

CARACTERIZAÇÃO DO ESTADO DE ENVELHECIMENTO DE UM AÇO HP POR ENSAIO NÃO DESTRUTIVO DE ULTRASSOM

Natalie Chaves de Siqueira

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadoras: Gabriela Ribeiro Pereira Adriana da Cunha Rocha

Rio de Janeiro Janeiro de 2016

CARACTERIZAÇÃO DO ESTADO DE ENVELHECIMENTO DE UM AÇO HP POR ENSAIO NÃO DESTRUTIVO DE ULTRASSOM

Natalie Chaves de Siqueira

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.

Prof. Antonio Mauriçio Ferreira Leite Miranda/de Sá, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL JANEIRO DE 2016

Siqueira, Natalie Chaves de Caracterização do Estado de Envelhecimento de um Aço HP por Ensaio Não Destrutivo de Ultrassom / Natalie Chaves de Siqueira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2016. XVII, 143 p.: il.; 29,7 cm Orientadoras: Gabriela Ribeiro Pereira Adriana da Cunha Rocha Dissertação (mestrado) – UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2016. Referências Bibliográficas: p. 111-117. 1. Ultrassom 2. Aço HP 3. Análise Espectral. I. Pereira, Gabriela Ribeiro *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III.Título.

Dedico esta dissertação ao meu pai Orlando Mariano de Siqueira (in memoriam), que no decorrer deste trabalho nos deixou, mas sempre estará em nossos pensamentos e corações. Um dia, iremos nos reencontrar.

Agradecimentos

Quero agradecer a professora Gabriela Ribeiro Pereira, pela oportunidade, confiança, por todos os conhecimentos que contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho e por acreditar no meu potencial.

Ao professor Luis Henrique de Almeida pelas contribuições sobre metalurgia física, assim como a professora Adriana da Cunha Rocha.

Ao professor Antônio Mauricio Ferreira Leite Miranda de Sá, pelas contribuições e esclarecimentos sobre processamento de sinais.

Agradeço a minha mãe, Jeane Vieira Chaves de Siqueira, minha maior incentivadora; por fazer acreditar que eu poderia e conseguiria realizar um curso superior e consequentemente, uma pós-graduação. "*Eu tropeço, mas não desisto*".

Agradeço pelo apoio e carinho de meus irmãos: Armando, Angelin, Bruno, Sofia, Giovanna e Caroline.

Agradeço pelo incentivo, apoio, consultoria, paciência e amor de meu marido, Vinícius Hessel Benedito de Sousa.

Gostaria de agradecer aos amigos que fiz no decorrer deste trabalho: Marcella Grosso, Mónica Arenas, Johanna Pacheco, Iane Soares e Laura Barcellos.

Agradeço a equipe do Laboratório de Ensaios Não Destrutivos Corrosão e Soldagem (LNDC/COPPE), em especial a engenheira Priscila Duarte, por seus ensinamentos, paciência e amizade.

A todos os professores do PEMM/COPPE pelos ensinamentos e ótima receptividade.

A Petrobras pelo fornecimento das amostras e oportunidade de trabalhar em algo que realmente gosto de fazer.

Ao CNPq e ao LNDC pelo apoio financeiro.

V

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO DO ESTADO DE ENVELHECIMENTO DE UM AÇO HP POR ENSAIO NÃO DESTRUTIVO DE ULTRASSOM

Natalie Chaves de Siqueira

Janeiro/2016

Orientadoras: Gabriela Ribeiro Pereira Adriana da Cunha Rocha

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Os aços inoxidáveis austeníticos da classe HP são utilizados em fornos de reforma, porque possuem: elevada resistência à oxidação em altas temperaturas, estabilidade térmica e resistência à fluência. Devido às condições operacionais, os aços HP sofrem mudanças microestruturais ocasionadas pelo envelhecimento. A identificação dos estados de envelhecimento é de suma importância para monitoramento e previsão da vida útil nas unidades operacionais. O objetivo dessa dissertação é caracterizar três estados de envelhecimento de um aço HP utilizando o ensaio não destrutivo de ultrassom aliado ao uso da transformada de *Fourier*. Com os resultados obtidos, demonstrou-se que o emprego da análise espectral no sinal ultrassônico de eco de fundo é uma ferramenta promissora na caracterização dos estados de envelhecimento do aço HP.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

CHARACTERIZATION OF THE AGING STATES OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS HP BY MEANS OF ULTRASONIC NON DESTRUCTIVE TESTING

Natalie Chaves de Siqueira

January/2016

Advisors: Gabriela Ribeiro Pereira Adriana da Cunha Rocha

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The austenitic HP type stainless steels are used in reformer furnaces, since they have proper features: high temperature oxidation resistance, thermal stability and creep resistance. Due to operational conditions, the HP steel have undergone microstructural changes caused by aging. The identification of aging states is very important for monitoring and prevention of remaining life. The purpose of this work is to characterize three states of aging of a HP steel using ultrasonic non-destructive testing combined the *Fourier* transform. The results obtained demonstrated that the use of spectral analysis of the ultrasonic signals is a promising tool for the characterization of the aging states HP steel.

SUMÁRIO

Capítulo 1	
Introdução	
Capítulo 2	
Revisão Teć	brica
2.1. For	no de Reforma
2.1.1.	Características dos fornos 4
2.1.2.	Fornos do tipo <i>Top-Fired</i>
2.2. Aç	os Inoxidáveis Austeníticos Resistentes às Altas Temperaturas7
2.2.1.	Ligas empregadas na fabricação de tubos de reforma7
2.2.2.	Classificação das ligas de aço inoxidável fundido7
2.2.3.	Composição químicas das ligas aço inoxidáveis fundidas 8
2.3. Os	Aços HP
2.3.1.	Propriedades mecânicas do aço HP9
2.3.2.	Característica microestrutural do aço HP 11
2.3.3.	Estados de envelhecimento dos aços resistentes às altas temperaturas 15
2.4. Ult	rassom Convencional
2.4.1.	Vantagens do ensaio de ultrassom convencional 19
2.4.2.	Limitações do ensaio de ultrassom convencional 20
2.4.3.	Características das ondas ultrassônicas
2.4.3	8.1. Ondas longitudinais
2.4.3	8.2. Ondas transversais
2.4.3	8.3. Ondas superficiais (<i>Rayleigh</i>)
2.4.3	8.4. Ondas Lamb
2.4.4.	Principais variáveis no ensaio ultrassônico
2.4.4	1. Frequência
2.4.4	22. Amplitude
2.4.4	A.3. Velocidade da onda
2.4.4	.4. Impedância acústica
2.4.4	.5. Pressão acústica
2.4.4	e.6. Atenuação
2.4.5.	Geração de ondas ultrassônicas
2.4.5	5.1. Efeito piezelétrico
2.4.5	5.2. O feixe ultrassônico

2.4.5	.3. Características dos transdutores piezelétricos	25
2.4.5	.4. Tipos de transdutores ultrassônicos	25
2.4.5	.5. Outros tipos de transdutores de contato existente	27
2.4.5	.6. Acoplante	28
2.4.6.	Técnicas de inspeção por ultrassom	28
2.4.6	.1. Técnica por Pulso-Eco	29
2.4.6	.2. Técnica por Transparência	29
2.4.6	.3. Técnica por Imersão	30
2.5. Pro	cessamento de Sinais Digitais	31
2.5.1.	Tipos de sinais e sua classificação	31
2.5.2.	Função de correlação cruzada	33
2.5.3.	Análise de Espectral	33
2.5.4.	A Transformada de Fourier	34
2.5.5.	A série de <i>Fourier</i>	34
2.5.6.	A transformada de Fourier e sua Inversa no tempo contínuo	35
2.5.7.	Transformada rápida de Fourier (FFT) nos sinais ultrassônicos	36
2.5.8.	Teorema da amostragem	38
2.6. Tes	te de hipóteses <i>t-Student</i>	39
2.6.1.	Hipóteses Estatísticas	39
2.6.2.	Estatística do teste	40
2.7. Estu	idos de Casos	40
2.7.1.	Espalhamento de ondas ultrassônicas	40
2.7.2.	Análise Espectral de um Sinal Ultrassônico	41
2.7.3. ondas u	Aplicação de análise espectral de eco e do sinal retroespalhado ltrassônicas	o em
2.7.4.	Caracterização de materiais utilizando análise espectral	42
2.7.5. caracter	Correlação dos artigos apresentados com a metodologia ização do aço HP	para 47
Capítulo 3		48
Materiais e M	Aétodos	48
3.1. Mat	erial	48
3.2. Aná	ilise metalográfica	50
3.3. Mic	roscópio eletrônico de varredura (MEV)	51
3.4. Ens	aio de Ultrassom	51
3.5. Pro	cessamento dos sinais ultrassônicos	53
3.5.1.	Cálculo dos parâmetros ultrassônicos	58

Capítulo 4 60
Resultado e Discussão 60
4.1. Caracterização microestrutural metalográfica
4.1.1. Análises qualitativas por microscopia óptica
4.1.2. Análises qualitativas por MEV
4.2. Caracterização ultrassônica com análise espectral
4.2.1. Sinal <i>A-scan</i> para amostras com e sem camada externa
4.2.1.1. Sinal <i>A-scan</i> para amostras com camada externa
4.2.1.2. Sinal <i>A-scan</i> para amostras sem camada externa
4.2.1.3. Comparação entre os sinais <i>A-scans</i> das amostras com e sem camada externa
4.2.2. Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras com camada externa 76
4.2.2.1. Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras com camada externa
4.2.3. Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa 79
4.2.3.1. Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa
4.2.4. Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras com camada externa 81
4.2.4.1. Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para amostras com camada externa
4.2.5. Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras sem camada externa 87
4.2.5.1. Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para amostras sem camada externa
4.3. Cálculo dos parâmetros ultrassônicos
4.3.1. Velocidade sônica longitudinal
4.3.1.1. Velocidade de onda longitudinal para amostras com camada externa 93
4.3.1.2. Velocidade de onda longitudinal para amostras sem camada externa 95
4.3.2. Módulo de elasticidade
4.3.2.1. Módulo de elasticidade para amostras com camada externa
4.3.2.2. Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa
4.3.3. Impedância acústica 100
4.3.3.1. Impedância acústica para amostras com camada externa 100

4.3.3.2. Impedância acústica para amostras sem camada externa 10)2
4.4. Correlação entre os resultados microestruturais e de ultrassom 10)3
4.5. Comparação dos espectros obtidos do eco de fundo com amostras <i>Blind Tel</i> (Teste Cego)	est)6
Capítulo 5 10)8
Conclusões 10)8
Capítulo 6	10
Propostas para Trabalhos Futuros11	10
Referências Bibliográficas11	1
APÊNDICES 11	8

Lista de Figuras

Figura 2-1: Ilustração de um forno de reforma utilizado em algumas refinarias (a) acomodação física de um forno de reforma com queimadores posicionados no teto. (Adaptado de SILVEIRA, 2002) e (b) ilustração de um forno de reforma tipo Top-Fired. Figura 2-2: Forno de reforma de uma refinaria com a visão interna do posicionamento das colunas reformadoras e queimadores. (a) janela de inspeção, (b) visão interna do forno com as harpas e (c) visão do teto com os queimadores (Adaptado de AREIZA, Figura 2-3: Classificação de aço inoxidáveis fundidos resistentes à oxidação em altas Figura 2-4: Variação das propriedades mecânicas do aço HP para diferentes temperaturas (Adaptado de ASM, 1990).....10 Figura 2-5: Microscopia ótica de uma liga HP (a) modificada com Nb, em seu estado bruto de fusão e (b) observa-se a matriz austenítica e uma precipitação primária de NbC, conhecida como "escrita chinesa" (Adaptado de RIBEIRO et al., 2000)..... 12 Figura 2-6: Microscopia ótica de (a) e (b) uma liga HP modificada com Nb e Ti em sua estrutura bruta de fusão, com a presença de carbetos de Cr ou Nb e Ti (Adaptado de Figura 2-7: Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados, de uma liga HP-Nb Ti no seu estado bruto de fusão. Morfologia, com fases escuras ricas em cromo e fases claras ricas em Nb (Adaptado de DE ALMEIDA, 2003)...... 13 Figura 2-8: MET de uma liga HP modificada com presença de fase G (Adaptado de Figura 2-9: Critério de envelhecimento de uma liga HK. Ataque por água régia saturada de CuCl₂. Microscopia óptica. (Adaptado de LE MAY et al., 1995). 17 Figura 2-10: Princípio de funcionamento de uma inspeção com ultrassom para detecção Figura 2-11: Ilustração com o comportamento do feixe sônico com regiões de campo próximo, zona de transição e campo distante (Adaptado de SANTIN, 2003). 25 Figura 2-12: Transdutor de contato direto manual (Adaptado de OLYMPUS, 2014).. 26 Figura 2-13: Transdutores de imersão focalizados e não focalizados Adaptado de Figura 2-14: Esquema de um transdutor angular (Adaptado de ANDREUCCI, 2002).28 Figura 2-15: Ilustração do método pulso-eco (Adaptado de ANDREUCCI, 2002). 29 Figura 2-16: Ilustração do método por transparência com dois transdutores (Adaptado Figura 2-17: Organograma dos tipos de sinais existentes Adaptado de (BENDAT, et al., Figura 2-18: Gráfico (a) da equação (2-20) no domínio do tempo e da transformada de Fourier no domínio da frequência (b) da equação (2-21) (Adaptado de SCHMERR, et Figura 2-19: Amostragem de um sinal discreto a partir de amostra do sinal contínuo.

Figura 2-20: Técnica utilizada para análise de espectro de um sinal ultrassônico
Adaptado de (KRÜGER et al., 1995) 42
Figura 2-21: Amostras com grau de envelhecimento do estado I ao III, microscopia
óptica com ampliação de 25X (Adaptado de SANTOS et al., 2014)
Figura 2-22: Amostras com grau de envelhecimento do estado IV e V, microscopia
óptica com ampliação de 25X (Adaptado de SANTOS et al, 2014) 44
Figura 2-23: (a) Sinal A-scan da amostra 1 e (b) análise espectral de todas as amostras
(Adaptado de SANTOS et al., 2014)
Figura 2-24: Análise de espectro das amostras não degradadas (a) e degradadas (b) com
transdutor de 2 MHz (Adaptado de SANTOS et al. 2005) 46
Figura 2-25: Análise de espectro das amostras não degradadas (a) e degradadas (b) com
transdutor de 4 MHz (Adaptado de SANTOS et al. 2005) 47
Figura 3-1: Ilustração com a retirada de amostras do tubo utilizado em fornos de
reforma (Adaptado de CORREA, 2013)
Figura 3-2: Amostras de tubos do forno de reforma (a) com a camada externa e (b) sem
a camada externa
Figura 3-3: Imagens macros das amostras preparadas para análise metalográficas (a)
Estado I, (b) Estado IV e (c) Estado V
Figura 3-4: Montagem experimental para aquisição de sinais ultrassônicos: (a)
equipamento US, (b) transdutor e (c) osciloscópio
Figura 3-5: Fluxograma com as primeiras etapas realizadas na obtenção de um único
sinal A-scan para cada estado de envelhecimento
Figura 3-6: Sinal A-scan com a localização dos ecos de fundo em uma das amostras. 54
Figura 3-7: Localização dos pontos escolhidos na delimitação do sinal retroespalhado.
Figura 3-8: Localização dos pontos escolhidos na delimitação do sinal do eco de fundo.
Figura 3-9: Esquema utilizado na coleta de sinais A-scan em cada posição para
posterior análise do momento de segunda ordem 57
Figura 4-1: Micrografia obtida em microscópio óptico das amostras com Estados I (a),
IV (b), e V (c) de envelhecimento
Figura 4-2: Imagens macroscópicas da parede externa à parede interna dos tubos de aço
HP com Estados I, IV e V de envelhecimento
Figura 4-3 : Micrografia obtida em MEV com as microestruturas das três condições de
- Guine - Contraction of the con
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP
envelhecimento (a), (b) e (c), para as amostras de aço inoxidável HP

Figura 4-9: Processamento de sinais realizado para obtenção da média do sinal no
Estado IV de envelhecimento com camada externa. (a) A-scan com as 30 aquisições, (b)
$\tau_{máx}$ encontrado de 5 (cinco) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada 70
Figura 4-10: Processamento de sinais realizado para obtenção da média do sinal no
Estado V de envelhecimento com camada externa. (a) A-scan com as 30 aquisições, (b)
$\tau_{máx}$ encontrado de 9 (nove) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada 71
Figura 4-11: Representação do sinal A-scan no Estado I sem camada externa após o
processamento de sinais. (a) A-scan com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 9
(nove) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada
Figura 4-12: Representação do sinal A-scan no Estado IV sem camada externa após o
processamento de sinais. (a) A-scan com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 11
(onze) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada
Figura 4-13: Representação do sinal A-scan no Estado V sem camada externa após o
processamento de sinais. (a) A-scan com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 5
(cinco) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada
Figura 4-14: Comparação entre os sinais A-scans para amostras com em sem camada
externa para os Estados (a) I, (b) IV e (c) V de envelhecimento
Figura 4-15: Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras com camada
externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5
Figura 4-16: Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras com
camada externa para (a) os Estados I, IV e V, (b) para os Estados IV e V
Figura 4-17: Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras sem camada
externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5
Figura 4-18: Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras sem
camada externa para os Estados I, IV e V de envelhecimento
Figura 4-19: Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras com camada
externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5
Figura 4-20: Gráfico com (a) os cinco sinais obtidos para o espectro do eco de fundo
(b) média e desvio padrão dos sinais do Estado I, IV e V e (c) região com limiar para
separação (0,42 de amplitude) do Estado IV e V para as amostras com camada externa.
Figura 4-21: Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para as amostras
com camada externa (a) Estados I, IV e V, (b) Estados IV e V
Figura 4-22: Efeito do envelhecimento do aço HP no sinal do eco de fundo no domínio
do tempo, nas amostras com camada externa
Figura 4-23: Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras sem camada
externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5
Figura 4-24: Gráfico com (a) os sinais obtidos para o eco de fundo (b) média dos sinais
do Estado I, IV e V e (c) região com limiar (0,38 de amplitude) para separação do
Estado IV e V para as amostras sem camada externa
Figura 4-25: Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para as amostras
sem camada externa (a) Estados I, IV e V, (b) Estados IV e V
Figura 4-26: Efeito do envelhecimento do aço HP no sinal do eco de fundo nas
amostras sem camada externa
Figura 4-27: Velocidade sônica longitudinal para amostras com camada externa (a)
para os cinco testes, (b) média e desvio padrão dos cinco testes e (c) comparação entre a
velocidade sônica do Estado IV e V

Figura 4-28: Velocidade sônica longitudinal para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes, (b) média e desvio padrão dos cinco testes nos três estados de Figura 4-29: Módulo de elasticidade para amostras com camada externa (a) com os Figura 4-30: Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para três estados...... 100 Figura 4-31: Impedância acústica para amostras com camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para os três estados de envelhecimento...... 101 Figura 4-32: Impedância acústica para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para os três estados de envelhecimento...... 102 Figura 4-33: Plano de impedância obtido no ensaio de correntes parasitas para o Estados I, IV e V de envelhecimento de um aço HP. Adaptado de (CORREA, 2013).106 Figura 4-34: Aplicação da técnica de caracterização por ultrassom por análise espectral do eco de fundo dos Estados I, IV e V com a amostra Blind Test WD. 107 Figura 4-35: Aplicação da técnica de caracterização por ultrassom por análise espectral do eco de fundo dos Estados I, IV e V com a amostra Blind Test FAFENSE...... 107

