

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 999 543**

51 Int. Cl.:

G01N 33/2045 (2009.01)

G01N 23/207 (2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.03.2020** **PCT/GB2020/050795**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.11.2020** **WO20221986**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.03.2020** **E 20716548 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.10.2024** **EP 3963320**

54 Título: **Detección no destructiva de anomalías en la superficie y cerca de la superficie en un producto metálico**

30 Prioridad:

30.04.2019 GB 201906037

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.02.2025

73 Titular/es:

THE UNIVERSITY OF SHEFFIELD (100.00%)
Firth Court, Western Bank
Sheffield, South Yorkshire S10 2TN, GB

72 Inventor/es:

BROWN, MATTHEW;
CRAWFORTH, PETER LAWRENCE;
WYNNE, BRADLEY PETER y
GHADBEIGI, HASSAN

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 999 543 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Detección no destructiva de anomalías en la superficie y cerca de la superficie en un producto metálico

Campo técnico

5 Esta invención se refiere a un procedimiento de detección no destructivo de anomalías de superficie y cercanas a la superficie en un producto metálico.

Antecedente

Existe la necesidad de proporcionar un procedimiento para detectar de forma no destructiva anomalías inducidas por el mecanizado, particularmente en los campos de la ingeniería aeroespacial o ferroviaria, por ejemplo.

10 La capa blanca, también conocida como capa amorfa, capa nanocristalina, capa de grabado blanco, banda de cizallamiento adiabático, capa severamente deformada plásticamente o capa afectada por el calor, es una anomalía de superficie o cercana a la superficie que puede formarse en el metal o la aleación de metal durante el proceso de mecanizado. Los procesos de mecanizado incluyen, entre otros, el fresado, taladrado, rectificado, brochado o mecanizado por descarga eléctrica. La capa blanca puede tener un efecto perjudicial en el
15 rendimiento de las partes mecanizadas debido a la alteración de las propiedades mecánicas y microestructurales de la parte mecanizada resultante, en particular una reducción de la vida útil por fatiga. Las capas blancas se encuentran usualmente en la región de la superficie de las partes postmecanizadas, las capas blancas típicamente tienen un espesor que está en el intervalo entre micrómetros y decenas de micrómetros. Las regiones de la capa blanca reciben su nombre debido a su apariencia cuando se observan a través de un
20 microscopio óptico. En general, se supone que el color blanco o ligeramente blanquecino se debe a la dispersión de la luz por los granos constituyentes de la capa.

Se cree comúnmente que la capa blanca que se forma durante el proceso de mecanizado es causada por una transformación de fase, por un refinamiento del grano a través de una deformación plástica severa o por reacciones químicas de la superficie. En algunos casos, la formación de una capa blanca puede verse
25 favorecida por altas velocidades de corte o al cortar con herramientas desgastadas.

Los procedimientos de detección actuales implican típicamente la preparación de una muestra a partir de las muestras mecanizadas inspeccionando las partes prototipo antes de la línea de producción o tomando una parte de un lote de partes de la línea de producción, preparando la parte para el análisis (seccionando, esmerilando y puliendo) y analizando más a fondo la parte en el laboratorio utilizando microscopía.

30 Una de estas técnicas es la microscopía de sección transversal. Este proceso evalúa la sección transversal de una parte. La figura 1 es el ejemplo representativo de una muestra (100) de una parte (es decir, una sección de una parte) sin anomalías (101) de superficie presentes. La figura 2 es una muestra (200) que tiene una capa (201) blanca formada sobre la superficie mecanizada debido a la deformación del material causada por el roce de la herramienta de corte sobre la parte de trabajo.

35 A pesar de ser adecuado para la evaluación de la capa blanca, el procedimiento de análisis por microscopía óptica es costoso e inadecuado para una inspección automatizada, dado que el procedimiento:

i) implica la interrupción del flujo de producción optimizado;

ii) requiere la destrucción de la parte de la superficie mecanizada del lote;

40 iii) no puede emplearse para una fabricación optimizada, dado que demanda mucho tiempo y genera gastos adicionales;

iv) no se pueden probar todas las partes dado que el procedimiento es una técnica destructiva, por lo tanto existe el riesgo de que las partes no probadas presenten anomalías.

La solicitud de patente EP3147653 divulga un procedimiento para analizar anomalías cristalográficas formadas durante la fabricación de un componente, comprendiendo el procedimiento: activar una fuente de radiación de rayo X para transmitir radiación de rayo X al componente; obtener un patrón de haz basado en el componente que interfiere con la radiación; comparar el patrón de haz con un patrón de haz de referencia; y detectar que
45 existe una anomalía en el material, cuando la comparación indica una desviación entre el patrón de haz y el patrón de haz de referencia en donde la anomalía incluye granos (RX) recristalizados, granos secundarios, pecas, granos en astillas y dendrita primaria desalineada; el procedimiento comprende además: rechazar el
50 componente cuando la desviación es mayor que un umbral.

Es deseable proporcionar un procedimiento de caracterización no destructivo alternativo para evaluar la formación de la capa blanca y otras anomalías de superficie o cercanas a la superficie, durante los procesos de mecanizado.

Un objeto de las realizaciones de la invención es al menos mitigar uno o más de los problemas asociados con la técnica anterior.

Declaraciones de invención

- 5 Los aspectos y realizaciones de la invención proporcionan un procedimiento de detección no destructivo de anomalías de superficie y cercanas a la superficie en un producto metálico, como se reivindica en las reivindicaciones adjuntas.

De acuerdo con un aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento de detección no destructivo de anomalías de superficie y cercanas a la superficie en un producto metálico, de acuerdo con la reivindicación 1.
- 10 Ventajosamente, el procedimiento permite evaluar la presencia de anomalías no deseadas en la superficie de los objetos metálicos mecanizados, comparando el resultado obtenido con un valor umbral preestablecido, por debajo del cual no se presenta ningún nivel o se presenta un nivel aceptable/tolerable de anomalía en la muestra.

En una realización, se deriva un valor umbral de una o más muestras de referencia sin ninguna anomalía de superficie presente. Ventajosamente, esto proporciona un valor de referencia que puede utilizarse posteriormente al analizar una muestra con una estructura desconocida.
- 15 En una realización, dicha anomalía de superficie se induce mediante mecanizado, fricción, conformación o moldeo.

En la presente invención, dicha anomalía de superficie es una o más de una capa blanca, una capa de grabado blanco, una capa amorfa y/o una región deformada termomecánicamente.
- 20 En una realización, dicha radiación incidente incluye al menos una de radiación de rayo X, radiación láser y/o radiación de neutrones. Ventajosamente, al emplear diversas fuentes de radiación es posible obtener los resultados de diferentes interacciones radiación/materia y, a su vez, analizar los productos con diversas composiciones sobre diferentes volúmenes/profundidades de material en la superficie cercana.
- 25 En una realización, la salida es un valor de intensidad que corresponde a una intensidad de la radiación dispersa detectada.

