

AVALIAÇÃO PRELIMINAR DE MÉTODOS PARA ESTIMATIVA DO TAMANHO MÁXIMO DE INCLUSÃO NÃO-METÁLICA EM AÇO DE ALTA LIMPEZA¹

Iêda Maria Vieira Caminha²

Ibrahim de Cerqueira Abud³

Jôneo Lopes do Nascimento³

André Luiz Vasconcellos da Costa e Silva⁴

Resumo

A presença de inclusões não-metálicas é uma característica praticamente inevitável em aços elaborados por processos convencionais. Estas inclusões influenciam várias propriedades dos aços e seu controle tem merecido especial atenção, nas últimas décadas. Enquanto algumas propriedades são mais influenciadas pela fração volumétrica ou pelo tipo de inclusão presente, em outros casos, como em aplicações em que a resistência a fadiga é crítica, o tamanho da maior inclusão presente no aço assume uma importância crítica. Na última década, métodos estatísticos para a estimativa do tamanho da maior inclusão esperada em uma corrida de aço a partir da informação obtida de amostras deste material foram desenvolvidos. No presente trabalho são apresentados resultados da aplicação de técnicas de estatística de valores extremos para a estimativa do tamanho máximo de inclusão não-metálica em um aço produzido visando elevada limpeza. São discutidas as dificuldades, limitações e fontes de erro da técnica, destacando o seu potencial de aplicação, em especial através de técnicas automatizadas.

Palavras-chave: Aço; Tamanho máximo de inclusão não-metálica; Método estatístico; Valores extremos.

A PRELIMINARY EVALUATION OF METHODS TO ESTIMATE THE MAXIMUM NON-METALLIC INCLUSION SIZE IN CLEAN STEEL

Abstract

While non metallic inclusions ubiquitous in conventional steelmaking the evaluation and control of these particles has been the subject of close evaluation in the last decades. For some properties, such as fatigue resistance, the largest inclusion present in the steel is the critical property to be evaluated. The result of the application of extreme value statistical techniques to estimate the maximum inclusion size in a sample of clean steel are presented. The difficulties, limitations and some sources of errors in the application of these techniques are discussed. The application potential of these techniques in combination with automated metallographic techniques are also highlighted.

Key-words: Steel; Largest non-metallic inclusion; Extreme value statistics.

¹ *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

² *Membros da ABM, D.Sc., Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Avenida Venezuela, 82, sala 626, Rio de Janeiro, CEP 20.081-312, iedamari@int.gov.br, ibrahimc@int.gov.br*

³ *Membro da ABM, M.C., Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Avenida Venezuela, 82, sala 626, Rio de Janeiro, CEP 20.081-312, joneolop@int.gov.br*

⁴ *Membro da ABM, Engenheiro Metalúrgico, PhD, Diretor Técnico do IBQN, Professor da EEIMVR-UFF, Volta Redonda RJ, andre@metal.eeimvr.uff.br*

1 INTRODUÇÃO

A presença de inclusões não-metálicas é uma característica praticamente inevitável em aços elaborados por processos convencionais.^(1,2) Estas inclusões influenciam várias propriedades dos aços e seu controle tem merecido especial atenção, nas últimas décadas.⁽³⁾ Enquanto algumas propriedades são mais influenciadas pela fração volumétrica ou pelo tipo de inclusão presente,⁽²⁾ em outros casos, como em aplicações em que a resistência à fadiga é crítica, o tamanho da maior inclusão presente no aço assume uma importância crítica.⁽⁴⁾ Nas últimas décadas, métodos estatísticos para a estimativa do tamanho da maior inclusão esperada em uma corrida de aço a partir da informação obtida de amostras deste material foram desenvolvidos (e.g. (4,5)).