Lista de Tabelas

Tabela 2-1: Propriedade de tração de acordo com norma ASTM A 297/ A 297 M-08 à
temperatura ambiente (Adaptado de ASM, 1990)9
Tabela 2-2: Propriedade de tração do aço inoxidável austenítico HP em diferentes
temperaturas (Adaptado de ASM, 1990) 10
Tabela 2-3: Propriedades de uma liga HP As Cast (Adaptado de JAHROMI,
NAGHIKHANI, 2004) 11
Tabela 2-4: Erros possíveis encontrados no teste de hipóteses. 39
Tabela 2-5: Descrição das amostras utilizadas (Adaptado de SANTOS et al.2014) 43
Tabela 2-6: Porcentagem da matriz de confusão de uma classificação neural (Adaptado
de SANTOS et al., 2014)
Tabela 3-1: Composição química do aço HP FAFENBA.48
Tabela 3-2: Medidas das espessuras das amostras dos tubos de reforma analisadas 50
Tabela 3-3: Parâmetros ultrassônicos utilizados para aquisição do sinal A-scan.52
Tabela 4-1: Velocidade sônica longitudinal para amostras com camada externa
Tabela 4-2: Velocidade sônica longitudinal para amostras sem camada externa. 96
Tabela 4-3: Módulo de elasticidade para amostras com camada externa. 98
Tabela 4-4: Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa
Tabela 4-5: Impedância acústica para amostras com camada externa. 101
Tabela 4-6: Impedância acústica sem camada externa

Lista de Símbolos

ACI	British Stainless Steel Association
Al	Alumínio
API RP	American Petroleum Institute Recommended Practice
API Std	American Petroleum Institute Standards
As Cast	Como fundida, condição inicial
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Society for Testing and Materials
Blind Test	Teste Cego
С	Carbono
Со	Cobalto
Cr_{eq}	Cromo equivalente
E[.]	Estimador da esperança
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
END	Ensaios Não Destrutivos
f	Frequência [$Hz = 1/s$]
fase G	Composto intermetálico formado por Níquel, Nióbio e Silício
FFT	Fast Fourier Transform
Lags	Quantidade de passos dados entre dois sinais
$M_{23}C_6$ ou M_7C_3	Carbeto de (cromo ou nióbio)
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Nb	Nióbio
Ni_{eq}	Níquel equivalente
Р	Pressão acústica [kg/ms]
PIB	Produto Interno Bruto
R_{xy}	Correlação cruzada
S	Distância mínima da coluna d'água [mm
Ti	Titânio
t_p	Representa à espessura da peça ensaiada [mm],
UGH	Unidades de Geração de Hidrogênio
V	Velocidade do som [m/s]
Va	Velocidade da onda longitudinal na água [mm/s]
V_p	Velocidade da onda longitudinal na peça de ensaio [mm/s]
W	Tungstênio
wt %	Weight percent (wt %)
X(f)	Representação de um sinal no domínio da frequeência
x(t)	Representação de um sinal no domínio do tempo
Ζ	Impedância acústica [kg/m ² s]
Zr	Zircônio
.CSV	Comma Separated Values
<i>a</i> ₁	Amplitude de vibração da partícula [m]
λ	Comprimento de onda [m]
Р	Massa específica [kg/m ³]
Т	Representa o avanço no tempo para qualquer valor, maior que zero.

Capítulo 1 Introdução

A indústria de fertilizantes e suplementos minerais tem um papel de extrema importância no setor do agronegócio. O agronegócio (que compreende a agropecuária e a produção agrícola) representou aproximadamente 23% do PIB (Produto Interno Bruto) do total da economia brasileira no ano de 2014, sendo um dos únicos setores com previsão de crescimento para o ano de 2016 (MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, 2015). O aumento da demanda global por alimentos gera a necessidade no aumento da produção de fertilizantes e com isso, essa indústria deve estar preparada para suprir esse consumo.

As fábricas de fertilizantes fornecem como produto: amônia, ureia fertilizante, ureia pecuária, ureia industrial, ácido nítrico, hidrogênio e dióxido de carbono. Esses produtos atendem não só ao setor do agronegócio, mas atuam em muitos outros setores da indústria como o setor de petróleo e gás e o setor petroquímico e gásquímico (PETROBRAS, 2015).

Nas fábricas de fertilizantes existem fornos de reforma, que são responsáveis pelo craqueamento de hidrocarbonetos (derivados de petróleo) pesados em hidrocarbonetos mais leves, que possuem alto valor agregado.

Os fornos de reforma são compostos principalmente por colunas de reforma (conjunto de tubos), que necessitam de materiais com elevada resistência às altas temperaturas e tempo de exposição prolongada. Os tubos são produzidos pelo processo de fabricação conhecido como fundição por centrifugação, utilizando como material o aço inoxidável austenítico. Com o desenvolvimento e aperfeiçoamento destas ligas, atualmente são utilizados os aços inoxidáveis austeníticas resistentes ao calor, da classe HP, mais conhecidos como aço HP.

O aço HP microestruturalmente é constituído por uma matriz austenítica com uma complexa precipitação de carbetos. Estes aços apresentam-se estáveis até a temperatura de operação de 650 °C, no entanto com o aumento da temperatura ocorre a precipitação de carbetos secundários de $M_{23}C_6$ intradendrítico. Com temperaturas acima de 800 °C, ocorre como precipitação secundária, para os aços HP modificados ao nióbio, de uma fase denominada G, esta é uma transformação *in situ* interdendrítica constituída por um composto intermetálico rico em nióbio, níquel e silício. A partir da formação dessa fase, pode ocorrer a formação de vazios com formato lenticular, que ao se interligarem, geram falhas por fluência. A fluência é um tipo de dano que ocorre em materiais, ocasionada pela deformação plástica (exposição a uma tensão ou carga constante), em função do tempo, quando submetido às altas temperaturas (CALLISTER *et al.*, 2013).

A manutenção preventiva nas unidades de produção de fertilizantes se fazem necessárias, pois paradas não programas geram custos elevados e grandes perdas econômicas. Com o atual cenário econômico, o planejamento estratégico das indústrias de Petróleo e Gás teve de ser revisto e sobre o ponto de vista positivo, possibilitaram uma nova percepção para o setor de inspeção por ensaios não destrutivos.

Os ensaios não destrutivos (END) são uma ferramenta que possibilitam efetuar inspeções de materiais e equipamentos sem que haja perdas ou danos. Podem ser realizadas em todos os processos de produção e, em geral, são ensaios mais viáveis. Dentre os ENDs mais utilizados, tem-se os ensaios por ultrassom, correntes parasitas, termografia, radiografia, emissão acústica, líquidos penetrantes, ensaios visuais, partículas magnéticas.

A presente dissertação visa a caracterização dos diferentes estados de envelhecimento de um aço inoxidável austenítico resistente ao calor da classe HP, utilizando a transformada de *Fourier* no sinal ultrassônico, além de efetuar o cálculo de alguns parâmetros ultrassônicos como velocidade sônica longitudinal, módulo de elasticidade e impedância acústica.

A técnica de ultrassom aliada ao processamento de sinais é uma ferramenta já consolidada na literatura (KRÜGER, *et al.*, 1999) para avaliar mudanças microestruturais nos materiais.

A análise espectral do sinal retroespalhado e do sinal do eco de fundo têm sido uma técnica vantajosa, pois permite ser aplicada em materiais com geometrias complexas. Além disso, estas análises, podem avaliar em profundidade elementos microestruturais, sendo esta uma motivação para a caracterização do material, objeto de estudo.

Nesta dissertação foram avaliados: o espectro do sinal retroespalhado e do sinal do eco de fundo. Com esses resultados, pode-se concluir que, as mudanças microestruturais decorrentes dos estados de envelhecimento, foram perceptíveis nas análises espectrais, sendo possível identificar os Estados I, IV e V de envelhecimento.

Também foram calculados os parâmetros ultrassônicos como: velocidade sônica longitudinal, módulo de elasticidade e impedância acústica. Estes demonstram diferença para cada estado de envelhecimento, por isso são utilizados como uma forma auxiliar na caracterização dos estados de envelhecimento.

Este trabalho está estruturado em 6 capítulos. No Capítulo 1, Introdução são expostos os assuntos que serão estudados e a técnica adotada para caracterização do material.

No Capítulo 2, é apresentado a revisão teórica necessária para o entendimento do objeto de estudo, desde a aplicação na indústria até a escolha do tipo de aço empregado no setor, seguida de uma descrição sobre as propriedades, transformações microestruturais e vantagens do aço austenítico HP. Nesta seção também são abordados a técnica de ultrassom não convencional, a parte de processamento de sinais e alguns artigos que serviram para o direcionamento do trabalho.

No Capítulo 3 apresentam-se os materiais e métodos utilizados no projeto de pesquisa, baseados nos trabalhos estudados no Capítulo 2.

No Capítulo 4 são expostos o resultado e discussão dos ensaios obtidos.

No Capítulo 5 apresentam-se as conclusões obtidas a partir dos resultados do Capítulo 4, e finalmente no Capítulo 6 são apresentadas as propostas para trabalhos futuros, as referências bibliográficas empregadas para elaboração desta dissertação e o apêndice com as rotinas elaboradas pela autora e os testes estatísticos.

Capítulo 2 Revisão Teórica

2.1. Forno de Reforma

O forno de reforma é a parte mais importante nas Unidades de Geração de Hidrogênio (UGH), uma vez que consistem em equipamentos relativamente caros, devido à tecnologia empregada no processo de fabricação dos tubos utilizados nos fornos (NOGUEIRA, 2013). Atualmente, cerca de 99% da produção de hidrogênio no mundo é destinada à indústria petroquímica e petrolífera. O processo químico de reforma a vapor de moléculas de hidrocarbonetos, como nafta e gás natural, é o método mais usado na obtenção de hidrogênio (CRUZ, 2010).

Os fornos atuam como trocadores de calor, sendo que a energia produzida pela queima de combustíveis é fornecida ao fluido que circula pelas serpentinas, onde ocorrem as reações químicas (SAMPAIO, 2014).

O projeto dos fornos é um trabalho que envolve alta tecnologia e, por isso, poucas empresas são capacitadas para desenvolvê-los. As normas básicas de projeto utilizadas são: API Std 560 (Aquecedores a fogo para serviços gerais em refinarias), API RP 573 (Inspeção em Caldeiras e Fornos) e API Std 530 (Cálculo de espessura para tubos de fornos em refinarias de petróleo).

O dimensionamento mecânico dos tubos de reforma é baseado em uma vida útil de 100.000h. A espessura de parede de um tubo é projetada com base na resistência à fratura por fluência, de acordo com a norma API Std 530. Este dimensionamento tem grande importância devido às altas temperaturas de trabalho e pressões elevadas (SILVEIRA, 2002).

2.1.1. Características dos fornos

Nos fornos de reforma existem regiões específicas, sendo uma delas conhecida como câmara de combustão, também chamada de zona de radiação, pois a transferência de calor se dá pela radiação dos gases de combustão dos queimadores aos tubos. A quantidade e vazão do calor transferido pelos queimadores sofre um controle operacional rigoroso devido às altas pressões e temperaturas. A pressão de trabalho tende a ser constante durante toda a operação e a variação de pressão ao longo das colunas é mínima (SENAI-PETROBRAS, 2014) (SILVEIRA, 2002).

Outra região que se encontra nos fornos é a câmara de convecção, situada em uma seção distante dos queimadores. Esta região não recebe o calor da radiação proveniente dos gases de combustão, pois a troca de calor é feita pelo processo de convecção ou condução, o restante da serpentina (dos tubos) é encontrado nessa região. Além disso, existe uma região denominada chaminé, que por sua vez faz a exaustão dos gases de combustão (SAMPAIO, 2014).

2.1.2. Fornos do tipo Top-Fired

Os fornos são classificados de acordo com a posição dos tubos e a forma de sua estrutura metálica externa. As estruturas podem ser de forma cilíndrica ou em forma de caixa, e as posições dos tubos podem ser classificadas em horizontais, verticais ou mistos. A posição vertical é a que exige menores áreas e custo de construção em uma refinaria (SILVEIRA, 2002).

O forno de reforma que será analisado é do tipo caixa, com maçaricos posicionados nos tetos, direcionados para o chão. A chama pode atingir um comprimento médio de aproximadamente 5 metros e os tubos de reforma dispostos na posição vertical são preenchidos com catalisadores.

Os tubos apresentam um comprimento médio entre 10 e 15 metros de comprimento, com espessura de 10 a 20 milímetros e diâmetro externo de 100 a 200 milímetros. O conjunto de tubos é chamado de colunas de reforma. As colunas recebem uma carga (nafta ou gás natural) através dos coletores de entrada, localizados acima do teto da câmara de radiação. Já os *pigtails* garantem flexibilidade para conciliar os movimentos de expansão entre o coletor de entrada horizontal e as colunas expostas à expansão térmica. Os *pigtails* e o coletor de saída na região inferior fazem a exaustão do gás resultante da reação química. O esquema de montagem de um forno de reforma é demonstrado na **Figura 2-1** (SILVEIRA, 2002) (QUEIROZ,2012).



Figura 2-1: Ilustração de um forno de reforma utilizado em algumas refinarias (a) acomodação física de um forno de reforma com queimadores posicionados no teto. (Adaptado de SILVEIRA, 2002) e (b) ilustração de um forno de reforma tipo *Top-Fired*. (Adaptado de NOGUEIRA, 2013).

As colunas de reforma são enfileiradas próximas aos maçaricos e cada fileira é chamada de harpa. A **Figura 2-2** demonstra a disposição das colunas de reforma e os queimadores posicionados no teto dentro do forno (QUEIROZ, 2012).



(a) (b) (c)

Figura 2-2: Forno de reforma de uma refinaria com a visão interna do posicionamento das colunas reformadoras e queimadores. (a) janela de inspeção, (b) visão interna do forno com as harpas e (c) visão do teto com os queimadores (Adaptado de AREIZA, 2014).

2.2. Aços Inoxidáveis Austeníticos Resistentes às Altas Temperaturas

2.2.1. Ligas empregadas na fabricação de tubos de reforma

Dentre os diversos tipos existentes de aços inoxidáveis, são empregadas na fabricação de tubos de reforma as ligas de aço inoxidáveis resistentes ao calor, pois possuem como características principais (ASM, 1990):

- Resistência à oxidação em elevadas temperaturas;
- Estabilidade térmica (resistência à fadiga térmica);
- Resistência à fluência;
- Custo competitivo.

Os aços inoxidáveis austeníticos resistentes às altas temperaturas podem ser classificados quanto a sua forma de fabricação como: fundidos ou forjados. Como o aço avaliado neste trabalho é o aço fundido, se dará mais enfoque a este tipo.

2.2.2. Classificação das ligas de aço inoxidável fundido

Assim como os aços possuem uma nomenclatura própria, os aços inoxidáveis fundidos são padronizados com base em sua composição, seguindo a designação originalmente desenvolvida pela *The Steel Founder's Society of America – SFSA* (*BRITISH STAINLESS STEEL ASSOCIATION*, 2014). A primeira letra, no caso "*C*" representa os aços resistentes à corrosão e a letra "*H*", os aços resistentes às altas temperaturas. A segunda letra varia de "*A*" à "*Z*" sendo relacionado ao teor nominal de cromo-níquel, quanto mais próxima de *Z*, maior o teor de níquel na liga, os números representam o teor máximo de carbono (porcentagem × 100) na liga. Caso apareçam outras letras nos sufixos, estas representam os elementos de liga adicionados. Para fins didáticos a designação de uma liga CF-8M, refere-se a uma liga de resistência em serviço a corrosão (C), 19Cr-9Ni, observado na **Figura 2-3**, com teor máximo de carbono de 0,08%, contendo como elemento de liga o molibdênio. O aço HP possui um teor de níquel próximo de 35 %*wt* e próximo de 25 %*wt* de cromo (ASM, 1990).



Figura 2-3: Classificação de aço inoxidáveis fundidos resistentes à oxidação em altas temperaturas segundo *ACI* (Adaptado de ASM, 1990).

2.2.3. Composição químicas das ligas aço inoxidáveis fundidas

A primeira geração de aços inoxidáveis fundidos surgiu na indústria na década de 50, sendo como principais elementos de liga, o níquel, cromo e o silício. As demais gerações de aços fundidos foram estudadas avaliando-se a influência da adição de outros elementos de liga tais como: Nb (nióbio), Al (alumínio), Ti (titânio), W (tungstênio), Co (cobalto), Zr (zircônio). Atualmente existem pesquisas tanto em centro de estudos renomados quanto em indústrias, os detalhes desses acréscimos são objetos de patente industrial (GARBIAK *et al.*,2011).

A norma ASTM A297 especifica a composição química das ligas de aço inoxidáveis fundidas. Estes aços se assemelham aos aços inoxidáveis de alta liga por apresentarem elevada resistência à corrosão, no entanto pela diferença no teor de carbono, eles se destacam pela maior resistência mecânica e resistência à fluência (NUNES, 2005).

Os três principais grupos de aço inoxidável do tipo H baseados em sua composição são (ASM, 1990):

- Ligas de Ferro-Cromo (HA, HC, HD).
- Ligas de Ferro-Cromo-Níquel (HE, HF, HH, HI, HK, HL).
- Ligas de Ferro-Níquel-Cromo (HN, HP, HT, HU).

2.3. Os Aços HP

Até a década de 1960, as ligas inoxidáveis austeníticas da classe HK (especificados pela norma ASTM A351) desempenhavam um papel importante nas

indústrias química e petroquímica. Apresentavam boa resistência mecânica em altas temperaturas e pressões, suportando condições severas de operação (MONOBE, 2007) (LE MAY *et al.*, 1995). Com o desenvolvimento destas ligas, atualmente são utilizadas uma nova geração conhecida como ligas da classe HP (especificadas pela norma ASTM 297) que sofreram modificações com a adição de elementos químicos como: Nb, Ti, Zr, W, obtendo assim uma melhora à resistência à fluência (MONOBE, 2007). Recentemente, a adição combinada de Nb e Ti vem sendo dominante no mercado devido a maior resistência à fluência. A adição destes elementos de liga gera um refinamento dos grãos dendríticos e causa a fragmentação na rede de carbetos primários, ocasionando no endurecendo da liga HP (RIBEIRO, 2003).

O processo industrial para obtenção deste tipo de aço consiste na fundição por centrifugação, de acordo com a norma ASM A 608/A 608M-2006. O procedimento consiste no vazamento do metal líquido em um molde dotado de movimento de rotação e devido à grande pressão, o número de rechupes e poros são reduzidos. Com este tipo de processo é possível obter uma solidificação mais direcional com bom acabamento superficial, podendo ser utilizado para diferentes tipos de ligas (ASM, 1988).

Os aços inoxidáveis austeníticos da classe HP são empregados em regime contínuo ou intermitente, expostos a elevadas temperaturas e pressões. Apresentam uma microestrutura estável formada por uma matriz austenítica e uma complexa precipitação de carbetos. O principal mecanismo que leva à falha destes materiais, em condições de operação é à fluência (RIBEIRO, 2000).

2.3.1. Propriedades mecânicas do aço HP

A norma ASTM A297/ A297 M-2008 fornecem o padrão de requisitos necessários ao material, como propriedades de tração à temperatura ambiente. Estes requisitos são apresentados na **Tabela 2-1**.

Tabela 2-1: Propriedade de tração de acordo com norma ASTM A 297/ A 297 M-08 à temperatura ambiente (Adaptado de ASM, 1990).

