição de alta taxa de resfriamento apresentou evolução morfológica mais intensa, com redução da fração axial e aumento da fração lamelar após 10 h, enquanto a condição de baixa taxa apresentou microestrutura de partida mais grosseira e evolução mais moderada.

Do ponto de vista mecânico, a dureza e o limite de escoamento mantiveram relativa estabilidade após a exposição térmica, confirmando a elevada resistência ao envelhecimento do sistema Al–Ce. A tensão a 30% de deformação, por sua vez, aumentou após 10 h, sugerindo que o rearranjo morfológico pode contribuir para maior suporte de carga em compressão. Dessa forma, a integração entre validação da segmentação, descritores morfológicos e propriedades mecânicas fortalece a interpretação da estabilidade térmica da liga Al–13%Ce e fornece uma metodologia reproduzível para a análise de microestruturas eutéticas complexas.

## Capítulo 4 - DISCUSSÃO GERAL E CONCLUSÕES

### 4.1 Discussão geral

O presente trabalho comparou os sistemas Al–Ce e Al–Ce–Cr, avaliando o efeito de diferentes taxas de resfriamento sobre a solidificação, a evolução microestrutural e o comportamento mecânico de ligas hipereutéticas. Para isso, foram combinadas simulações termodinâmicas por CALPHAD, solidificação direcional em regime transitório, caracterização microestrutural, ensaios mecânicos e PDI aplicado à quantificação do microconstituente eutético Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> ao longo do tratamento térmico.

As simulações indicaram que a composição Al–10%Ce–1%Cr modifica a cinética de solidificação da liga Al–Ce, favorecendo a formação da fase primária Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub>. Apesar disso, a fração total prevista de fases intermetálicas permaneceu próxima entre as ligas Al–13%Ce e Al–10%Ce–1%Cr, permitindo comparar sistemas com quantidade global semelhante de reforço, mas com fases, morfologias e distribuições distintas. Experimentalmente, a liga Al–13%Ce apresentou predominância do eutético Al + Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, mesmo em condição hipereutética, indicando que as condições cinéticas de solidificação favoreceram o crescimento eutético acoplado. Já a liga Al–10%Ce–1%Cr apresentou partículas primárias Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> associadas ao eutético, confirmando o efeito do Cr na alteração da sequência de solidificação.

Os parâmetros térmicos demonstraram que a taxa de resfriamento foi determinante para o controle da escala microestrutural. Maiores taxas promoveram refinamento dos constituintes, enquanto menores taxas favoreceram estruturas mais grosseiras. Na liga binária, o espaçamento eutético apresentou comportamento mais regular em função da velocidade de crescimento. Na liga ternária, a presença e movimentação das partículas primárias Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> provocaram perturbações locais no campo térmico e solutal, resultando em evolução menos uniforme do espaçamento eutético.

A caracterização por MEV-EDS e DRX confirmou a presença da matriz  $\alpha$ -Al e da fase Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> na liga Al–13%Ce, bem como a coexistência de Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> e Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> na liga Al–10%Ce–1%Cr. O eutético Al + Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> apresentou

morfologia predominantemente lamelar em toda a faixa de taxas de resfriamento investigada. Entretanto, a liga contendo Cr exibiu maior heterogeneidade local e regiões eutéticas mais grosseiras, indicando que a fase  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  não apenas atua como constituinte primário adicional, mas também interfere na estrutura do eutético.

Do ponto de vista mecânico, a resistência à compressão foi fortemente influenciada pela escala microestrutural e pela presença de intermetálicos. As amostras solidificadas sob maiores taxas de resfriamento apresentaram melhor desempenho, associado ao refino das fases e à maior eficiência de bloqueio ao movimento de discordâncias. A liga  $\text{Al-10\%Ce-1\%Cr}$  apresentou maior resistência à compressão, especialmente em maiores taxas de resfriamento, devido à contribuição das partículas primárias  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$  como obstáculos à deformação plástica. A microdureza, por outro lado, mostrou-se menos sensível a essas partículas e mais dependente da escala do constituinte eutético.

O tratamento térmico da liga  $\text{Al-13\%Ce}$  a  $400\text{ }^\circ\text{C}$  por até 100 h demonstrou elevada estabilidade térmica do microconstituinte eutético  $\text{Al-Al}_{11}\text{Ce}_3$ . A fração aparente da fase intermetálica permaneceu relativamente estável, indicando ausência de dissolução significativa ou crescimento volumétrico expressivo. No entanto, a análise automatizada revelou alterações sutis na área média das partículas, no espaçamento eutético equivalente e nas frações morfológicas axial, lamelar e ramificada. Assim, a estabilidade da fração de fase não deve ser interpretada como ausência completa de evolução microestrutural.

A comparação entre o método convencional dos interceptos e o espaçamento eutético equivalente por análise de área evidenciou que os dois parâmetros não são diretamente equivalentes, mas fornecem informações complementares. Na condição de alta taxa de resfriamento, o método manual não indicou variação significativa ao longo do tratamento, ao passo que o  $\lambda_{\text{eq}}$  capturou uma alteração entre 0 h e 10 h, seguida de estabilização. Para a baixa taxa, apesar das diferenças nos valores absolutos, ambos os métodos apresentaram tendência semelhante. Dessa forma, o parâmetro  $\lambda_{\text{eq}}$  mostrou-se

uma ferramenta útil para acompanhar variações microestruturais ao longo do tempo nas condições avaliadas.

A condição solidificada sob alta taxa de resfriamento apresentou maior sensibilidade ao envelhecimento, pois partiu de uma microestrutura mais refinada e com maior densidade de partículas. Após 10 h a 400 °C, observou-se uma possível elevação da fração classificada como lamelar e do espaçamento eutético equivalente. No entanto, essa variação deve ser interpretada como uma tendência morfológica aparente em seção bidimensional, uma vez que a orientação das partículas em relação ao plano de observação pode levar uma mesma morfologia tridimensional a ser registrada como lamelar, axial ou ramificada. Assim, o aumento da fração lamelar não deve ser entendido necessariamente como transformação morfológica direta, mas como indicativo de possível coalescência local, alongamento aparente ou conexão parcial das partículas durante o tratamento térmico. Após 100 h, a microestrutura apresentou estabilização parcial. Na condição de baixa taxa, a microestrutura inicial mais grosseira e predominantemente lamelar sofreu alterações menos abruptas.

As propriedades mecânicas da liga Al-13%Ce se mantiveram relativamente estáveis ao longo do tratamento térmico. A microdureza e o limite de escoamento apresentaram variações moderadas após 100 h, confirmando a resistência ao envelhecimento térmico. A resistência em compressão a 30% de deformação apresentou aumento após 10 h de tratamento térmico em ambas as taxas de resfriamento, sugerindo que os rearranjos morfológicos iniciais podem contribuir para maior capacidade de suporte de carga em estágios avançados de deformação compressiva.

O pipeline de PDI desenvolvido contribuiu para uma análise mais reprodutível da evolução morfológica do eutético Al-Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>. A validação com máscaras manuais mostrou que o método de Li apresentou o melhor desempenho global nas métricas de Dice e IoU, sendo adotado como critério principal de segmentação. A combinação entre limiarização, operações morfológicas, classificação de componentes, extração de descritores

geométricos e validação qualitativa permitiu superar limitações da análise manual em microestruturas eutéticas complexas.

De forma geral, os resultados demonstram que a taxa de resfriamento controla a escala inicial da microestrutura, enquanto a composição define a natureza das fases intermetálicas. A adição de Cr introduz partículas primárias  $Al_{20}CeCr_2$  e aumenta a resistência à compressão da liga ternária. A liga binária Al–13%Ce, por sua vez, apresenta elevada estabilidade térmica a 400 °C, com alterações morfológicas sutis, mas sem degradação mecânica acentuada. Assim, a integração entre solidificação controlada, caracterização mecânica e metalografia quantitativa automatizada constitui uma estratégia consistente para o desenvolvimento de ligas Al–Ce e Al–Ce–Cr destinadas a aplicações em temperaturas moderadas e elevadas, especialmente em componentes dos setores aeroespacial, automotivo e industrial.

## 4.2 Conclusões

A partir dos resultados obtidos, conclui-se que:

- A adição de Cr modificou o caminho de solidificação do sistema Al–Ce, favorecendo a formação da fase intermetálica primária  $Al_{20}CeCr_2$ . Apesar dessa modificação na natureza das fases formadas, a fração total prevista de intermetálicos não foi significativamente alterada em relação à liga binária.
- A liga Al–13%Ce apresentou predominância do crescimento eutético acoplado  $Al + Al_{11}Ce_3$ , mesmo estando em composição hipereutética. Esse comportamento evidencia a influência das condições cinéticas de solidificação na supressão da fase primária prevista termodinamicamente.
- A taxa de resfriamento foi o principal parâmetro controlador do refinamento microestrutural. Maiores taxas de resfriamento promoveram redução do tamanho das partículas e dos espaçamentos característicos, contribuindo diretamente para o aumento da resistência mecânica das ligas.

- A liga Al–10%Ce–1%Cr apresentou maior resistência à compressão, atribuída à presença de partículas primárias  $\text{Al}_{20}\text{CeCr}_2$ . Essas partículas atuaram como obstáculos ao movimento de discordâncias e contribuíram para a transferência de carga durante a deformação compressiva.

- O tratamento térmico da liga Al–13%Ce a 400 °C por até 100 h não promoveu degradação significativa da dureza nem do limite de escoamento. Esse resultado indica a elevada estabilidade térmica associada ao microconstituente eutético Al– $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ .

- A análise automatizada demonstrou que a estabilidade térmica não está restrita à manutenção da fração de fase. Embora a fração aparente da fase intermetálica tenha permanecido relativamente estável, foram observadas alterações locais relacionadas à forma, área, conectividade e espaçamento equivalente das partículas.

- A comparação entre o método convencional dos interceptos e o espaçamento equivalente por análise de área evidenciou o caráter complementar dessas métricas. O método dos interceptos descreve o espaçamento linear local entre constituintes eutéticos, enquanto o  $\lambda_{\text{eq}}$  é mais sensível à densidade de partículas, à conectividade e à individualização das regiões intermetálicas segmentadas.

- O método de Li apresentou o melhor desempenho na segmentação das micrografias, com maiores valores médios de Dice e IoU em comparação às máscaras manuais de referência. Esse resultado indica maior concordância entre a segmentação automatizada e a segmentação manual para o conjunto de imagens avaliado.

- O pipeline de PDI permitiu quantificar de forma reprodutível a evolução morfológica do eutético Al– $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ . A metodologia reduziu a subjetividade da análise manual, aumentou a robustez estatística da caracterização metalográfica e possibilitou a extração sistemática de descritores morfológicos e espaciais.