En todavía otra realización, la salida se deriva de la relación de intensidad de uno o más picos de radiación dispersa. Esto es ventajoso dado que permite la detección de muestras con una capa blanca, al mostrar que la superficie tiene una textura diferente, es decir, se favorece una orientación cristalográfica sobre otra. El uso de más de un pico permite seleccionar los picos que brindan la mayor distinción con respecto a la muestra de línea base.
- 30 En todavía otra realización, el valor umbral se deriva de la intensidad de uno o más picos de radiación dispersa de una o más muestras de referencia sin ninguna anomalía de superficie presente. Para determinar si se presenta la anomalía, tiene que haber un valor de referencia que se utilice como umbral para evaluar la presencia/ausencia de la capa blanca. Se puede obtener y analizar una serie de muestras de referencia para utilizarlas posteriormente en conjunto como valor umbral, siendo el valor umbral indicativo de muestras "buenas" sin anomalías, o con una cantidad tolerable de anomalías presentes en la superficie o cerca de la superficie.
- 35 En una realización, el valor umbral se deriva de la relación de intensidad de uno o más picos de radiación dispersa. Una vez obtenidas y analizadas las muestras de referencia, se detecta la intensidad de los picos de radiación dispersa. Ventajosamente, esta intensidad se puede utilizar como término de comparación con la intensidad de los picos dispersos de las muestras mecanizadas con estructura de superficie desconocida. Comparándolo con una muestra sin defecto, es posible establecer este nivel umbral que luego puede utilizarse como indicador de la presencia de una capa blanca, si se supera en una superficie desconocida.
- 40 Alternativamente, la salida se deriva de un ancho de un pico de radiación dispersa correspondiente a la radiación dispersa. La estimación del ancho de los picos de radiación producidos permite utilizar los valores resultantes como medio de comparación con los anchos de los picos de las muestras con estructura desconocida.
- 45 En la otra alternativa, el valor umbral se deriva de uno o más anchos de uno o más picos de radiación dispersa de una o más muestras de referencia sin ninguna anomalía de superficie presente. Ventajosamente, esto permite mediciones más precisas. Es decir, cuando se utilizan como muestras de referencia una pluralidad de muestras sin o con un nivel tolerable de anomalías de superficie, mejora la precisión de la medición.
- 50 En una realización, la salida se obtiene utilizando rayos X monocromáticos filtrados. Ventajosamente, esto permite la producción de picos de difracción mediante interferencia constructiva de un haz monocromático de rayos X proyectados y dispersos desde los planos reticulares de las muestras.

- En una realización, la salida se obtiene escaneando con un detector a través de un intervalo de ángulos. Preferiblemente, el escaneo a través del intervalo de ángulos permite la detección de múltiples picos originados de la misma muestra y el uso de intensidades de pico alternativas, cuando algunas de las intensidades más comúnmente utilizadas están impedidas o no están presentes en el patrón de radiación resultante de la muestra. En una realización, el intervalo de ángulos es 2θ .
- En una realización, la salida se obtiene disponiendo el detector en un ángulo fijo. Ventajosamente, esto permite acortar el tiempo de análisis al escanear en un ángulo en el que se predice/se sabe que la intensidad de la salida de la muestra es la más alta, evitando así la necesidad de escanear a través de todo el intervalo de ángulos. Esta limitación del ángulo de escaneo, que generalmente está ligeramente por encima del ángulo de reflexión total del material, permite además el análisis de muestras de película delgada.
- En una realización, la fuente de rayo X monocromático es cualquiera de los siguientes: cobre, hierro, molibdeno, cromo, manganeso, plata o cobalto. Se pueden emplear ventajosamente varias fuentes de rayo X para estudios de difracción, cubriendo así las posibilidades de estudiar muestras con una variedad de propiedades y estructuras.
- En una realización, la salida se obtiene utilizando rayos X policromáticos. El uso de rayos X policromáticos permite, de manera ventajosa, emplear técnicas de difracción de rayos X con un haz policromático en modo de dispersión (EDX) de energía, dado que elimina la necesidad de un goniómetro para escanear sobre un intervalo de ángulos. Además, la XRD por dispersión de energía es menos sensible a la forma de la muestra, lo que permite el análisis de muestras de diversas formas y tamaños.
- En una realización, dicha muestra comprende cualquier aleación de la lista: titanio, níquel, hierro, aluminio.
- Dentro del alcance de esta solicitud se pretende expresamente que los diversos aspectos, realizaciones, ejemplos y alternativas expuestos en los párrafos anteriores, en las reivindicaciones y/o en la siguiente descripción y dibujos, y en particular los rasgos individuales de los mismos, puedan tomarse independientemente o en cualquier combinación. Es decir, todas las realizaciones y/o características de cualquier realización se pueden combinar de cualquier manera y/o combinación, a menos que dichos rasgos sean incompatibles.
- A lo largo de la descripción y las reivindicaciones de esta especificación, las palabras "comprender" y "contener" y variaciones de las palabras, por ejemplo "comprendiendo" y "comprende", significan "incluyendo pero no limitado a", y no pretenden (y no lo hacen) excluir otras unidades estructurales, aditivos, componentes, números enteros o pasos.
- A lo largo de la descripción y las reivindicaciones de esta especificación, el singular abarca el plural a menos que el contexto lo indique de otro modo. En particular, cuando se utiliza el artículo indefinido, la especificación debe entenderse como si contemplara tanto la pluralidad como la singularidad, a menos que el contexto lo indique de otro modo.
- Lista de figuras
- Figura 1. Técnica anterior: una muestra sin ninguna anomalía de superficie.
- Figura 2. Técnica anterior: una muestra con una capa blanca presente.
- Figura 3. Esquema del proceso de detección de anomalía de superficie.
- Figura 4. Un difractograma que muestra un patrón de difracción obtenido como salida de un detector.
- Figura 5. Determinación de la capa blanca en función de la intensidad de pico.
- Figura 6. Determinación de la capa blanca en función del ensanchamiento del pico.
- Figura 7. Un patrón de XRD ejemplar.
- Figura 8. Una medición ejemplar de figura polar para una muestra con anomalía de superficie presente.
- Figura 9. Medición ejemplar de figura polar para una muestra sin anomalía de superficie
- Descripción detallada
- La figura 3 es una representación esquemática del proceso de detección de anomalías de superficie en una muestra. El arreglo consiste en tres elementos básicos: un emisor 301, un detector 302 y una unidad (CPU) de procesamiento 303. En algunas realizaciones, un emisor puede ser una fuente de rayo X. Se entenderá que se puede utilizar cualquier fuente de rayo X sin limitación para operar el procedimiento de la invención reivindicada, incluyendo pero no limitado a: cobre, hierro, molibdeno, cromo, manganeso, plata o cobalto. Cuando el emisor

es un emisor de rayos X, el emisor está configurado para generar rayos X sustancialmente en un intervalo entre 10 y 60 kV. En una realización ejemplar, el emisor 301 puede generar rayos X en el intervalo de sustancialmente 30-50 kV, y opcionalmente en sustancialmente 40 kV.

