



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0920063-0 B1



(22) Data do Depósito: 27/10/2009

(45) Data de Concessão: 17/11/2020

(54) Título: PROCESSO E SISTEMA DE CONTAGEM E DE ANÁLISE DE INCLUSÕES EM UMA LIGA

(51) Int.Cl.: G01N 23/2251; G06T 7/00.

(52) CPC: G01N 23/2251; G06T 7/0004; G06T 2207/30136; G06T 2207/30164.

(30) Prioridade Unionista: 27/10/2008 FR 0857268.

(73) Titular(es): SNECMA.

(72) Inventor(es): WILLIAM BEYA; MARIE CUOCO; MARIE-NOËLLE HINARD; BÉATRICE PELTIER.

(86) Pedido PCT: PCT FR2009052066 de 27/10/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/049640 de 06/05/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 27/04/2011

(57) Resumo: PROCESSO E SISTEMA DE CONTAGEM E DE ANÁLISE DE INCLUSÕES EM UMA LIGA. A invenção se refere a um processo de contagem e de análise em uma liga por análise de imagem, caracterizado pelo fato de que ele compreende (a) A preparação de uma amostra da dita liga, (b) A determinação de limites de detecção das inclusões pela observação, com uma ampliação, de pelo menos um campo da dita amostra. (c) A detecção das inclusões da dita amostra em função dos limites definidos na etapa (b) e a enumeração dessas inclusões, (d) A aquisição de imagens de cada uma das ditas inclusões detectadas na etapa (c) e a determinação do tamanho de cada uma dessas inclusões, (e) A determinação da composição química de cada uma dessas inclusões detectadas pela análise química de cada uma dessas últimas, (f) A realização de uma cartografia da dita amostra a partir das imagens adquiridas na etapa (d), essa cartografia mostrando a distribuição espacial das inclusões, em que cada uma das ditas inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho do dito elemento gráfico sendo proporcional ao dito tamanho dessa inclusão, e a cor do dito elemento gráfico sendo correlacionada com a dita (...).

“PROCESSO E SISTEMA DE CONTAGEM E DE ANÁLISE DE INCLUSÕES EM UMA LIGA”

[0001] A presente invenção se refere a um processo de contagem e de análise de inclusões em uma liga por exemplo por análise de imagem.

[0002] Certas ligas podem apresentar inclusões, uma inclusão sendo definida como uma partícula microscópica da qual a composição química é diferente daquela da liga. Essas inclusões se encontram de modo indesejável na massa da liga. Elas são induzidas pelo processo de fusão utilizado por ocasião da elaboração da matéria. Essas inclusões agem como lugares de concentração de tensões. Elas podem ser o foco de início de microfissuras que progridem em fadiga. A composição química, a quantidade, o tamanho, e a distribuição espacial das inclusões são parâmetros que influenciam esse comportamento em fadiga. É conseqüentemente essencial que se possa contabilizar e classificar as inclusões presentes em uma liga dada. Além disso, essa análise metalúrgica deve ser realizada em amostras representativas da peça (dimensões suficientemente grandes e mesmo estado de transformação).

[0003] Os métodos atuais de contagem de inclusões em ligas tal como aços consistem em observar um corte micrográfico no microscópio óptico e em comparar as inclusões observadas com pranchas de referência que ilustram diferentes casos de presença de inclusões. Esse método apresenta vários inconvenientes: a comparação com pranchas não tem precisão (existe um meio indireto em função do observador), e nenhuma formação sobre a composição química das inclusões pode ser obtida. É, portanto, necessário observar muitas amostras para ser capaz de qualificar a propriedade de inclusões da liga. O método é, portanto, laborioso e fastidioso (operação manual), e por outro lado incompleto.

[0004] A invenção visa propor um processo de análise metalúrgica que permita caracterizar de modo satisfatório a população de inclusões de qualquer liga. Trata-se, portanto, de determinar a quantidade, o tamanho, a distribuição espacial, as composições químicas das inclusões presentes nessa liga, e depois de combinar essas medições o mais facilmente e o mais precisamente possível a fim de obter

ganhos de produção por ocasião da análise da limpeza de inclusões dessa liga.