Limite de	Limite de escoamento	Alongamento
resistência à tração	[MPa]	[%]
[MPa]		
430	235	4,5

Ainda com base nas propriedades mecânicas do aço inoxidável austeníticos da classe HP, é observado na **Tabela 2-2** que, com o aumento da temperatura, há uma diminuição da resistência mecânica e aumento da ductilidade do material. A ductilidade é um fator importante, pois para materiais que apresentem variações bruscas de temperatura, estes devem possuir boa ductilidade (MONOBE, 2007).

Tabela 2-2: Propriedade de tração do aço inoxidável austenítico HP em diferentestemperaturas (Adaptado de ASM, 1990).

Temperatura	Limite de resistência à	Limite de	Alongamento
[°C]	tração [MPa]	escoamento [MPa]	[%]
760	296	200	15
870	179	121	27
980	100	76	46

O comportamento mecânico do aço inoxidável austenítico da classe HP também pode ser analisado pelos valores apresentados pela **Figura 2-4**, onde é possível observar que entre 500 °C e 750 °C ocorre um aumento da resistência mecânica e queda da ductilidade, provocado pela precipitação de carbetos secundários na matriz austenítica, dificultando o movimento das discordâncias (GONZALES, 2006) (SILVEIRA, 2002) (FERREIRA, 1993).



Figura 2-4: Variação das propriedades mecânicas do aço HP para diferentes temperaturas (Adaptado de ASM, 1990).

Outras propriedades físicas de um aço inoxidável austenítico da classe HP, como: condutividade térmica, coeficiente de expansão, densidade e ponto de fusão, são apresentadas na **Tabela 2-3**.

Propriedades	Valores
Condutividade térmica a 1050°C	30 W/m°C
Coeficiente de expansão	18,5x10 ⁻⁶ mm/°C
Densidade	$8,02 \text{ Kg/dm}^3$
Ponto de fusão	1350 °C

Tabela 2-3: Propriedades de uma liga HP As Cast (Adaptado de JAHROMI, NAGHIKHANI, 2004).

2.3.2. Característica microestrutural do aço HP

Os aços inoxidáveis austeníticos da classe HP apresentam altos teores de carbono, superiores a 0,35 % em massa, favorecendo a formação de austenita. O excesso de carbono em solução sólida produz uma matriz austenítica e uma rede de carbetos eutéticos interdentríticos grosseiros, em seu estado bruto de fundição. Devido à elevada relação Ni_{eq}/Cr_{eq} em sua composição química e à alta velocidade de resfriamento do processo de centrifugação, não há formação durante o processo de solidificação da fase ferrítica. Consequentemente, a alta relação C/Cr, favorece a formação do carbeto M₇C₃, assim como outros carbetos de microadições (ALMEIDA, 2002) (RIBEIRO *et al.*, 2000).

No processo de fabricação, a sequência de solidificação desta liga é iniciada pelo resfriamento da fase líquida, resultando em austenita e M_7C_3 . A solidificação continua com os átomos de solutos sendo expulsos para a parte líquida residual do metal, enquanto há o avanço à frente de solidificação. A concentração do soluto no metal fundido aumenta até que a região atinja a composição eutética, quando ocorre a formação de carbetos primários. Estes nucleiam nas regiões interdendríticas (WU *et al.*, 2000).

Nos aços HP, no qual foram adicionados elementos modificadores como Nb e Ti há uma precipitação preferencial destes elementos em relação ao cromo (que possui menor energia livre de formação). O Nb e o Ti, consomem o carbono presente na matriz e, portanto, há menos carbono para a formação de carbetos de Cr, com isso diminui-se a relação C/Cr disponível para precipitação, ocorrendo então a formação de $M_{23}C_6$.

A precipitação de carbetos mais estáveis de Nb e Ti quando comparados aos carbetos de Cr, melhoram a resistência à fluência. Durante a precipitação grosseira primária, podem surgir diferentes formas como: ilhas isoladas na região interdentrítica, filmes delineando a estrutura dentrítica ou também como uma rede de carbetos de composição eutética interdentrítica (RIBEIRO, 2000) (ALMEIDA, 2003).

RIBEIRO *et al.* (2000), identificaram a microestrutura de ligas do tipo HP modificadas pela adição de Nb e Nb e Ti, utilizados em fornos de reforma. Com o aumento do teor de Nb, há uma modificação na precipitação primária, que impede o deslizamento dos planos e a microestrutura final resulta na morfologia descrita como escrita chinesa, NbC. Conforme mostrado na **Figura 2-5**, para uma liga HP-Nb a matriz austenítica e a rede de carbetos primários no estado bruto de fusão são visualizados por microscopia ótica.



Figura 2-5: Microscopia ótica de uma liga HP (a) modificada com Nb, em seu estado bruto de fusão e (b) observa-se a matriz austenítica e uma precipitação primária de NbC, conhecida como "**escrita chinesa**"(Adaptado de RIBEIRO *et al.*, 2000).

Na **Figura 2-6** (a), observa-se a microscopia ótica da liga HP modificada com 0,78% de Nb e 0,04% de Ti em seu estado bruto de fusão, a mesma imagem é ampliada na **Figura 2-6** (b), demonstrando a presença de uma matriz austenítica com carbetos eutéticos de Cr ou de Nb e Ti, formando uma rede primária na região interdentrítica (RIBEIRO *et al.*, 2000).



Figura 2-6: Microscopia ótica de (a) e (b) uma liga HP modificada com Nb e Ti em sua estrutura bruta de fusão, com a presença de carbetos de Cr ou Nb e Ti (Adaptado de RIBEIRO *et al.*, 2000).

A adição contínua de Ti ao Nb favoreceu a fragmentação da rede primária e diminuiu a fração de filmes nos contornos interdendríticos, dificultando a propagação de trincas (RIBEIRO *et al.*, 2000).

As imagens geradas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), por eletróns retroespalhados, apresentado na **Figura 2-7**, fazem uma clara distinção entre as fases ricas em Cr e em Nb. A fase rica em nióbio apresenta regiões mais claras e a fase rica em cromo, regiões mais escuras.



Figura 2-7: Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados, de uma liga HP-Nb Ti no seu estado bruto de fusão. Morfologia, com fases escuras ricas em cromo e fases claras ricas em Nb (Adaptado de DE ALMEIDA, 2003).

Durante o processo de envelhecimento ocorrem modificações microestruturais com uma fina precipitação de carbetos secundários, $M_{23}C_6$ (RIBEIRO *et al.*, 2000).

Em condições de operação a 900 °C por 1000 h., durante envelhecimento do aço HP modificado ao Nb e Ti, ocorre o aparecimento de um precipitado intermetálico frágil, conhecido como fase G. A fase G é um composto intermetálico rico em Nb, Ni e Si, entretanto, alguns trabalhos mostram que a composição da fase G depende também do tempo, temperatura e do tipo de elemento modificador que foi adicionado na liga.

A fase G é uma transformação *in situ* termicamente ativada, onde o carbono presente no NbC migra para a matriz austenítica e elementos como Ni e Si próximos a esta transformação, interagem com Nb, formando a fase G. Consequentemente esta transformação é acompanhada de uma variação volumétrica (RIBEIRO *et al.*, 2002) (GONZALES, 2006) (DE ALMEIDA, 2003).

A máxima estabilidade da fase G ocorre entre 1000 °C e 1050 °C, acima deste valor, não se verifica a presença de fase G (SOARES *et al.*, 1992). A **Figura 2-8** apresenta uma imagem gerada por microscopia eletrônica de transmissão (MET) onde observa-se um precipitado de forma esférica indicando a presença de fase G.



Figura 2-8: MET de uma liga HP modificada com presença de fase G (Adaptado de SOARES, 1992).

Sabe-se a que a presença da fase G diminui a resistência à fluência do material, a adição de Ti se torna uma solução para tal problema, uma vez que o Ti é capaz de retardar a transformação da fase G (RIBEIRO *et al.*, 2000).

A adição de Ti era realizada com o objetivo de reduzir o tamanho dos carbetos eutéticos primários e modificação morfológica dos carbetos primários de Nb. Recentemente a indústria tem adotado a adição de Nb e Ti no processo de fabricação deste tipo de aço, objetivando a fragmentação da rede de carbetos eutéticos primários e consequentemente conferindo um aumento da resistência à fluência destas ligas (RIBEIRO *et al.*, 2000).

2.3.3. Estados de envelhecimento dos aços resistentes às altas temperaturas

As colunas de reforma, quando em operação, sofrem carregamento e aquecimento não uniforme ao longo de sua extensão. Com um nível de deterioração e mudanças microestruturais heterogêneas por toda coluna (STASZCZAK, 2003).

LE MAY *et al.* (1996) apresentaram um estudo detalhado que expôs o critério de envelhecimento adotado para os aços inoxidáveis austeníticos resistentes a altas temperaturas na ausência de carburização e demais transformações, resultantes de ataques internos e externos ao tubo. Na **Figura 2-9**, temos a metalografia de um aço inoxidável austenítico HK sem elementos modificadores (esta liga serve como referência para o aço HP). Seu estado de envelhecimento é resultado da exposição por alguns milhares de horas a certa temperatura.

Na **Figura 2-9** (a) tem-se o **Estado de envelhecimento I**, composto por uma matriz austenítica com carbetos eutéticos primários do tipo M_7C_3 , rico em cromo, livre de precipitados secundários. Os carbetos possuem formas de lamelas ou plaquetas nos contornos de grão das dendritas. Nessa faixa de temperatura de até 650 °C ainda não é possível verificar uma mudança microestrutural significativa, uma vez que a microestrutura apresentada se assemelha com a estrutura bruta de fusão (FERREIRA, 1993) (LE MAY *et al.*, 1995).

Entre 600 °C e 700 °C tem se o **Estado de envelhecimento II**, **Figura 2-9** (b), no qual os carbetos eutéticos primários coalescem e há formação de uma nova morfologia agora em forma de blocos compactos. Antes de completar este processo, carbetos secundários precipitam na matriz austenítica, próximos aos contornos de grãos interdendríticos. Neste estágio há uma queda de ductilidade, acarretando em uma redução na soldabilidade destas ligas e consequentemente dificultando a realização de reparos em campo (STASZCZAK, 2003) (FERREIRA, 1993) (LE MAY *et al.*, 1995).

Entre 700 °C e 800 °C, os carbetos primários se transformam completamente em carbetos secundários em forma de blocos dispersos na matriz, produzindo o **Estado de envelhecimento III**, visualizado na **Figura 2-9** (c) (FERREIRA, 1993) (LE MAY *et al.*, 1995).

Já entre às temperaturas de 800 °C e 900 °C, os carbetos eutéticos primários são estabilizados e os carbetos secundários coalescem. Esse comportamento se deve pela difusão do carbono nos carbetos eutéticos primários, ocorrendo uma perda dos carbetos

secundários ao longo dos contornos de grãos dentríticos. Como visto na **Figura 2-9** (d) tem-se o **Estado de envelhecimento IV**, no qual a ductilidade tende a aumentar nesta faixa de temperatura (FERREIRA, 1993) (LE MAY *et al.*, 1995).

Para o material exposto à temperatura entre 900 °C e 1000 °C há um largo coalescimento dos carbetos secundários, o volume individual aumenta e tem-se o **Estado de envelhecimento V**, apresentado na **Figura 2-9** (e) (LE MAY *et al.*, 1995).

Acima de 1000 °C, os carbetos secundários desaparecem e há uma diminuição da quantidade de partículas, a matriz austenítica apresenta similaridade à condição *As Cast* ou estado de envelhecimento I, caracterizando o **Estado de envelhecimento VI**, conforme apresentado na **Figura 2-9** (f) (LE MAY *et al.*, 1995).

É importante notar que os pontos negros alinhados nos contornos de grão dendríticos nas **Figura 2-9** (e) e (f), se referem aos vazios lenticulares formados a partir da fase G e não resultam do estado de envelhecimento.



Figura 2-9: Critério de envelhecimento de uma liga HK. Ataque por água régia saturada de CuCl₂. Microscopia óptica. (Adaptado de LE MAY *et al.*, 1995).

O estado de envelhecimento não é um mecanismo de dano, pois não compromete o funcionamento do equipamento nem sua segurança. Algumas propriedades mecânicas são alteradas, sendo uma delas a redução da ductilidade em certas faixas de temperatura (SILVEIRA, 2002) (LE MAY *et al.*, 1995).

As colunas de reforma, sofrem ao longo de sua extensão, diferentes níveis de envelhecimento, pois cada região é submetida a diferentes temperaturas. As regiões mais próximas aos queimadores não são as que sofrem maior estado de envelhecimento, e sim as regiões localizadas na parte inferior que são as expostas a maiores temperaturas de operação (~1000 °C) (LE MAY *et al.*, 1995).

O mecanismo que leva à falha deste tipo de aço nos fornos de reforma é o de fluência, que se inicia pela interligação de vazios de formato lenticular, gerados preferencialmente a partir da fase G. Os vazios são gerados aleatoriamente nos contornos das dendritas, as microtrincas geradas avançam na direção interna da parede do tubo, seguindo nos estágios mais avançados para a parte externa (SILVEIRA, 2006).

O estudo sobre os tipos de danos que ocorrem em tubos de reforma não será abordado neste trabalho, mas pode ser vista no trabalho publicado por NEUBAUER *et al.* (1983).

2.4. Ultrassom Convencional

A técnica de ultrassom é um ensaio não destrutivo muito utilizado na indústria como uma ferramenta auxiliar na detecção de falhas, dimensionamento de defeitos, medidas de espessura e corrosão de materiais (SANTIN, 2003) (ASM, 1997).

O sistema de inspeção por ultrassom consiste basicamente de um equipamento eletrônico, um transdutor e material acoplante. O transdutor possui um cristal piezelétrico que produz um pulso de alta tensão, gerando um pulso de alta frequência. A energia sonora produzida é propagada no material em forma de ondas ultrassônicas, sendo necessário um material acoplante entre o transdutor e a amostra. Quando o pulso encontra alguma descontinuidade no material, parte da energia é refletida para a superfície, e então essa energia é transformada em energia elétrica e exibida na tela do equipamento (NDT, 2014).

O sinal ultrassônico fornece informações sobre a localização, profundidade, tamanho e orientação das descontinuidades. As ondas ultrassônicas que percorrem o material podem apresentar perdas de energia (atenuação) devido as diferentes causas, sendo estas influenciadas pelas características de cada material inspecionado (MARTIN, 2012) (NDT, 2014).

A **Figura 2-10** ilustra o esquema de funcionamento básico de uma inspeção ultrassônica em um material que apresenta certa descontinuidade (trinca). Na tela de exibição do equipamento é possível observar os pulsos referentes ao eco inicial, o eco da trinca e o eco de fundo.



Figura 2-10: Princípio de funcionamento de uma inspeção com ultrassom para detecção de trinca (Adaptado de NDT, 2014).

Dentro dos recursos oferecidos pelo ensaio de ultrassom é possível realizar a caracterização microestrutural, obtendo-se parâmetros como: constantes elásticas, tamanho e orientação dos grãos e até mecanismos relacionados a falhas, como fluência, fadiga e tenacidade à fratura (MARTIN, 2012).

2.4.1. Vantagens do ensaio de ultrassom convencional

Em relação a outros tipos de ensaios não destrutivos, o ultrassom apresenta as seguintes vantagens (SANTIN, 2003):

- Alto poder de penetração;
- Alta sensibilidade, permitindo detectar descontinuidades na ordem de 0,5 mm;
- Determinação da posição, tamanho e orientação de descontinuidades internas;
- Realização do ensaio com apenas uma das superfícies de inspeção;
- Resultados em tempo real no equipamento e portabilidade.

2.4.2. Limitações do ensaio de ultrassom convencional

Entre as limitações, têm-se:

- Necessidade de qualificação do operador;
- Peças de geometrias complexas ou irregular são difíceis de serem inspecionadas;
- Defeitos muito próximos da superfície podem não ser detectados;
- Necessário uso de acoplante entre o transdutor e a peça a ser inspecionada, para transmissão das ondas ultrassônicas.

2.4.3. Características das ondas ultrassônicas

A onda ultrassônica é uma onda mecânica que se propaga em sólidos, líquidos e gases. As ondas diferem no modo de propagação de acordo com o meio, no meio gasoso os átomos tendem a permanecer mais afastados do que no meio sólido ou no líquido, e a velocidade da onda assim como a amplitude e a vibração atômica dependem destes meios de propagação (SANTIN, 2003) (ASM, 1997).

O modo de oscilação das partículas atômicas influencia na forma de classificação da propagação de ondas, que podem ser: longitudinais, transversais, superficiais (Rayleigh) e ondas *Lamb* (ASM, 1997). Uma breve descrição de cada uma das formas de propagação é feita a seguir.

2.4.3.1. Ondas longitudinais

As ondas longitudinais são as mais utilizadas nas inspeções. Elas são ondas que se propagam na mesma direção de vibração dos átomos, como uma série alternada de compressão e rarefação.

As velocidades das ondas longitudinais são geralmente maiores do que os outros tipos de ondas (ASM, 1997).

2.4.3.2. Ondas transversais

A onda transversal é um tipo de onda também muito utilizada nas inspeções ultrassônicas. Neste caso, as partículas vibram perpendicularmente à direção de propagação da onda. Como as forças de coesão entre os átomos nos líquidos e gases são pequenas, as ondas transversais ao contrário das longitudinais não podem se propagar nestes meios. A velocidade das ondas transversais é de aproximadamente 50% das longitudinais (ASM, 1997).

2.4.3.3. Ondas superficiais (*Rayleigh*)

As ondas superficiais se propagam na interface entre o meio sólido e o ar, a profundidade é limitada pelo comprimento de onda. Um movimento combinatório entre ondas longitudinais e transversais cria um movimento elíptico na superfície. Devido ao complexo movimento vibratório dos átomos, a velocidade de propagação de ondas superficiais é aproximadamente 10% inferior do que uma onda transversal. Essas ondas apresentam boa aplicação na detecção de descontinuidades nas superfícies, devido à alta sensibilidade. Podem ser aplicadas em peças curvas podendo percorrer distâncias consideráveis em peças lisas. Uma desvantagem se deve à reflexão das ondas por gotas ou óleos na superfície, causando uma atenuação considerávei (ASM, 1997).

2.4.3.4. Ondas *Lamb*

As ondas *Lamb* são também conhecidas como ondas de placas e são caracterizadas como ondas elásticas que se propagam em um material sólido com interface da superfície. Este tipo de vibração é um pouco mais complexo do que os outros modos de vibração devido ao fato de ser constituído da superposição de ondas transversais e longitudinais.

2.4.4. Principais variáveis no ensaio ultrassônico

Para a inspeção ultrassônica, além da escolha do tipo de onda a ser empregada, devem ser definidos os parâmetros que serão utilizados de acordo com o objetivo da inspeção. Entre os vários parâmetros existentes os mais importantes são: frequência, impedância acústica, ângulo de incidência, ângulo crítico e intensidade do feixe. Serão descritos alguns destes parâmetros a seguir.

2.4.4.1. Frequência

As frequências das ondas ultrassônicas influenciam na capacidade de inspeção de várias maneiras, devendo sempre atingir um equilíbrio entre efeitos favoráveis e desfavoráveis a fim de superar as limitações do equipamento e do material inspecionado.

Para frequências relativamente altas (pequeno comprimento de onda) tem-se maior sensibilidade para detecção de descontinuidades pequenas. O fator de penetração no material inspecionado é reduzido pelo uso de altas frequências e este efeito é mais acentuado em materiais de grãos grosseiros ou muito heterogêneos, por causa da intensa dispersão das ondas (ASM, 1997).

A resolução é a capacidade de se obter indicações simultâneas de descontinuidades internas muito próximas umas das outras, sendo ela diretamente proporcional à largura de banda de frequência e inversamente proporcional ao comprimento de pulso. A resolução geralmente melhora com o aumento da frequência (ASM, 1997).