Alternativamente, en un ejemplo que no es parte de la presente invención, el emisor 301 puede ser una fuente de láser. Las fuentes de láser incluyen láseres de alta intensidad disponibles en una variedad de longitudes de onda, que abarcan desde el ultravioleta hasta el infrarrojo cercano. A modo de ejemplo, las longitudes de onda láser adecuadas típicas incluyen: 244 nm, 257 nm, 325 nm, 364 nm, 457 nm, 473 nm, 488 nm, 514 nm, 532 nm, 633 nm, 660 nm, 785 nm, 830 nm, 980 nm, 1064 nm.

En todavía otra realización más, el emisor 301 puede ser una fuente de neutrones capaz de producir radiación ionizante en forma de neutrones libres calientes, térmicos o fríos que pueden generarse mediante cualquier proceso adecuado incluyendo: en un reactor de fisión (ruptura de núcleos de uranio) o uso de una fuente de espalación (bombardeo de protones de núcleos de plomo).

El detector 302 puede ser cualquier detector adecuado conocido en la técnica para detectar la emisión de un emisor determinado, tal como un detector de tira de silicio con conteo de fotones. En un ejemplo que no es parte de la presente invención, el detector 102 puede ser uno de detector de luz UV, visible e infrarrojo cercano de arreglo multicanal basado en silicio, o un CCD (Dispositivo Acoplado de Carga). Alternativamente, el detector 302 para radiación de neutrones puede incluir detectores llenos de gas, detectores de área grande o centelleadores.

La unidad 303 de procesamiento puede ser cualquier tipo de dispositivo de computación adecuado, configurado para ejecutar un software capaz de procesar una salida recibida. Opcionalmente, dicho software también puede configurarse para controlar y ejecutar una o más etapas del proceso de detección de la anomalía de superficie sin intervención del usuario, es decir, de forma automática.

Una muestra 304 mecanizada, tal como una parte de aleación mecanizada, se coloca de tal manera que un haz 305 incidente pueda alcanzar la muestra bajo un ángulo θ . El ángulo θ incidente puede estar en cualquier lugar en el intervalo entre 0 y 90°. Dicha radiación incidente es capaz de interactuar con la materia constituyente de la muestra 304 y después de la interacción puede dispersarse aún más en un ángulo θ' de dispersión. Dicha radiación 306 dispersa se refleja luego en el detector 102 que produce una salida en forma de un patrón de radiación. Este patrón de radiación dispersa es luego procesado aún más por la unidad 303 de procesamiento. El paso de determinar si la anomalía 307 de superficie está presente o no en la muestra, se describirá con más detalle a continuación.

Con el tipo de proceso de análisis representado en la Figura 3, se esperaría que una forma típica del patrón de radiación producido fuera como se muestra en la Figura 4. La figura 4 muestra un gráfico 400 que muestra la salida del detector 303 representada como una intensidad de la radiación dispersa en el ángulo θ' disperso. Los picos 401 y 402 están relacionados con la propiedad estructural medida de la muestra 204. A continuación se describen procedimientos para detectar la anomalía a partir del gráfico 400.

Una posible aproximación para estimar la presencia de una anomalía de superficie en una muestra es utilizar el ancho del pico, como correlación con la estructura interna de la muestra 101. Es decir, la presencia de la anomalía depende del ancho del pico. En otras palabras, cuanto más ancho sea el pico, mayor será la posibilidad de que haya un defecto en la estructura interna. Preferiblemente, se puede utilizar el ancho completo a la mitad del máximo 403 (FWHM), para evaluar el ensanchamiento de pico. Sin embargo, se entiende que el ancho total no siempre debería estimarse en la mitad del máximo y se pueden usar otros valores fraccionarios en consecuencia.

Otra aproximación para estimar la presencia de la anomalía de superficie es utilizar la relación de las intensidades de los picos como criterio para determinar si está presente la anomalía de superficie. Es decir, si hay al menos dos picos de radiación obtenidos, representados como resultado de la irradiación de la muestra con el haz de radiación incidente, la relación entre los al menos dos picos se puede utilizar como una indicación de la presencia de la anomalía. Haciendo referencia a la Figura 4, un primer pico 401 tiene una primera intensidad 404, y un segundo pico 402 tiene una segunda intensidad 405, y la relación se puede derivar como la intensidad del primer pico dividida por la intensidad del segundo pico. Dependiendo del mecanismo de formación del material y/o la estructura cristalográfica, ambas aproximaciones para estimar la presencia de la anomalía de superficie (las aproximaciones de relación de intensidad y ancho de pico discutidas anteriormente) pueden ser usadas juntas o como una verificación (es decir, si una aproximación detecta la presencia de una anomalía de superficie por encima de un límite umbral, entonces la segunda aproximación se puede usar como una verificación o comprobación).

Para estimar la presencia de la anomalía en cualquiera de las aproximaciones, se necesita un valor de referencia de la muestra sin anomalía. Es decir, se debe establecer un valor umbral por encima/por debajo del cual no se puede encontrar ninguna anomalía o se puede encontrar un nivel tolerable de anomalía. Esto se puede hacer analizando las muestras de una estructura conocida, preferiblemente pero no necesariamente

mecanizadas previamente, donde no se espera encontrar ninguna anomalía de superficie. Esto permite derivar un valor umbral a partir de la intensidad y/o el ancho de uno o más picos de radiación dispersa, y utilizar este valor como un término de comparación al evaluar la presencia de anomalías en las muestras con estructura desconocida.

- 5 Se entiende que el organismo regulador apropiado o el fabricante de la parte pueden establecer el nivel tolerable de anomalía de superficie (por ejemplo, la cantidad máxima de capa blanca que es aceptable en la superficie de una parte sin dar como resultado en el rechazo de la parte).

Una vez se han obtenido los valores umbral de las muestras de referencia, se emplea el siguiente algoritmo para detectar la anomalía de la superficie.