Em conjunto, os resultados confirmam o potencial das ligas Al–Ce e Al–Ce–Cr para aplicações em temperaturas elevadas. A combinação entre

solidificação controlada, adição de elementos de baixa difusividade e análise microestrutural automatizada constitui uma estratégia promissora para o desenvolvimento de ligas de alumínio termicamente estáveis.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Embora esta Dissertação tenha estabelecido correlações entre parâmetros térmicos de solidificação, evolução microestrutural, resposta mecânica e análise automatizada de imagens, alguns aspectos podem ser aprofundados em trabalhos futuros.

Recomenda-se, inicialmente, ampliar a faixa de taxas de resfriamento investigadas, como aquelas associadas à manufatura aditiva ou a processos de solidificação rápida. Essa abordagem permitiria avaliar os limites cinéticos do crescimento eutético Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> e a estabilidade da fase primária Al<sub>20</sub>CeCr<sub>2</sub> em regimes de resfriamento mais elevados.

Do ponto de vista microestrutural, sugere-se a utilização de técnicas tridimensionais, como microtomografia de raios X, FIB-SEM ou reconstrução volumétrica por seccionamento seriado. Essas técnicas poderiam complementar as análises bidimensionais realizadas neste trabalho, permitindo avaliar com maior precisão a conectividade, a distribuição espacial e os mecanismos de coalescência ou esferoidização das fases intermetálicas durante o tratamento térmico.

No campo mecânico, recomenda-se a realização de ensaios em temperatura elevada, especialmente compressão, fluência e fadiga térmica entre 300 °C e 500 °C. Esses ensaios permitiriam avaliar a estabilidade das propriedades em condições mais próximas das aplicações reais, especialmente em componentes sujeitos a carregamentos térmicos e mecânicos prolongados.

Também se recomenda investigar variações graduais no teor de Cr e a adição de outros elementos de baixa difusividade, como Mn, V, Mo ou W. A associação entre experimentos de solidificação, simulações termodinâmicas e modelagem cinética pode contribuir para o desenvolvimento de ligas Al–Ce–X com microestruturas projetadas de forma mais preditiva.

Por fim, o pipeline de PDI desenvolvido neste trabalho pode ser aprimorado por meio da incorporação de técnicas de aprendizado de máquina, segmentação supervisionada ou métodos híbridos de validação. Esse avanço permitiria aumentar a robustez da segmentação, reduzir limitações associadas à

conectividade das partículas e ampliar a aplicação da metodologia para outros sistemas eutéticos e ligas fundidas complexas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] D.K. Saini, R. Gope, R. Patel, A. Mandal, Aging Behavior Analysis of Al-Ce-Based Alloys Using Hardness and Microstructural Quantification, *J. Mater. Eng. Perform.* 34 (2025) 17972–17984. <https://doi.org/10.1007/s11665-024-10436-3>.
- [2] J. Stinehart, L.F.L. Pizano, W. Xiong, L. Zhou, Creep property and microstructural evolution of laser powder bed fused binary Al–10Ce alloy, *Materials Science and Engineering: A* 885 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145631>.
- [3] E.T. Stromme, H.B. Henderson, Z.C. Sims, M.S. Kesler, D. Weiss, R.T. Ott, F. Meng, S. Kassoumeh, J. Evangelista, G. Begley, O. Rios, Ageless Aluminum-Cerium-Based Alloys in High-Volume Die Casting for Improved Energy Efficiency, *JOM* 70 (2018) 866–871. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-2861-9>.
- [4] Y. Guo, J. Hu, Q. Han, B. Sun, J. Wang, C. Liu, Microstructure diversity dominated by the interplay between primary intermetallics and eutectics for Al-Ce heat-resistant alloys, *J. Alloys Compd.* 899 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162914>.
- [5] Y. Liu, R.A. Michi, D.C. Dunand, Cast near-eutectic Al-12.5 wt.% Ce alloy with high coarsening and creep resistance, *Materials Science and Engineering: A* 767 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138440>.
- [6] Z.C. Sims, D. Weiss, S.K. McCall, M.A. McGuire, R.T. Ott, T. Geer, O. Rios, P.A.E. Turchi, Cerium-Based, Intermetallic-Strengthened Aluminum Casting Alloy: High-Volume Co-product Development, *JOM* 68 (2016) 1940–1947. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1943-9>.
- [7] R.T. Nguyen, D.D. Imholte, O.R. Rios, D. Weiss, Z. Sims, E. Stromme, S.K. McCall, Anticipating impacts of introducing aluminum-cerium alloys into the United States automotive market, *Resour. Conserv. Recycl.* 144 (2019) 340–349. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.02.009>.
- [8] H.S. Park, C.N. Ekaputra, D.C. Dunand, Effect of Fe additions on microstructure and mechanical properties in near-eutectic Al–Ce alloys, *Materials Science and Engineering: A* 882 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145409>.

- [9] T. Wu, A. Plotkowski, A. Shyam, D.C. Dunand, Microstructure and creep properties of cast near-eutectic Al–Ce–Ni alloys, *Materials Science and Engineering: A* 833 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142551>.
- [10] K. Sisco, A. Plotkowski, Y. Yang, D. Leonard, B. Stump, P. Nandwana, R.R. Dehoff, S.S. Babu, Microstructure and properties of additively manufactured Al–Ce–Mg alloys, *Sci. Rep.* 11 (2021). <https://doi.org/10.1038/s41598-021-86370-4>.
- [11] D.R. Manca, A.Y. Churyumov, A. V. Pozdniakov, A.S. Prosviryakov, D.K. Ryabov, A.Y. Krokhin, V.A. Korolev, D.K. Daubarayte, Microstructure and Properties of Novel Heat Resistant Al–Ce–Cu Alloy for Additive Manufacturing, *Metals and Materials International* 25 (2019) 633–640. <https://doi.org/10.1007/s12540-018-00211-0>.
- [12] F. Czerwinski, Thermal stability of aluminum–cerium binary alloys containing the Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> eutectic, *Materials Science and Engineering: A* 809 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140973>.
- [13] F. Czerwinski, Cerium in aluminum alloys, *J. Mater. Sci.* 55 (2020) 24–72. <https://doi.org/10.1007/s10853-019-03892-z>.
- [14] T. Wu, D.C. Dunand, Microstructure and thermomechanical properties of Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub>, *Intermetallics (Barking)* 148 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2022.107636>.
- [15] F. Czerwinski, B. Shalchi Amirkhiz, On the Al–Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> Eutectic Transformation in Aluminum–Cerium Binary Alloys, *Materials* 13 (2020) 4549. <https://doi.org/10.3390/ma13204549>.
- [16] J. Ye, J. Xiao, M. Gao, R. Guan, Nucleation and growth behavior of primary Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> intermetallic compounds during solidification in a hypereutectic Al–Ce alloy, *Journal of Materials Research and Technology* 33 (2024) 667–672. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.09.039>.
- [17] W. Kurz, D.J. Fisher, M. Rappaz, *Fundamentals of Solidification 5th Fully Revised Edition*, Trans Tech Publications, 2023.

- [18] N.A. Belov, E.A. Naumova, D.G. Eskin, Casting alloys of the Al–Ce–Ni system: microstructural approach to alloy design, *Materials Science and Engineering: A* 271 (1999) 134–142. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00343-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00343-3).
- [19] C.N. Ekaputra, J.U. Rakhmonov, C. Leinenbach, D.C. Dunand, Hypereutectic Al–Ce–X (X=Mn, Cr, V, Mo, W) alloys fabricated by laser powder-bed fusion, *Addit. Manuf.* 93 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2024.104442>.
- [20] R. Pöttgen, O. Janka, CeCr<sub>2</sub>Al<sub>20</sub>-type intermetallics - structure-property relationships, *Reviews in Inorganic Chemistry* 43 (2023) 357–383. <https://doi.org/10.1515/revic-2023-0012>.
- [21] Z.C. Sims, O.R. Rios, D. Weiss, P.E.A. Turchi, A. Perron, J.R.I. Lee, T.T. Li, J.A. Hammons, M. Bagge-Hansen, T.M. Willey, K. An, Y. Chen, A.H. King, S.K. McCall, High performance aluminum-cerium alloys for high-temperature applications, *Mater. Horiz.* 4 (2017) 1070–1078. <https://doi.org/10.1039/c7mh00391a>.
- [22] C. Zhang, P. Peng, H. Lv, H. Gao, Y. Wang, J. Wang, B. Sun, Orientation relationships and interface structure between Al<sub>11</sub>Ce<sub>3</sub> and Al in Al–Ce eutectic, *Journal of Materials Research and Technology* 18 (2022) 693–704. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.02.132>.
- [23] R. Mackay, J. Sokolowski, Experimental Observations of Dendrite Coarsening & Al–Si Eutectic Growth in Progressively Quenched Structures of Al–Si–Cu Casting Alloys, *International Journal of Metalcasting* 2 (2008) 57–75. <https://doi.org/10.1007/BF03355428>.
- [24] H. Zhao, A. Ho, A. Davis, A. Antonysamy, P. Prangnell, Automated image mapping and quantification of microstructure heterogeneity in additive manufactured Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, *Mater. Charact.* 147 (2019) 131–145. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.10.027>.
- [25] M. Rusanovsky, O. Beerli, G. Oren, An end-to-end computer vision methodology for quantitative metallography, *Sci. Rep.* 12 (2022). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-08651-w>.