Existem diversas técnicas para avaliar características de inclusões não metálicas presentes em aços. As técnicas mais comuns são metalográficas e visam caracterizar a fração volumétrica, razão de aspecto e tamanho. A metodologia classicamente empregada consistia em comparar observações microscópicas padronizadas com figuras ilustrativas (“plates”).⁽⁶⁾ Este método, além de cansativo para o operador – o que geralmente pode induzir a erros de interpretações – envolve tempos de ensaio relativamente longos e, mais importante, têm se tornado inadequados aos aços de com baixas quantidades de inclusões não-metálicas produzidos atualmente.^(5,7) Enquanto estas técnicas permitiam alguma correlação com propriedades tais como ductilidade e alongamento em aços de limpeza “média”, as correlações com desempenho a fadiga são muito baixas e a aplicação a aços produzidos com cuidados visando a limpeza leva a resultados pouco discriminatórios. Assim, outras técnicas de medida tem sido avaliadas em busca de alternativas,⁽⁸⁾ especialmente aproveitando os avanços computacionais e na metalografia quantitativa. Enquanto estas técnicas permitem a avaliação relativamente rápida de um volume significativo de aço, não resolvem, diretamente, o problema da avaliação e análise dos dados. O problema da análise se torna especialmente interessante quando se observa que, para algumas propriedades, como mencionado acima, as características “médias” da população inclusionária observada não são o aspecto decisivo. O que se deseja conhecer é uma estimativa da maior inclusão que poderá existir em uma determinada peça ou volume de aço. Enquanto é intuitivo que métodos de amostragem possam fornecer informações sobre a “média” de uma característica, não é especialmente simples imaginar como uma amostragem não exaustiva pode fornecer informações sobre o valor máximo do tamanho de inclusão presente em uma corrida de aço. Felizmente, este é um problema comum em engenharia e em outras áreas da ciência: estimativa da maior onda que uma plataforma de petróleo encontrará em sua vida ou do vento mais forte que poderá atingir uma estrutura,⁽⁹⁾ assim como vários aspectos do cálculo atuarial dependem da chamada “estatística de extremos”. O objetivo deste trabalho é avaliar a aplicação de alguns métodos descritos na literatura à estimativa da maior inclusão não-metálica em uma amostra real, ressaltando algumas dificuldades encontradas e áreas em que maior desenvolvimento será necessário em futuro próximo⁽⁸⁾ para melhor atender a indústria brasileira nesta quantificação.

2 METALOGRAFIA QUANTITATIVA

Nos últimos anos o avanço da computação, seja na velocidade de processamento ou na capacidade de armazenamento, bem como na qualidade de imagens que podem ser capturadas e processadas, tem permitido o desenvolvimento de técnicas por análise automática de imagens cada vez mais precisas e confiáveis. Neste sentido o tratamento automático da imagem tem sido uma importante ferramenta na análise e interpretação de microestruturas, permitindo medições que seriam impossíveis por métodos manuais, com velocidade mais elevada de análise e conseqüente aumento da qualidade estatística dos resultados, além da possibilidade de desenvolver procedimentos automáticos. Sistemas de análise automática de imagens possibilitam a elaboração de rotinas específicas com filtros espaciais trabalhando em conjunto com operações lógicas que permitem a melhor preparação da imagem para a análise e a segregação de valores de medições indesejáveis.

No presente trabalho, amostras de um aço foram submetidas à metalografia quantitativa por análise automática de imagem e os resultados avaliados estatisticamente e qualitativamente, para a aplicação da técnica de valores extremos. São discutidas as dificuldades, limitações e fontes de erro da técnica, destacando o seu potencial de aplicação, em especial através de técnicas automatizadas.

3 METODOLOGIA DE CONTAGEM DE INCLUSÕES - PROCEDIMENTO

Amostras de uma barra cilíndrica de aço foram preparadas por metalografia convencional. As amostras foram preparadas no plano longitudinal (definido pelo eixo e por um raio da barra), respeitando requisitos de polimento específicos para observação de inclusões não-metálicas. Para a quantificação das inclusões foi utilizado um sistema analisador de imagens marca LECO, composto de microscópio ótico com câmera acoplada para captura de imagem e estágio motorizado para movimentação campo a campo das amostras analisadas. Este sistema é controlado por software (IA 3001) que dispõe de filtros espaciais responsáveis pelo contraste e brilho dos níveis de cinza detectados (entre 0 e 255) na imagem observada, além de funções binárias que permitem ao operador realizar operações lógicas e segmentação da região de interesse destinando-a para plano binário específico onde será realizado o dimensionamento das partículas e/ou fases. Nas operações lógicas o programa permite ao operador eliminar artefatos e/ou partículas de dimensões indesejáveis e calcular propriedades estatísticas típicas como média, desvio padrão, e realizar avaliações quantitativas dos resultados encontrados.