[0005] Esse objetivo é atingido graças ao fato de que esse processo compreende:

- (a) A preparação de uma amostra de liga,
- (b) A determinação de limites de detecção das inclusões pela observação, com uma ampliação, de pelo menos um campo dessa amostra.
- (c) A detecção das inclusões dessa amostra em função dos limites definidos na etapa (b) e a enumeração dessas inclusões,
- (d) A aquisição de imagens de cada uma dessas inclusões detectadas na etapa (c) e a determinação do tamanho de cada uma dessas inclusões,
- (e) A determinação da composição química de cada uma dessas inclusões detectadas pela análise química de cada uma dessas últimas,
- (f) A realização de uma cartografia dessa amostra a partir das imagens adquiridas na etapa (d), em que cada uma das inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho desse elemento gráfico sendo proporcional ao tamanho dessa inclusão, e a cor desse elemento gráfico sendo correlacionada com a composição química dessa inclusão.

[0006] Graças a essas disposições, todos os parâmetros necessários para a contagem e para a análise das inclusões são medidos em uma amostra que é escolhida suficientemente grande para ser estatisticamente representativa da liga, e os dados recolhidos são combinados de modo ótimo para obter uma cartografia das inclusões que seja a mais completa e a mais fácil e prática de explorar, de modo a ganhar em produtividade. Em especial, essa cartografia permite determinar se inclusões são agrupadas de modo a formar acumulações cuja forma geral é suscetível de ser um lugar de concentração de tensões, que seria prejudicial ao comportamento em fadiga da liga.

[0007] Vantajosamente, o processo de contagem e de análise de inclusões compreende, depois da etapa (f), a etapa seguinte:

- (g) a análise da amostra a partir da cartografia realizada na etapa (f) das inclusões detectadas em função de pelo menos um critério predeterminado.

[0008] Essa análise da amostra a partir da cartografia permite verificar a conformidade ou não da liga na qual a amostra foi retirada.

[0009] A invenção também se refere a um sistema e contagem e de análise de inclusões em uma liga.

[0010] De acordo com a invenção esse sistema compreende um microscópio, um primeiro meio próprio para comandar esse microscópio e para detectar, em função de limites de detecção, as inclusões presentes em uma amostra da liga e para enumerar essas inclusões, um aparelho de análise química próprio para recolher dados químicos em cada uma das inclusões, um segundo meio próprio para adquirir uma imagem de cada uma dessas inclusões e para comandar o aparelho de análise química para determinar sua composição química a partir desses dados químicos, um terceiro meio próprio para realizar uma cartografia da amostra em que cada uma das inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho do elemento gráfico sendo proporcional ao tamanho dessa inclusão, e a cor desse elemento gráfico sendo correlacionada com a composição química dessa inclusão, e um dispositivo de exibição dessa cartografia.

[0011] A invenção será bem compreendida e suas vantagens aparecerão melhor, com a leitura da descrição detalhada que se segue, de um modo de realização representado a título de exemplo não limitativo. A descrição se refere aos desenhos anexos nos quais:

- a figura 1 mostra as etapas do processo de acordo com a invenção,
- a figura 2 mostra a imagem de uma inclusão em uma liga e o resultado de sua análise química, obtidos pelo processo de acordo com a invenção,
- a figura 3 mostra uma cartografia de inclusões em um aço Maraging 250, obtida por um processo de acordo com a invenção.

[0012] O processo de acordo com a invenção vai agora ser descrito, em referência à figura 1, que representa uma seqüência das etapas desse processo.

[0013] A análise é efetuada com o auxílio de um microscópio eletrônico, de um sistema de microanálise com dispersão de energia, e de vários softwares.

[0014] Na etapa (a), é retirada uma amostra da liga a estudar, e prepara-se essa

amostra de acordo com técnicas conhecidas. Essa preparação compreende um polimento da superfície da amostra para sua observação no microscópio. O microscópio utilizado é um microscópio eletrônico de varredura (MEV). De fato, o MEV permite atingir ampliações maiores do que um microscópio óptico. Além disso, a observação dos elétrons retrodifundidos do MEV permite obter um melhor contraste de nível de cinza entre as inclusões e a matriz da liga.

[0015] No caso da utilização de um MEV, é efetuado um polimento da amostra que compreende um polimento de acabamento em um lençol impregnado de diamante 1 micrometro, e depois se recobre essa amostra com um filme condutor ouro/paládio por exemplo colocado com o auxílio de um metalizador depois de passagem em uma cuba de ultrassons para limpeza. A amostra assim preparada é introduzida dentro da câmara do MEV.