- [26] S. Van Der Walt, J.L. Schönberger, J. Nunez-Iglesias, F. Boulogne, J.D. Warner, N. Yager, E. Gouillart, T. Yu, Scikit-image: Image processing in python, PeerJ 2014 (2014). <https://doi.org/10.7717/peerj.453>.
- [27] S. Staroń, H. Pasiowiec, K. Gola, P. Ledwig, B. Dubiel, Comparative Quantitative Analysis of the Evolution of Precipitates in Inconel 625 Superalloy Manufactured by Laser Powder Bed Fusion Subjected to High-Temperature Creep and Annealing, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 56 (2025) 439–455. <https://doi.org/10.1007/s11661-024-07637-9>.
- [28] S. El-Hadad, M.E. Moussa, E. Riedel, M. Ahmed, R. Bähr, A. Nofal, Solidification Processing of Al-Ce Alloys for High-Temperature Applications, in: *INALCO 2023*, MDPI, Basel Switzerland, 2023: p. 17. <https://doi.org/10.3390/engproc2023043017>.
- [29] J. Ye, K. Dai, M. Gao, J. Chen, R. Guan, Primary phase transformation mechanism in a hypereutectic Al-Ce alloy during rapid solidification, *Mater. Lett.* 340 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.134172>.
- [30] J. Qi, E.C. Bryan, D.C. Dunand, Effects of mischmetal composition and cooling rates on the microstructure and mechanical properties of Al-(Ce, La, Nd) eutectic alloys, *Materials Science and Engineering: A* 925 (2025) 147912. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2025.147912>.
- [31] J.A. Dantzig, M. Rappaz, *Solidification - 2nd Edition*, 2nd edition, EPFL Press, Lausanne, 2016.
- [32] D. Bouchard, J.S. Kirkaldy, Prediction of dendrite arm spacings in unsteady-and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys, *Metallurgical and Materials Transactions B* 28 (1997) 651–663. <https://doi.org/10.1007/s11663-997-0039-x>.
- [33] R. Trivedi, W. Kurz, Dendritic growth, *International Materials Reviews* 39 (1994) 49–74. <https://doi.org/10.1179/imr.1994.39.2.49>.
- [34] M. Rappaz, Ch.-A. Gandin, Probabilistic modelling of microstructure formation in solidification processes, *Acta Metallurgica et Materialia* 41 (1993) 345–360. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90065-Z](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90065-Z).

- [35] C. da Silva, T. Soares, N. Cheung, A. Garcia, D.A.P. Reis, C. Brito, Dendritic Spacing and Macroseggregation Affecting Microhardness of an Al-Si-Mg Alloy Solidified Under Unsteady State Conditions, *Materials Research* 22 (2019). <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2019-0390>.
- [36] V. Vijeesh, K.N. Prabhu, Review of microstructure evolution in hypereutectic Al-Si alloys and its effect on wear properties, *Transactions of the Indian Institute of Metals* 67 (2014) 1–18. <https://doi.org/10.1007/s12666-013-0327-x>.
- [37] S.A. Whalen, M. Reza-E-Rabby, B.K. Milligan, B.J. Schuessler, T.J. Roosendaal, T.L. Lemmon, *Wrought Aluminum-Cerium Alloys by Shear Assisted Processing and Extrusion*, Richland, WA, 2024. [www.osti.gov](http://www.osti.gov).
- [38] H. Okamoto, Al-Ce (Aluminum-Cerium), *J. Phase Equilibria Diffus.* 32 (2011) 392–393. <https://doi.org/10.1007/s11669-011-9914-x>.
- [39] D. Weiss, Castability and Characteristics of High Cerium Aluminum Alloys, in: *Advanced Casting Technologies*, InTech, 2018. <https://doi.org/10.5772/intechopen.72830>.
- [40] C.N. Ekaputra, J.-E. Mogonye, D.C. Dunand, Microstructure and mechanical properties of cast, eutectic Al-Ce-Ni-Mn-Sc-Zr alloys with multiple strengthening mechanisms, *Acta Mater.* 274 (2024) 120006. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2024.120006>.
- [41] K.A. Gschneidner, F.W. Calderwood, Chapter 54 Intra rare earth binary alloys: Phase relationships, lattice parameters and systematics, *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths* 8 (1986) 1–161. [https://doi.org/10.1016/S0168-1273\(86\)08004-2](https://doi.org/10.1016/S0168-1273(86)08004-2).
- [42] J.R. Davis, *Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM International, Materials Park, OH, 1993.
- [43] Y. Birol, Impact of grain size on mechanical properties of AlSi7Mg0.3 alloy, *Materials Science and Engineering: A* 559 (2013) 394–400. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.115>.
- [44] E. Samuel, B. Golbahar, A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, Effect of grain refiner on the tensile and impact properties of Al–Si–Mg cast alloys,

- Materials & Design (1980-2015) 56 (2014) 468–479.  
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.058>.
- [45] ASM International Handbook Committee, ASM Handbook, Volume 15: Casting, ASM International, Materials Park, OH, 2008.  
[https://www.asminternational.org/results/-/journal\\_content/56/05115G/PUBLICATION/](https://www.asminternational.org/results/-/journal_content/56/05115G/PUBLICATION/) (accessed December 12, 2025).
- [46] E. Ghassemali, M. Riestra, T. Bogdanoff, B.S. Kumar, S. Seifeddine, Hall-Petch equation in a hypoeutectic Al-Si cast alloy: grain size vs. secondary dendrite arm spacing, *Procedia Eng.* 207 (2017) 19–24.  
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.731>.
- [47] V.S. Zolotarevskii, N.A. Belov, M. V. Glazoff, *Casting aluminum alloys*, Elsevier, Amsterdam, 2007.
- [48] R.A. Michi, K. Sisco, S. Bahl, Y. Yang, J.D. Poplawsky, L.F. Allard, R.R. Dehoff, A. Plotkowski, A. Shyam, A creep-resistant additively manufactured Al-Ce-Ni-Mn alloy, *Acta Mater.* 227 (2022) 117699.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2022.117699>.
- [49] J.E. Hatch, *Aluminum: Properties and physical metallurgy*, ASM International, 1984.
- [50] G.E. Totten, D.Scott. MacKenzie, *Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes*, Marcel Dekker, New York, 2003.
- [51] S.K. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman, D.L. Chen, Ageing characteristics and high-temperature tensile properties of Al–Si–Cu–Mg alloys with micro-additions of Cr, Ti, V and Zr, *Materials Science and Engineering: A* 652 (2016) 353–364. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.049>.
- [52] Lennart. Bäckerud, Guocai. Chai, Jarmo. Tamminen, *Solidification characteristics of aluminium alloys. Vol 2, Foundry alloys*, Skanaluminium, Stockholm, 1990.
- [53] L.F. Mondolfo, *Aluminum–Magnesium, Aluminum–Manganese Alloys*, *Aluminum Alloys* (1976) 806–841. <https://doi.org/10.1016/B978-0-408-70932-3.50404-6>.
- [54] E. de Rosso, C.A. dos Santos, A. Garcia, *Microstructure, Hardness, Tensile Strength, and Sliding Wear of Hypoeutectic Al–Si Cast Alloys with Small Cr*

- Additions and Fe-Impurity Content, *Adv. Eng. Mater.* 24 (2022).  
<https://doi.org/10.1002/adem.202001552>.
- [55] S. Li, X. Yue, Q. Li, H. Peng, B. Dong, T. Liu, H. Yang, J. Fan, S. Shu, F. Qiu, Q. Jiang, Development and applications of aluminum alloys for aerospace industry, *Journal of Materials Research and Technology* 27 (2023) 944–983.  
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.274>.
- [56] M.J. Kangas, D.C. Schmitt, A. Sakai, S. Nakatsuji, J.Y. Chan, Structure and physical properties of single crystal PrCr<sub>2</sub>Al<sub>20</sub> and CeM<sub>2</sub>Al<sub>20</sub> (M=V, Cr): A comparison of compounds adopting the CeCr<sub>2</sub>Al<sub>20</sub> structure type, *J. Solid State Chem.* 196 (2012) 274–281. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2012.06.035>.
- [57] B.L. Silva, G.L. Gouveia, N. Cheung, A. Garcia, J.E. Spinelli, Analysis of extensive wetting angle vs. cooling rate data in Bi-, Zn- and Sn-based solder alloys, *Microelectronics Reliability* 135 (2022) 114593.  
<https://doi.org/10.1016/j.microrel.2022.114593>.
- [58] G.L. de Gouveia, A. Garcia, J.E. Spinelli, Tailoring microstructure and tensile properties of Mg-Si alloys varying solidification cooling rate and Si content, *Materials Science and Engineering: A* 825 (2021) 141905.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141905>.
- [59] D.G. McCartney, J.D. Hunt, Measurements of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified aluminium alloys, *Acta Metallurgica* 29 (1981) 1851–1863. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90111-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90111-5).
- [60] B.S. Sobral, P.S. Vieira, T.S. Lima, J.E. Spinelli, N. Cheung, A. Garcia, B.L. Silva, Effects of Zn Addition on Dendritic/Cellular Growth, Phase Formation, and Hardness of a Sn–3.5 wt% Ag Solder Alloy, *Adv. Eng. Mater.* 25 (2023).  
<https://doi.org/10.1002/adem.202201270>.
- [61] R.A.V. Reyes, *Influência da microestrutura na resistência mecânica de ligas hipereutéticas Al-Si solidificadas direcionalmente*, 2016.
- [62] G. Lisboa De Gouveia, *Parâmetros térmicos e de propriedades mecânicas na solidificação de ligas com alto teor de cobre Al-(x)%Cu-7%Si*, São Carlos, 2019.

- [63] ASTM International, ASTM E3-11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM E3-11, West Conshohocken, PA, 2011.
- [64] ASTM International, ASTM E92-17: Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017. <https://doi.org/https://doi.org/10.1520/E0092-17>.
- [65] ASTM International, ASTM E9-19: Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019. <https://doi.org/https://doi.org/10.1520/E0009-19>.
- [66] W. Jiang, W. Yu, J. Li, Z. You, C. Li, X. Lv, Segregation and Morphological Evolution of Si Phase during Electromagnetic Directional Solidification of Hypereutectic Al-Si Alloys, *Materials* 12 (2018) 10. <https://doi.org/10.3390/ma12010010>.
- [67] B. Chanda, G. Potnis, P.P. Jana, J. Das, A review on nano-/ultrafine advanced eutectic alloys, *J. Alloys Compd.* 827 (2020) 154226. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154226>.
- [68] L. Wang, R. Qi, B. Ye, Y. Bai, R. Huang, H. Jiang, W. Ding, Improved Tensile Strength of Al-5Ce Alloy by Permanent Magnet Stirring, *Metallurgical and Materials Transactions A* 51 (2020) 1972–1977. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05723-2>.
- [69] C. Lin, H. Chen, L. Zeng, S. Wu, X. Fang, Microstructures and Properties of V-Modified A380 Aluminum Alloy Produced by High Pressure Rheo-Squeeze Casting with Compound Field Treatment, *Metals (Basel)*. 11 (2021) 587. <https://doi.org/10.3390/met11040587>.
- [70] A. Campbell, P. Murray, E. Yakushina, S. Marshall, W. Ion, New methods for automatic quantification of microstructural features using digital image processing, *Mater. Des.* 141 (2018) 395–406. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.12.049>.
- [71] J. Luengo, R. Moreno, I. Sevillano, D. Charte, A. Peláez-Vegas, M. Fernández-Moreno, P. Mesejo, F. Herrera, A tutorial on the segmentation of metallographic images: Taxonomy, new MetalDAM dataset, deep learning-based ensemble