2.4.4.2. Amplitude

A amplitude de uma onda sonora pode ser definida como a máxima perturbação no meio durante o ciclo de onda expresso. Sua medida ou grandeza é expressa em decibéis (dB).

2.4.4.3. Velocidade da onda

A velocidade das ondas sonoras depende apenas das propriedades do meio. Considerando um deslocamento com a fase constante a equação comumente conhecida na área da mecânica ondulatória e que descreve a relação entre velocidade (V), comprimento de onda (λ) e frequência (f) é dada pela **equação (2-1)** (HALLIDAY *et al.*, 1996) (SANTIN, 2003).

$$V = \lambda * f \tag{2-1}$$

Onde: V: velocidade do som [m/s] λ : comprimento de onda [m] f: frequência [Hz = 1/s]

2.4.4.4. Impedância acústica

Quando uma onda sonora percorre um material, parte da energia armazenada na onda é refletida e outra parte é transmitida.

A quantidade de energia refletida/transmitida é determinada pela impedância acústica (ASM, 1997).

A impedância acústica é obtida pelo produto da massa específica pela velocidade sônica do material, de acordo com a **equação (2-2)**.

$$Z = \rho * V \tag{2-2}$$

Onde:

Z = impedância acústica [kg/m²s] $\rho =$ massa específica [kg/m³] V = velocidade do som [m/s]

As propriedades acústicas de metais e ligas são influenciadas pelas variações metalúrgicas e por sua estrutura (ASM, 1997).

2.4.4.5. Pressão acústica

A alternância de tensões de compressão e rarefação em um material, decorrente de ondas ultrassônicas é chamada de pressão acústica (*P*).

A pressão acústica em qualquer ponto do material pode ser determinada pela relação entre impedância acústica (*Z*) e a amplitude de vibração da partícula (*a*), conforme a **equação (2-3)** (MARTIN, 2012).

$$P = Z * a_1 \tag{2-3}$$

Onde:

P: pressão acústica [kg/ms]

Z: impedância acústica [kg/m²s]

*a*₁: amplitude de vibração da partícula [m]

2.4.4.6. Atenuação

A atenuação gera uma diminuição da intensidade da onda ultrassônica que percorre um dado material. A atenuação pode ser utilizada como uma medida para explicar a perda de energia da onda ultrassônica. Como exemplo, o espalhamento causado pelas descontinuidades cristalinas como contornos de grão e inclusões, tende a desviar uma certa quantidade de energia ultrassônica do feixe principal que depende da descontinuidade e do comprimento da onda ultrassônica (NDT, 2014) (ASM, 1997).

2.4.5. Geração de ondas ultrassônicas

As ondas ultrassônicas são geradas por transdutores que funcionam baseados no princípio de conversão de um tipo de energia em outra. Existem diferentes formas de geração de ondas ultrassônicas, entre elas: o efeito piezelétrico, choques ou atritos mecânicos, excitação térmica, processos eletrostáticos, processos eletrodinâmicos, processos magnetostrictivos (SANTIN, 2003).

2.4.5.1. Efeito piezelétrico

O efeito piezelétrico foi inicialmente descoberto por Pierre e Jacques Currie em 1880. Este efeito consiste na conversão de um pulso elétrico em vibrações mecânicas e o retorno de vibração mecânica com conversão em energia elétrica. O elemento responsável por esse efeito presente na confecção de transdutores é o cristal piezelétrico polarizado (SANTIN, 2003).

2.4.5.2. O feixe ultrassônico

O comportamento do feixe sônico é caracterizado por três regiões classificadas como: campo próximo (zona *Fresnel*), zona de transição e campo distante (zona de *Fraunhofer*), de acordo com a **Figura 2-11**.

O campo próximo é uma região vizinha ao transdutor onde há flutuações significativas na intensidade sonora devido à interferência construtiva e destrutiva das múltiplas ondas que se formam na face do transdutor, apresentado na **Figura 2-11**. Com o aumento da distância, essa interferência diminui, tendo uma parte localizada na chamada zona de transição na qual mudanças de ângulo da divergência não são constantes e o decréscimo da pressão sônica ainda não é proporcional ao inverso da distância. No limiar entre campo próximo e campo distante, o feixe passa a divergir e variações de pressões não são mais observadas. A pressão sônica é reduzida proporcionalmente com o inverso da distância e o ângulo de divergência se torna constante, essa região é então chamada de campo distante ou zona de *Fraunhofer*, as ondas nesta região espalham-se sofrendo o fenômeno de difração (SANTIN, 2003) (ASM, 1997).



Figura 2-11: Ilustração com o comportamento do feixe sônico com regiões de campo próximo, zona de transição e campo distante (Adaptado de SANTIN, 2003).

2.4.5.3. Características dos transdutores piezelétricos

A emissão e recepção dos sinais ultrassônicos são realizadas por um aparelho denominado transdutor, sendo este conectado ao equipamento de ultrassom através de cabos. O transdutor é composto por: cristais piezelétricos, bloco amortecedor, bloco de retardamento, conectores elétricos e uma carcaça (SANTIN, 2003).

2.4.5.4. Tipos de transdutores ultrassônicos

A escolha de um transdutor leva em conta fatores como: frequência, largura de banda, sensibilidade e resolução. Cada um destes fatores é influenciado pelo tipo de

aplicação a que o transdutor será submetido. Os grupos mais comuns de transdutores são:

Transdutores de contato direto: usados para inspeção de contato direto entre transdutor e material a ser inspecionado, podendo ser automatizados. É um dos tipos de transdutores mais utilizados nas inspeções ultrassônicas. O contato entre o transdutor e o acoplante (água ou óleo usados para facilitar a propagação de ondas ultrassônicas), geram ondas ultrassônicas que são emitidas pelo transdutor e penetram perpendicularmente no material, a **Figura 2-12** apresenta uma demonstração de seu funcionamento (OLYMPUS, 2014) (NDT, 2014).



Figura 2-12: Transdutor de contato direto manual (Adaptado de OLYMPUS, 2014).

Transdutores de imersão: são projetados para operações onde o transdutor é imerso em ambiente com líquido, sendo necessária a estanqueidade de todas as uniões dos componentes elétricos. A impedância acústica da água facilita a obtenção de maior energia sônica. Na imersão, o acoplamento entre água e peça é rápido e homogêneo, permitindo uma rápida varredura da peça. Os transdutores de imersão podem ter sensibilidade aumentada através da inserção de lentes focais, esféricas ou cilíndricas, alguns exemplos são vistos na **Figura 2-13** (OLYMPUS, 2014) (NDT, 2014).



Figura 2-13: Transdutores de imersão focalizados e não focalizados Adaptado de (OLYMPUS, 2014).

2.4.5.5. Outros tipos de transdutores de contato existente

Transdutor normal: neste transdutor um feixe sônico, geralmente longitudinal, incide perpendicularmente sobre à superfície de contato da peça inspecionada com seu cristal paralelo à superfície. Geralmente é usado um monocristal que serve de emissor e receptor. Uma das desvantagens desse tipo de transdutor se deve pelo pulso inicial amplo que é caracterizado com uma grande zona morta, ocasionando em limitações na detecção de descontinuidades próximas à superfície da peça (MARTIN, 2012).

Transdutor angular: nesse transdutor a refração e a conversão de modo de onda são usadas para transmitir as ondas ultrassônicas em vários ângulos. O transdutor é mostrado na **Figura 2-14**, o cristal piezelétrico gera ondas ultrassônicas do tipo longitudinais que atravessam uma sapata (cunha) de acrílico (fixa ou intercambiável) até o material de ensaio, ocorrendo conversão de modo e refração da onda, mudando para uma onda do tipo transversal. O ângulo de incidência é calculado pela lei de Snell, pois a velocidade do meio é diferente para cada material. O ângulo da sapata geralmente é confeccionado com grande precisão a fim de se obter uma onda refratada específica para a peça inspecionada (SANTIN, 2003) (ANDREUCCI, 2002).



Figura 2-14: Esquema de um transdutor angular (Adaptado de ANDREUCCI, 2002).

É conveniente mencionar que o ângulo do cabeçote é formado pela onda refratada na peça inspecionada com a normal à superfície.

Os pulsos ultrassônicos transmitidos e recebidos são definidos pelo ângulo do cabeçote angular e com isso apenas descontinuidades posicionadas perpendicularmente à direção do feixe podem ser localizadas (ANDREUCCI, 2002) (MARTIN, 2012) (SANTIN, 2003).

Transdutor de duplo cristal: os transdutores de duplo cristal são utilizados para inspeção em materiais de espessura reduzida ou na inspeção de regiões subsuperficiais, onde a zona morta existente impede uma resposta imediata (MARTIN, 2012) (NDT, 2014).

2.4.5.6. Acoplante

Ao se realizar o ensaio por ultrassom é necessário que entre o transdutor e o material inspecionado exista um material acoplante usado para reduzir as perdas de energia transmitida e refratada das ondas ultrassônicas. Os acoplantes são escolhidos avaliando-se as condições de rugosidade superficial, tipo de material, forma, dimensão, área de varredura, entre outros fatores (ANDREUCCI, 2002).

2.4.6. Técnicas de inspeção por ultrassom

Existem dois métodos comumente utilizados para a realização do ensaio de ultrassom: o método por pulso-eco e por transparência. Serão descritas algumas das técnicas mais usadas nos ensaios de ultrassom.

2.4.6.1. Técnica por Pulso-Eco

Esta é a técnica muito consagrada e bastante difundida nas inspeções, considerada de simples manuseio e que exige poucos equipamentos. Neste ensaio podem ser utilizados dois transdutores, um para emissão e outro para recepção, porém o mais utilizado utiliza apenas um transdutor que realiza ambas as funções, emissão e recepção (ANDREUCCI, 2002) (SANTIN, 2003).

O método consiste na emissão de pulsos ultrassônicos pelo transdutor, que atravessa o acoplante (localizado entre o transdutor e a peça) e penetra na peça inspecionada com intervalos de tempo regulares. A onda ultrassônica penetra no material e quando encontra uma descontinuidade ou alguma mudança na impedância acústica, parte desta onda é refletida para o transdutor antes do sinal do eco de fundo (ANDREUCCI, 2002) (SANTIN, 2003).

O princípio do método de pulso-eco é apresentado na **Figura 2-15** e destaca-se como vantagem deste ensaio o fato do mesmo poder ser realizado em apenas uma das superfícies do material. Para se obter a máxima confiabilidade, as ondas ultrassônicas devem incidir perpendicularmente sobre a superfície principal da interface. A tela do equipamento mostrará informações referentes à refletividade de uma descontinuidade. Através do método pulso-eco, é possível conhecer informação referentes tanto à presença quanto a localização de descontinuidades, com algumas limitações na geometria e tamanho devido à amplitude do eco da descontinuidade nem sempre estar ligada à sua refletividade (ANDREUCCI, 2002) (MARTIN, 2012).



Figura 2-15: Ilustração do método pulso-eco (Adaptado de ANDREUCCI, 2002).

2.4.6.2. Técnica por Transparência

Nesta técnica, ilustrada na Figura 2-16, são utilizados dois transdutores, um atuando como emissor e outro como receptor, posicionados em superfícies opostas da

peça e alinhados. Quando a peça está isenta de descontinuidades, toda a energia ultrassônica emitida é recebida pelo receptor, caso apresente alguma descontinuidade, parte da energia é refletida. Este método não fornece informações sobre a profundidade dos refletores, apresentando unicamente a presença e amplitude do sinal na tela do equipamento, sendo esta uma das desvantagens do seu uso (SANTIN, 2003).



Figura 2-16: Ilustração do método por transparência com dois transdutores (Adaptado de ANDREUCCI, 2002).

2.4.6.3. Técnica por Imersão

Esta técnica pode ser utilizada tanto para o método de inspeção pulso-eco quanto pelo método de inspeção por transparência. O ensaio é realizado com a peça a ser inspecionada imersa em um líquido que pode ser água ou outro líquido adequado. O transdutor é direcionado com o feixe ultrassônico atravessando o líquido de modo que a incidência possa ser normal à peça, para geração de ondas longitudinais ou com incidência oblíqua para geração de ondas transversais. Existem diversas variações quanto à montagem da técnica por imersão, sendo ela determinada pela geometria da peça a ser inspecionada (MARTIN, 2012).

As interpretações dos resultados obtidos pelo ensaio dependem da experiência do inspetor, geralmente para um ensaio por imersão é utilizado o método pulso-eco. Com o método pulso-eco e incidência normal, ondas longitudinais são transmitidas através da coluna d'água (distância entre o transdutor e a superfície de inspeção) (MARTIN, 2012).

Para o cálculo da distância mínima da coluna d'água no ensaio de imersão com incidência normal é utilizado à **equação (2-4)**. Onde *S* é a distância mínima da coluna d'água [mm], t_p representa à espessura da peça ensaiada [mm], *Va* a velocidade da onda

longitudinal na água [mm/s] e V_p a velocidade da onda longitudinal na peça de ensaio [mm/s] (MARTIN, 2012).

$$S = \frac{t_p * V_a}{V_p} \tag{2-4}$$

Atualmente esta técnica tem sido empregada na indústria, principalmente devido às vantagens como: acoplamento uniforme e possibilidade de automação, o que possibilita uma rápida varredura da peça; uso de diversos tamanhos e formatos de transdutores. Uma limitação desta técnica se deve ao custo dos equipamentos sendo levada em consideração a relação custo benefício da instalação e a possíveis perdas de energia sônica existentes com elevadas colunas d'água, requerendo alguns ajustes a fim de se evitarem tais perdas (MARTIN, 2012).

2.5. Processamento de Sinais Digitais

O processamento de sinais digitais é uma técnica utilizada na análise, manipulação e interpretação de sinais. Os sinais descrevem importantes fenômenos físicos e o processamento de sinais tem sido utilizado por muitas áreas das ciências exatas e biológicas (FONSECA, 2012). O conhecimento e domínio das técnicas de processamentos de sinais podem auxiliar na obtenção e extração de informações essenciais para compreensão dos processos físicos (ALBUQUERQUE, *et al.*, 2004) (OPPENHEIM, *et al.*, 1997). O domínio matemático para o desenvolvimento de algoritmos computacionais é de vital importância e para isso, neste trabalho, serão apresentados alguns conceitos matemáticos utilizados para análise de sinais ultrassônicos.

2.5.1. Tipos de sinais e sua classificação

Existem muitos fenômenos físicos que podem ser representados com precisão por de relações matemáticas. Como exemplo, tem-se a determinação da temperatura da água após aquecimento durante um intervalo de tempo, este tipo de sinal é classificado como determinístico, pois o passado, presente e futuro podem ser determinados. Há casos em que não é possível prever o comportamento do sinal por meras expressões matemáticas, pois este depende de eventos probabilísticos, são chamados de não determinísticos ou aleatórios e para prever seu comportamento são utilizadas técnicas estatísticas (teoria da probabilidade e processos estocásticos) (ALBUQUERQUE, *et al.*, 2004) (OPPENHEIM, *et al.*, 1997).

Para classificar estes sinais o organograma demonstrado na Figura 2-17, é usado a fim de facilitar o entendimento dos tipos de sinais. A classificação dos sinais é importante, pois existem operações que não podem ser aplicadas a alguns tipos de sinais. Aqui serão descritos os conceitos básicos sobre sinais e seus subgrupos, serão omitidos porque fogem do escopo do trabalho.



Figura 2-17: Organograma dos tipos de sinais existentes Adaptado de (BENDAT, et al., 2010).

Dentro dos sinais determinísticos temos (BENDAT, et al., 2010):

Sinais Periódicos: são sinais que se repetem a intervalos de tempos iguais. Um sinal periódico no tempo contínuo possui um período igual a T, para todo o intervalo de tempo t, mostrado na equação (2-5), esse conceito também é válido para sinais discretos. Um sinal no tempo discreto é periódico com período N, onde N é um valor inteiro para todo intervalo de tempo n, mostrado na equação (2-6).

$$x(t) = x(t + T)$$
 (2-5)

$$\mathbf{x}[\mathbf{n}] = \mathbf{x}[\mathbf{n} + \mathbf{N}] \tag{2-6}$$

Sinais Não Periódicos: são sinais que não apresentam periodicidade, são chamados de aperiódicos.

Nos sinais aleatórios tem-se (BENDAT, et al., 2010):

Sinais Estacionários: são sinais em que os parâmetros estatísticos e funções densidade de probabilidade permanecem constantes mesmo se o sinal for transladado no eixo da variável independente.

Sinais Não Estacionários: neste caso, quando o sinal é transladado no eixo da variável independente seus parâmetros estatísticos não são constantes.

2.5.2. Função de correlação cruzada

A função de correlação cruzada, R_{xy} , além de medir a relação linear entre dois sinais pode também indicar o atraso (*time delay*) entre os sinais. A obtenção da correlação cruzada é realizada entre o produto do sinal $\{x_k(t)\}$ e o sinal $\{y_k(t+\tau)\}$, utilizando a média amostral como estimador da esperança (E[]), apresentado na **equação (2-7)** (BENDAT, et al., 2010).

$$R_{xy}(\tau) = E[x_k(t)y_k(t+\tau)]$$
(2-7)

Onde τ representa o avanço no tempo para qualquer valor, maior que zero.

As medidas de correlação em sinais podem ser úteis na determinação de periodicidade, previsão de ruído, medidas de defasagem (atraso), localização de fontes de distúrbio, identificação e propagação de percurso e velocidade (BENDAT, *et al.*, 2010).

2.5.3. Análise de Espectral

É importante lembrar da relação de Parseval, apresentado na **equação** (2-8), no qual, afirma-se que a energia contida em um sinal no domínio do tempo, x(t), é o mesmo no domínio da frequência, X(f).

$$\int_{-\infty}^{\infty} x(t)^2 dt = \int_{-\infty}^{\infty} |X(f)^2| df$$
(2-8)

Como os sinais ultrassônicos geralmente estão contidos no domínio do tempo, sua interpretação é de extrema complexidade. Para facilitar a interpretação dos sinais ultrassônicos é possível utilizar recursos matemáticos para modificar este sinal para o domínio da frequência. Uma breve descrição sobre uma das transformada mais importantes será apresentada com caráter apenas introdutório.

2.5.4. A Transformada de Fourier

Antes de falarmos sobre a transformada de *Fourier* é importante conhecer seu fundamento matemático, pois, a partir disto, é possível compreender a importância desta transformada nos diversos ramos das Ciências.

2.5.5. A série de Fourier

A série de *Fourier* foi proposta inicialmente por Jean-Baptiste Joseph Fourier em 1800, em seus estudos sobre a resolução de equações diferencias relacionadas com a condução de calor em sólidos. Esta série representa uma poderosa forma de decompor séries de funções periódicas em uma função de base ortonormal, em uma série harmônica (de senos e cossenos), onde os coeficientes desta função de base ortonormal representam a magnitude do sinal no domínio da frequência.