Para adequação da imagem capturada foi realizada uma homogeneização dos níveis de cinza percebidos por intermédio da função *Gray Contrast Adjustment*. Entre as opções de ajustes disponíveis a que melhor correspondeu à intensidade da imagem foi a "Linear". Ajustados os parâmetros as inclusões aparecem sensivelmente mais escuras e a matriz mais clara proporcionando assim, uma melhor distinção entre as duas.

Foi ainda empregado o filtro espacial *sharpen* que trata da adequação do contraste por convolução, a nível de "píxel", não dependendo de interferência do operador.

Estando o campo observado devidamente tratado em nível de cinza, foi realizada a segmentação das partículas presentes com a utilização do *threshold Image*. Nesta etapa as inclusões foram direcionadas a um plano binário 1 (vermelho), que foi objeto de posterior medição. Para uma limpeza prévia, ocorrências detectadas no plano binário 1 com dimensões de até 2 pixels de largura por 2 pixels de comprimento foram reconhecidas como ruídos e conseqüentemente eliminadas com a utilização da função binária *binary chord size*, transferindo-as para fora do plano de interesse. Após essa preparação, foram realizadas as medições de área, razão de aspecto e distância entre partículas, sendo estes parâmetros selecionados de uma gama de opções constantes na caixa de diálogo *feature measure* que foi direcionada ao plano binário 1. Foram amostrados 37 campos. A dimensão da inclusão foi calculada como o diâmetro de um círculo de mesma área que a inclusão medida. Este método difere apenas por uma constante do método de Murakami, que preconiza o uso do parâmetro $\sqrt{\text{área}}$.⁽⁴⁾ Os autores que empregam outros métodos de avaliação de extremos referem-se, em geral, ao “tamanho” da inclusão, sem definir como este valor é obtido. Em aços como aços para rolamento, em que a maior parte das inclusões deve ser globular, é razoável assumir que o método empregado no presente trabalho será adequado. Entretanto, no aço analisado neste trabalho há uma incidência não desprezível de inclusões com relação de aspecto bastante diferente da unidade.

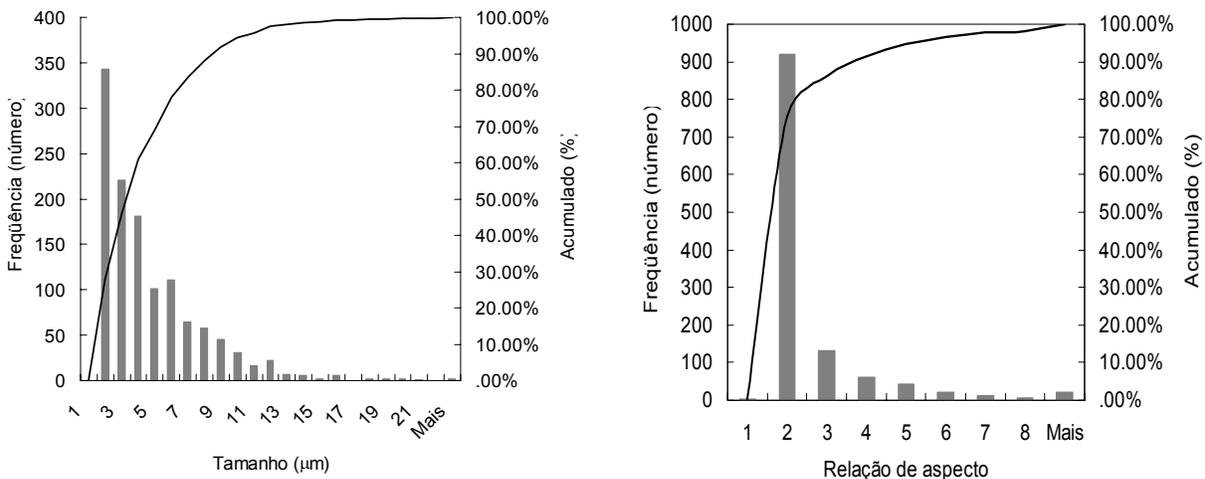


Figura 1 Distribuição de tamanhos (μm) e relação de aspecto (maior dimensão/ menor dimensão) das seções transversais das inclusões nos planos amostrados.