- model, experimental analysis and challenges, *Information Fusion* 78 (2022) 232–253. <https://doi.org/10.1016/j.inffus.2021.09.018>.
- [72] ASTM International, ASTM E112-10: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, West Conshohocken, PA, 2010. <https://doi.org/10.1520/E0112-10>.
- [73] ASTM International, ASTM E562 - 01: Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, West Conshohocken, PA, 2001.
- [74] Test Methods for Determining Average Grain Size, (2010). <https://doi.org/10.1520/E0112-10>.
- [75] N. Otsu, A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms, *IEEE Trans. Syst. Man Cybern.* 9 (1979) 62–66. <https://doi.org/10.1109/TSMC.1979.4310076>.
- [76] J. Stuckner, B. Harder, T.M. Smith, Microstructure segmentation with deep learning encoders pre-trained on a large microscopy dataset, *NPJ Comput. Mater.* 8 (2022). <https://doi.org/10.1038/s41524-022-00878-5>.
- [77] C.H. Li, C.K. Leet, MINIMUM CROSS ENTROPY THRESHOLDING, 1993.
- [78] Jui-Cheng Yen, Fu-Juay Chang, Shyang Chang, A new criterion for automatic multilevel thresholding, *IEEE Transactions on Image Processing* 4 (1995) 370–378. <https://doi.org/10.1109/83.366472>.
- [79] Y. Han, R. Li, S. Yang, Q. Chen, B. Wang, Y. Liu, Center-environment feature models for materials image segmentation based on machine learning, *Sci. Rep.* 12 (2022). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-16824-w>.
- [80] C.H. Li, P.K.S. Tam, An iterative algorithm for minimum cross entropy thresholding, 1998.
- [81] G.W. Zack, W.E. Rogers, S.A. Latt, Automatic measurement of sister chromatid exchange frequency., *Journal of Histochemistry & Cytochemistry* 25 (1977) 741–753. <https://doi.org/10.1177/25.7.70454>.
- [82] P. Hidalgo-Manrique, J.D. Robson, Interaction Between Precipitate Basal Plates and Tensile Twins in Magnesium Alloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 50 (2019) 3855–3867. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05301-1>.



## APÊNDICE A – Código do processamento digital de imagens

Pipeline PDI — Microestrutura Al–Ce

```
# -*- coding: utf-8 -*-
```

```
"""
```

Pipeline PDI — Microestrutura Al–Ce-X com validação por máscaras "análise"

Estrutura esperada no Google Drive:

```
/content/drive/MyDrive/Pesquisas/mastercode/Binaria/
```

```
  P1/
```

```
    0h/
```

```
    10h/
```

```
    100h/
```

```
  P5/
```

```
    0h/
```

```
    10h/
```

```
    100h/
```

Dentro de cada pasta podem existir:

- imagens originais: exemplo.tif, exemplo.TIF, exemplo.png...

- máscaras manuais/binárias: exemploanálise.tif ou exemplo\_análise.tif

A versão atual também gera mapas rainbow por partícula para validação qualitativa da conectividade/união indevida de partículas.

**IMPORTANTE:**

Imagens com "análise" no nome NÃO entram no processamento geral.

Elas são usadas apenas como máscaras de referência para validar a segmentação.

```
"""
```

```
# =====
```

```
# BLOCO 1 — IMPORTAÇÕES
```

```
# =====
```

```
import os
```

```
import re
```

```
import json
```

```
import math
```

```
import warnings
```

```
from pathlib import Path
```

```
import numpy as np
```

```
import pandas as pd
```

```
import matplotlib.pyplot as plt
```

```
from skimage import io, color, exposure, filters, morphology, measure, segmentation, util
```

```

from scipy import ndimage as ndi
from scipy import stats

warnings.filterwarnings("ignore", category=FutureWarning)
warnings.filterwarnings("ignore", category=UserWarning)

# =====
# BLOCO 2 — CONFIGURAÇÕES GERAIS
# =====

USE_GOOGLE_DRIVE = True

if USE_GOOGLE_DRIVE:
    try:
        from google.colab import drive
        if not os.path.exists("/content/drive"):
            drive.mount("/content/drive")
    except Exception:
        print("Ambiente local detectado. Montagem do Google Drive ignorada.")

SOURCE_DIR = "/content/drive/MyDrive/Pesquisas/mastercode/Binaria"
BASE_OUTPUT_DIR = "/content/drive/MyDrive/Pesquisas/mastercode/Codigo_PDI_Validado_Drive"

# Para teste local, descomente e ajuste:
# SOURCE_DIR = "/mnt/data/Pesquisas/Binaria"
# BASE_OUTPUT_DIR = "/mnt/data/Codigo_PDI_Validado_Drive"

# Escala física
PIXELS_PER_UM = 11.55
SCALE_PX_TO_UM = 1.0 / PIXELS_PER_UM

# Pré-processamento
# O corte deve ser aplicado antes da binarização/segmentação.
# O mesmo corte é aplicado às máscaras "análise" durante a validação.
# Opções: "none" ou "bottom".
CROP_MODE = "bottom"
CROP_FACTOR = 0.85
CONTRAST_PERCENTILES = (1, 99)

# Segmentação automática principal
SEGMENTATION_METHOD = "otsu" # "otsu", "yen", "li", "triangle", "local"
LOCAL_BLOCK_SIZE = 51
LOCAL_OFFSET = -5

# Limpeza morfológica
MIN_AREA_UM2 = 0.03
MIN_PARTICLE_SIZE_PX = max(3, int((MIN_AREA_UM2 / (SCALE_PX_TO_UM ** 2))))
CLOSING_RADIUS_PX = 1
REMOVE_BORDER_OBJECTS = False

```

```

# Classificação morfológica por regras geométricas
SMALL_EQ_DIAMETER_PX = 5
AR_LAMELLAR = 3.0
AR_AXIAL_MAX = 2.0
CIRC_AXIAL_MIN = 0.60
SOLIDITY_AXIAL_MIN = 0.88

# leq por análise de área
WINDOW_SIZE_PX = 50
WINDOW_OVERLAP = 0.50
EUTECTIC_ZONE_DISTANCE_PX = 15
MIN_VALID_ZONE_FRACTION = 0.95

# Validação com máscaras manuais/binárias
VALIDATE_WITH_ANALISE_MASKS = True
ANALISE_TOKEN = "análise"
MANUAL_MASK_WHITE_IS_PHASE = True
COMPARE_SEGMENTATION_METHODS_IN_VALIDATION = True
METHODS_TO_COMPARE = ["otsu", "li", "yen", "triangle", "local"]

# Se True, imagens em pasta 5h ou com nome contendo 5h serão agrupadas como 10h
MERGE_5H_WITH_10H = False

# Salvamentos
SAVE_QC_FIGURES = True
SAVE_INDIVIDUAL_MASKS = True
SAVE_MORPHOLOGY_MAPS = True
SAVE_VALIDATION_FIGURES = True

# Validação qualitativa por mapas rainbow
# Modo principal: cada componente conectado recebe uma cor própria.
# Uniões indevidas aparecem como uma única região de mesma cor, facilitando
# a inspeção visual da segmentação.
SAVE_RAINBOW_MAPS = True
SAVE_RAINBOW_OVERLAY = True
RAINBOW_COLOR_MODE = "unique" # opções: "unique" ou "adjacency_minimal"
RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX = 2
RAINBOW_OVERLAY_ALPHA = 0.45
RAINBOW_CMAP = "hsv_golden"

DISPLAY_NAMES = {
    "P1": "15,9 °C/s",
    "P5": "0,7 °C/s"
}

MORPH_COLORS = {
    "Ramificada": (1.0, 0.0, 0.0),
    "Lamelar": (1.0, 0.647, 0.0),
    "Axial": (0.0, 0.0, 1.0)
}

```

```

}

TIME_ORDER = {"0h": 0, "5h": 1, "10h": 2, "100h": 3, "Indefinido": 99}
IMAGE_EXTS = {".tif", ".tiff", ".png", ".jpg", ".jpeg", ".bmp"}

# =====
# BLOCO 3 — PASTAS E REGISTRO DE PARÂMETROS
# =====
def create_output_structure(base_dir):
    folders = [
        "01_Imagens_QC",
        "02_Máscaras_Binarias",
        "03_Mapas_Morfologicos",
        "03A_Mapas_Rainbow",
        "03B_Rainbow_Overlay",
        "04_Dados_Brutos",
        "05_Resumo_Estatistico",
        "06_Graficos",
        "07_Validacao",
        "07_Validacao/Comparacoes",
        "07_Validacao/Máscaras_Automaticas",
        "07_Validacao/Resumo_Metodos",
    ]
    Path(base_dir).mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    for folder in folders:
        Path(base_dir, folder).mkdir(parents=True, exist_ok=True)

def save_parameters(base_dir):
    params = {
        "SOURCE_DIR": SOURCE_DIR,
        "BASE_OUTPUT_DIR": BASE_OUTPUT_DIR,
        "PIXELS_PER_UM": PIXELS_PER_UM,
        "SCALE_PX_TO_UM": SCALE_PX_TO_UM,
        "CROP_MODE": CROP_MODE,
        "CROP_FACTOR": CROP_FACTOR,
        "CONTRAST_PERCENTILES": CONTRAST_PERCENTILES,
        "SEGMENTATION_METHOD": SEGMENTATION_METHOD,
        "LOCAL_BLOCK_SIZE": LOCAL_BLOCK_SIZE,
        "LOCAL_OFFSET": LOCAL_OFFSET,
        "MIN_AREA_UM2": MIN_AREA_UM2,
        "MIN_PARTICLE_SIZE_PX": MIN_PARTICLE_SIZE_PX,
        "CLOSING_RADIUS_PX": CLOSING_RADIUS_PX,
        "REMOVE_BORDER_OBJECTS": REMOVE_BORDER_OBJECTS,
        "WINDOW_SIZE_PX": WINDOW_SIZE_PX,
        "WINDOW_OVERLAP": WINDOW_OVERLAP,
        "EUTECTIC_ZONE_DISTANCE_PX": EUTECTIC_ZONE_DISTANCE_PX,
        "MIN_VALID_ZONE_FRACTION": MIN_VALID_ZONE_FRACTION,
        "VALIDATE_WITH_ANÁLISE_MASKS": VALIDATE_WITH_ANÁLISE_MASKS,
    }