A definição mais conhecida desta função é mostrada na **equação (2-9)** para um intervalo finito de período 2*L* (BIEZUNER, 2015).

$$f(t) = \frac{a_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left(a_n \cos \frac{n\pi t}{L} + b_n \sin \frac{n\pi t}{L} \right)$$
(2-9)

Onde os coeficientes de *f* serão a_n e b_n , e representam o conteúdo em frequência da função, calculados de acordo com a **equação** (2-10) e (2-11).

$$a_n = \frac{1}{2L} \int_{-L}^{L} f(t) \cos \frac{n\pi t}{L} dt, \quad n \ge 0$$
 (2-10)

$$b_n = \frac{1}{2L} \int_{-L}^{L} f(t) \operatorname{sen} \frac{n\pi t}{L} dt, \quad n \ge 1$$
 (2-11)

34

Caso a função seja não periódica, esta não pode ser representada pela série de Fourier. Entretanto, se ao menos a função é suave por partes e satisfaz a condição de ser absolutamente integrável, neste caso, podem-se escrever a função de acordo como a **equação (2-12)** e seus coeficientes dados pelas **equações (2-13) e (2-14)**.

$$f(t) = \int_0^\infty (A(\omega)\cos t\omega + B(\omega)\sin t\omega) \,d\omega$$
 (2-12)

$$A(\omega) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} f(t) \cos \omega t \, dt, \ \omega \ge 0$$
(2-13)

$$B(\omega) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} f(t) \sin \omega t \, dt, \quad \omega \ge 0$$
(2-14)

2.5.6. A transformada de Fourier e sua Inversa no tempo contínuo

O espectro no domínio da frequência é tipicamente representado por números complexos. A partir da fórmula de *Euler*, demonstrado na **equação** (2-15), e após manipulações algébricas, podemos reescrever a série de Fourier na forma complexa, de acordo com a **equação** (2-16). Uma demonstração do desenvolvimento matemático da obtenção da transformada de Fourier não será abordada neste trabalho, mas pode ser vista em OPPENHEIM *et al.*, 1997.

A transformada de *Fourier* de uma função contínua f, pode ser definida como sendo a função \mathcal{F} , que associa cada função integrável $f: \mathbb{R} \to \mathbb{R}$ a função $F: \mathbb{R} \to \mathbb{C}$, pode ser definida pela **equação (2-17)**. Já transformada inversa de *Fourier*, é a função \mathcal{F}^{-1} que associa cada função $F: \mathbb{R} \to \mathbb{C}$ que pertença ao conjunto imagem de \mathcal{F} e absolutamente integrável onde $f: \mathbb{R} \to \mathbb{R}$, definida pela **equação (2-16)** (BIEZUNER, 2015).

$$e^{i\theta} = \cos\theta + i\sin\theta \tag{2-15}$$

$$f(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} F(\omega) e^{i\omega t} d\omega$$
 (2-16)

Onde $F : \mathbb{R} \to \mathbb{C}$ é definido por:

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} f(t)e^{-i\omega t}dt$$
(2-17)

A função $F(\omega)$ é uma função complexa, geralmente utiliza-se o seu valor em módulo $|F(\omega)|$ e seu ângulo de fase. O módulo do número complexo $F(\omega)$ é conhecido como espectro.

2.5.7. Transformada rápida de Fourier (FFT) nos sinais ultrassônicos

A implementação do algoritmo da transformada rápida de *Fourier* (*Fast Fourier Transform - FFT*), inicialmente proposta por Cooley e Turkey em 1965, foi um marco na computação, reduzindo o tempo de processamento na resolução de problemas (OPPENHEIM, *et al.*, 1997).

A partir de uma breve introdução matemática sobre a transformada de Fourier, podemos analisar como um pulso ultrassônico se comporta. Um pulso denominado v(t), em função de um tempo (t), tem sua transformada de *Fourier* dada pela **equação (2-18)** (SCHMERR, *et al.*, 2007).

$$V(f) = \int_{-\infty}^{\infty} v(t) \exp\left(-2\pi i f t\right) dt$$
(2-18)

Onde f representa a frequência. Geralmente em ensaios de ultrassônicos a unidade utilizada é dada em MHz.

Embora pela equação (2-18) seja possível obter a integração em todo o domínio do tempo, os pulsos ultrassônicos são diferentes de zero em um intervalo finito de tempo. A inversa da transformada de Fourier permite obter a função v(t), apresentado pela equação (2-19) (SCHMERR, *et al.*, 2007).

$$v(t) = \int_{-\infty}^{\infty} V(f) \exp\left(2\pi i f t\right) df$$
(2-19)

Esta **equação** (2-19) demonstra a necessidade de integração tanto para frequências negativas quanto positivas, a fim de recuperar v(t). Se a função no domínio do tempo é real, entretanto pode ser demonstrado que a transformada de *Fourier* satisfaz $V(-f)=V^*(f)$, onde (*) denota complexo conjugado. Portanto as frequências negativas podem ser obtidas a partir de frequências positivas e nesse sentido elas são redundantes (SCHMERR, *et al.*, 2007).

Como exemplo do uso da transformada de *Fourier*, considere a seguinte função no domínio do tempo apresentado na **equação** (2-20) e sua transformada no domínio da frequência (também chamada de espectro de Fourier do sinal), apresentado na **equação** (2-21) (SCHMERR, *et al.*, 2007).

$$v(t) = \cos(2\pi f_c) exp\left[-t^2/_{4A^2}\right]$$
 (2-20)

$$V(f) = A\sqrt{\pi} \{ exp[-4\pi^2 A^2 (f - f_c)^2] + exp[-4\pi^2 A^2 (f + f_c)^2] \}$$
(2-21)

Os gráficos das **equações** (2-20) e (2-21) são apresentados na Figura 2-18, para um valor definido de A=0.2 e $f_c=5$ MHz. A função no domínio do tempo, Figura 2-18 (a), é transitória e tem a forma característica de muitos sinais ultrassônicos. O espectro no domínio da frequência, Figura 2-18 (b), é representado como um par de Gaussianas cuja máxima está localizada em f_c e $-f_c$. A constante A, controla a amplitude de ambas as Gaussianas assim como suas larguras. Geralmente, para caracterizar um espectro no domínio da frequência são utilizados dois parâmetros: o primeiro é chamado de frequência central (f_c), definida como a máxima frequência de resposta que ocorre no domínio da frequência e o outro parâmetro é a largura do espectro (SCHMERR, et al., 2007).

A energia do sinal na *FFT* é preservada, a energia no domínio do tempo é igual à energia no domínio da frequência, embora ela não seja modificada no domínio da frequência, a energia sofre uma redistribuição entre os coeficientes de *Fourier* (GALVÃO, 2001).



Figura 2-18: Gráfico (a) da equação (2-20) no domínio do tempo e da transformada de Fourier no domínio da frequência (b) da equação (2-21) (Adaptado de SCHMERR, *et al.*, 2007).

2.5.8. Teorema da amostragem

Um sinal no tempo discreto é baseado em amostras de um sinal no tempo contínuo. Para que essa operação seja executada é necessário que se possa restaurar um sinal contínuo a partir de suas amostras. O teorema da amostragem diz que um sinal no tempo contínuo, $x_c(t)$, com largura de faixa limitada, ou seja, sua transformada de *Fourier* é tal que $X(j\omega)=0$ para $|\omega| > \omega_M$, pode ser recuperado a partir de um sinal discreto no tempo $x(n)=x_c(nT)$, se e somente se a frequência de amostragem ω_s satisfaz a condição $\omega_s > 2\omega_c$. Com isso a frequência de amostragem tem que ser maior que o dobro da frequência contida no sinal a ser amostrado, conhecido também como teorema de *Nyquist*. A reconstrução de um sinal discreto a partir de um sinal contínuo pode ser vista na **Figura 2-19** (DINIZ, *et al.*, 2004) (OPPENHEIM, *et al.*, 1997).



Figura 2-19: Amostragem de um sinal discreto a partir de amostra do sinal contínuo. Adaptado de (OPPENHEIM, et al., 1997).

Quando a amostragem do sinal não obedece ao teorema de Nyquist ocorre o que chamamos de efeito *aliasing* ou subamostragem ($\omega_s < 2 \omega_c$,), com isso a reconstrução

do sinal se torna falha. Quando a frequência de amostragem é maior que a frequência contida no sinal ($\omega_s > 2 \omega_c$) a reconstrução é bem sucedida, assim como no caso em que frequência de amostragem é igual que a frequência contida no sinal ($\omega_s = 2 \omega_c$,).

2.6. Teste de hipóteses *t-Student*

Neste tópico será abordado apenas o teste t-Student, tentando abordar as ideias básicas do teste de hipóteses. O teste de hipóteses é uma inferência estatística que objetiva estudar uma população através de evidências fornecidas por uma amostra. Os principais conceitos são apresentados a seguir:

2.6.1. Hipóteses Estatísticas

Suposição quanto à natureza da distribuição de probabilidade de uma variável populacional, ao valor de um parâmetro populacional. Geralmente são formuladas duas hipóteses básicas, demonstrado na equação (2-22).

H₀: hipótese nula (2-22)H₁: hipótese alternativa

Existem dois tipos de erros que podem ocorrer ao testar uma hipótese estatística. Erro do tipo I- Rejeitar uma hipótese nula, quando ela for verdadeira. Erro do tipo II-Aceitar uma hipótese nula quando ela é falsa. A probabilidade dos dois tipos de erros é designada por: $\alpha \in \beta$. Sendo a probabilidade de cometer um erro do tipo I, conhecida como 'nível de significância', α .

Não há como controlar simultaneamente ambos tipos de erros para um tamanho fixo de amostras, sendo convencionado que o erro do tipo I seria o mais grave. Uma tabela muito conhecida sobre os tipos de erros encontrados é apresentada na Tabela 2-4.

Tabela 2-4: Erros possíveis encontrados no teste de nipoteses.				
Situação	Conclusão do Teste			
Real	Rejeitar H ₀	Não Rejeitar H ₀		
H ₀ Verdadeira	Erro tipo I	Decisão correta		
H ₀ Falsa	Decisão correta	Erro tipo II		

TII , . 1 1 1 . . .

2.6.2. Estatística do teste

Supondo que a dados coletados sigam uma distribuição normal e os eventos sejam independentes, o cálculo da estatística do teste pode ser obtido pela **equação** (2-23).

$$t_0 = \frac{\overline{X_1} - \overline{X_2}}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}$$
(2-23)

Os graus de liberdade são calculados pela equação (2-24).

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{\frac{w_1^2}{n_1 - 1} + \frac{w_2^2}{n_2 - 1}}$$
(2-24)

Onde w_i é dado pela equação (2-25).

$$w_i = \frac{s_i^2}{n_i}$$
 (2-25)

2.7. Estudos de Casos

2.7.1. Espalhamento de ondas ultrassônicas

A maioria dos materiais apresenta uma estrutura heterogênea. Do ponto de vista acústico, qualquer heterogeneidade pode causar mudanças de impedância acústica. As heterogeneidades mais comuns em materiais são: poros, inclusões, trincas, elementos de segunda fase e precipitados (MARTIN, 2012).

A heterogeneidade em materiais policristalinos ocasiona o espalhamento das ondas ultrassônicas, sendo o espalhamento influenciado pelo tamanho de grão, forma, textura e pelo tipo de orientação no material (HUALONG, 2014). A intensidade do espalhamento depende da dimensão do espalhador (heterogeneidade) e da frequência da onda incidente. O espalhamento é bastante acentuado em materiais com granulação grosseira (MARTIN, 2012).

Para melhor entendimento sobre o espalhamento, é necessário conhecer os tipos de relações existentes entre o comprimento da onda incidente e a dimensão do espalhador. Quando o espalhador possui um diâmetro muito maior do que o comprimento de onda incidente, este é refletido e aplicam-se as leis da difração geométrica. Caso o diâmetro do espalhador tenha a mesma ordem de grandeza do comprimento de onda incidente, tem-se o espalhamento do tipo estocástico, sendo este de difícil resolução devido aos fenômenos de interferência. Por último, temos o caso em que o diâmetro do espalhador é muito menor do que comprimento de onda incidente, sendo este espalhamento chamado de dispersão de Rayleigh (KRÜGER, 2000).

Os sinais ultrassônicos carregam informações tanto sobre o meio no qual são submetidos o pulso ultrassônico, quanto do sistema de geração do sinal. Com as melhorias obtidas através das técnicas de processamento digitais de sinais, a análise espectral dos sinais ultrassônicos tem sido uma ferramenta muito utilizada na caracterização de materiais, pois esta avalia as propriedades dependentes da frequência. As interações das ondas ultrassônicas com as heterogeneidades podem fornecer informações quanto à mudança na velocidade de propagação, atenuação, análise espectral do eco do sinal retroespalhado (KRÜGER, 2000).

2.7.2. Análise Espectral de um Sinal Ultrassônico

A maioria dos trabalhos sobre analise espectral de sinais ultrassônicos é baseado somente nos sinais de amplitude não sendo avaliados os sinais de ângulo de fase.

2.7.3. Aplicação de análise espectral de eco e do sinal retroespalhado em ondas ultrassônicas

A análise espectral hoje é uma ferramenta muito utilizada na caracterização de microestruturas. Os métodos convencionais de ensaios não destrutivos são pouco eficientes para identificar danos por hidrogênio em seu estágio inicial (CARNEVAL, *et al.*, 1994). KRÜGER *et al.* (1995) buscaram estudar a análise espectral de ecos e do sinal retroespalhado de sinais ultrassônicos a fim de caracterizar danos por hidrogênio em aço carbono.

O método utilizado por KRÜGER *et al.* (1995) para a obtenção dos resultados ocorreu pela captura de sinais ultrassônicos em uma chapa de aço carbono degradada

em serviço. Os danos foram avaliados utilizando duas direções de propagação do feixe ultrassônico, uma perpendicular ao plano das descontinuidades e outro paralelo às descontinuidades.

Foi utilizada a técnica por imersão, com transdutor de banda larga, *Krautkrämer* H10M com frequência nominal de 10 MHz. Os sinais obtidos foram digitalizados por um osciloscópio e tratados por um software de processamento de sinais para realização da transformação do sinal no domínio do tempo, para o domínio da frequência por meio do algoritmo de *FFT* (*Fast Fourier Transform*). Na análise do espectro, foi avaliado o retroespalhamento, a técnica utilizada pode ser vista na **Figura 2-20**.

No sinal ultrassônico foram tomados como referência o primeiro eco da superfície (eco de entrada, S1) e o primeiro eco de fundo (E1), para posterior aplicação da *FFT*. Para a obtenção do sinal retroespalhado, definiu-se uma região entre o sinal de eco de referência (S1) e o primeiro eco de fundo (E1), em seguida, foi aplicada a *FFT*.



Figura 2-20: Técnica utilizada para análise de espectro de um sinal ultrassônico Adaptado de (KRÜGER *et al.*, 1995).

Os resultados obtidos por KRÜGER *et al.* (1995) demonstraram que o sinal retroespalhado apresentou maior sensibilidade na detecção de descontinuidades em ambas as direções de propagação do feixe sônico. Concluindo que a análise espectral de sinais ultrassônicos é adequada para detecção de descontinuidades muito pequenas devido à influência de espalhadores.

2.7.4. Caracterização de materiais utilizando análise espectral

Um dos poucos trabalhos encontrados abordando sobre o aço HP e a técnica não destrutiva de ultrassom foi realizado por SANTOS *et al.* (2014). Neste artigo, avaliouse, por meio do ensaio não destrutivo de ultrassom, os estados de envelhecimento do aço HP, utilizando-se processamento de sinais e inteligência computacional (IC). Para realização dos experimentos, SANTOS *et al.* (2014) utilizaram cinco amostras de aços

HP provenientes de fornos de reforma, com estados de envelhecimento diferentes. Os detalhes de cada amostra são apresentados na Tabela 2-5

Estados de envelhecimento	Espessura [mm]	Diâmetro externo [mm]	Amostras
Ι	11,7	108,7	1
II	11,8	108,7	2
III	11,8	108,7	3
IV	11,3	108,7	4
\mathbf{V}	11,6	108,7	5

10010

Antes da inspeção ultrassônica, imagens de microscopia óptica (MO) foram obtidas para verificar a presença das microestruturas presentes em cada estado de envelhecimento. Nas Figura 2-21 (a), (b) e (c), a microestrutura das amostras 1, 2 e 3 corresponde aos estados de envelhecimento I, II e III. Pelas observações via MO na Figura 2-21 (a), não há precipitação secundária na matriz austenítica, onde os carbetos primários preservam as características de solidificação, com poucas evidências de precipitações. Na Figura 2-21 (b), é possível verificar o coalescimento dos carbetos primários, sendo que na matriz ocorre uma leve precipitação de carbetos secundários, caracterizando o estado II de envelhecimento. Na Figura 2-21 (c), os carbetos primários se transformam completamente em carbetos eutéticos em forma de blocos e uma presença de carbetos secundários dispersos na matriz, chamado de estado III de envelhecimento.



(a) Estado I de envelhecimento

(b) Estado II de envelhecimento

(c) Estado III de envelhecimento

Figura 2-21: Amostras com grau de envelhecimento do estado I ao III, microscopia óptica com ampliação de 25X (Adaptado de SANTOS et al., 2014).

Na amostra 4, **Figura 2-22** (a), tem-se o estado de envelhecimento IV, onde os carbetos primários estabilizam e os carbetos secundários coalescem. Na amostra 5, **Figura 2-22** (b), verifica-se o estado de envelhecimento V, onde os carbetos primários encontram-se coalescidos nos contornos de grão. O mesmo ocorre para carbetos secundários dispersos na matriz, havendo também uma falha de danos acumulados em forma de vazios reticulares.



(a) Estado IV de envelhecimento



(b) Estado V de envelhecimento

Figura 2-22: Amostras com grau de envelhecimento do estado IV e V, microscopia óptica com ampliação de 25X (Adaptado de SANTOS *et al*, 2014).

Após os exames metalográficos, o ensaio de ultrassom se sucedeu com aquisição dos sinais *A-scans*. Para fins apenas ilustrativos, foi escolhida a apresentação do sinal da amostra em estado I de envelhecimento, exibida na **Figura 2-23** (a). A transformada de *Fourier* gerou os espectros de frequências de todas as outras amostras nas condições envelhecidas, **Figura 2-23** (b), onde as maiores frequências ocorreram entre 600 kHz e 1000 kHz, não existindo uma clara distinção entre as condições de envelhecimento.



Figura 2-23: (a) Sinal *A-scan* da amostra 1 e (b) análise espectral de todas as amostras (Adaptado de SANTOS *et al.*, 2014).

Devido ao fato de os sinais do espectro de todas as amostras da Figura 2-23 não demonstrarem informações relevantes que diferenciassem os estados, utilizou-se o

método de reconhecimento de padrões por redes neurais para classificação dos estados de envelhecimento, os resultados obtidos podem ser visualizados na **Tabela 2-6**. A classificação por redes neurais obteve bons resultados, com validação em alguns casos de 100 %, exceto para os estados de envelhecimento I, que teve um erro de 12,5 % e uma confusão nos estados III e IV de 6,25 %, que podem se associadas as características dos espectros, necessitando de mais estudos para devidas comparações.

Amostras	т	п	ш	IV/	V
(condição)	1	11	III	1 V	v
Ι	87.5%	0%	0%	0%	0%
II	0%	100%	0%	0%	0%
III	6,25%	0%	100%	0%	0%
IV	6,25%	0%	0%	100%	0%
V	0%	0%	0%	0%	100%

Tabela 2-6: Porcentagem da matriz de confusão de uma classificação neural (Adaptado de
SANTOS *et al.*, 2014).

Contudo, SANTOS *et al.* (2014) afirmam que os sinais ultrassônicos adquiridos, após sofrerem processamento de sinal com a transformada discreta de *Fourier*, foram importantes para alimentar a classificação de redes neurais, tornando-se um modo rápido e eficiente de diferenciação dos estados de envelhecimento, porém é ressaltado que mais testes são necessários.

Em outro trabalho publicado por SANTOS *et al.* (2005), buscou-se uma metodologia não destrutiva de monitoramento do grau de envelhecimento de um polímero (náilon-11). Os resultados apresentados mostram que haveria alterações tanto na amplitude do sinal quanto do ruído do sinal, quando em relação ao material degradado e o não degradado, interpretando isso como uma mudança de velocidade das ondas sônicas no material.