[0016] A amostra é dividida em campos e efetua-se a análise de cada campo.

[0017] Um certo número de parâmetros de entrada do microscópio deve ser definido antes de lançar a análise. Trata-se notadamente dos parâmetros seguintes:

- Ampliação.
- Número de campos a analisar.
- Distribuição dos campos.

[0018] A ampliação do microscópio define o tamanho de um campo, quer dizer as dimensões da superfície examinada. Essa ampliação está compreendida entre 100 e 500, pois senão o tempo de análise de cada campo é grande demais.

[0019] O tamanho de cada imagem adquirida pelo microscópio é expresso em pixels, uma imagem correspondendo a um campo. Esse tamanho é por exemplo de 512 x 512 pixels. O tamanho real da imagem depende da ampliação. O tamanho mínimo estatisticamente válido de uma amostra é de cerca de 160 mm². A ampliação e o tamanho são escolhidos de tal modo para que cada inclusão tenha um tamanho de pelo menos 10 pixels.

[0020] O número de campos a analisar define a superfície total da amostra observada.

[0021] Por preocupação de facilidade, essa superfície da amostra é varrida de

tal modo que o próximo campo analisado é adjacente ao campo em decorrer de análise. A distribuição dos campos é, portanto, contínua.

[0022] Na etapa (b), são fixados vários limites de detecção das inclusões.

[0023] Assim, limites de tamanho de inclusões e de nível de cinza são escolhidos para determinar se uma zona de um certo tamanho cujo nível de cinza é diferente do segundo plano corresponde a uma inclusão que deve ser analisada.

[0024] Por outro lado, limites de composição química são escolhidos em função da natureza da liga examinada. Seleciona-se uma lista de elementos suscetíveis de estarem presentes nas inclusões e escolhem-se intervalos (limites) de concentração em cada um desses elementos. A estequiometria de uma inclusão não sendo conhecida previamente, e uma interação química entre a matriz e uma inclusão sendo possível, é necessário utilizar intervalos de concentração. Esses intervalos são estabelecidos mediante os resultados de análises químicas obtidos e os tamanhos das inclusões observadas por análise e observação prévias efetuadas em 10 a 20 campos dessa liga.

[0025] No mínimo, os limites de detecção compreendem uma concentração mínima em pelo menos um elemento químico em uma inclusão.

[0026] A escolha dos parâmetros (limites) acima é acompanhada geralmente por uma regulação do microscópio e do aparelho de análise química mencionado abaixo.

[0027] Na etapa (c), é efetuada a detecção das inclusões. Essa detecção é realizada por um primeiro meio de software L₁ de análise de imagens e de enumeração de partículas, por exemplo o software Aphélion® (empresa ADCIS) munido de um software integrado próprio para enumera partículas. Esse primeiro meio de software L₁ detecta (por binarização da imagem) as inclusões que devem ser analisadas utilizando-se os limites de tamanho e de nível de cinza definidos na etapa (b), e enumera todas as inclusões.

[0028] Em paralelo a essa operação de detecção, o primeiro meio de software L₁ comanda o microscópio a fim de varrer cada campo.

[0029] Na etapa (d), o primeiro meio de software L₁ comanda um segundo meio

de software L₂ de aquisição de imagem e de análise química. Esse segundo meio de software L₂ adquire uma imagem do campo, essa imagem é em seguida transmitida para o meio de software L₁ para caracterização da forma (contorno), do tamanho (dimensões), e da posição no campo de cada uma das inclusões detectadas na etapa (c) pelo primeiro meio de software L₁. Esse segundo meio de software é por exemplo o software Spirit® (empresa SYNERGIE4/PGT).

[0030] A parte esquerda da figura 2 é uma imagem de uma parte do campo, que mostra uma inclusão (em preto sobre fundo cinza).

[0031] Na etapa (e), o segundo meio de software L₂ comanda um aparelho de análise química utilizando para isso os dados fornecidos a L₂ por L₁ na etapa (d) que se referem à posição das inclusões. Esses dados permitem que L₂ efetua a análise química de cada uma das inclusões detectadas e determine a porcentagem de cada elemento identificado em cada inclusão. Os resultados são transmitidos para o meio de softwares L₁ que dá a composição química de cada inclusão utilizando para isso os limites de concentração escolhidos na etapa (b) em cada um dos elementos químicos característicos pré-selecionados. Por exemplo, o aparelho de análise química é um espectrômetro. Esse espectrômetro é de preferência um sistema de microanálise com dispersão de energia. Esse espectrômetro é acoplado ao microscópio (MEV).