- 10 A continuación se describirá el proceso de un procedimiento típico con referencia a la Figura 5. En un ejemplo 501 ilustrativo, se utilizó la relación de intensidad pico de una pluralidad de muestras de referencia para determinar un valor 502 umbral. Luego se analizó una gama de muestras de estructura desconocida y se obtuvieron los valores de intensidad pico de los picos de radiación dispersa a partir de la salida del detector. Si la relación de intensidad pico de la muestra excede el valor 502 umbral, la relación de intensidad pico se encuentra en una región 504 por encima del umbral 502 y, por lo tanto, la anomalía de la superficie está presente. Sin embargo, si la relación de intensidad pico está por debajo del valor 502 umbral y se encuentra en la región 504 por debajo del umbral 503, no se puede detectar ninguna anomalía de superficie o se puede detectar un nivel tolerable de anomalía.

- 20 Con referencia a la Figura 6, se usaron 601 los anchos de pico de la pluralidad de muestras de referencia para determinar un valor 602 umbral. Se analiza una gama de muestras de la estructura desconocida y los valores 604 de ancho de pico de los picos de radiación dispersa se obtienen a partir de la salida del detector 302. Si el ancho de pico de la muestra excede el valor 602 umbral, el ancho de pico se encuentra en una región por encima del umbral 602 y, por lo tanto, está presente un nivel intolerable de anomalía de superficie. Sin embargo, si el valor 602 de ancho de pico está por debajo del valor 602 umbral y se encuentra en la región por debajo del umbral 602, no se puede detectar ninguna anomalía de superficie o se puede detectar un nivel tolerable de anomalía.

- 30 En una realización ejemplar, se puede utilizar la difracción de rayo X (XRD) para detectar una anomalía de superficie. Al ser una técnica a granel, con su profundidad de penetración en el intervalo de decenas de micrómetros, es adecuada para detectar anomalías en la superficie como la capa blanca con espesores en el intervalo de micrómetros a decenas de micrómetros. Generalmente, el procedimiento es adecuado para detectar anomalías de superficie hasta una profundidad en el intervalo de cientos de micrómetros.

- 35 Un haz 305 de rayo X generado por un emisor 301, tal como un tubo de rayos catódicos, y filtrado para producir radiación monocromática incide en la muestra 304 colocada en la trayectoria de dicho haz 305 incidente. La fuente de rayo X monocromáticos puede ser cobre, hierro, molibdeno, cromo, manganeso, plata o cobalto. La interacción de los rayos X con la muestra produce un rayo difractado/dispersado si se cumple la condición de la ley de Bragg (abajo).

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

donde n es un número entero, λ es una longitud de onda del haz 305 de rayo X incidente, d es una distancia entre capas atómicas en la red cristalina de la muestra 304 y θ es un ángulo de incidencia.

- 40 Los planos cristalográficos específicos difractarán el haz 305 de rayo X sólo en ciertos ángulos θ de incidencia. Al cambiar sistemáticamente el ángulo de incidencia (escaneando a través de un intervalo de ángulos), los reflejos de todos los planos del cristal pueden ser detectados por un detector 302. Esta salida se puede registrar como un patrón de difracción.

- 45 El patrón de difracción obtenido de la superficie del material se conoce como difractograma y se grafica como una función de la intensidad frente a los ángulos de difracción. Los picos 401, 402 del difractograma corresponden a los planos de cristal de la muestra 304. Así, a modo de ejemplo, para una superaleación de níquel, en la figura 7 se representa un patrón 700 XRD típico. Puede verse que la intensidad y el ancho de pico de las reflexiones correspondientes a reflexiones, que tienen las notaciones (1 1 1) y (2 0 0) de planos de cristal para las muestras 701 y 702 procesadas (es decir mecanizadas), son diferentes de las de la muestra 703, como se recibió, no procesada, no tratada, sin anomalía de superficie presente. De este modo, al recopilar los datos de la muestra de referencia y/o de las muestras 703, es posible obtener un valor umbral tanto de las intensidades 502 como de los anchos 602 de pico de la muestra sin anomalía de superficie presente o con un nivel tolerable de anomalía de superficie presente. Estos valores umbral pueden luego usarse para compararlos con muestras procesadas de la estructura desconocida.

- 55 Si la relación de intensidad de dos picos 504 correspondientes a diferentes planos de cristal en las muestras con estructura desconocida excede el umbral 502 derivado de al menos una de la pluralidad de muestras de referencia con estructura conocida, se considera que existe una anomalía de superficie tal como una capa

blanca por encima del nivel tolerable. Si la relación de las intensidades de los dos picos está por debajo del valor umbral, no se puede detectar anomalía de superficie tal como una capa blanca, o se puede detectar un nivel tolerable de anomalía de superficie. Se puede utilizar una aproximación similar para evaluar la presencia de una capa blanca cuando se utilizan los anchos 603, 604 de pico como parámetro de evaluación frente a un umbral 602.

Como alternativa, el detector se puede disponer en una posición angular fija para un plano de red cristalina relevante (es decir, el detector en este caso es un detector de línea fija). Utilizando un detector de línea fija, es posible medir en un intervalo limitado de ángulos y detectar la intensidad y el ancho del pico para un pico específico.

Alternativamente, se pueden realizar mediciones de figura (PF) polar rotando la muestra dentro de una cuna de Euler mientras se mantiene el mismo ángulo de difracción entre el transmisor de radiación y el detector. Haciendo esto, se puede construir una imagen completa de la textura cristalográfica (las orientaciones de todos los granos). Las figuras 8 y 9 son una realización ejemplar de una medición de PF típica para una muestra con textura basal, en donde el plano basal es en gran parte paralelo a la superficie mecanizada (es decir, el polo basal apunta perpendicularmente a la superficie mecanizada). La figura 8 muestra los resultados de una medición 800 de figura polar tomada en el ángulo de difracción correspondiente al pico basal en una superficie mecanizada con altos múltiplos de densidad (mrd) aleatoria medidos en la dirección normal (ND) (en una muestra con una anomalía de superficie presente). Con referencia a la figura 9, una muestra sin una anomalía de superficie (y por lo tanto sin orientación basal), tiene una fracción más pequeña de granos en esa orientación en una medición de figura polar, por lo que el mrd 900 medido es menor en el ND (ver figura 9) en relación con la muestra con una anomalía de superficie presente. Por lo tanto, las mediciones de figuras polares pueden proporcionar información equivalente a las mediciones de intensidad descritas anteriormente.

En otra realización ejemplar, se puede utilizar un haz 305 policromático en un modo de dispersión de energía, como una fuente de fotones. En este caso, se fija un ángulo de dispersión y se grafica la intensidad en función de la energía. Esto permite determinar variaciones estructurales rápidamente y con mayor resolución especial. Además, como el ángulo de dispersión es fijo, no es necesario utilizar un goniómetro para proporcionar escaneos sobre diferentes ángulos.