A metodologia ultrassônica utilizou dois transdutores do tipo normal com diferentes frequências centrais, de 2 e 4 MHz. O material acoplante utilizado foi o mel, pois as amostras eram curvas e assim se poderia ter melhor acoplamento entre o transdutor e as amostras. A aquisição de sinais se deu em cinco regiões diferentes e o janelamento do sinal retroespalhado (entre o primeiro eco de fundo e o segundo eco de fundo) foi obtido, com a prudência de os mesmos apresentarem o mesmo número de pontos e que fossem uma potência de dois, utilizando um intervalo de 1024 pontos para os dois transdutores. O janelamento do eco de fundo foi feito, mas o sinal espectral não apresentou diferença significativa. A componente *DC* foi removida, retirando-se de cada elemento a sua média, obtendo-se a média dos cinco sinais.

O sinal médio foi processado pela transformada rápida de *Fourier* e como os picos de amplitude estavam muito afastados, não foi possível aplicar um alisamento no sinal (*smoothing*). A média das dimensões de espessuras das amostras não degradadas foi de $3,94 \pm 0,01$ mm, já as amostras degradadas possuíam $13,55 \pm 0,01$ mm, sendo essa diferença nas espessuras um fator limitante para comparação entre sinais.

Como as amostras possuíam uma espessura muito pequena, o sinal retroespalhado apresentava poucos pontos para o janelamento e para obter o maior número de pontos possíveis, uma frequência de amostragem relativamente alta foi utilizada respeitando-se os critérios de *Nyquist*. Para os dois transdutores de 2 e 4 MHz optou-se em trabalhar com frequências de 500 MA/s. A média dos cinco sinais das amostras foi processada utilizando a *FFT*, os gráficos de amplitude versus frequência para os dois transdutores podem ser visualizados nas **Figura 2-24** e **Figura 2-25** com as devidas margens de erro.

Nota-se que nos gráficos das **Figura 2-24** (a) e (b) existe uma diferenciação entre os sinais das amostras degradadas e não degradadas. Nas amostras degradas as amplitudes são maiores e os picos mais estreitos com formato diferente em frequências diferentes.



Figura 2-24: Análise de espectro das amostras não degradadas (a) e degradadas (b) com transdutor de 2 MHz (Adaptado de SANTOS et al. 2005).

A resposta obtida com o transdutor de 4 MHz, Figura 2-25, possui uma apresentação de maior interferência entre ondas. Trabalhando-se com transdutor de maior frequência, tem-se maior sensibilidade na detecção de descontinuidades. Uma

divergência menor do feixe tem como limitação menor profundidade de penetração da onda, com isso há maior atenuação e maior interferência entre ondas.



Figura 2-25: Análise de espectro das amostras não degradadas (a) e degradadas (b) com transdutor de 4 MHz (Adaptado de SANTOS et al. 2005)..

As conclusões obtidas por SANTOS *et al.* (2005) foram que o método de caracterização por ultrassom com transformada de *Fourier* se mostrou eficaz, pois apresentaram-se diferenças qualitativas de comportamento entre as amostras degradadas e não degradadas. Sendo este método sensível a variações microestruturais de materiais poliméricos. A escolha do transdutor de 4 MHz é a mais adequado para este ensaio por apresentar maior interação com o material. Porém um estudo mais detalhado se faz necessário para entender os mecanismos de degradação para relacionar com a sensibilidade do ensaio.

2.7.5. Correlação dos artigos apresentados com a metodologia para caracterização do aço HP

Baseado nos artigos apresentados, a escolha pelo processamento digital do sinal ultrassônico apresentou ser uma boa alternativa para caracterização do aço inoxidável HP. Como o material apresenta uma alta atenuação do sinal ultrassônico, seu sinal no domínio do tempo é de difícil interpretação e quando o mesmo sinal é trabalhado no domínio da frequência, torna-se mais fácil medir as frequências harmônicas e as amplitudes.

Capítulo 3 Materiais e Métodos

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados para realização dos ensaios, assim como a metodologia proposta para caracterização do aço HP.

3.1. Material

O material avaliado nesta pesquisa foi o aço inoxidável austenítico da classe HP, modificado ao nióbio (HP-Nb). A composição química do material com os principais elementos é apresentada na **Tabela 3-1**.

Tabela 3-1: Composição química do aço HP FAFENBA.										
	С	Mn	Si	Р	S	Mo	Cr	Ni	Nb	Ti
Composição [% wt]	0,45	0,91	1,24	0,021	0,010	0,031	27,0	34,6	0,74	0,05

As amostras obtidas para realização do ensaio foram provenientes de colunas reformadoras que estiveram submetidas a diferentes faixas de temperaturas de operação por 70.000 horas.

Para caracterização do estado de envelhecimento, escolheu-se uma coluna que apresentou variações microestruturais ao longo de seu comprimento e que não havia sofrido surto. A partir dele, retiraram-se segmentos de pelo menos cada uma das regiões definidas em função da distância dos queimadores. A retirada das amostras pode ser visualizada na **Figura 3-1**.



Figura 3-1: Ilustração com a retirada de amostras do tubo utilizado em fornos de reforma (Adaptado de CORREA, 2013).

O foco deste projeto é a caracterização dos diferentes estados de envelhecimento do aço HP-Nb, devido a isto, três corpos de prova nas condições de envelhecimento em Estado I, Estado IV e Estado V. Adicionalmente, outras três amostras, com as mesmas condições microestruturais foram analisadas, porém sem a camada externa, usinadas por fresadora, totalizando seis amostras, conforme demonstrado na **Figura 3-2** (a) e (b). A espessura das amostras é apresentada na **Tabela 3-2**.



Figura 3-2: Amostras de tubos do forno de reforma (a) com a camada externa e (b) sem a camada externa.

Condição de Envelhecimento	Espessura [mm]		
	Com camada externa	Sem camada externa	
Estado I	11,61	10,07	
Estado IV	11,53	9,61	
Estado V	11,40	9,75	

Também foram realizados testes cegos (*Blind Test*) em duas amostras do mesmo material que o estudado, porém com estados de envelhecimento diferentes. O propósito deste teste foi comprovar a eficiência da técnica de caracterização por ultrassom. A primeira amostra definida como *Blind Test WD* possui estado de envelhecimento V. A segunda amostra definida como *Blind Test FAFENSE* possui estado de envelhecimento I, mas que eram desconhecidas antes do teste.

3.2. Análise metalográfica

Os ensaios metalográficos permitem analisar as fases constituintes do material, devido as diferentes colorações produzidas ou pelo contraste produzido pelas variações topográficas decorrentes do ataque químico. A preparação superficial para a análise metalográfica por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi a mesma, constando apenas de uma variação em relação ao ataque químico. As amostras foram retiradas da seção transversal e lixadas com lixas de granulometria de 100, 200, 320, 400, 600 até a lixa 1500, em cada lixamento houve a preocupação de rotacionar a amostra em 90° quando mudadas as lixas. Após esta etapa, as amostras seguiram para um banho ultrassônico em uma solução de álcool durante 5 minutos e depois guardada em papel livre de fiapos.

As amostras que seguiram para análise em MEV não necessitaram de ataque químico. Para microscopia óptica as amostras sofreram ataque eletrolítico, com tensão aplicada de 5 V com um intervalo de tempo entre 3 e 6 segundos em uma solução de: 63% de H_3PO_4 , 15 % de H_2SO_4 e 22 % de H_2O , imagens macroscópicas das amostras preparadas podem sem visualizadas na **Figura 3-3**.

O microscópio óptico automatizado utilizado foi o da empresa ZEISS modelo AXIO CSM 700 Controller, modo Confocal Normal, lente de aumento de 100X integrado ao software AxionVision 7.4, disponibilizado pelo próprio Laboratório de Ensaios Não Destrutivo e Corrosão (LNDC).



Figura 3-3: Imagens macros das amostras preparadas para análise metalográficas (a) Estado I, (b) Estado IV e (c) Estado V.

3.3. Microscópio eletrônico de varredura (MEV)

A caracterização microestrutural das amostras no Estado I, Estado IV e Estado V de envelhecimento, foram realizadas utilizando o microscópio eletrônico de varredura (MEV) da empresa ZEISS modelo DSM 940 presente no Laboratório de Microscopia e Microanálise do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – PEMM/COPPE/UFRJ, obtendo imagens por elétrons retroespalhados e imagens por EDS (*Energy Dispersive X-Ray detector*). Os parâmetros fixados nos valores de: 20kV de tensão de aceleração de elétrons, com ampliação de 500X.

3.4. Ensaio de Ultrassom

Na realização do ensaio foi utilizado o equipamento de ultrassom convencional da empresa *Sonotron NDT*, modelo *Isonic* 2005, um osciloscópio da marca *Tektronix*, modelo *MSO* 4034 para digitalização do sinal ultrassônico e interface com o *software* de processamento de sinais. Também foi utilizado um transdutor de frequência central na

faixa de 1.6 MHz ± 10%, não focalizado, da empresa *Imasonic*®, com largura de banda para queda de 6dB maior ou igual a 65%, diâmetro efetivo de 12.7 mm e comprimento de 70 mm. A escolha deste transdutor foi baseada em medidas experimentais, com medidas experimentais em outros transdutores presentes no próprio laboratório LNDC, sendo que o de 1.6 MHz, foi o que obteve melhor relação sinal ruído. Os transdutores de contato (G5KB, K5N, G1N, K4N, K2N e MB2S) mostraram-se inviáveis para caracterização das amostras. O modo de inspeção utilizado foi o de contato com acoplante mel. Os dados dos parâmetros utilizados no ensaio são apresentados a seguir na tabela **Tabela 3-3**.

Parâmetros	Valores
Ganho	52 dB
Filtro	Banda Larga
Frequência	0,35-2,6 MHz
PRF	15 Hz
Damping	30 Ω
Largura do Pulso	95 ns
Zero do cabeçote	2,05 µs

Tabela 3-3: Parâmetros ultrassônicos utilizados para aquisição do sinal A-scan.

A metodologia para realização do ensaio seguiu os seguintes passos: ajuste dos parâmetros ultrassônicos para aquisição do sinal *A-scan* em modo RF para todas as amostras com Estados I, IV e V de envelhecimento. A coleta dos sinais ocorreu com a seleção de uma região de interesse, com isso, fez-se a aquisição de 30 sinais *A-scans* em cada uma das amostras. A montagem experimental pode ser visualizada na **Figura 3-4**. Para a aquisição dos sinais utilizou-se um osciloscópio com frequência de amostragem de 250 MA/s. Os testes foram reproduzidos em um total de cinco vezes.



Figura 3-4: Montagem experimental para aquisição de sinais ultrassônicos: (a) equipamento US, (b) transdutor e (c) osciloscópio.

3.5. Processamento dos sinais ultrassônicos

Com a aquisição dos sinais ultrassônicos, em formato .*csv* (*Comma Separated Values*), os dados foram exportados para uma rotina desenvolvida em ambiente *Matlab*[®]. O primeiro processamento realizado foi à correlação cruzada dos 30 sinais *Ascans*, com o objetivo de corrigir a defasagem entre os sinais. Isto foi realizado com a obtenção do maior valor de τ e ajuste dos sinais.

Após essa etapa, foi realizada a média destes sinais para obtenção de um único sinal *A-scan*, referente a cada estado de envelhecimento. A média dos sinais serviu como um tipo de filtragem mais suave, eliminando alguns ruídos presentes devido aos equipamentos eletrônicos.

A fim de simplificar o entendimento optou-se em seguir o fluxograma apresentado na **Figura 3-5** das etapas realizadas no processamento do sinal ultrassônico. O fluxograma apresentado é válido tanto para o ensaio em amostras com camada externa quanto sem camada externa.



Figura 3-5: Fluxograma com as primeiras etapas realizadas na obtenção de um único sinal *Ascan* para cada estado de envelhecimento.

A identificação dos ecos de fundo no sinal *A-scan* é de fundamental importância para as análises que serão feitas a seguir, sendo assim a **Figura 3-6**, apresenta a localização dos ecos de fundo de uma das amostras analisadas.



Figura 3-6: Sinal A-scan com a localização dos ecos de fundo em uma das amostras.

No sinal *A-scan*, foi realizado o janelamento de dois trechos com no mínimo 512 pontos, para posterior aplicação da *FFT*. A região definida como região retroespalhada está compreendida entre o primeiro e segundo eco de fundo, **Figura 3-7**. O sinal entre o segundo e terceiro eco de fundo também foi analisado, porém os resultados obtidos tiveram os mesmos resultados, mas suas amplitudes foram menores em comparação com o primeiro e o segundo eco. Sendo assim, optou-se em avaliar a região entre o primeiro e segundo eco de fundo.

Alguns cuidados foram tomados na escolha dos pontos da região retroespalhada, sendo definidas para a escolha dos pontos, as regiões de mínimos locais localizado no primeiro vale logo após o primeiro eco de fundo e o segundo ponto, no último vale antes do segundo eco de fundo, a escolha pode ser vista na **Figura 3-7**.



Figura 3-7: Localização dos pontos escolhidos na delimitação do sinal retroespalhado.

Para análise do eco de fundo optou-se em analisar apenas o segundo eco de fundo, visto que o terceiro eco apresenta os mesmos resultados, porém em amplitudes menores. A mesma atenção na tomada de pontos foi mantida. A escolha para tomada dos pontos pode ser vista na **Figura 3-8**, o primeiro ponto corresponde ao primeiro vale antes do segundo eco de fundo, assim como o primeiro vale após o segundo eco de fundo.


Figura 3-8: Localização dos pontos escolhidos na delimitação do sinal do eco de fundo.

Depois de obter um único sinal *A-scan* para cada estado de envelhecimento e definir quais regiões do sinal ultrassônico seriam analisados foi possível começar a preparar o sinal para assim e implementar a transformada de *Fourier*. A preparação do sinal antes da *FFT* é descrita a seguir:

Primeiramente, foi realizada a remoção do nível constante (ou conhecido como nível dc), de acordo com a **equação (3-1)**. Onde *dados*, são referentes aos valores dos dados aquisitados e *dados_{semdc}* corresponde aos dados após a remoção do nível dc.

$$dados_{semdc} = dados - média (dados)$$
(3-1)

Após a remoção do nível dc, é realizado o cálculo computacional da *DFT* através de um algoritmo de alta eficiência conhecido como *FFT* (*Fast Fourier Transform*), **equação (3-2)**. A magnitude ou módulo de um sinal, |X|, é conhecido como sinal espectral, pois o módulo de cada número complexo gerado pela *FFT* corresponde a uma componente em frequência do espectro. Geralmente analisa-se metade do número de componentes do sinal no domínio da frequência, pois o restante do espectro é uma repetição da primeira parte.

$$X(f) = fft(dados_{semdc})$$
(3-2)

Para quantificar os espectros obtidos em cada região em uma mesma amostra foi utilizado o parâmetro estatístico de momento de segunda ordem. Na **Figura 3-9** é apresentado as posições nas quais foram adquiridos os sinais *A-scans* para avaliar o espectro e assim efetuar o cálculo de momento de segunda ordem.



Figura 3-9: Esquema utilizado na coleta de sinais A-scan em cada posição para posterior análise do momento de segunda ordem.

Antes de aplicar o momento de segunda ordem, o sinal teve que ser normalizado através da **equação (3-3)**.

$$N_{j} = \frac{|X(f)_{j}|}{\sum_{k=0}^{X/2} X(f)_{k}}$$
(3-3)

Onde N_j corresponde aos dados normalizados, para que a probabilidade seja menor que um.

Uma forma de medir a dispersão dos dados é utilizando o momento de segunda ordem. Sua representação matemática é descrita na **equação** (3-4). O momento de

segunda ordem, representado por *M*, mede a dispersão do espectro de frequências ao longo de uma região.

$$M = \sum_{j=0}^{N/2} N_j * j^2$$
 (3-4)

Para efeitos de comparação, os resultados do momento de segunda ordem serão apresentados na forma inversa (M^{-1}), assim como sugerido por (KRÜGER, *et al.*, 1999).

3.5.1. Cálculo dos parâmetros ultrassônicos

Os parâmetros ultrassônicos, como velocidade sônica longitudinal, módulo de elasticidade e impedância acústica, foram calculados através dos sinais aquisitados. Os dados usados foram retirados dos sinais *A-scans* para cada um dos estados de envelhecimento, tomado os dados (tempo, amplitude) entre o segundo e o terceiro eco de fundo.

Para o cálculo da velocidade sônica longitudinal (v_l) foi utilizada a **equação** (3-5) baseado na norma ASTM E494-10.

$$v_l = \frac{2 * espessura}{intervalo \ de \ tempo}$$
(3-5)

No cálculo do módulo de elasticidade, foi utilizada a **equação (3-6)** baseado na norma ASTM E494-10.

$$E = \frac{v_l^2 * [\rho * (1 + \mu) * (1 - 2\mu)]}{(1 - \mu)}$$
(3-6)

Onde:

vl: velocidade sônica longitudinal [m/s];

 ρ : massa específica [Kg/m³];

μ: coeficiente de *Poisson*, adimensional.

A impedância acústica, como mencionada na seção **2.4.4.4**, foi calculada de acordo com a **equação** (**3-7**) baseado na norma ASTM E494-10.

$$Z = \rho * v_l \tag{3-7}$$

Onde:

Z: impedância acústica [Kg/(m².s)];

 ρ : massa específica [Kg/m³];

 v_l : velocidade sônica longitudinal [m/s].

Para comprovar a existência da diferença entre os estados de envelhecimento, optou-se em utilizar o teste *t-Student* bilateral, para saber se existe diferença entre as médias de amostras independentes nos parâmetros ultrassônicos.

Capítulo 4 Resultado e Discussão

Os resultados apresentados aqui serão separados em caracterização metalográfica e caracterização ultrassônica.

4.1. Caracterização microestrutural metalográfica

Foram realizados ensaios metalográficos com o microscópio óptico e com o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

4.1.1. Análises qualitativas por microscopia óptica

Na amostra em Estado I de envelhecimento, **Figura 4-1** (a), foi observada que a matriz austenítica apresenta-se livre de precipitações grosseiras e com carbetos eutéticos primários, os carbetos possuem formas de lamelas e estão dispostos nos contornos das dendritas. A morfologia para este estado é semelhante à sua condição como recebida de fábrica, chamada de estado bruto de fusão. Na **Figura 4-1** (b), tem-se o Estado IV de envelhecimento; com a exposição às altas temperaturas, há ocorrência do coalescimento em grande quantidade dos carbetos primários, e ocorre a precipitação dos carbetos secundários. Na **Figura 4-1** (c), tem-se o Estado V de envelhecimento, com os carbetos secundários coalescidos na matriz em menor quantidade, e as regiões interdendríticas, sofrem um aumento na quantidade de precipitados interdendríticos coalescidos, se comparado ao Estado IV de envelhecimento.



(a) Estado I



(b) Estado IV



(c) Estado V

Figura 4-1: Micrografia obtida em microscópio óptico das amostras com Estados I (a), IV (b), e V (c) de envelhecimento.

Também, foram obtidas imagens microscópicas da parede externa até a parede interna das amostras em Estados I, IV e V de envelhecimento, apresentadas nas **Figura 4-2 (a), (b) e (c)**. Na **Figura 4-2 (a)**, as dendritas ao longo da parede externa são menores, devido ao processo de centrifugação que resfria rapidamente junto à parede do molde. Foi observado o crescimento de dendritas alongadas de austenita em grande quantidade, da parede externa para a interna, na direção de resfriamento.

Na **Figura 4-2** (**b**) a quantidade de dendritas alongadas próximas à parede externa é menor se comparado a da **Figura 4-2** (**a**). Neste estado, também se observa uma variação do tamanho de grão ao longo da seção. Com o aumento do estado de envelhecimento, há um aumento volumétrico dos carbetos secundários nos contornos.