[0032] A parte direita da figura 2 mostra os resultados da análise química da inclusão da imagem na parte esquerda da figura 2. É distinguido nitidamente o pico de concentração que corresponde ao elemento titânio Ti, o que permite identificar essa inclusão como nitreto de titânio.

[0033] As etapas (b) a (e) são repetidas para cada um dos campos que cobrem uma parte da superfície da amostra, até que toda a superfície da amostra tenha sido analisada.

[0034] Na etapa (f), um terceiro meio de software L₃ realiza uma cartografia da amostra a partir das imagens de todos os campos da amostra, e dos dados recuperados pelo primeiro software L₁ e pelo segundo software L₂ e transferidos para esse terceiro meio de software L₃.

[0035] Nessa cartografia, cada uma das inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho desse elemento gráfico sendo proporcional ao tamanho dessa inclusão. Uma cor é associada arbitrariamente a cada tipo de inclusão em função de sua composição química que foi determinada na etapa (e).

[0036] Um dispositivo de exibição, por exemplo uma tela, permite em seguida exibir a cartografia obtida.

[0037] Uma vez que a cartografia foi obtida, o processo pode compreender uma etapa suplementar de avaliação da validade da análise da amostra com base em certos critérios.

[0038] Essa etapa suplementar, a etapa (g) (ver a figura 1), é efetuada manualmente por um operador. Essa etapa corresponde a um teste de validade: se o teste é positivo, a análise é julgada válida, e seus resultados são exploráveis. Senão a análise é julgada não válida; ela não é conservada, e outras análises devem ser efetuadas modificando-se certos parâmetros de entrada.

[0039] Por exemplo, os dados seguintes são recuperados da cartografia: número de inclusões detectadas, distribuição espacial das inclusões, tamanho das inclusões.

[0040] É dado abaixo o exemplo de um aço Maraging 250 que compreende inclusões de nitretos e outras inclusões.

[0041] No que diz respeito às inclusões de nitretos, se a distribuição espacial das mesmas é homogênea, a dimensão máxima das inclusões deve ser inferior a 20 μm (micrometros), e o número de inclusões por campo de 0,5 mm^2 deve ser inferior ou igual a 4 e eventualmente compreendido entre 4 e 16 em um só dos campos. Se as inclusões estão alinhadas ou agrupadas em acumulações, a dimensão máxima dessas acumulações/alinhamentos deve ser inferior a 75 μm , o número dessas acumulações/alinhamentos deve ser no máximo de um por campo de 0,5 mm^2 , e sua espessura deve ser inferior a 9 μm .

[0042] No que diz respeito às outras inclusões, se a distribuição espacial das mesmas é homogênea, a dimensão máxima das inclusões deve ser inferior a 20 μm , e o número de inclusões por campo de 0,5 mm^2 deve ser inferior ou igual a 4. Se as inclusões estão alinhadas ou agrupadas em acumulações, a dimensão máxima

dessas acumulações/alinhamentos deve ser inferior a 75 μm , o número dessas acumulações/alinhamentos é no máximo de um por campo de 0,5 mm^2 , e sua espessura deve ser inferior a 9 μm .

[0043] A invenção também se refere a um sistema de contagem e de análise de inclusões em uma liga que utiliza um processo descrito acima, quer dizer um sistema que compreende um microscópio, um primeiro meio de software L₁ próprio para comandar esse microscópio e para detectar, em função de limites de detecção, as inclusões presentes em uma amostra da liga e para enumerar essas inclusões, um aparelho de análise química próprio para recolher dados químicos em cada uma dessas inclusões, um segundo meio de software L₂ próprio para adquirir uma imagem de cada uma dessas inclusões e para comandar o aparelho de análise química para determinar sua composição química a partir desses dados químicos, um terceiro meio de software L₃ próprio para realizar uma cartografia da amostra em que cada uma das inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico de tamanho proporcional ao tamanho dessa inclusão, e do qual a cor é correlacionada com a composição química dessa inclusão. O sistema compreende também um dispositivo de exibição dessa cartografia.

[0044] Todas as ligas metálicas são aptas para ser examinadas pelo sistema de contagem e de análise descrito acima. Essas ligas podem ser um aço ligado ou não, uma liga de base níquel, uma liga de base cobalto, uma liga elaborada por metalurgia dos pós.