En un ejemplo que no es parte de la presente invención, se puede utilizar un láser de alta intensidad como fuente de radiación. Esta radiación láser se enfoca luego sobre la muestra, interactúa con las vibraciones moleculares y la luz dispersa se recoge mediante lentes. Luego se utiliza un detector 302 CCD de alta sensibilidad para detectar la luz dispersa, y la salida obtenida del detector 302 es luego procesada por la unidad 303 de procesamiento. Esta luz dispersa es llamada luz dispersa Raman y puede proporcionar información sobre la composición química y estructural de las muestras. El patrón resultante (espectro Raman) se grafica luego como una intensidad de la luz dispersa frente a la frecuencia (o energía) de la luz. Los picos en los espectros pueden tornarse más estrechos, más anchos o desplazarse en frecuencia; estas desviaciones de la posición y forma esperadas son típicamente características de los cambios estructurales, es decir, tensión, cristalinidad o la cantidad de material presente (en el caso de sistemas multicomponentes).

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento no destructivo de detección de anomalías de superficie y cercanas a la superficie en un producto metálico, comprendiendo el procedimiento:
posicionar una muestra (204, 304) que tiene una superficie, bajo una fuente de radiación incidente;
5 irradiar la superficie con la radiación incidente de la fuente;
detectar una radiación dispersa;
producir un patrón de radiación a partir de la radiación dispersa detectada;
analizar el patrón de radiación;
producir una salida indicativa de la radiación dispersa de la muestra (204, 304);
10 comparar la salida con un valor (502, 602) umbral, siendo el valor umbral indicativo de una anomalía de superficie detectada máxima aceptable; e
identificar la presencia de una anomalía de superficie cuando la salida excede el valor (502, 602) umbral,
en donde dicha anomalía de superficie se forma durante un proceso de fabricación del producto metálico, y la
anomalía de superficie comprende una o más de una capa blanca, capa blanca de grabado, capa amorfa y/o
15 región deformada termomecánicamente; y
en donde dicha radiación incidente incluye al menos una de radiación de rayos X y/o radiación de neutrones.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde el valor umbral se deriva de una o más muestras de referencia sin anomalía de superficie presente.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde dicha anomalía de superficie es inducida mediante
20 mecanizado, fricción, conformación o moldeo.
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la salida es un valor de intensidad que corresponde a una intensidad de la radiación dispersa detectada.
5. El procedimiento de cualquier reivindicación precedente, en donde la salida se deriva de la relación de intensidad de uno o más picos de radiación dispersa.
- 25 6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en donde el valor umbral se deriva de la intensidad de uno o más picos de radiación dispersa de una o más muestras de referencia sin anomalía de superficie presente.
7. El procedimiento de la reivindicación 6, en donde el valor umbral se deriva de la relación de intensidad de uno o más picos de radiación dispersa.
- 30 8. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la salida se deriva de un ancho de un pico de radiación dispersa correspondiente a la radiación dispersa, y opcionalmente en donde el valor (502, 602) umbral se deriva de uno o más anchos de los uno o más picos de radiación dispersa de las una o más muestras de referencia sin anomalía de superficie presente.
9. El procedimiento de las reivindicaciones 1 a 8 en donde la salida se obtiene utilizando rayos X monocromáticos filtrados.
35
10. El procedimiento de la reivindicación 9 en donde la salida se obtiene escaneando con un detector (302) a través de un intervalo de ángulos, opcionalmente en donde el ángulo incidente es θ y el intervalo de ángulos es 2θ .
11. El procedimiento de la reivindicación 9 en donde la salida se obtiene disponiendo el detector (302) en un
40 ángulo fijo.
12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11 en donde la fuente de rayo X (301) monocromático es cualquiera de cobre, hierro, molibdeno, cromo, manganeso, plata o cobalto.
13. El procedimiento de las reivindicaciones 1 a 8 en donde la salida se obtiene utilizando rayos X policromáticos.
- 45 14. El procedimiento de la reivindicación 1, en donde dicha muestra (204, 304) comprende cualquier aleación de la lista: titanio, níquel, hierro, aluminio.