```

```

"ANÁLISE_TOKEN": ANÁLISE_TOKEN,
"MANUAL_MASK_WHITE_IS_PHASE": MANUAL_MASK_WHITE_IS_PHASE,
"COMPARE_SEGMENTATION_METHODS_IN_VALIDATION":
COMPARE_SEGMENTATION_METHODS_IN_VALIDATION,
"METHODS_TO_COMPARE": METHODS_TO_COMPARE,
"MERGE_5H_WITH_10H": MERGE_5H_WITH_10H,
"SAVE_RAINBOW_MAPS": SAVE_RAINBOW_MAPS,
"SAVE_RAINBOW_OVERLAY": SAVE_RAINBOW_OVERLAY,
"RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX": RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX,
"RAINBOW_OVERLAY_ALPHA": RAINBOW_OVERLAY_ALPHA,
"RAINBOW_COLOR_MODE": RAINBOW_COLOR_MODE,
"RAINBOW_CMAP": RAINBOW_CMAP,
}
with open(Path(base_dir, "parametros_processamento.json"), "w", encoding="utf-8") as f:
    json.dump(params, f, indent=4, ensure_ascii=False)

# =====
# BLOCO 4 — LOCALIZAÇÃO DAS IMAGENS E PAREAMENTO COM MÁSCARAS "ANÁLISE"
# =====

def is_image_file(path):
    return Path(path).suffix.lower() in IMAGE_EXTS

def is_análise_mask(path):
    return ANÁLISE_TOKEN.lower() in Path(path).stem.lower()

def safe_name(filename):
    name = Path(filename).stem
    return re.sub(r"[^w\-\_]+", "-", name)

def normalize_pair_key(path_or_name):
    """Cria uma chave para parear original e máscara análise dentro da mesma pasta."""
    stem = Path(path_or_name).stem.lower()
    stem = stem.replace(ANÁLISE_TOKEN.lower(), "")
    stem = re.sub(r"[s\_(-)]+", "", stem)
    return stem

def get_taxa_from_path(path):
    parts = [p.lower() for p in Path(path).parts]
    if "p1" in parts:
        return "P1"
    if "p5" in parts:
        return "P5"
    text = str(path).lower()
    if "p1" in text:
        return "P1"

```

```

if "p5" in text:
    return "P5"
return "Indefinido"

```

```

def get_time_from_path_or_name(path):
    parts = [p.lower() for p in Path(path).parts]
    for candidate in ["100h", "10h", "5h", "0h"]:
        if candidate in parts:
            if candidate == "5h" and MERGE_5H_WITH_10H:
                return "10h"
            return candidate

    f = Path(path).stem.lower()
    if re.search(r"^[_\-\s]100h?([\_\-\s])", f) or "100h" in f:
        return "100h"
    if re.search(r"^[_\-\s]10h?([\_\-\s])", f) or "10h" in f:
        return "10h"
    if re.search(r"^[_\-\s]5h?([\_\-\s])", f) or "5h" in f:
        return "10h" if MERGE_5H_WITH_10H else "5h"
    if re.search(r"^[_\-\s]0h?([\_\-\s])", f) or re.search(r"^[_\-\s]0[\_\-\s]", f):
        return "0h"
    return "Indefinido"

```

```

def discover_dataset(source_dir):
    """Retorna uma tabela de imagens originais e suas máscaras análise pareadas.

    Imagens com 'análise' são excluídas do processamento geral e usadas apenas na validação.
    O pareamento é feito dentro da mesma pasta, removendo o token 'análise' do nome.
    """
    source = Path(source_dir)
    if not source.exists():
        raise FileNotFoundError(f"Pasta não encontrada: {source_dir}")

    all_files = sorted([p for p in source.rglob("**") if p.is_file() and is_image_file(p)])
    mask_files = [p for p in all_files if is_análise_mask(p)]
    original_files = [p for p in all_files if not is_análise_mask(p)]

    # Mapa: (pasta, chave_normalizada) -> máscara análise
    mask_map = {}
    duplicate_masks = []
    for mp in mask_files:
        key = (mp.parent.resolve(), normalize_pair_key(mp.name))
        if key in mask_map:
            duplicate_masks.append(str(mp))
        else:
            mask_map[key] = mp

```

```

rows = []
for op in original_files:
    key = (op.parent.resolve(), normalize_pair_key(op.name))
    manual_mask = mask_map.get(key)
    rows.append({
        "path": op,
        "filename": op.name,
        "relative_path": str(op.relative_to(source)),
        "folder": str(op.parent.relative_to(source)),
        "taxa": get_taxa_from_path(op),
        "tempo": get_time_from_path_or_name(op),
        "manual_mask_path": manual_mask,
        "manual_mask_filename": manual_mask.name if manual_mask else "",
        "has_manual_mask": manual_mask is not None,
    })

df = pd.DataFrame([[k: (str(v) if isinstance(v, Path) else v) for k, v in row.items()] for row in rows])
info = {
    "total_image_files_found": len(all_files),
    "original_files_to_process": len(original_files),
    "análise_masks_found": len(mask_files),
    "paired_masks": int(df["has_manual_mask"].sum()) if not df.empty else 0,
    "unpaired_análise_masks": len(mask_files) - (int(df["has_manual_mask"].sum()) if not df.empty else 0),
    "duplicate_masks": duplicate_masks,
}
return df, info

# =====
# BLOCO 5 — PRÉ-PROCESSAMENTO E SEGMENTAÇÃO
# =====

def to_uint8_gray(raw):
    if raw.ndim > 2:
        gray = color.rgb2gray(raw[:, :, :3])
        gray = util.img_as_ubyte(gray)
    else:
        gray = raw.copy()
        if gray.dtype != np.uint8:
            gray = exposure.rescale_intensity(gray, out_range=(0, 255)).astype(np.uint8)
    return gray

def apply_crop(gray):
    if CROP_MODE.lower() == "none":
        return gray
    if CROP_MODE.lower() == "bottom":
        h, _ = gray.shape
        return gray[:int(h * CROP_FACTOR), :]
    raise ValueError("CROP_MODE deve ser 'none' ou 'bottom'.")

```

```

def normalize_contrast(gray):
    p_low, p_high = np.percentile(gray, CONTRAST_PERCENTILES)
    if p_high <= p_low:
        return gray.astype(np.uint8)
    return exposure.rescale_intensity(gray, in_range=(p_low, p_high), out_range=(0, 255)).astype(np.uint8)

```

```

def load_and_preprocess(img_path):
    raw = io.imread(str(img_path))
    gray = to_uint8_gray(raw)
    used = apply_crop(gray)
    norm = normalize_contrast(used)
    return raw, used, norm

```

```

def segment_image(img, method=SEGMENTATION_METHOD):
    method = method.lower()
    if method == "otsu":
        threshold = filters.threshold_otsu(img)
        mask = img > threshold
    elif method == "yen":
        threshold = filters.threshold_yen(img)
        mask = img > threshold
    elif method == "li":
        threshold = filters.threshold_li(img)
        mask = img > threshold
    elif method == "triangle":
        threshold = filters.threshold_triangle(img)
        mask = img > threshold
    elif method == "local":
        threshold = filters.threshold_local(img, block_size=LOCAL_BLOCK_SIZE, offset=LOCAL_OFFSET)
        mask = img > threshold
    else:
        raise ValueError(f"Método de segmentação não reconhecido: {method}")

    mask = morphology.remove_small_objects(mask.astype(bool), min_size=MIN_PARTICLE_SIZE_PX)
    if CLOSING_RADIUS_PX > 0:
        mask = morphology.binary_closing(mask, morphology.disk(CLOSING_RADIUS_PX))
    if REMOVE_BORDER_OBJECTS:
        mask = segmentation.clear_border(mask)
    return mask

```

```

def load_manual_mask(mask_path, target_shape=None):
    raw = io.imread(str(mask_path))
    gray = to_uint8_gray(raw)
    used = apply_crop(gray)
    # binarização da máscara manual: branco = fase, preto = fundo

```

```

manual = used > filters.threshold_otsu(used) if np.unique(used).size > 2 else used > 0
if not MANUAL_MASK_WHITE_IS_PHASE:
    manual = ~manual

if target_shape is not None and manual.shape != target_shape:
    # Ajuste conservador: recorta para a interseção comum. Não faz resize para não distorcer a máscara.
    h = min(manual.shape[0], target_shape[0])
    w = min(manual.shape[1], target_shape[1])
    manual = manual[:h, :w]
return manual.astype(bool)

# =====
# BLOCO 6 — DESCRITORES, MORFOLOGIA E leq
# =====
def classify_from_descriptors(eq_diameter_px, major_px, minor_px, aspect_ratio, circularity, solidity):
    if eq_diameter_px < SMALL_EQ_DIAMETER_PX:
        return "Axial"
    if minor_px == 0 or not np.isfinite(aspect_ratio):
        return "Ramificada"
    if aspect_ratio > AR_LAMELLAR:
        return "Lamelar"
    if aspect_ratio < AR_AXIAL_MAX and circularity > CIRC_AXIAL_MIN and solidity > SOLIDITY_AXIAL_MIN:
        return "Axial"
    return "Ramificada"

def extract_particle_table(label_img, filename, taxa, tempo):
    props = measure.regionprops_table(
        label_img,
        properties=(
            "label", "area", "perimeter", "equivalent_diameter",
            "major_axis_length", "minor_axis_length", "solidity",
            "eccentricity", "orientation", "centroid"
        )
    )
    df = pd.DataFrame(props)
    if df.empty:
        return df

    df = df.rename(columns={
        "label": "ID_Partícula",
        "area": "Area_px",
        "perimeter": "Perimetro_px",
        "equivalent_diameter": "Diametro_Equivalente_px",
        "major_axis_length": "Eixo_Maior_px",
        "minor_axis_length": "Eixo_Menor_px",
        "solidity": "Solidez",
        "eccentricity": "Excentricidade",
        "orientation": "Orientacao_rad",
    })

```

```

"centroid-0": "Centroide_y",
"centroid-1": "Centroide_x",
})

df["Area_um2"] = df["Area_px"] * (SCALE_PX_TO_UM ** 2)
df["Perimetro_um"] = df["Perimetro_px"] * SCALE_PX_TO_UM
df["Diametro_Equivalente_um"] = df["Diametro_Equivalente_px"] * SCALE_PX_TO_UM
df["Razao_Aspecto"] = np.where(df["Eixo_Menor_px"] > 0, df["Eixo_Maior_px"] / df["Eixo_Menor_px"], np.inf)
df["Circularidade"] = np.where(df["Perimetro_px"] > 0, (4 * np.pi * df["Area_px"]) / (df["Perimetro_px"] ** 2), np.nan)

df["Classe_Morfologica"] = [
    classify_from_descriptors(eq, maj, minor, ar, circ, sol)
    for eq, maj, minor, ar, circ, sol in zip(
        df["Diametro_Equivalente_px"], df["Eixo_Maior_px"], df["Eixo_Menor_px"],
        df["Razao_Aspecto"], df["Circularidade"], df["Solidez"]
    )
]

df.insert(0, "Arquivo", filename)
df.insert(1, "Taxa", taxa)
df.insert(2, "Tempo", tempo)
return df

```

```

def create_morphology_map(label_img, particle_df):
    morph_map = np.zeros((*label_img.shape, 3), dtype=float)
    if particle_df.empty:
        return morph_map
    class_by_label = dict(zip(particle_df["ID_Partacula"], particle_df["Classe_Morfologica"]))
    for label_value, cls in class_by_label.items():
        morph_map[label_img == label_value] = MORPH_COLORS.get(cls, (1, 1, 1))
    return morph_map

```

```

def build_label_adjacency(label_img, radius=2):

```

```

    """

```

Constrói um grafo de adjacência entre componentes conectados.