4 AVALIAÇÕES ESTATÍSTICAS

4.1 Avaliação pela Estatística de Valores Extremos

Murakami (e.g. (4)) é pioneiro na avaliação de defeitos extremos e na correlação desta propriedade com o desempenho a fadiga. A função de distribuição cumulativa da

distribuição de valores extremos LEVD (*Largest Extreme Value Distribution*) utilizada por Murakami é dada pela Equação 1, onde λ e δ são chamados os parâmetros de localização e escala da distribuição, respectivamente.

$$F(x) = \exp\left\{-\exp\left[-\frac{(x-\lambda)}{\delta}\right]\right\} \quad \text{Equação 1}$$

Beretta e Murakami⁽¹⁰⁾ avaliaram os estimadores dos parâmetros da distribuição LEVD. O método mais simples de estimação envolve o emprego da técnica de mínimos quadrados (MQ) para ajustar uma reta à distribuição apresentada na Figura 2.^(5,11) Uma tabela contendo a maior inclusão observada em cada campo é composta, ordenando-as por tamanho crescente. Para a inclusão de ordem i , nesta tabela, a probabilidade acumulada é calculada como $i/N + 1$ e uma variável reduzida $-\ln(-\ln(i/N + 1))$ é usada no gráfico.

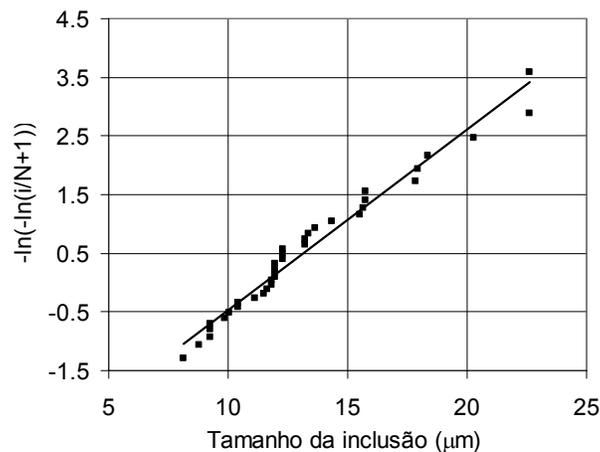


Figura 2 Gráfico da variável reduzida de probabilidade da LEVD em função do tamanho da maior inclusão observada em cada campo.

A equação que descreve a reta da Figura 2 é obtida a partir de $x(P) = \lambda - \delta \ln(-\ln(P))$. Os parâmetros da distribuição podem ser obtidos diretamente dos coeficientes da reta ajustada. Alternativamente, estimadores dos parâmetros podem ser obtidos por métodos de máxima verossimilhança (MV) (*maximum likelihood*) como proposto por Baretta e Murakami.⁽¹⁰⁾ A análise destes autores indica que este é o método mais recomendado, em função de sua precisão estatística, para a obtenção dos parâmetros da distribuição LEVD. Os parâmetros estimados pelos dois métodos são apresentados na Tabela 1.

Conhecidos os parâmetros da distribuição é possível estimar o tamanho da maior inclusão presente em um dado volume de aço através da Equação 2. Os valores assim obtidos estão na Tabela 1.

$$x(T) = \lambda - \delta \ln\left(-\ln\left(\frac{1}{T}\right)\right) \quad \text{onde} \quad T = \frac{V}{V_0} \quad \text{Equação 2}$$

Tabela 1 Parâmetros e inclusões estimadas pela estatística LEVD

Método	λ	δ	Maior inclusão em 1 kg de aço (μm) Equação 2
MV	11,668	2,668	43,1
MQ	11,573	3,166	49,9

Os parâmetros estimados pelos dois métodos são significativamente diferentes e, conseqüentemente, há uma discrepância significativa no tamanho de inclusão previsto. Parte da diferença pode ser devida ao tamanho da amostra adotado, que não foi submetido aos testes propostos por Baretta e Murakami.⁽¹⁰⁾ Esta possibilidade será avaliada em um próximo trabalho.