[0045] São dados abaixo exemplos em que o processo de acordo com a invenção é aplicado ao caso de aços Maraging 250.

Exemplo: Aço Maraging 250 X2NiCoMo18-8-5

[0046] Os parâmetros de entrada são os seguintes:

- Ampliação: 200
- Tamanho da imagem adquirida (pixels): 512*512
- Número de campos a analisar: 600
- Distribuição dos campos: contínua.

[0047] Os limites de detecção das inclusões são os seguintes:

- Limites de tamanho de inclusões: 5 μm
- Limites de nível de cinza: de 190 a 250
- Limites de composições químicas: ver a tabela I abaixo.

TABELA I

	Óxidos		Sulfetos		Oxissulfetos		Nitretos de Titânio	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Fe	0,0	68,4	0,0	68,4	0,0	68,4	0,0	68,4
O	1,0	100,0	0,0	1,0	1,0	3,0	0,0	100,0
Mg	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
Al	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
Ca	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
Si	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
S	0,0	1,5	1,5	100,0	1,0	3,0	0,0	100,0
Ti	0,0	3,5	0,0	3,5	0,0	3,5	3,5	100,0
Ni	0,0	15,3	0,0	15,3	0,0	15,3	0,0	15,3
Co	0,0	6,3	0,0	6,3	0,0	6,3	0,0	6,3
Mn	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0
Mo	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0	0,0	100,0

[0048] Os resultados da análise química mostram que as inclusões presentes na liga são as seguintes:

- Inclusão de tipo 1: Nitretos de titânio
- Inclusão de tipo 2: Óxidos
- Inclusão de tipo 3: Sulfetos

[0049] A figura 3 mostra a cartografia de inclusões obtida para a amostra analisada.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de contagem e de análise de inclusões em uma liga por análise de imagem, compreendendo:

- (a) a preparação de uma amostra da dita liga,
- (b) a determinação de limites de detecção das inclusões pela observação, com uma ampliação, de pelo menos um campo da dita amostra,
- (c) a detecção das inclusões da dita amostra em função dos limites definidos na etapa (b) e a enumeração dessas inclusões,
- (d) a aquisição de imagens de cada uma das ditas inclusões detectadas na etapa (c) e a determinação do tamanho de cada uma dessas inclusões,
- (e) a determinação da composição química de cada uma dessas inclusões detectadas pela análise química de cada uma dessas últimas, o processo sendo caracterizado pelo fato de que compreende:
- (f) a realização de uma cartografia da dita amostra a partir das imagens adquiridas na etapa (d), essa cartografia mostrando a distribuição espacial das inclusões, em que cada uma das ditas inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho do dito elemento gráfico sendo proporcional ao dito tamanho dessa inclusão, e a cor do dito elemento gráfico sendo correlacionada com a dita composição química dessa inclusão.

2. Processo de contagem e de análise de inclusões de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na etapa (b), os limites de detecção compreendem uma dimensão mínima de inclusão, e uma concentração mínima em pelo menos um elemento químico em uma inclusão.

3. Processo de contagem e de análise de inclusões de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que compreende, depois da etapa (f), a etapa seguinte:

- (g) a análise da amostra a partir da cartografia realizada na etapa (f) das inclusões detectadas em função de pelo menos um critério predeterminado.

4. Processo de contagem e de análise de inclusões de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que cada critério é escolhido entre pelo

menos a distribuição das inclusões, a dimensão de cada inclusão, e o número das inclusões por unidade de superfície.

5. Processo de contagem e de análise de inclusões de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a dita liga é escolhida entre um aço ao carbono, uma liga de base níquel, uma liga de base cobalto, uma liga elaborada por metalurgia dos pós.

6. Sistema de contagem e de análise de inclusões em uma liga compreendendo um microscópio, um primeiro meio próprio para comandar esse microscópio e para detectar, em função de limites de detecção, as inclusões presentes em uma amostra da dita liga e para enumerar essas inclusões, um aparelho de análise química próprio para recolher dados químicos sobre cada uma das ditas inclusões, um segundo meio próprio para adquirir uma imagem de cada uma dessas inclusões e para comandar o aparelho de análise química para determinar sua composição química a partir dos ditos dados químicos, o sistema sendo caracterizado pelo fato de que compreende um terceiro meio próprio para realizar uma cartografia da dita amostra que mostra a distribuição espacial das inclusões em que cada uma das ditas inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho do dito elemento gráfico sendo proporcional ao tamanho dessa inclusão, e a cor do dito elemento gráfico sendo correlacionada com a dita composição química dessa inclusão, e um dispositivo de exibição da dita cartografia.