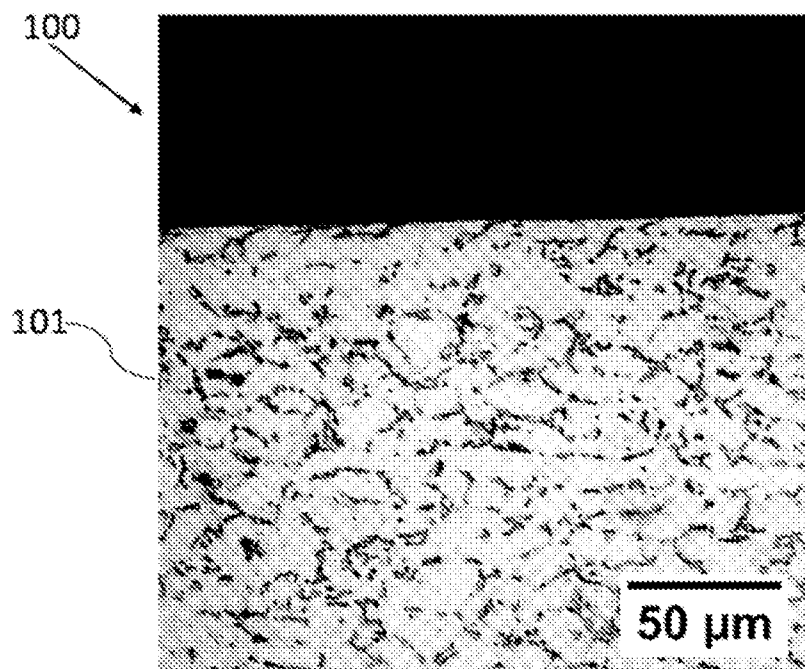


Figura 1

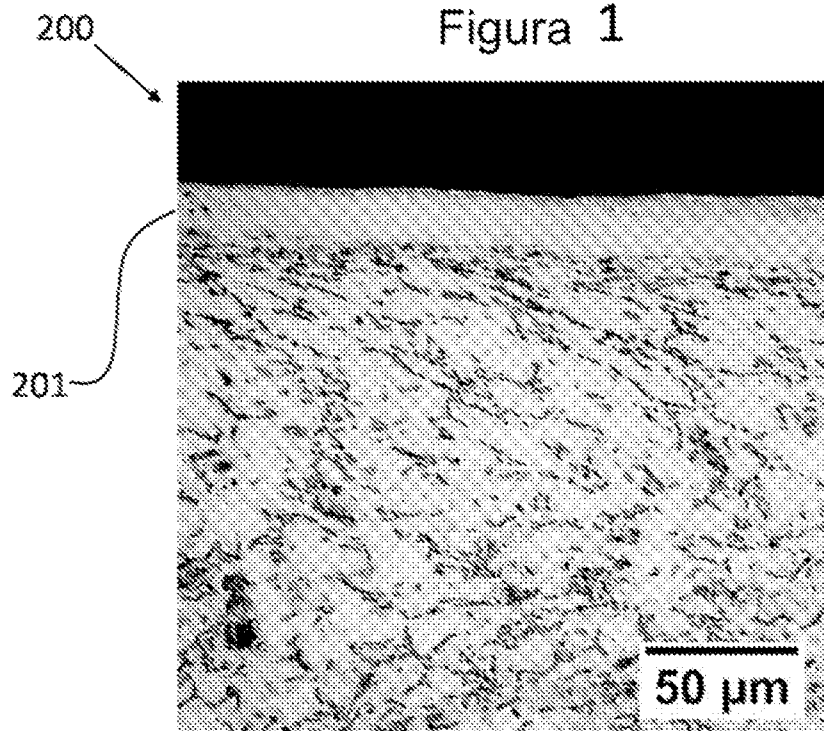


Figura 2

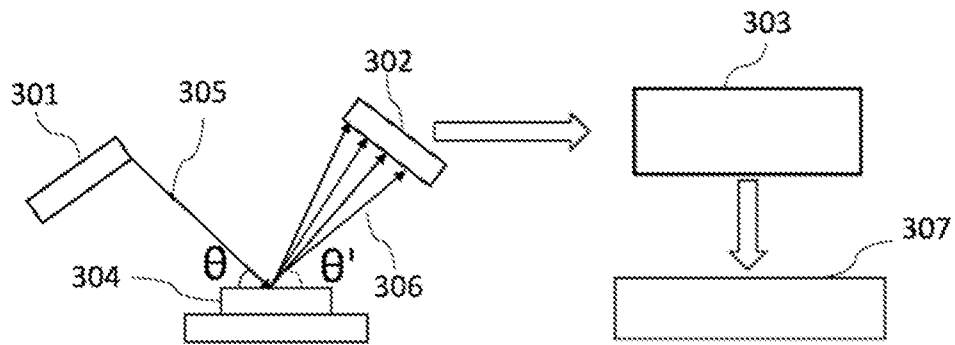


Figura 3