Uma das limitações da LEVD apontadas por Atkinson e colaboradores⁽⁵⁾ é o fato que o valor previsto para a maior inclusão não é limitado. Aumentando-se o volume de aço onde se deseja prever a maior inclusão, o tamanho previsto sempre aumenta. Embora Murakami e colaboradores indiquem que este problema é irrelevante para a avaliação do desempenho à fadiga, Atkinson demonstra preferência pelo método da distribuição generalizada Pareto (GPD) (generalized Pareto distribution) discutido a seguir.

4.2 Avaliação pela Distribuição Generalizada de Pareto (GPD)

Uma das distribuições estatísticas empregadas para a estimativa de valores extremos é a GPD que tem como função de distribuição a Equação 3.

$$F(x) = 1 - \left(1 + \xi \frac{(x-u)}{\sigma^\eta}\right)^{-\frac{1}{\xi}} \quad \text{Equação 3}$$

Para a avaliação dos dados pela GPD foi seguida a seqüência metodológica proposta por Atkinson e colaboradores.⁽⁵⁾ Visando avaliar o método, foram escolhidos três tamanhos mínimos de inclusão relevante (u), no caso, 2, 3 e 4 μm , embora Atkinson indique que a análise é “relativamente insensível” a este valor. A metodologia prevê que, a partir de cada um destes valores, se estabeleçam limites de tamanho crescentes. Para cada limite de tamanho, obtém-se o “excesso médio” sobre este limite. O “excesso”, para cada inclusão, é definido como a diferença entre o tamanho da inclusão e o limite de tamanho escolhido. O “excesso médio” é definido como a média dos excessos. Um gráfico do “excesso médio” em função do limite de tamanho é então preparado (para cada tamanho mínimo, neste trabalho) como mostra a Figura 3, para o tamanho mínimo de 3 μm .

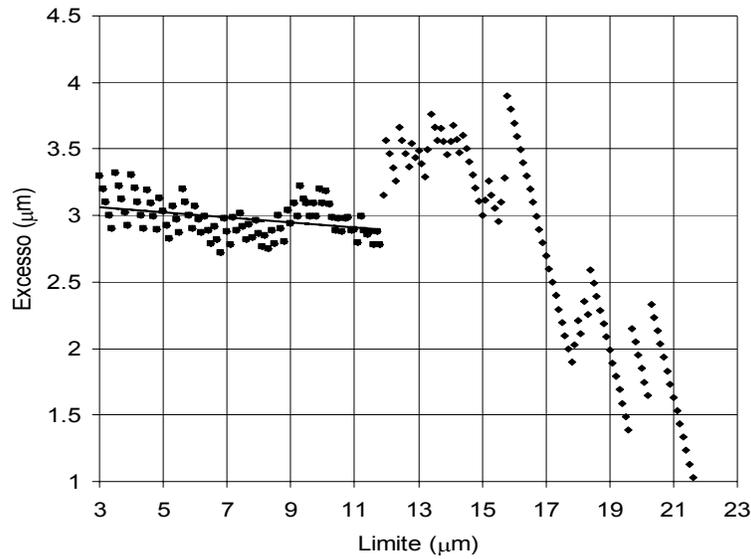


Figura 3 Gráfico de excesso médio para cada limite. A reta ajustada permite obter os parâmetros da GPD.(ver texto)

Há várias maneiras de estimar os parâmetros da distribuição GPD. Atkinson e colaboradores destacam a facilidade de obtenção destes parâmetros pelo ajuste de uma reta ao gráfico de excesso médio em função do limite de tamanho (Figura 3). Este ajuste permitiria estimar os parâmetros da distribuição GPD. Os parâmetros da distribuição GDP podem ser estimados através deste gráfico com os estimadores descritos na Tabela 2.

Tabela 2 Estimadores dos parâmetros da GDP a partir de um gráfico como a Figura 3.⁽⁵⁾

Estimador	Função dos parâmetros da GDP
Coeficiente angular da reta	$\frac{\xi}{1 - \xi}$
Interseção da reta	$\frac{\sigma'}{1 - \xi}$

Empregando-se os parâmetros assim estimados obtém-se uma distribuição como a da Figura 4.