Na Figura 4-2 (c) também é observado uma menor quantidade de dendritas alongadas próximas a parede externa. Além das observações sobre a quantidade de dendritas, foi observado que o espaço interdendrítico ao longo da seção transversal varia significativamente. Com este fato não é recomendado utilizar processamento de imagens para efetuar os cálculos de tamanho de grão, sendo aconselhável estimar a quantidade de precipitados ou número de partículas.



(a) Estado I de envelhecimento.



(b) Estado IV de envelhecimento.



(c) Estado V de envelhecimento.

Figura 4-2: Imagens macroscópicas da parede externa à parede interna dos tubos de aço HP com Estados I, IV e V de envelhecimento.

4.1.2. Análises qualitativas por MEV

As imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) podem ser visualizadas nas **Figura 4-3** (a), (b) e (c).

De acordo com a **Figura 4-3** (a), a amostra em Estado I de envelhecimento apresenta uma matriz livre de precipitados, pois quando submetido a temperaturas inferiores de 600° C, sua microestrutura não apresenta mudanças significativas. Assemelha-se a sua estrutura bruta de fusão, com carbetos eutéticos primários, complexos e grosseiros do tipo $M_{23}C_6$ e NbC, com aparição de carbetos secundários de $M_{23}C_6$ finamente dispersos na matriz. Os carbetos eutéticos podem formar filmes delineando a estrutura dendrítica e também como indicado na **Figura 4-3** (a), lamelas de carbetos de cromo (cor escura) e de nióbio (cor branca).

No Estado IV de envelhecimento, apresentado na **Figura 4-3** (b), com a exposição e aumento da temperatura, o carbono presente na matriz precipita e coalesce formando carbetos secundários do tipo $M_{23}C_6$ em grande quantidade, estes ocorrem preferencialmente nos espaços interdendríticos e nos extremos das dendritas. Os contornos das dendritas que possuíam carbetos eutéticos devido ao processo de envelhecimento são transformados em carbetos secundários e acabam gerando um aumento de volume. Há também a ocorrência de uma fina precipitação secundária de $M_{23}C_6$.

Com mais tempo em exposição a altas temperaturas, o aço atinge o Estado V de envelhecimento, apresentado na **Figura 4-3** (c), os precipitados finamente dispersos na matriz continuam a coalescem formando carbetos ricos em cromo do tipo $M_{23}C_6$ interdendríticos. Os filmes ao longo dos contornos de grão formados por carbetos secundários de $M_{23}C_6$ e sofrem aumento de volume. Conjuntamente há a formação mais perceptível de uma fase rica em nióbio, níquel e silício, originados de carbetos eutéticos primários de NbC, conhecido como fase G.



(a) Estado I de envelhecimento.



(b) Estado IV de envelhecimento.



(c) Estado V de envelhecimento.



Uma região delimitada foi escolhida na amostra em Estado I de envelhecimento para realizar a técnica de microanálise de composição química por EDS acoplado ao MEV. O propósito desta análise foi verificar a presença dos elementos químicos correspondentes aos carbetos de cromo e de nióbio. Na **Figura 4-4** (a), observa-se a região em vermelho com maior concentração de pontos, indica a presença do elemento químico nióbio. Baseado nesta informação pode-se concluir que a região mais clara é identificada como carbeto de nióbio, apresentado na **Figura 4-4** (b).



Figura 4-4: Análise de (a) EDS no Estado I de envelhecimento comprovando à presença do carbeto de nióbio (NbC), identificado na região branca (b).

Da mesma forma utilizando elétrons retroespalhados, na **Figura 4-5** (a) os pontos em vermelho estão mais dispersos, algumas regiões mais concentradas em pntos em vermelho (cujo contraste da imagem está relacionado à massa atômica) indicando a presença do elemento cromo. Relacionando com a **Figura 4-5** (b), podemos concluir que as regiões mais concentradas com pontos mais escuros, são identificadas como carbetos de cromo.



Figura 4-5: Análise de (a) EDS no Estado I de envelhecimento comprovando à presença do carbeto de cromo, identificado na região escura (b).

4.2. Caracterização ultrassônica com análise espectral

4.2.1. Sinal A-scan para amostras com e sem camada externa

Neste tópico serão apresentados os sinais *A-scans* obtidos para amostras com e sem camada externa. Uma observação sobre os testes e que, os testes 4 e 5, foram realizados por outra pessoa, com os mesmos parâmetros ultrassônicos utilizados nos demais testes.

4.2.1.1. Sinal A-scan para amostras com camada externa

Na **Figura 4-6** (a) apresenta-se os 30 sinais *A-scans* para o Estado I de envelhecimento, assim como, na **Figura 4-6** (b) tem-se a ampliação de um trecho do sinal, demonstrando a defasagem entre os sinais. A partir daqui apresentaremos *Lag* como a quantidade de passos que estão defasados entre os sinais, sua correspondência em valores de tempo (*s*) é feita achando-se o $\tau_{máx}$ da correlação cruzada e multiplicando pelo intervalo de amostragem.



Figura 4-6: Sinais aquisitados no ensaio ultrassônico para amostra em Estado I de envelhecimento com camada externa (a) sinal *A-scan* com as 30 aquisições e (b) Ampliação de uma região para demonstrar a defasagem de sinais.

A correlação cruzada aplicada nos sinais ultrassônicos, apresentado na **Figura 4-7**, para o Estado I de envelhecimento encontrou uma máxima defasagem com 10 (dez) *Lags*. Corrigindo a defasagem existente, a média dos sinais para o Estado I é apresentada na **Figura 4-8**.



Figura 4-7: Correlação cruzada para os 30 sinais A-scan no Estado I de envelhecimento com camada externa.



Figura 4-8: Média obtida do sinal *A-scan* para o Estado I de envelhecimento com camada externa.

O mesmo procedimento foi adotado para os Estados IV e V, podendo ser visualizados nas **Figura 4-9** e **Figura 4-10**. A máxima defasagem encontrada ($\tau_{máx}$) para o Estado IV foi de 5(cinco) *Lags* e para o Estado V de 9(nove) *Lags*. Com estes gráficos, pode-se notar qualitativamente que o Estado V é o que apresenta a menor relação sinal ruído em relação aos outros estados, e que o Estado IV, foi o que apresentou melhor relação sinal ruído, com seus ecos de fundo mais definidos.





Figura 4-9: Processamento de sinais realizado para obtenção da média do sinal no Estado IV de envelhecimento com camada externa. (a) *A-scan* com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 5 (cinco) *Lags* e (c) média dos sinais após correlação cruzada.

A máxima defasagem encontrada para o Estado V de envelhecimento foi de 9 (nove) *Lags*. Neste estado, pode-se ver até o terceiro eco de fundo.





Figura 4-10: Processamento de sinais realizado para obtenção da média do sinal no Estado V de envelhecimento com camada externa. (a) *A-scan* com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 9 (nove) *Lags* e (c) média dos sinais após correlação cruzada.

4.2.1.2. Sinal *A*-scan para amostras sem camada externa

O mesmo procedimento para obtenção do sinal *A-scan* para as amostras com camada externa foi adotado para as amostras sem camada externa. Os gráficos obtidos com os resultados dos 30 sinais *A-scans* para o Estados I, IV e V de envelhecimento são apresentados nas **Figura 4-11** (a), **Figura 4-12** (a) e **Figura 4-13** (a).

Os resultados gráficos com a correlação cruzada assim como a quantidade de *Lags* para os Estados I, IV e V de envelhecimento são apresentados nas **Figura 4-11** (b), **Figura 4-12** (b) e **Figura 4-13** (b). Após a correção da defasagem entre sinais, fezse a média dos sinais *A-scans* para os Estados I, IV e V de envelhecimento, apresentados nas **Figura 4-11** (c), **Figura 4-12** (c) e **Figura 4-13** (c).

Com esses resultados, pode-se notar qualitativamente que a relação sinal ruído para as amostras sem camada externa é menor se comparado com as amostras com camada externa, a principal diferença é vista na comparação do primeiro eco de fundo. Isso fica mais evidente analisando a média do sinal *A-scan* para o Estado I nas **Figura 4-8** e a **Figura 4-11** (c), para o Estado IV nas **Figura 4-9** (c) e **Figura 4-12** (c) e para o Estado V nas **Figura 4-10** (c) e **Figura 4-13** (c).

Também foi observado que o Estado V de envelhecimento tanto nas amostras com e sem camada externa, apresentou menor quantidade de ecos de fundo, podendo ser vistos na **Figura 4-10** (c) e **Figura 4-13** (c), possuindo uma maior atenuação do sinal no Estado V de envelhecimento.

Uma consideração importante sobre a obtenção dos sinais *A-scans* para as amostras sem camada externa, deve ser feita. No momento da aquisição do sinal *A-scan*, o primeiro eco de fundo (que está próximo a zona morta do transdutor), este, deve estar a pelo menos 60 % da tela do equipamento.



Figura 4-11: Representação do sinal *A-scan* no Estado I sem camada externa após o processamento de sinais. (a) *A-scan* com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 9 (nove) Lags e (c) média dos sinais após correlação cruzada.

Na Figura 4-12 apresenta os resultados obtidos após processamento de sinal ultrassônico, para as amostras em Estado IV sem camada externa.



Figura 4-12: Representação do sinal *A-scan* no Estado IV sem camada externa após o processamento de sinais. (a) *A-scan* com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 11 (onze) *Lags* e (c) média dos sinais após correlação cruzada.





Figura 4-13: Representação do sinal *A-scan* no Estado V sem camada externa após o processamento de sinais. (a) *A-scan* com as 30 aquisições, (b) $\tau_{máx}$ encontrado de 5 (cinco) *Lags* e (c) média dos sinais após correlação cruzada.

4.2.1.3. Comparação entre os sinais *A-scans* das amostras com e sem camada externa

A fim de fazer uma comparação dos sinais *A-scans* para amostras com e sem camada externa, foram plotados os gráficos para cada estado.

Nas **Figura 4-14** (a), (b) e (c), foi observado que o sinal com camada externa, apresenta um deslocamento maior no tempo em relação à amostra sem camada, isso se deve pela maior espessura do material com camada externa, onde a onda ultrassônica necessita de um intervalo de tempo maior para percorrer o material e retornar ao transdutor.

Utilizando correlação cruzada, as defasagens encontradas entre os sinais foram de 8.9076 µs para o **Estado I**, 9.0733 µs para o **Estado IV** e 9.0016 µs para o **Estado V**. A zona morta do transdutor teve um comportamento semelhante nas amostras com e sem camada externa. Também é observado qualitativamente que, a relação sinal ruído para as amostras com camada externa é maior se comparado com as amostras sem camada externa.







(b)



Figura 4-14: Comparação entre os sinais *A-scans* para amostras com em sem camada externa para os Estados (a) I, (b) IV e (c) V de envelhecimento.

4.2.2. Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras com camada externa

A análise espectral foi utilizada nos sinais ultrassônicos buscando extrair informações relevantes que não estavam evidentes no domínio do tempo. Os resultados de fase não apresentaram bons indícios de caracterização e, portanto, não foram utilizados.

As análises espectrais do sinal retroespalhado nas amostras com camada externa para cinco testes realizados podem ser vistas nas **Figura 4-15** (a), (b), (c), (d) e (e). Em ambos os Estados I, IV e V, as frequências que mais contribuem neste sinal estão compreendidas entre as frequências de 0 (zero) a 6 (seis) MHz, região que também possuem a frequência central do transdutor (1,6 MHz). Visualmente não é possível distinguir-se os estados de envelhecimento, sendo assim necessária a utilização de um recurso estatístico, a análise de momento de segunda ordem.



Figura 4-15: Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras com camada externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5.

4.2.2.1. Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras com camada externa

Baseado nos espectros de frequências dos sinais retroespalhados para as amostras com camada externa, foi avaliado o parâmetro estatístico conhecido como momento de segunda ordem. Este parâmetro foi utilizado para verificar a dispersão dos espectros de frequências em uma região delimitada, de onde foram adquiridos os sinais ultrassônicos. Desta forma, foi possível tentar relacionar os dados de análise espectral com os exames metalográficos do aço HP de forma qualitativa.

Na **Figura 4-16** (a), é apresentado o comportamento do momento de segunda ordem ao longo de uma região, para cada posição nas amostras com Estado I, IV e V de envelhecimento. O Estado I, possui uma dispersão irregular, que varia entre os demais estados, isso pode ter ocorrido pela maior interferência desse estado na região de campo próximo do transdutor. Desta forma, foram analisados separadamente os Estados IV e V.

Na **Figura 4-16** (b), pode-se inferir que o comportamento do espectro de frequências para o Estado IV e V, é diferente. O momento de segunda ordem em um mesmo estado de envelhecimento apresentou a mesma distribuição com características distintas entre as amostras em Estado IV e Estado V. Desta forma, pode-se separar o Estado IV do Estado V de envelhecimento utilizando o momento de segunda ordem nos dados de espectros do sinal retroespalhado nas amostras com camada externa.



78



Figura 4-16: Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras com camada externa para (a) os Estados I, IV e V, (b) para os Estados IV e V.

4.2.3. Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa

Nas **Figura 4-17** (a), (b), (c), (d) e (e), é apresentado o espectro de frequências do sinal retroespalhado para as amostras sem camada externa. Nestes resultados, também houve uma priorização das baixas frequências, próximas a frequência central do transdutor. As amplitudes nestes sinais foram menores, se comparado às amplitudes dos sinais retroespalhados para as amostras com camada externa.



Figura 4-17: Análise espectral do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5.

4.2.3.1. Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa

A dispersão do espectro de frequências, no momento de segunda ordem para o sinal retroespalhado nas amostras sem camada externa é apresentado na **Figura 4-18**, o comportamento do sinal apresentou-se irregular, tornando impreciso diferenciar os estados de envelhecimento. Neste caso, a interferência do campo próximo (do transdutor de ultrassom), nas amostras sem camada externa é tão grande que fica impossível distinguir os estados.



Figura 4-18: Momento de segunda ordem do sinal retroespalhado para amostras sem camada externa para os Estados I, IV e V de envelhecimento.

4.2.4. Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras com camada externa

Nos resultados obtidos de análise espectral do sinal do eco de fundo, para três estados de envelhecimento foi encontrado um valor de frequência central de 1,465 MHz, esse valor apresentou-se dentro da largura de banda do transdutor.

A amplitude do espectro para cada estado foi fortemente afetada pela condição de envelhecimento ao qual foram submetidas às amostras, seguindo um comportamento padrão na separação dos estados. A amplitude do sinal espectral é maior para Estado IV, intermediária para o Estado I e menor para o Estado V, apresentadas nas **Figura 4-19** (a), (b), (c), (d) e (e).



Figura 4-19: Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras com camada externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5.

Os espectros obtidos de eco de fundo para os cinco testes realizados foram plotados em um único gráfico, apresentado na **Figura 4-20** (a). A média dos espectros assim como o desvio padrão dos cinco testes é apresentado na **Figura 4-20** (b).

Observa-se que, há uma imprecisão ao se tentar separar o Estado I de envelhecimento, pois o intervalo que contém o seu desvio padrão pode pertencer ao intervalo dos demais estados, sendo mais próxima do comportamento do Estado V, isso pode ter ocorrido, pois a microestrutura do Estado I é mais parecida ao do Estado V do que ao Estado IV, isso em termos de quantidade de precipitados.

Desta forma, optou-se em analisar somente os Estados IV e V de envelhecimento. Na **Figura 4-20** (c), concluímos que, para um valor acima de 0,42 de amplitude (referência linha verde), tem-se o Estado IV de envelhecimento e abaixo deste valor, tem-se o Estado V de envelhecimento.



Figura 4-20: Gráfico com (a) os cinco sinais obtidos para o espectro do eco de fundo (b) média e desvio padrão dos sinais do Estado I, IV e V e (c) região com limiar para separação (0,42 de amplitude) do Estado IV e V para as amostras com camada externa.

4.2.4.1. Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para amostras com camada externa

O momento estatístico de segunda ordem para o sinal do eco de fundo, nas amostras com camada externa, é apresentado na **Figura 4-21** (a). Como o Estado I teve sua dispersão de espectros irregular, com regiões ora com distribuição no Estado IV e no Estado IV, ocasionadas pela interferência do campo próximo do transdutor; optou-se em avaliar separadamente o momento para os Estado IV e Estado V.

Na Figura 4-21 (b), observa-se que o comportamento da dispersão dos espectros ao longo de uma região (ponto), para os Estados IV e V são diferentes. O momento de segunda ordem para a amostra em Estado IV possui valores maiores se comparado à amostra em Estado V. Também foi observado, uma mudança brusca do comportamento do espectro do Estado V, a partir do ponto 16. Isso pode ter ocorrido devido a uma variação microestrutural nesta região; pois os tubos dos fornos de reforma sofrem um aquecimento localizado, podendo haver modificações em regiões vizinhas. Porém, não foi condição suficiente para mudar o comportamento característico do espectro do Estado V. Um estudo mais detalhado desta região deve ser realizado, pois não foi levado em consideração a mudança do perfil de temperatura a que esse material é submetido nesta região.



(a)



Figura 4-21: Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para as amostras com camada externa (a) Estados I, IV e V, (b) Estados IV e V.

Além da análise espectral do sinal do eco de fundo, despertou-se o interesse em avaliar o efeito do envelhecimento no sinal *A-scan*, no domínio do tempo, e assim, verificar a influência dele nos sinais ultrassônicos. Foram plotados os dados do segundo eco de fundo para o Estado I, IV e V, apresentados na **Figura 4-22**. Observa-se que o sinal do Estado IV, teve maior amplitude em relação aos outros estados, seguido pelo Estado I e menor amplitude para o Estado V. O mesmo comportamento é verificado nas análises espectrais de eco de fundo, apresentados na **Figura 4-19**.



Figura 4-22: Efeito do envelhecimento do aço HP no sinal do eco de fundo no domínio do tempo, nas amostras com camada externa.

4.2.5. Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras sem camada externa

A mesma frequência central de 1,465 MHz foi encontrado para as amostras sem camada externa, permanecendo dentro da largura de banda do transdutor, apresentado na **Figura 4-23** (a), (b), (c), (d) e (e). As amplitudes dos espectros para cada estado nas amostras sem camada externa, também foram fortemente afetadas pelas condições de envelhecimento. A ordem de amplitude da maior para menor é: Estado IV, Estado I e Estado V.

Nos ensaios realizados para o teste 4 e 5, **Figura 4-23** (d) e (e), observa-se que há uma sobreposição do Estado I com o Estado IV, um dos motivos para esses resultados se deve ao fato de que os testes 4 e 5 terem sido realizados por outra pessoa. O propósito da tomada de sinais por outra pessoa foi avaliar à influência na tomada dos sinais *A-scans*, realizados com os mesmos parâmetros de todos os ensaios.



Figura 4-23: Análise espectral do sinal do eco de fundo para amostras sem camada externa nos (a) teste 1, (b) teste 2, (c) teste 3, (d) teste 4 e (e) teste 5.

Realizando-se as mesmas observações que foram apresentadas para as amostras com camada externa, fez-se a plotagem de todos os espectros dos ecos de fundo para as

amostras sem camada externa, apresentados na **Figura 4-24** (a). A média e o desvio padrão dos testes de espectro para o eco de fundo nas amostras sem camada externa são apresentados na **Figura 4-24** (b). Ocorre aqui a mesma imprecisão ao se tentar separar o Estado I de envelhecimento, pois o intervalo contido para estes espectros pode pertencer ao intervalo dos demais estados, devido a interferência do campo próximo. Sendo assim, optou-se em analisar somente os Estados IV e V. Na **Figura 4-24** (c), inferimos que, com um valor acima de 0,38 de amplitude (linha verde) tem-se o Estado IV e abaixo deste valor tem-se o Estado V de envelhecimento.



```
(a)
```



(b)



Figura 4-24: Gráfico com (a) os sinais obtidos para o eco de fundo (b) média dos sinais do Estado I, IV e V e (c) região com limiar (0,38 de amplitude) para separação do Estado IV e V para as amostras sem camada externa.