7. Sistema de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que os ditos limites de detecção compreendem uma dimensão mínima de inclusão, e uma concentração mínima em pelo menos um elemento químico em uma inclusão.

8. Sistema de acordo com a reivindicação 6 ou 7, caracterizado pelo fato de que o dito microscópio é um MEV, e o dito aparelho de análise química é um sistema de microanálise com dispersão de energia.

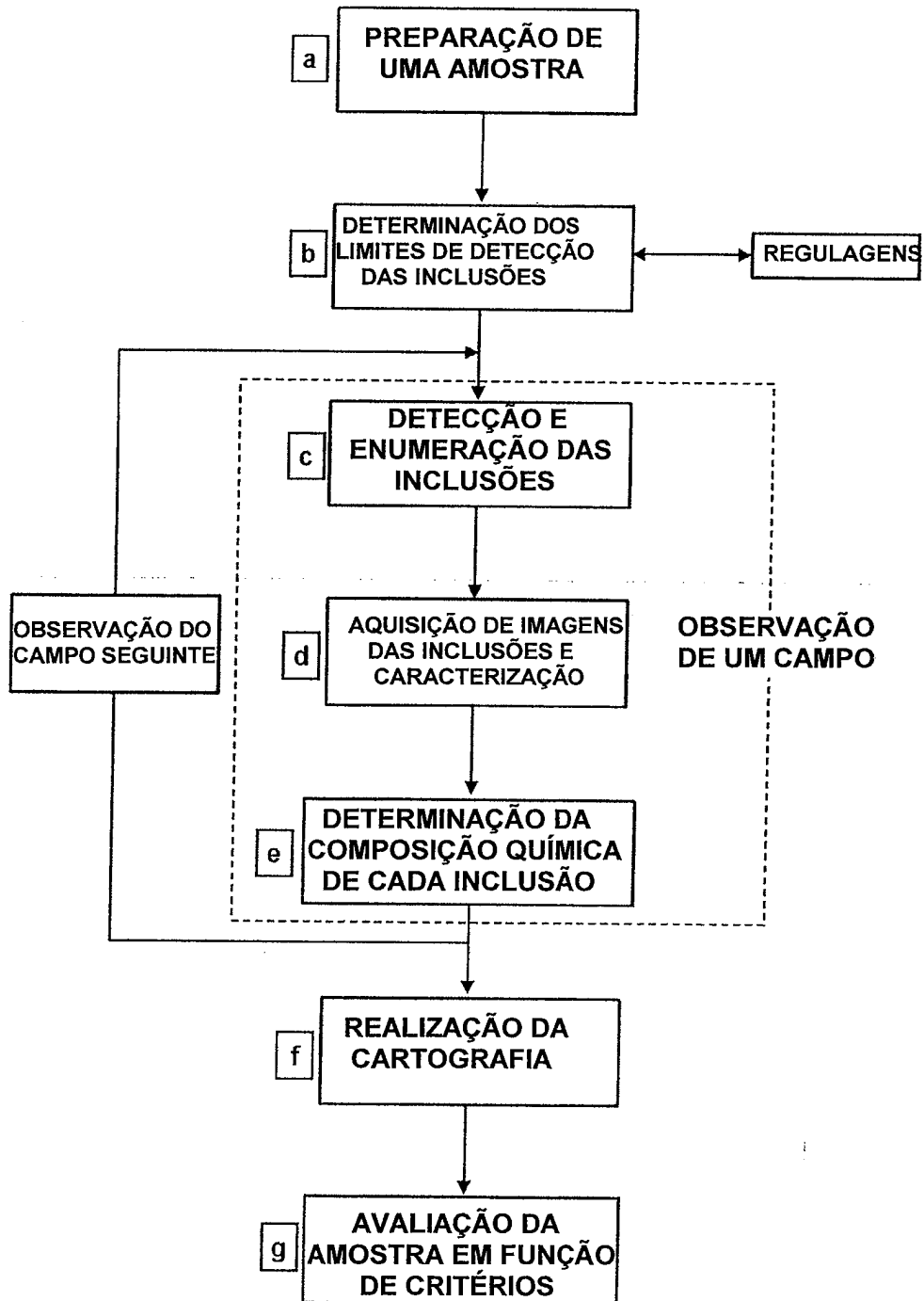


FIG.1

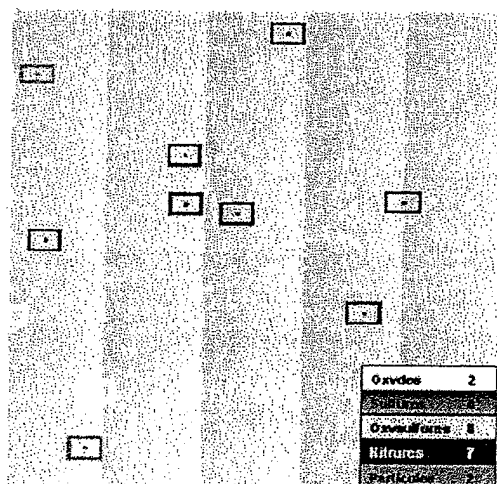
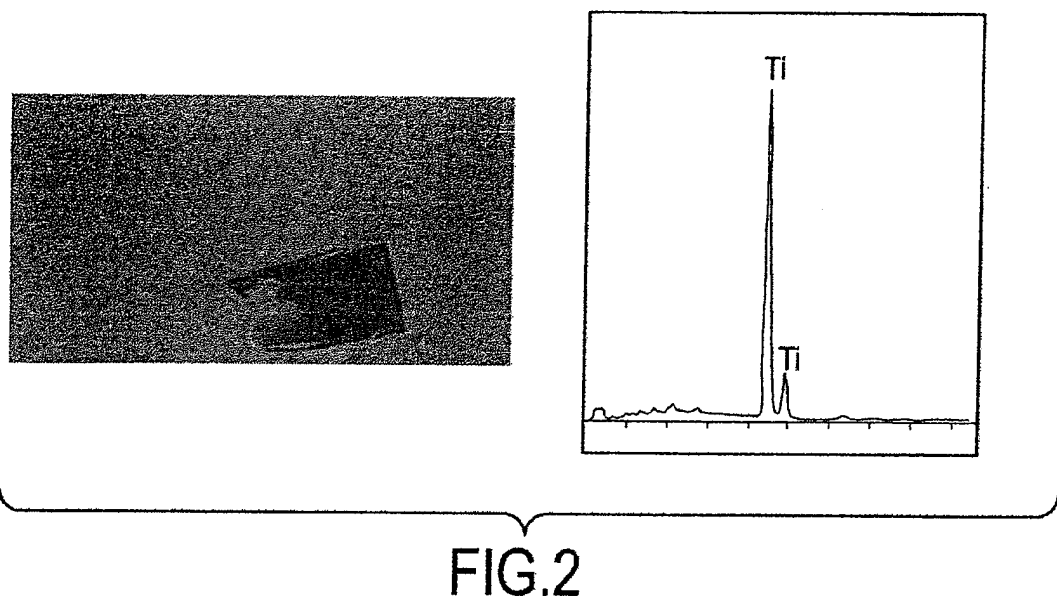


FIG.3

RESUMO

“PROCESSO E SISTEMA DE CONTAGEM E DE ANÁLISE DE INCLUSÕES EM UMA LIGA”

A invenção se refere a um processo de contagem e de análise em uma liga por análise de imagem, caracterizado pelo fato de que ele compreende (a) A preparação de uma amostra da dita liga, (b) A determinação de limites de detecção das inclusões pela observação, com uma ampliação, de pelo menos um campo da dita amostra. (c) A detecção das inclusões da dita amostra em função dos limites definidos na etapa (b) e a enumeração dessas inclusões, (d) A aquisição de imagens de cada uma das ditas inclusões detectadas na etapa (c) e a determinação do tamanho de cada uma dessas inclusões, (e) A determinação da composição química de cada uma dessas inclusões detectadas pela análise química de cada uma dessas últimas, (f) A realização de uma cartografia da dita amostra a partir das imagens adquiridas na etapa (d), essa cartografia mostrando a distribuição espacial das inclusões, em que cada uma das ditas inclusões detectadas é representada por um elemento gráfico, o tamanho do dito elemento gráfico sendo proporcional ao dito tamanho dessa inclusão, e a cor do dito elemento gráfico sendo correlacionada com a dita composição química dessa inclusão.