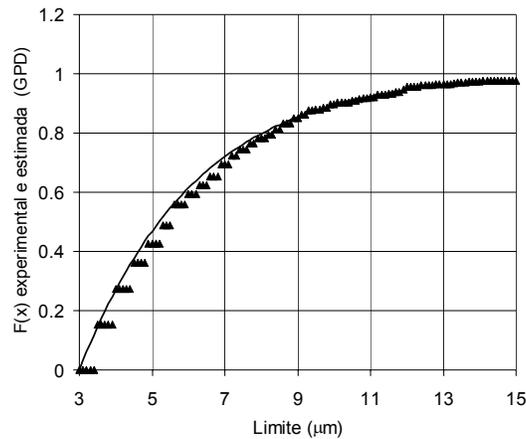


Figura 4 Distribuição dos dados e função distribuição para uma GPD estimada (ver texto)

Este método tem, entretanto, importantes limitações: (a) não permite avaliar a qualidade do ajuste da distribuição aos dados (b) é sensível ao “último” ponto usado para o ajuste (no caso, foi empregado 11,8μm para todas as análises), quando começa a ocorrer maior oscilação dos excessos e (c) depende do limite escolhido, como mostra a Tabela 3. A maior inclusão em um dado volume de aço pode ser estimada através da Equação 4. Como a GPD é limitada, a maior inclusão em qualquer volume de aço é dada pela Equação 5, limite máximo da Equação 4.

$$x_V = u - \frac{\sigma'}{\xi} [1 - (V \cdot N_V(u))^\xi] \quad \text{Equação 4}$$

$$x_V = u - \frac{\sigma'}{\xi} \quad \text{Equação 5}$$

O resultado do ajuste de GPD aos dados obtidos e algumas previsões sobre a limpeza do aço calculadas utilizando estes parâmetros são apresentados na Tabela 3. É evidente que a variação dos parâmetros e das propriedades assim estimadas é excessiva. Assim, ao menos na amostra em questão, a relativa robustez do método gráfico proposto por Shi, Atkinson e colaboradores⁽¹²⁾ não se confirmou. Um método de estimativa estatística mais preciso deve ser empregado, como o método da máxima verossimilhança (e.g. (13)). Os autores do presente trabalho ainda não conseguiram desenvolver um método para esta estimativa, entretanto.

Tabela 3 Parâmetros estimados para a GPD e estimativas de tamanhos máximos de inclusões em função do limite (u) usado na análise.

Limite (u) (μm)	σ' estimado	ξ estimado	Maior inclusão em 1 kg de aço (μm) (Equação 4)	Maior inclusão (Equação 5) (μm)
2	3,230596	-0,02396	50,4	136,8
3	3,180363	-0,01958	51,9	165,5
4	3,098744	-0,01276	53,7	246,8

Os valores estimados para a maior inclusão em 1 kg são da mesma magnitude que os valores estimados pela LEVD.

5 CONCLUSÕES

Para a avaliação de propriedades tais como resistência a fadiga, os valores médios da população inclusionária são menos importantes do que os valores extremos. A amostragem em um número limitado de planos metalográficos (ou um pequeno volume de aço) não permite, normalmente, encontrar a “maior” inclusão esperada em uma peça de aço, de volume significativo. Este tipo de problema é comum em cálculo de fenômenos naturais (tais como ondas, maremotos, ventos, etc.) ou atuariais. Técnicas estatísticas podem ser aplicadas para prever a maior inclusão esperada, em função da amostra colhida. As duas técnicas mais comumente empregadas para a avaliação de inclusões em aços usam as estatísticas LEVD e GDP. Observou-se que a técnica de aplicação da LEVD é, aparentemente, mais fácil e mais robusta, em função de se dispor de um estimador simples de máxima verossimilhança. No caso da GDP, uma metodologia aparentemente simples proposta na literatura foi aplicada e observou-se uma sensibilidade excessiva às escolhas do operador, algo indesejável neste tipo de análise. Não foi encontrado um estimador simples de máxima verossimilhança que pudesse ser aplicado a esta distribuição. As duas técnicas apresentaram previsões semelhantes (da ordem de $50\mu\text{m}$) para a maior inclusão presente em 1kg de aço. Houve grande variação na previsão do limite da “maior inclusão” previsto pela GDP, possivelmente em função da técnica de ajuste dos parâmetros. Os próximos passos no estudo são uma melhor avaliação do efeito do tamanho da amostra sobre a qualidade dos resultados e o desenvolvimento de um estimador de máxima verossimilhança para a GDP. Espera-se, também, aplicar as técnicas a aços produzidos com cuidados especiais para atingir elevada limpeza, sobre os quais existam resultados de ensaios de fadiga, para avaliar a correlação com tais resultados.