Dois rótulos são considerados vizinhos quando pixels pertencentes a objetos diferentes estão separados por uma distância menor ou igual ao raio definido.

Esta função é usada apenas para registrar estatísticas de vizinhança e, opcionalmente, para o modo "adjacency\_minimal".

```

    """

```

```

labels = np.unique(label_img)
labels = labels[labels != 0]
adjacency = {int(lbl): set() for lbl in labels}
if len(labels) == 0 or radius <= 0:

```

```

return adjacency

offsets = []
r = int(radius)
for dy in range(-r, r + 1):
    for dx in range(-r, r + 1):
        if dy == 0 and dx == 0:
            continue
        if dy * dy + dx * dx <= r * r:
            if dy > 0 or (dy == 0 and dx > 0):
                offsets.append((dy, dx))

h, w = label_img.shape
pairs_all = []
for dy, dx in offsets:
    y1a, y1b = max(0, dy), h + min(0, dy)
    x1a, x1b = max(0, dx), w + min(0, dx)
    y2a, y2b = max(0, -dy), h - max(0, dy)
    x2a, x2b = max(0, -dx), w - max(0, dx)

    a = label_img[y1a:y1b, x1a:x1b]
    b = label_img[y2a:y2b, x2a:x2b]
    mask = (a != 0) & (b != 0) & (a != b)
    if np.any(mask):
        p1 = np.minimum(a[mask], b[mask]).astype(np.int64)
        p2 = np.maximum(a[mask], b[mask]).astype(np.int64)
        pairs_all.append(np.column_stack((p1, p2)))

if not pairs_all:
    return adjacency

pairs_unique = np.unique(np.vstack(pairs_all), axis=0)
for a, b in pairs_unique:
    adjacency[int(a)].add(int(b))
    adjacency[int(b)].add(int(a))
return adjacency

def greedy_color_labels(adjacency):
    """
    Coloração gulosa mínima do grafo de adjacência.

    Este modo economiza cores, mas pode gerar mapas com apenas 2 ou 3 cores.
    Portanto, NÃO é o modo recomendado para validação visual fina. Foi mantido
    apenas como opção metodológica.
    """
    color_assignment = {}
    nodes = sorted(adjacency.keys(), key=lambda n: (len(adjacency[n]), n), reverse=True)
    for node in nodes:

```

```

used = {color_assignment[nbr] for nbr in adjacency[node] if nbr in color_assignment}
color_idx = 0
while color_idx in used:
    color_idx += 1
color_assignment[node] = color_idx
return color_assignment

```

```
def hsv_golden_palette(n):
```

```
    """
```

Gera uma paleta determinística com muitas cores visualmente distintas.

A distribuição dos matizes usa a razão áurea para reduzir a chance de partículas rotuladas em sequência receberem cores muito próximas. A função retorna valores RGB no intervalo 0-1.

```
    """
```

```
    if n <= 0:
```

```
        return np.zeros((0, 3), dtype=np.float32)
```

```
    phi = 0.618033988749895
```

```
    hues = (0.07 + phi * np.arange(n)) % 1.0
```

```
    # Alterna levemente saturação e valor para aumentar contraste local.
```

```
    sats = 0.72 + 0.25 * ((np.arange(n) * 7) % 11) / 10.0
```

```
    vals = 0.86 + 0.12 * ((np.arange(n) * 5) % 7) / 6.0
```

```
    sats = np.clip(sats, 0.70, 0.98)
```

```
    vals = np.clip(vals, 0.82, 1.00)
```

```
    hsv = np.column_stack([hues, sats, vals])
```

```
    try:
```

```
        from matplotlib.colors import hsv_to_rgb
```

```
        rgb = hsv_to_rgb(hsv)
```

```
    except Exception:
```

```
        # fallback simples: usa colormap HSV do Matplotlib
```

```
        cmap = plt.get_cmap("hsv", n)
```

```
        rgb = np.array([cmap(i)[:3] for i in range(n)], dtype=np.float32)
```

```
    return rgb.astype(np.float32)
```

```
def create_unique_label_rainbow(label_img):
```

```
    """
```

Gera mapa rainbow em modo clássico: uma cor própria para cada partícula.

Este é o modo recomendado para validação qualitativa, pois evidencia se o componente conectado foi individualizado corretamente. Quando duas partículas aparecem unidas indevidamente, elas recebem uma única cor, sinalizando visualmente a subsegmentação/união artificial.

```
    """
```

```
    labels = np.unique(label_img)
```

```

labels = labels[labels != 0]
rainbow = np.zeros((*label_img.shape, 3), dtype=np.float32)
color_assignment = {}

if len(labels) == 0:
    return rainbow, color_assignment

if RAINBOW_CMAP == "hsv_golden":
    palette = hsv_golden_palette(len(labels))
else:
    cmap = plt.get_cmap(RAINBOW_CMAP, len(labels))
    palette = np.array([cmap(i)[:3] for i in range(len(labels))], dtype=np.float32)

for i, lbl in enumerate(labels):
    lbl_int = int(lbl)
    color_assignment[lbl_int] = i
    rainbow[label_img == lbl] = palette[i]

return rainbow, color_assignment

def create_rainbow_map(label_img, radius=RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX):
    """
    Gera o mapa pseudocolorido rainbow.

    Modo recomendado: RAINBOW_COLOR_MODE = "unique".
    - Cada partícula segmentada recebe uma cor própria.
    - Partículas vizinhas, por serem rótulos diferentes, recebem cores diferentes.
    - Uniões indevidas aparecem como uma única cor, auxiliando a validação visual.

    Modo opcional: RAINBOW_COLOR_MODE = "adjacency_minimal".
    - Usa coloração mínima de grafo; pode produzir poucas cores e é menos útil
    para inspeção visual detalhada.
    """
    adjacency = build_label_adjacency(label_img, radius=radius)

    if RAINBOW_COLOR_MODE == "adjacency_minimal":
        color_assignment = greedy_color_labels(adjacency)
        rainbow = np.zeros((*label_img.shape, 3), dtype=np.float32)
        if not color_assignment:
            return rainbow, adjacency, color_assignment
        n_colors = max(color_assignment.values()) + 1
        cmap = plt.get_cmap("gist_rainbow", max(n_colors, 2))
        for lbl, cidx in color_assignment.items():
            rainbow[label_img == lbl] = cmap(cidx)[:3]
        return rainbow, adjacency, color_assignment

    # Modo padrão: uma cor por partícula, semelhante ao rainbow do Código 2.5.
    rainbow, color_assignment = create_unique_label_rainbow(label_img)

```

```
return rainbow, adjacency, color_assignment
```

```
def create_rainbow_overlay(gray_img, rainbow_img, alpha=RAINBOW_OVERLAY_ALPHA):
    gray_rgb = color.gray2rgb(gray_img).astype(np.float32)
    if gray_rgb.max() > 1.0:
        gray_rgb /= 255.0
    overlay = (1 - alpha) * gray_rgb + alpha * rainbow_img
    overlay = np.clip(overlay, 0, 1)
    return overlay

def save_rainbow_images(img_norm, label_img, out_base, clean):
    """Salva mapa rainbow puro e overlay rainbow sobre a micrografia normalizada."""
    if not (SAVE_RAINBOW_MAPS or SAVE_RAINBOW_OVERLAY):
        return {}

    Path(out_base, "03A_Mapas_Rainbow").mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    Path(out_base, "03B_Rainbow_Overlay").mkdir(parents=True, exist_ok=True)

    rainbow, adjacency, color_assignment = create_rainbow_map(
        label_img,
        radius=RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX
    )
    overlay = create_rainbow_overlay(img_norm, rainbow, alpha=RAINBOW_OVERLAY_ALPHA)

    if SAVE_RAINBOW_MAPS:
        fig, ax = plt.subplots(figsize=(8, 5))
        ax.imshow(rainbow)
        ax.set_title("Mapa rainbow por partícula")
        ax.axis("off")
        plt.tight_layout()
        fig.savefig(Path(out_base, "03A_Mapas_Rainbow", f"{clean}_rainbow.png"), dpi=300)
        plt.close(fig)

    if SAVE_RAINBOW_OVERLAY:
        fig, ax = plt.subplots(figsize=(8, 5))
        ax.imshow(overlay)
        ax.set_title("Overlay rainbow")
        ax.axis("off")
        plt.tight_layout()
        fig.savefig(Path(out_base, "03B_Rainbow_Overlay", f"{clean}_rainbow_overlay.png"), dpi=300)
        plt.close(fig)

    degrees = [len(v) for v in adjacency.values()] if adjacency else []
    return {
        "N_Cores_Rainbow": int(max(color_assignment.values()) + 1) if color_assignment else 0,
        "Grau_Adjacencia_Max": int(max(degrees)) if degrees else 0,
        "Grau_Adjacencia_Medio": float(np.mean(degrees)) if degrees else 0.0,
    }
```

```

}

def calculate_window_metrics(mask):
    h, w = mask.shape
    stride = max(1, int(WINDOW_SIZE_PX * (1 - WINDOW_OVERLAP)))
    area_window_px = WINDOW_SIZE_PX * WINDOW_SIZE_PX
    area_window_um2 = area_window_px * (SCALE_PX_TO_UM ** 2)
    dist_map = ndi.distance_transform_edt(~mask)
    valid_zone_map = dist_map < EUTECTIC_ZONE_DISTANCE_PX
    rows = []
    for y in range(0, h - WINDOW_SIZE_PX + 1, stride):
        for x in range(0, w - WINDOW_SIZE_PX + 1, stride):
            zone_slice = valid_zone_map[y:y+WINDOW_SIZE_PX, x:x+WINDOW_SIZE_PX]
            valid_fraction = float(np.mean(zone_slice))
            if valid_fraction >= MIN_VALID_ZONE_FRACTION:
                mask_slice = mask[y:y+WINDOW_SIZE_PX, x:x+WINDOW_SIZE_PX]
                n_particles = int(measure.label(mask_slice).max())
                if n_particles > 0:
                    rows.append({
                        "x": x,
                        "y": y,
                        "Area_Janela_um2": area_window_um2,
                        "N_particulas_janela": n_particles,
                        "Lambda_eq_um": math.sqrt(area_window_um2 / n_particles),
                        "Fracao_Fase_Janela": float(np.sum(mask_slice) / area_window_px),
                        "Fracao_Zona_Valida": valid_fraction,
                    })
    return rows

# =====
# BLOCO 7 — VALIDAÇÃO
# =====

def segmentation_metrics(auto_mask, manual_mask):
    h = min(auto_mask.shape[0], manual_mask.shape[0])
    w = min(auto_mask.shape[1], manual_mask.shape[1])
    auto = auto_mask[:h, :w].astype(bool)
    manual = manual_mask[:h, :w].astype(bool)

    tp = np.logical_and(auto, manual).sum()
    fp = np.logical_and(auto, ~manual).sum()
    fn = np.logical_and(~auto, manual).sum()
    tn = np.logical_and(~auto, ~manual).sum()

    dice = (2 * tp) / (2 * tp + fp + fn) if (2 * tp + fp + fn) > 0 else np.nan
    iou = tp / (tp + fp + fn) if (tp + fp + fn) > 0 else np.nan
    precision = tp / (tp + fp) if (tp + fp) > 0 else np.nan
    recall = tp / (tp + fn) if (tp + fn) > 0 else np.nan
    frac_auto = auto.mean()
    frac_manual = manual.mean()