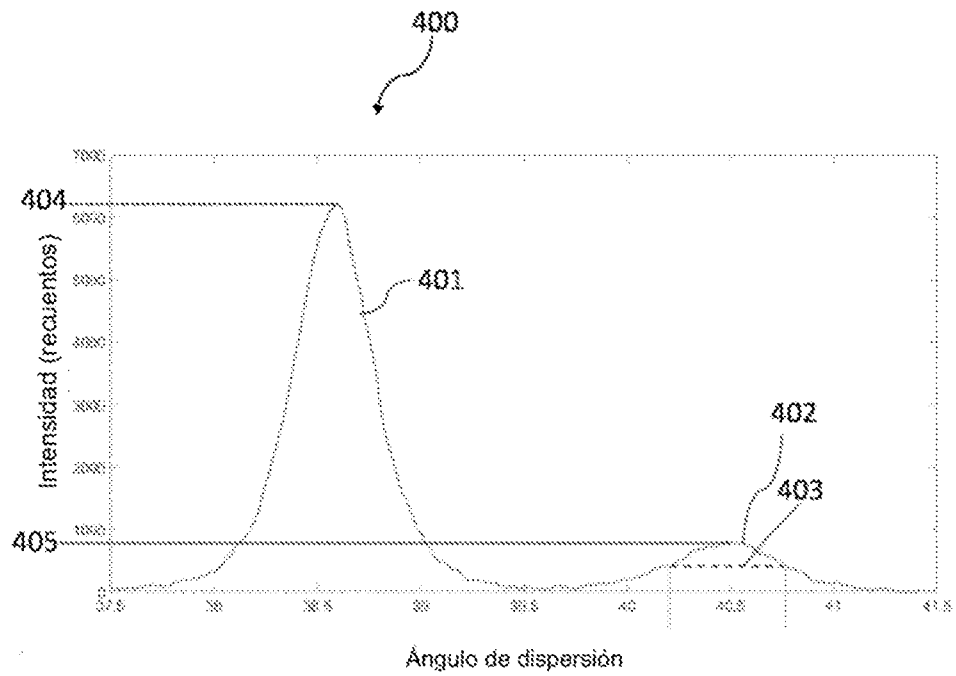


Figura 4

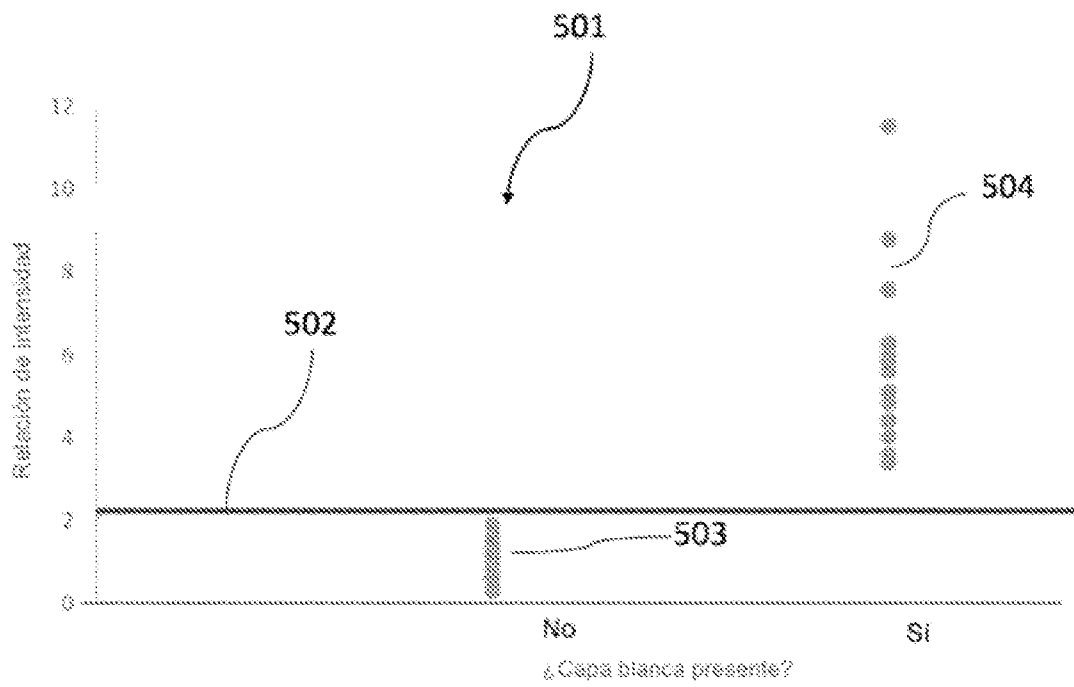


Figura 5

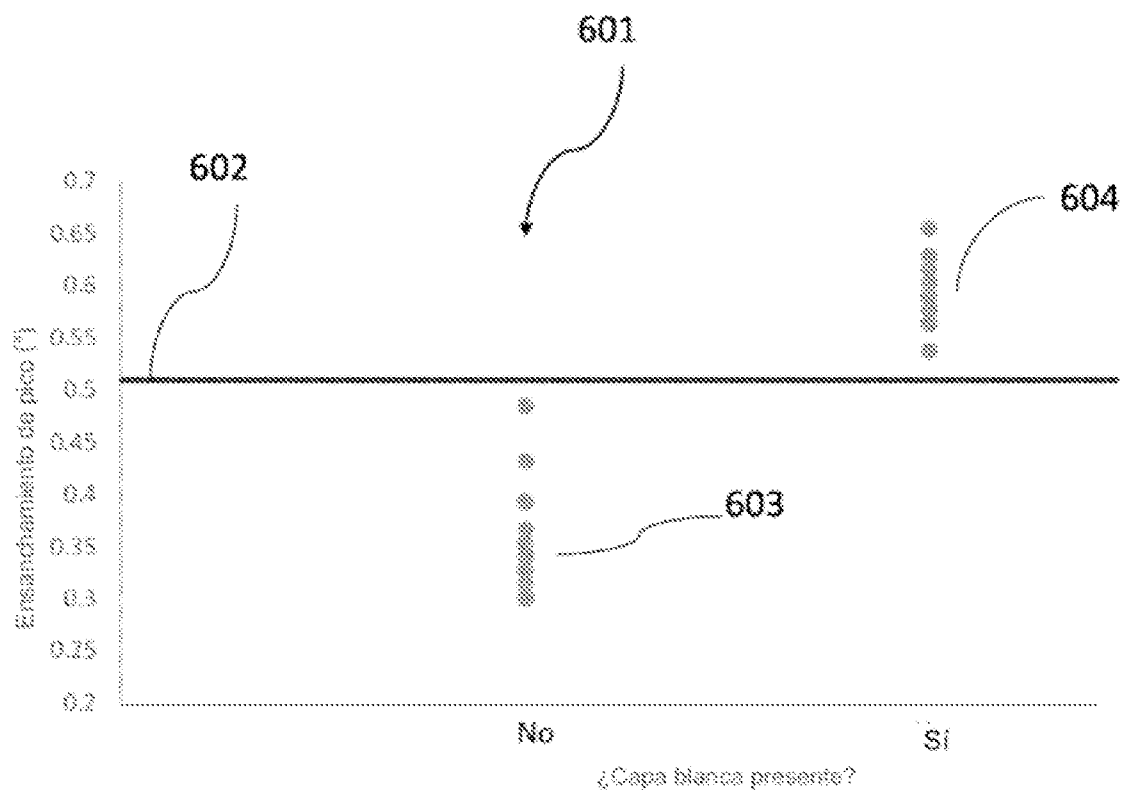


Figura 6