LISTA DE SÍMBOLOS

u - limite inferior de contagem do “excesso” na distribuição GDP (“threshold”) (μm)

x - tamanho de inclusão (μm)

x_v - maior inclusão presente em um volume de aço (μm)

$N_v(u)$ - densidade de inclusões maiores que u (número de inclusões/ μm^3)

ξ, σ' - parâmetros da distribuição GDP

V - volume de aço a estimar

V_0 - volume de aço da amostra

λ, δ - parâmetros da distribuição LEVD

N - número de amostras ou número de inclusões.

Agradecimentos

ACS agradece ao CNPq pelo apoio financeiro para o desenvolvimento do projeto TECOMAT.

REFERÊNCIAS

- 1 Costa e Silva, A., *Refino dos aços- avanços e perspectivas*, in *Aços: perspectivas para os próximos 10 anos*, I. Bott, Editor. 2002, RECOPE: Rio de Janeiro. p. 55-68.
- 2 Costa e Silva, A.L.V. and P.R. Mei, *Aços e Ligas Especiais*. 2a edição ed. 2006, São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda. 662.
- 3 Costa e Silva, A. *Controle de Inclusões não-metálicas em aços - Passado, presente e futuro*. in *Keynote Lecture. In: 60 Congresso Anual da ABM*. 2005. Belo Horizonte, MG: ABM, São Paulo, SP.
- 4 Murakami, Y., S. Kodama, and S. Konuma, *Quantitative-Evaluation of Effects of Non-Metallic Inclusions on Fatigue-Strength of High-Strength Steels .1. Basic Fatigue Mechanism and Evaluation of Correlation between the Fatigue Fracture-Stress and the Size and Location of Non-Metallic Inclusions*. International Journal of Fatigue, 1989. **11**(5): p. 291-298.
- 5 Atkinson, H.V. and G. Shi, *Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methods*. Progress in Materials Science, 2003. **48**: p. 457-520.
- 6 ASTM, *ASTM E45-05 Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel*. American Society for Testing of Materials- ASTM, 2005: p. 19.
- 7 Zhang, L. and B.G. Thomas, *State of the Art in Evaluation and Control of Steel Cleanliness*. ISIJ International, 2003. **43**(3): p. 271-291.
- 8 Avillez, R.R., A. Costa e Silva, F. Beneduce, and C.A.M. Moraes. *Rede de termodinâmica computacional aplicada ao desenvolvimento de materiais avançados- inclusões em aços*. in *61 Congresso Anual da ABM, 2006, Rio de Janeiro*. 2006. Rio de Janeiro, RJ: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo.
- 9 de Haan, L. and J. de Ronde, *Sea and Wind: Multivariate Extremes at Work*. Extremes, 1998. **1**(1): p. 7-45.
- 10 Beretta, S. and Y. Murakami, *Statistical analysis of defects for fatigue strength prediction and quality control of materials*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1998. **21**: p. 1049-1065.
- 11 ASTM, *ASTM E2283 "Standard Practice for Extreme Value Analysis of Nonmetallic Inclusions in Steel and Other Microstructural Features,"*. American Society for Testing of Materials W. Conshohocken, PA, 2004.
- 12 Shi, G., H.V. Atkinson, C.M. Sellars, and C.W. Anderson, *Application of the Generalized Pareto Distribution to the Estimation of the Size of the Maximum Inclusion in Clean Steels*. Acta Metallurgica, 1999. **47**(5): p. 1455-1468.
- 13 Choulakian, V. and M.A. Stephens, *Goodness-of-fit tests for the Generalized Pareto Distribution*. Technometrics, 2001. **43**(4): p. 479-484.