```

```

return {
    "TP": int(tp), "FP": int(fp), "FN": int(fn), "TN": int(tn),
    "Dice": dice,
    "IoU": iou,
    "Precisao": precision,
    "Recall": recall,
    "Fracao_Automatica": frac_auto,
    "Fracao_Manual": frac_manual,
    "Erro_Absoluto_Fracao": abs(frac_auto - frac_manual),
    "Erro_Relativo_Fracao": abs(frac_auto - frac_manual) / frac_manual if frac_manual > 0 else np.nan,
}

def save_validation_figure(img_norm, manual, auto, out_path, title):
    if not SAVE_VALIDATION_FIGURES:
        return
    h = min(img_norm.shape[0], manual.shape[0], auto.shape[0])
    w = min(img_norm.shape[1], manual.shape[1], auto.shape[1])
    img = img_norm[:h, :w]
    man = manual[:h, :w]
    aut = auto[:h, :w]

    man_cont = segmentation.find_boundaries(man, mode="outer")
    aut_cont = segmentation.find_boundaries(aut, mode="outer")
    overlay = np.dstack([img, img, img]).astype(float) / 255.0
    overlay[man_cont] = [0, 1, 0] # verde: manual
    overlay[aut_cont] = [1, 0, 1] # magenta: automático
    overlay[np.logical_and(man_cont, aut_cont)] = [1, 1, 0]

    fig, axes = plt.subplots(1, 4, figsize=(18, 5))
    axes[0].imshow(img, cmap="gray")
    axes[0].set_title("Imagem normalizada")
    axes[1].imshow(man, cmap="gray")
    axes[1].set_title("Máscara análise")
    axes[2].imshow(aut, cmap="gray")
    axes[2].set_title("Máscara automática")
    axes[3].imshow(overlay)
    axes[3].set_title("Contornos: manual/auto")
    for ax in axes:
        ax.axis("off")
    fig.suptitle(title, fontsize=12)
    plt.tight_layout()
    fig.savefig(out_path, dpi=300)
    plt.close(fig)

# =====
# BLOCO 8 — IMAGENS DE CONTROLE
# =====

```

```

def save_qc_images(img_norm, mask, label_img, particle_df, out_base, clean):
    # Garante que as pastas existam mesmo se o Drive demorar a sincronizar
    Path(out_base, "01_Imagens_QC").mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    Path(out_base, "02_Máscaras_Binarias").mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    Path(out_base, "03_Mapas_Morfologicos").mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    Path(out_base, "03A_Mapas_Rainbow").mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    Path(out_base, "03B_Rainbow_Overlay").mkdir(parents=True, exist_ok=True)

    if SAVE_INDIVIDUAL_MASKS:
        fig, ax = plt.subplots(figsize=(8, 5))
        ax.imshow(mask, cmap="gray")
        ax.set_title("Máscara binária")
        ax.axis("off")
        plt.tight_layout()
        mask_dir = Path(out_base, "02_Máscaras_Binarias")
        mask_dir.mkdir(parents=True, exist_ok=True)
        fig.savefig(mask_dir / f"{clean}_mascara.png", dpi=300)
        plt.close(fig)

    contours = segmentation.find_boundaries(mask, mode="outer")
    overlay = np.dstack([img_norm, img_norm, img_norm]).astype(float) / 255.0
    overlay[contours] = [1, 0, 0]
    morph_map = create_morphology_map(label_img, particle_df)
    rainbow, _, _ = create_rainbow_map(label_img, radius=RAINBOW_NEIGHBOR_RADIUS_PX)
    rainbow_overlay = create_rainbow_overlay(img_norm, rainbow, alpha=RAINBOW_OVERLAY_ALPHA)

    if SAVE_QC_FIGURES:
        fig, axes = plt.subplots(1, 5, figsize=(22, 5))
        axes[0].imshow(img_norm, cmap="gray")
        axes[0].set_title("Imagem normalizada")
        axes[1].imshow(mask, cmap="gray")
        axes[1].set_title("Máscara")
        axes[2].imshow(overlay)
        axes[2].set_title("Contorno sobreposto")
        axes[3].imshow(morph_map)
        axes[3].set_title("Mapa morfológico")
        axes[4].imshow(rainbow_overlay)
        axes[4].set_title("Rainbow overlay")
        for ax in axes:
            ax.axis("off")
        plt.tight_layout()
        fig.savefig(Path(out_base, "01_Imagens_QC", f"{clean}_QC.png"), dpi=300)
        plt.close(fig)

    if SAVE_MORPHOLOGY_MAPS:
        fig, ax = plt.subplots(figsize=(8, 5))
        ax.imshow(morph_map)
        ax.set_title("Mapa morfológico")
        ax.axis("off")

```

```

plt.tight_layout()
fig.savefig(Path(out_base, "03_Mapas_Morfologicos", f"{clean}_morfologia.png"), dpi=300)
plt.close(fig)

save_rainbow_images(img_norm, label_img, out_base, clean)

# =====
# BLOCO 9 — ESTATÍSTICA E GRÁFICOS
# =====

def ci95(values):
    values = np.asarray(values, dtype=float)
    values = values[np.isfinite(values)]
    if len(values) < 2:
        return np.nan
    return stats.sem(values) * stats.t.ppf((1 + 0.95) / 2., len(values)-1)

def summarize_by_condition(df_images):
    rows = []
    metrics = [
        "Fracao_Fase_Imagem", "Area_Media_um2", "Lambda_eq_Media_um",
        "Fracao_Fase_Janelas_Media", "Pct_Axial", "Pct_Lamelar", "Pct_Ramificada"
    ]
    if df_images.empty:
        return pd.DataFrame()

    for (taxa, tempo), group in df_images.groupby(["Taxa", "Tempo"]):
        entry = {
            "Taxa": taxa,
            "Tempo": tempo,
            "N_Imagens": len(group),
            "N_Partículas_Total": int(group["N_Partículas"].sum()),
            "N_Janelas_Total": int(group["N_Janelas_Validas"].sum()),
        }
        for metric in metrics:
            vals = group[metric].dropna().values
            entry[f"{metric}_Media"] = np.mean(vals) if len(vals) else np.nan
            entry[f"{metric}_Desvio"] = np.std(vals, ddof=1) if len(vals) > 1 else np.nan
            entry[f"{metric}_IC95"] = ci95(vals) if len(vals) > 1 else np.nan
            entry[f"{metric}_CV_pct"] = 100 * np.std(vals, ddof=1) / np.mean(vals) if len(vals) > 1 and np.mean(vals) != 0 else
np.nan
        rows.append(entry)

    df = pd.DataFrame(rows)
    df["Ordem_Tempo"] = df["Tempo"].map(TIME_ORDER).fillna(99)
    return df.sort_values(["Taxa", "Ordem_Tempo"]).drop(columns=["Ordem_Tempo"])

def summarize_validation(df_val):

```

```

if df_val.empty:
    return pd.DataFrame(), pd.DataFrame()
method_summary = df_val.groupby("Metodo").agg(
    N=("Arquivo", "count"),
    Dice_Media=("Dice", "mean"), Dice_Desvio=("Dice", "std"),
    IoU_Media=("IoU", "mean"), IoU_Desvio=("IoU", "std"),
    Precisao_Media=("Precisao", "mean"), Recall_Media=("Recall", "mean"),
    Erro_Relativo_Fracao_Media=("Erro_Relativo_Fracao", "mean"),
).reset_index().sort_values("Dice_Media", ascending=False)

idx = df_val.groupby("Arquivo")["Dice"].idxmax()
best_by_image = df_val.loc[idx].sort_values(["Taxa", "Tempo", "Arquivo"])
return method_summary, best_by_image

def make_graphs(df_images, df_particles, base_dir):
    graph_dir = Path(base_dir, "06_Graficos")
    if df_images.empty:
        return
    df_images = df_images.copy()
    df_images["Ordem_Tempo"] = df_images["Tempo"].map(TIME_ORDER).fillna(99)
    df_images = df_images.sort_values(["Taxa", "Ordem_Tempo"])

    plt.figure(figsize=(9, 5))
    for taxa, group in df_images.groupby("Taxa"):
        g = group.groupby("Tempo", sort=False)["Fracao_Fase_Imagem"].mean()
        plt.plot(g.index, g.values, marker="o", label=f"{taxa} - {DISPLAY_NAMES.get(taxa, taxa)}")
    plt.ylabel("Fração de fase na imagem")
    plt.xlabel("Tempo")
    plt.title("Fração de fase por condição")
    plt.legend()
    plt.tight_layout()
    plt.savefig(graph_dir / "Fracao_Fase_por_Condicao.png", dpi=300)
    plt.close()

    plt.figure(figsize=(9, 5))
    for taxa, group in df_images.groupby("Taxa"):
        g = group.groupby("Tempo", sort=False)["Lambda_eq_Media_um"].mean()
        plt.plot(g.index, g.values, marker="o", label=f"{taxa} - {DISPLAY_NAMES.get(taxa, taxa)}")
    plt.ylabel("λeq médio (μm)")
    plt.xlabel("Tempo")
    plt.title("Espaçamento eutético equivalente por análise de área")
    plt.legend()
    plt.tight_layout()
    plt.savefig(graph_dir / "Lambda_eq_por_Condicao.png", dpi=300)
    plt.close()

    morph_cols = ["Pct_Ramificada", "Pct_Lamelar", "Pct_Axial"]
    for taxa, group in df_images.groupby("Taxa"):