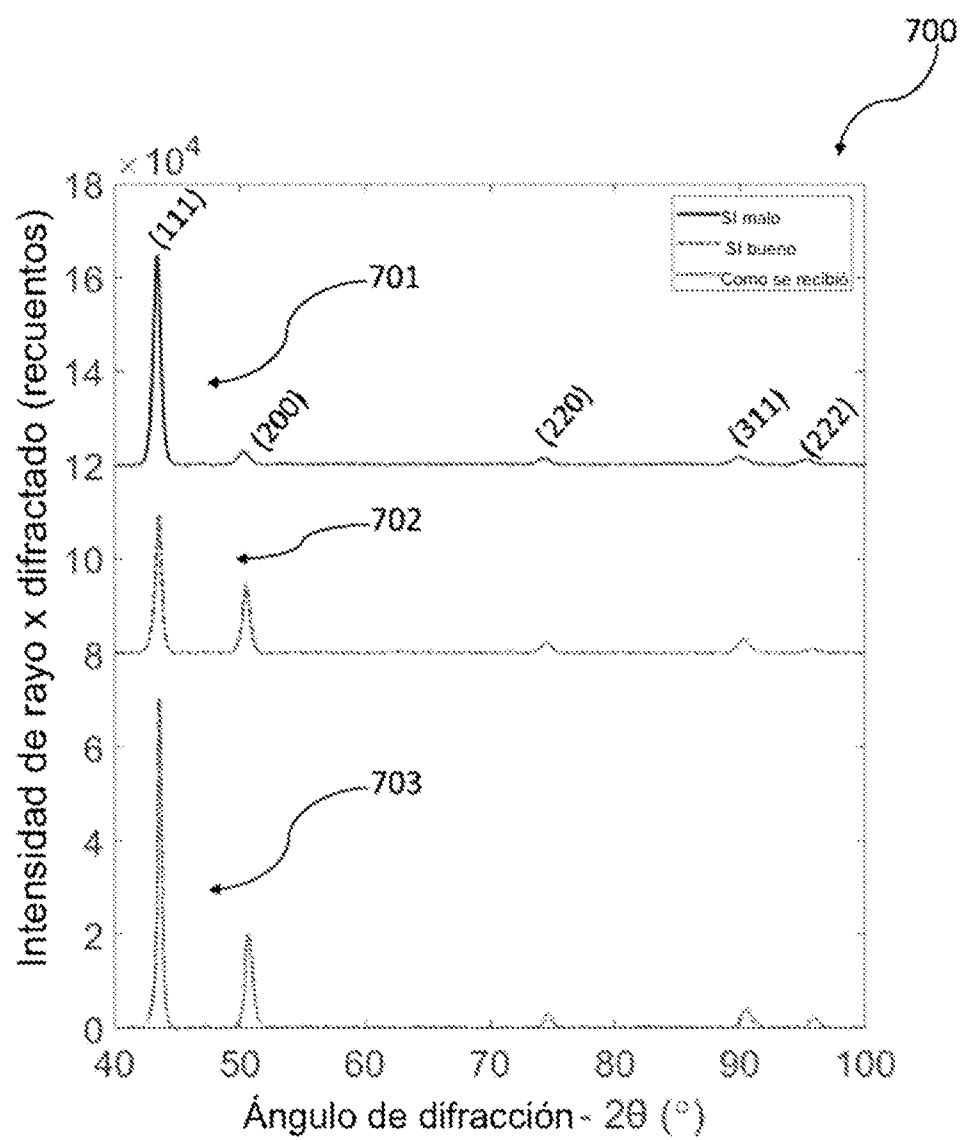


Figura 7

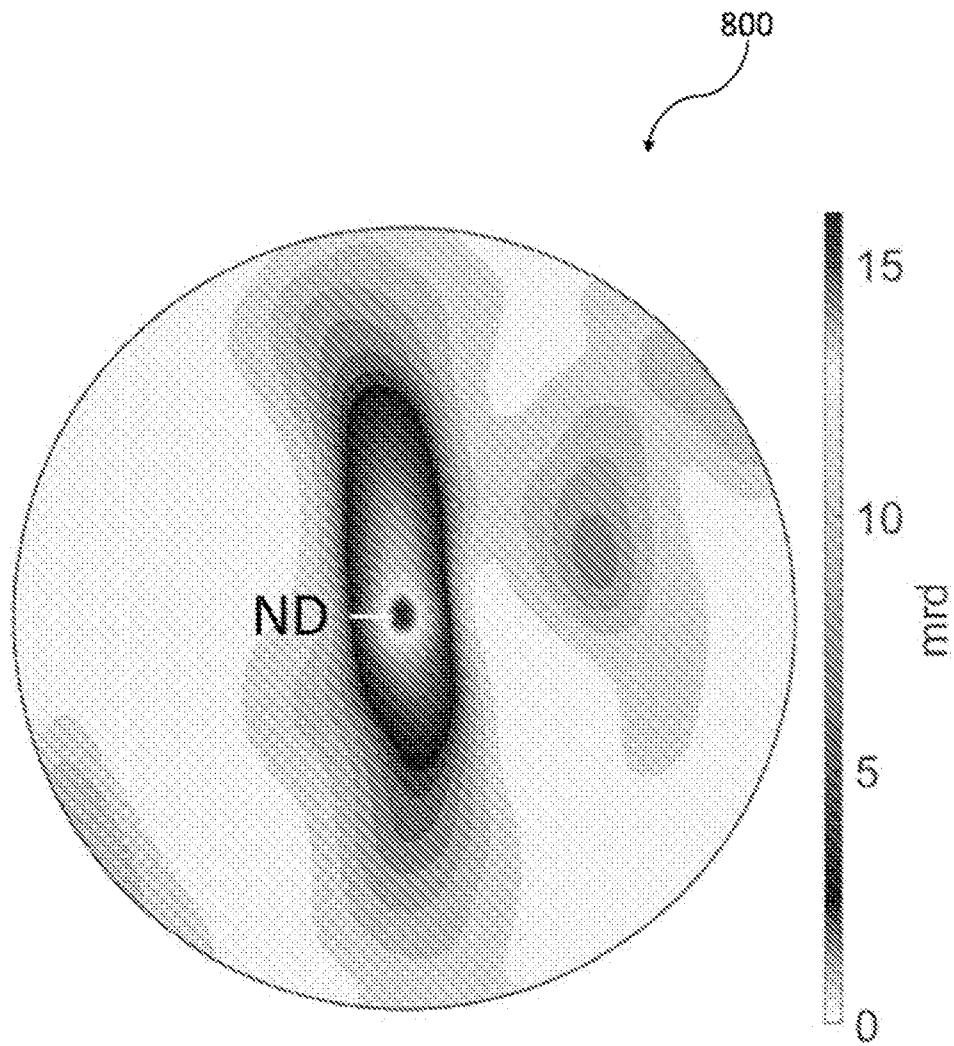


Figura 8

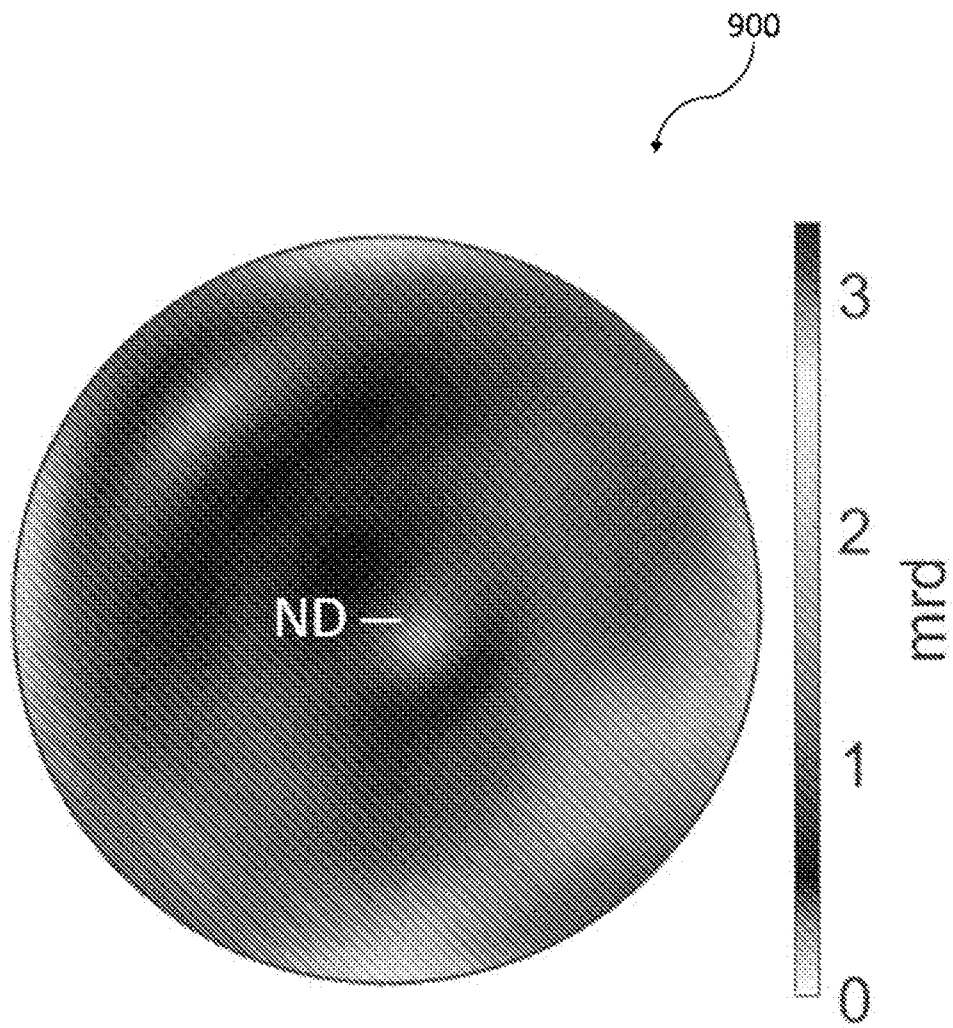


Figura 9