```

```

morph_mean = group.groupby("Tempo", sort=False)[morph_cols].mean()
if morph_mean.empty:
    continue
bottom = np.zeros(len(morph_mean))
plt.figure(figsize=(8, 5))
for col in morph_cols:
    plt.bar(morph_mean.index, morph_mean[col].values, bottom=bottom, label=col.replace("Pct_", ""))
    bottom += morph_mean[col].values
plt.ylabel("Fração numérica (%)")
plt.xlabel("Tempo")
plt.title(f"Distribuição morfológica - {taxa}")
plt.legend()
plt.tight_layout()
plt.savefig(graph_dir / f"Morfologia_Empilhada_{taxa}.png", dpi=300)
plt.close()

if not df_particles.empty:
    for taxa, group in df_particles.groupby("Taxa"):
        vals = group["Area_um2"].dropna()
        if len(vals) == 0:
            continue
        plt.figure(figsize=(8, 5))
        xmax = np.percentile(vals, 99)
        plt.hist(vals, bins=40, density=True)
        plt.xlim(0, xmax)
        plt.xlabel("Área das partículas (µm²)")
        plt.ylabel("Densidade")
        plt.title(f"Distribuição de área - {taxa}")
        plt.tight_layout()
        plt.savefig(graph_dir / f"Histograma_Area_{taxa}.png", dpi=300)
        plt.close()

# =====
# BLOCO 10 — PROCESSAMENTO PRINCIPAL
# =====

def process_all_images():
    create_output_structure(BASE_OUTPUT_DIR)
    save_parameters(BASE_OUTPUT_DIR)

    df_dataset, info = discover_dataset(SOURCE_DIR)
    with open(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "relatorio_descoberta_dataset.json"), "w", encoding="utf-8") as f:
        json.dump(info, f, indent=4, ensure_ascii=False)
    df_dataset.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "04_Dados_Brutos", "Indice_Imagens_Originais_e_Máscaras.csv"),
index=False)

print("Resumo da leitura do dataset:")
print(f" Total de arquivos de imagem encontrados: {info['total_image_files_found']}")
print(f" Imagens originais a processar: {info['original_files_to_process']}")
print(f" Máscaras 'análise' encontradas: {info['análise_masks_found']}")

```

```

print(f" Pares original × análise encontrados: {info['paired_masks']}")
print(f" Método principal: {SEGMENTATION_METHOD}")
print(f" CROP_MODE: {CROP_MODE}")

if df_dataset.empty:
    raise FileNotFoundError(f"Nenhuma imagem original encontrada em: {SOURCE_DIR}")

particles_tables = []
all_images = []
all_windows = []
qc_rows = []
validation_rows = []

for idx, row in df_dataset.iterrows():
    img_path = Path(row["path"])
    filename = row["filename"]
    clean = safe_name(filename)
    taxa = row["taxa"]
    tempo = row["tempo"]
    manual_mask_path = Path(row["manual_mask_path"]) if row["has_manual_mask"] else None

    _, used_gray, norm = load_and_preprocess(img_path)
    mask = segment_image(norm, SEGMENTATION_METHOD)
    label_img = measure.label(mask)
    particle_df = extract_particle_table(label_img, filename, taxa, tempo)
    particles_tables.append(particle_df)

    window_rows = calculate_window_metrics(mask)
    for wr in window_rows:
        wr.update({"Arquivo": filename, "Taxa": taxa, "Tempo": tempo})
        all_windows.append(wr)

    n_regions = len(particle_df)
    phase_fraction = float(mask.mean())
    morph_pct = particle_df["Classe_Morfologica"].value_counts(normalize=True) * 100 if not particle_df.empty else
pd.Series(dtype=float)
    lambda_vals = [wr["Lambda_eq_um"] for wr in window_rows]
    frac_win_vals = [wr["Fracao_Fase_Janela"] for wr in window_rows]

    all_images.append({
        "Arquivo": filename,
        "Caminho_Relativo": row["relative_path"],
        "Taxa": taxa,
        "Tempo": tempo,
        "Possui_Mascara_Análise": bool(row["has_manual_mask"]),
        "Mascara_Análise": row["manual_mask_filename"],
        "Altura_px": norm.shape[0],
        "Largura_px": norm.shape[1],
        "Area_Analisada_um2": norm.shape[0] * norm.shape[1] * (SCALE_PX_TO_UM ** 2),

```

```

"N_Partículas": n_regions,
"Fracao_Fase_Imagem": phase_fraction,
"Area_Media_um2": particle_df["Area_um2"].mean() if not particle_df.empty else np.nan,
"Area_Desvio_um2": particle_df["Area_um2"].std(ddof=1) if len(particle_df) > 1 else np.nan,
"N_Janelas_Validas": len(window_rows),
"Lambda_eq_Media_um": np.mean(lambda_vals) if lambda_vals else np.nan,
"Lambda_eq_Desvio_um": np.std(lambda_vals, ddof=1) if len(lambda_vals) > 1 else np.nan,
"Fracao_Fase_Janelas_Media": np.mean(frac_win_vals) if frac_win_vals else np.nan,
"Pct_Axial": morph_pct.get("Axial", 0.0),
"Pct_Lamelar": morph_pct.get("Lamelar", 0.0),
"Pct_Ramificada": morph_pct.get("Ramificada", 0.0),
}))

status = "OK"
if n_regions == 0:
    status = "SEM_PARTICULAS"
elif phase_fraction < 0.02:
    status = "FRACAO_MUITO_BAIXA"
elif phase_fraction > 0.70:
    status = "FRACAO_MUITO_ALTA"
elif len(window_rows) == 0:
    status = "SEM_JANELAS_VALIDAS"

qc_rows.append({
    "Arquivo": filename,
    "Caminho_Relativo": row["relative_path"],
    "Taxa": taxa,
    "Tempo": tempo,
    "Status_QC": status,
    "N_Partículas": n_regions,
    "Fracao_Fase_Imagem": phase_fraction,
    "N_Janelas_Validas": len(window_rows),
    "Possui_Mascara_Análise": bool(row["has_manual_mask"]),
})

save_qc_images(norm, mask, label_img, particle_df, BASE_OUTPUT_DIR, clean)

# Validação com a máscara análise pareada, se existir.
if VALIDATE_WITH_ANÁLISE_MASKS and manual_mask_path is not None and manual_mask_path.exists():
    manual = load_manual_mask(manual_mask_path, target_shape=mask.shape)
    methods = METHODS_TO_COMPARE if COMPARE_SEGMENTATION_METHODS_IN_VALIDATION else
[SEGMENTATION_METHOD]
    for method in methods:
        auto = segment_image(norm, method)
        metrics = segmentation_metrics(auto, manual)
        metrics.update({
            "Arquivo": filename,
            "Caminho_Relativo": row["relative_path"],
            "Taxa": taxa,

```

```

        "Tempo": tempo,
        "Mascara_Análise": manual_mask_path.name,
        "Metodo": method,
        "Shape_Imagem": f"{norm.shape[0]}x{norm.shape[1]}",
        "Shape_Mascara": f"{manual.shape[0]}x{manual.shape[1]}",
    })
validation_rows.append(metrics)
if method == SEGMENTATION_METHOD:
    out_png = Path(BASE_OUTPUT_DIR, "07_Validacao", "Comparacoes", f"{clean}_{method}_validacao.png")
    save_validation_figure(norm, manual, auto, out_png, f"{filename} — {method}")
    fig, ax = plt.subplots(figsize=(8, 5))
    ax.imshow(auto, cmap="gray")
    ax.axis("off")
    ax.set_title(f"Máscara automática — {method}")
    plt.tight_layout()
    auto_dir = Path(BASE_OUTPUT_DIR, "07_Validacao", "Máscaras_Automaticas")
    auto_dir.mkdir(parents=True, exist_ok=True)
    fig.savefig(auto_dir / f"{clean}_{method}_auto.png", dpi=300)
    plt.close(fig)

if (idx + 1) % 10 == 0 or (idx + 1) == len(df_dataset):
    print(f"Processadas {idx + 1}/{len(df_dataset)} imagens originais...")

df_particles = pd.concat(particles_tables, ignore_index=True) if particles_tables else pd.DataFrame()
df_images = pd.DataFrame(all_images)
df_windows = pd.DataFrame(all_windows)
df_qc = pd.DataFrame(qc_rows)
df_validation = pd.DataFrame(validation_rows)

df_particles.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "04_Dados_Brutos", "Dados_Por_Partícula.csv"), index=False)
df_images.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "04_Dados_Brutos", "Dados_Por_Imagem.csv"), index=False)
df_windows.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "04_Dados_Brutos", "Dados_Por_Janela_Lambda_eq.csv"),
index=False)
df_qc.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "05_Resumo_Estatístico", "Relatório_QC.csv"), index=False)

summary = summarize_by_condition(df_images)
summary.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "05_Resumo_Estatístico", "Resumo_Por_Condição.csv"), index=False)

make_graphs(df_images, df_particles, BASE_OUTPUT_DIR)

if not df_validation.empty:
    df_validation.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "07_Validacao",
"Metricas_Validacao_Segmentacao_Todos_Metodos.csv"), index=False)
    method_summary, best_by_image = summarize_validation(df_validation)
    method_summary.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "07_Validacao", "Resumo_Metodos",
"Resumo_Validacao_Por_Metodo.csv"), index=False)
    best_by_image.to_csv(Path(BASE_OUTPUT_DIR, "07_Validacao", "Resumo_Metodos",
"Melhor_Metodo_Por_Imagem.csv"), index=False)

```

```
print("\nProcessamento concluído.")
print(f"Resultados salvos em: {BASE_OUTPUT_DIR}")
if not df_validation.empty:
    print(f"Validação concluída com {df_validation['Arquivo'].nunique()} pares original × análise.")
    print("Resumo médio por método:")
    print(summarize_validation(df_validation)[0])

return df_particles, df_images, df_windows, summary, df_qc, df_validation

# =====
# BLOCO 11 — EXECUÇÃO
# =====
if __name__ == "__main__":
    df_particles, df_images, df_windows, df_summary, df_qc, df_validation = process_all_images()
    print("\nResumo por condição:")
    print(df_summary)
```