4.2.5.1. Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para amostras sem camada externa

O momento estatístico de segunda ordem para o sinal do eco de fundo para as amostras sem camada externa é apresentado na **Figura 4-25** (a). A instabilidade do espectro para as amostras em Estado I de envelhecimento se deve a maior interferência no campo próximo do transdutor. Desta forma, optou-se em avaliar separadamente o momento do Estado IV e o Estado V.

Na **Figura 4-25** (b), observa-se que a dispersão dos espectros dos Estados IV e V são diferentes, o parâmetro momento de segunda ordem se matem em valores maiores para a amostra em Estado IV comparado a amostra em Estado V. As amostras sem camada externa, apresentaram maior distinção entre os Estados IV e V.



Figura 4-25: Momento de segunda ordem do sinal do eco de fundo para as amostras sem camada externa (a) Estados I, IV e V, (b) Estados IV e V.

Aqui também se avaliou o efeito do envelhecimento no segundo eco de fundo do sinal *A-scan*, no domínio do tempo, nos Estados I, IV e V para as amostras sem camada externa, apresentados na **Figura 4-26**.

Com relação à amplitude do sinal, o mesmo padrão foi encontrado sobre a ordem de estados de envelhecimento, com relação às amostras com camada externa. Observa-se que o sinal do Estado IV teve maior amplitude, seguido pelo Estado I e o Estado V. Além de um deslocamento dos ecos de fundo para períodos de tempo menores, isso se deve pela menor espessura destas amostras.


Figura 4-26: Efeito do envelhecimento do aço HP no sinal do eco de fundo nas amostras sem camada externa.

4.3. Cálculo dos parâmetros ultrassônicos

Além de analisar o sinal espectral para caracterizar os Estados I, IV e V de envelhecimento; também foram avaliados alguns parâmetros ultrassônicos com a finalidade de comprovar a eficiência da técnica de ultrassom na caracterização do aço HP.

Os dados adquiridos do sinal *A-scan* de tempo e amplitude dos ecos de fundo, foram suficientes para efetuar as análises.

Empregou-se o uso do teste de hipóteses *t-Student* bicaudal, para avaliar se existiriam diferenças significativas entre as médias dos parâmetros ultrassônicos dos estados de envelhecimento, assumindo que os dados paramétricos possuem uma distribuição normal. Como havia poucas amostras (n < 30) e apenas 3 grupos com um fator a ser analisado, optou-se em verificar a combinação de Estados I e IV, Estados I e V, e Estados IV e V.

4.3.1. Velocidade sônica longitudinal

Com os dados de espessura da **Tabela 3-2** e os intervalos de tempo entre a máxima amplitude de dois ecos de fundo consecutivos, obtidos dos sinais *A-scans*, foi

realizado o cálculo de velocidade sônica longitudinal utilizando a equação (3-5), para cada estado de envelhecimento nas amostras com e sem camada externa.

4.3.1.1. Velocidade de onda longitudinal para amostras com camada externa

Os resultados obtidos a partir do cálculo de velocidade sônica longitudinal para os cinco testes com Estado I, IV e V de envelhecimento, assim como a média e o desvio padrão são apresentados Tabela 4-1. Os valores de velocidade sônica longitudinal encontrados para este tipo de aço, estão coerentes com a velocidade sônica longitudinal dos aços inoxidáveis austeníticos (aproximadamente 5900 m/s, de acordo com a norma ASTM E494-10).

Velocidade Sônica Longitudinal [m/s]							
	Estado I Estado IV Estado V						
Teste 1	6155,89	6159,19	5852,16				
Teste 2	5929,52	5995,84	5919,00				
Teste 3	5989,17	5995,84	5897,57				
Teste 4	5950,79	6002,08	5879,32				
Teste 5	5875,51	5992,72	5885,39				
Média	5980,17 ± 106,47	$6029,13 \pm 72,78$	5886,69 ± 24,55				

Com os dados da Tabela 4-1, foi adotado o uso do teste de hipótese t-Student para verificar se existiriam evidências que comprovassem a diferença entre as médias de velocidades sônicas longitudinais para os Estado I, IV e V de envelhecimento e com isso distinguir os estados.

Os resultados demonstraram que é possível diferenciar com um nível de significância de 95%, a média de velocidade sônica longitudinal entre Estado IV e o Estado V de envelhecimento. Porém, com relação ao Estado I, nada pode ser afirmado pois mesmo os dados possuindo uma variabilidade em relação à média (coeficiente de variação) homogênea, em nenhuma das análises foi possível verificar uma diferenciação entre os demais estados de envelhecimento.

Os gráficos com os dados da **Tabela 4-1** foram plotados com o intuito de obter informações quanto ao comportamento da velocidade sônica longitudinal para cada estado de envelhecimento nas amostras com camada externa.

Os resultados de todos os testes são apresentados na **Figura 4-27** (a), observa-se que o Estado I teve o comportamento mais instável, ora mais próximo da velocidade sônica do Estado IV, ora da velocidade sônica do Estado V.

Os dados referentes à média e desvio padrão de todos os testes são apresentados na **Figura 4-27** (b), o desvio padrão do Estado I possui um intervalo dentro da faixa de média do Estado IV como do Estado V, isso também foi verificado no teste de hipóteses.

Com o resultado do teste de hipóteses, optou-se em plotar apenas os dados destes estados. Na **Figura 4-27** (c), pode ser verificado que acima de 5950 m/s há predominância do Estado IV de envelhecimento e abaixo deste valor, se tem predominância do Estado V de envelhecimento.

Baseados nos resultados obtidos de velocidade sônica longitudinal para amostras com camada externa pode-se inferir que, o Estado IV de envelhecimento apresenta uma velocidade sônica longitudinal maior em relação ao Estado V de envelhecimento.

A alta interferência ocasionada pelo campo próximo do transdutor na amostra em Estado I de envelhecimento gera imprecisão na obtenção da velocidade sônica. Nos demais estados isso já não é tão agravante, sendo possível separar os estados. Mesmo assim os valores de velocidade sônica para o Estado I estavam próximos dos valores para aços inoxidáveis austeníticos.



94



Figura 4-27: Velocidade sônica longitudinal para amostras com camada externa (a) para os cinco testes, (b) média e desvio padrão dos cinco testes e (c) comparação entre a velocidade sônica do Estado IV e V.

4.3.1.2. Velocidade de onda longitudinal para amostras sem camada externa

O mesmo procedimento adotado para obtenção da velocidade sônica longitudinal nas amostras com camada externa foi realizado para amostras sem camada externa, os resultados são apresentados na **Tabela 4-2**.

Os valores de velocidade sônica longitudinal encontrados são menores se comparado com as amostras com camada externa, abaixo de 5850 m/s para os três estados de envelhecimento. Estes resultados são coerentes com os valores de velocidade sônica longitudinal para aços inoxidáveis austenítico, pois sem a camada externa, o sinal ultrassônico percorre sem interferência da camada externa a matriz austenítica do aço HP. O Estado I neste ensaio possui a maior velocidade sônica longitudinal, a diferença entre os resultados anteriores se deve pela grande interferência do campo próximo nestas amostras sem camada externa.

Velocidade Sônica Longitudinal [m/s]				
	Estado I	Estado IV	Estado V	
Teste 1	5767,47	5727,06	5558,72	
Teste 2	5790,68	5727,06	5622,84	
Teste 3	5834,30	5706,65	5581,00	
Teste 4	5979,81	5548,50	5616,36	
Teste 5	5807,38	5662,93	5603,45	
Média	$5835,93 \pm 84,04$	$5674,44 \pm 75,11$	$5596,47 \pm 26,48$	

Tabela 4-2: Velocidade sônica longitudinal para amostras sem camada externa.

Usando o teste de hipóteses *t-Student*, foi verificado que com um nível de significância de 95% há uma diferença significativa entre a média de velocidade sônica entre o Estado I e o Estado IV e entre o Estado I e Estado V. Já para o Estado IV e V nada pode ser afirmado pois o valor de *p-valor* foi relativa maior do que o nível de significância, podendo levar a conclusões errôneas.

Na **Figura 4-28** (a) pode ser observado que a velocidade sônica longitudinal no Estado I possui valores acima de 5830 m/s. O Estado IV permaneceu com velocidade sônica longitudinal maior do que o Estado V, com valores entre 5660 e 5730 m/s. O Estado V qualitativamente manteve o mesmo comportamento do que com os resultados com camada externa, com valores menores do que os demais estados, porém nestas amostras sem camada externa, com valores abaixo de 5620 m/s.

Na **Figura 4-28** (b), o Estado IV possui um intervalo de erro dentro da faixa do Estado V. Com os resultados obtidos do teste de hipóteses, foi analisado separadamente a relação entre o Estado I e IV e em relação ao Estado I e Estado V.

Analisando-se a **Figura 4-28** (b) observa-se que acima de 5750 m/s tem-se o Estado I e abaixo de 5750 m/s o Estado IV. Na **Figura 4-28** (d), observa-se que, acima de 5750 m/s há predominância do Estado I e abaixo deste valor tem-se o Estado V.



Figura 4-28: Velocidade sônica longitudinal para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes, (b) média e desvio padrão dos cinco testes nos três estados de envelhecimento.

Baseados no que foi apresentado até aqui sobre velocidade sônica longitudinal, inferimos que com o aumento do estado de envelhecimento do aço HP, existe uma maior dificuldade na propagação do feixe sônico e com isso, há uma diminuição da velocidade sônica no material. Não se pode fazer uma avaliação sobre os resultados obtidos para o Estado I de envelhecimento, pois esse estado, teve grande interferência do campo próximo, tornado as medidas para neste caso imprecisas.

As amostras em Estado IV de envelhecimento apresentam maior velocidade sônica longitudinal e as amostras em Estado V, com menor velocidade sônica em ambas as situações.

4.3.2. Módulo de elasticidade

A caracterização do módulo de elasticidade, utilizando o método dinâmico de ultrassom, geralmente apresenta valores maiores, com um aumento de até 0,5% para metais, se comparado aos métodos estáticos (ensaio por tração por exemplo) (COSSOLINO, *et al.*, 2015). Para o cálculo do módulo de elasticidade ou *Young*, empregando a **equação (3-6)**, utilizou-se nos três estados de envelhecimento os dados retirados da literatura (ASM, 1995) para uma condição *As cast*: densidade de 7860 Kg/m³, coeficiente de *Poisson* de 0,3 e a média das velocidade sônicas longitudinais obtidas das **Tabela 4-1** e **Tabela 4-2**.

4.3.2.1. Módulo de elasticidade para amostras com camada externa

Com a camada externa, os resultados obtidos apresentaram-se coerentes com o esperado pela literatura, para uma condição *As Cast* o valor tabelado é de 186 MPa. 10^3 . Os resultados para os Estados I, IV e V possuem uma incerteza de medida de até 10% do valor da literatura, o que de certo modo estão condizentes com os esperados. As variações se devem ao uso dos valores de velocidade sônica calculados serem aproximados (alto valor de desvio padrão das amostras), a influência da camada externa, que pode ter atenuado o sinal ultrassônico e ao valor estimado para o coeficiente de *Poisson* em cada estado.

Tabela 4-3: Módulo de elasticidade para amostras com camada externa.							
Módulo de elasticidade [MPa.10 ³]							
	Estado 1 Estado 4 Estado 5						
Teste 1	221,26	221,50	199,97				
Teste 2	205,29	209,91	204,56				
Teste 3	209,44	209,91	203,08				
Teste 4	206,77	210,34	201,83				
Teste 5	201,57	209,69	202,25				
Média	$208,\!87 \pm 7,\!49$	$212,27 \pm 5,17$	$202,34 \pm 1,69$				

Os dados dos cinco ensaios foram plotados e apresentados no gráfico da **Figura 4-29** (a), a linha em azul representa o valor esperado pela literatura de 186 MPa. 10^3 para uma condição *As Cast*. Em relação aos resultados, é observado que estes estão próximo do valor estimado, porém com uma certa margem de erro devido à influência dos valores de velocidade sônica longitudinais adquiridos nas amostras com camada externa e do coeficiente de *Poisson*, que foi estimado o mesmo para os estados, devido à dificuldade de obtenção da velocidade sônica transversal.

Também é observado na **Figura 4-29** (b), com a plotagem de uma média e desvio padrão para os cinco ensaios, que, visualmente não é possível separar os estados de envelhecimento, pois os resultados nestas amostras se sobrepõem, tornando difícil a distinção entre os estados. Porém, usando o teste de hipóteses *t-Student*, conclui-se que com um nível de significância de 95% existe uma diferença entre a média do módulo de elasticidade do Estado IV e o Estado V.



Figura 4-29: Módulo de elasticidade para amostras com camada externa (a) com os cinco e (b) média e desvio padrão para os três estados de envelhecimento.

4.3.2.2. Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa

Nas amostras sem camada externa, os resultados foram mais próximos do valor de literatura, pois a onda ultrassônica percorreu o material sem interferência da camada externa. Os resultados para os Estados I, IV e V sem camada, apresentado na Tabela 4-4, possuem uma incerteza de medida de até 5% do valor da literatura, com erro menor do que as amostras com camada externa.

4 4 34/11

Tabela 4-4: Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa.						
Módulo de elasticidade [MPa.10 ³]						
	Estado 1 Estado 4 Estado 5					
Teste 1	194,22	191,51	180,42			
Teste 2	195,79	191,51	184,60			
Teste 3	198,75	190,15	181,87			
Teste 4	208,79	179,75	184,18			
Teste 5	196,92	187,25	183,33			
Média	$199,39 \pm 6,54$	$188,23 \pm 5,69$	$182,77 \pm 1,97$			

A mesma referência de marcação para o valor de literatura (linha azul) foi utilizada nos gráficos com os resultados dos cinco testes, apresentado na Figura 4-30 (a).

Na Figura 4-30 (b), é possível diferenciar os Estados I e IV de envelhecimento e o Estado I e V. Este resultado também foi encontrado com o teste de hipóteses, com 95% de nível de significância pode-se concluir que existe diferença entre as médias de módulo de elasticidade entre o Estado I e o Estado IV e entre o Estado I e o Estado V.



Figura 4-30: Módulo de elasticidade para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para três estados.

Porém, como mencionado anteriormente, a amostra sem camada externa em Estado I de envelhecimento, teve grande influência do campo próximo do transdutor.

O que vale destacar aqui é o módulo de elasticidade maior para o Estado IV do que o Estado V, assim como ocorreu nas amostras com camada externa. O que condiz com o esperado, pois com aumento do estado de envelhecimento ocorre uma diminuição da resistência do material.

4.3.3. Impedância acústica

A impedância acústica para ambas as amostras com e sem camada foi calculada de acordo com a **equação (3-7)**, baseado na norma ASTM E494-10.

4.3.3.1. Impedância acústica para amostras com camada externa

Com os resultados obtidos para as amostras com camada é possível observar que a impedância acústica para os Estados I, IV e V são muito próximas, com valores entre 46 até 47 Kg/m².s.10⁶. O que pode ser aferido até o momento é de que, o Estado V, apresenta uma impedância acústica menor em relação ao Estado IV. O Estado I possui

resultados mais instáveis, ora com comportamento de Estado IV ora de Estado V. Essas indicações podem ser vistas na **Tabela 4-5** e na **Figura 4-31**.

Impedância Acústica [Kg/m ² .s * 10 ⁶]							
	Estado I Estado IV Estado V						
Teste 1	48,39	48,41	46,00				
Teste 2	46,61	47,13	46,52				
Teste 3	47,07	47,13	46,35				
Teste 4	46,77	47,18	46,21				
Teste 5	46,18	47,10	46,26				
Média	$47,00 \pm 0,84$	$47,39 \pm 0,57$	$46,27 \pm 0,19$				

Tabela 4-5: Impedância acústica para amostras com camada externa.

Analisando-se os gráficos das **Figura 4-31** (a) com todos os resultados de impedância acústica para os cinco testes e (b) média e desvio padrão de impedância acústica para os três estados, observa-se que o Estado I se sobrepõe aos Estados IV e V, pois os intervalos do desvio padrão abrangem ambos os estados. Neste caso, pode-se apenas separar os Estados IV e V de envelhecimento.

Com o teste de hipóteses pode-se concluir que, existe uma diferença entre as médias de impedância acústicas para o Estado IV e o Estado V com um nível de significância de 95%. O Estado IV teve uma impedância acústica maior, ocasionando em uma maior oposição a passagem de ondas ultrassônicas e o Estado V com menor impedância acústica.



Figura 4-31: Impedância acústica para amostras com camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para os três estados de envelhecimento.

4.3.3.2. Impedância acústica para amostras sem camada externa

Os resultados obtidos para as amostras sem camada externa, tiveram valores menores se comparado às amostras com camada externa, para estes ensaios os resultados estão entre 45 a 43 Kg/m².s.10⁶, apresentados na **Tabela 4-6**. Analisando os dados do gráfico da **Figura 4-32**, pode-se notar que o Estado V tem menor impedância acústica se comparado aos outros estados.

	Impedância Acústica [Kg/m ² .s*10 ⁶]		
	Estado I	Estado IV	Estado V
Teste 1	45,33	45,01	43,69
Teste 2	45,51	45,01	44,20
Teste 3	45,86	44,85	43,87
Teste 4	47,00	43,61	44,14
Teste 5	45,65	44,51	44,04
Média	$45,87 \pm 0,66$	$44,60 \pm 0,59$	$43,99 \pm 0,21$

 Tabela 4-6: Impedância acústica sem camada externa.

Com os resultados dos cinco testes apresentados na **Figura 4-32** (a) pode-se observar o comportamento da impedância acústica para os Estados I, IV e V. A média e o desvio padrão para cada estado, apresentados na **Figura 4-32** (b), indica que é possível separar os Estados I e V.

Com os resultados do teste de hipóteses concluiu-se que, existe diferença significativa entre a média das impedâncias acústicas para o Estado I e Estado IV e entre o Estado I e Estado V para as amostras sem camada externa.



Figura 4-32: Impedância acústica para amostras sem camada externa (a) para os cinco testes e (b) média e desvio padrão para os três estados de envelhecimento.

Porém neste caso, o Estado I de envelhecimento também apresentou resultados influenciados pela grande interferência do campo próximo do transdutor. Como seu comportamento foi diferente dos resultados das amostras com camada externa, eles não serão analisados. Vale destacar sobre os ensaios realizados que o Estado V possui valores de impedância acústicas menores do que o Estado IV, isso foi observado tanto para amostras com e sem camada externa.

Avaliando-se os outros estados pode-se observar que o Estado IV de envelhecimento apresenta uma maior resistência a passagem das ondas ultrassônicas, ocasionada pela grande quantidade de reflexões originárias da grande quantidade de precipitados neste estado. Já o Estado V, tem menor impedância pois apresenta menos precipitados (número de partículas) do que o Estado IV.

4.4. Correlação entre os resultados microestruturais e de ultrassom

Por meio dos resultados obtidos foi possível realizar uma correlação entre a microestrutura do aço HP e da técnica de ultrassom.

A interação e propagação das ondas ultrassônicas nas amostras de aço HP ocorreram de maneira diferente para cada condição de envelhecimento (Estados I, IV e V). Neste tópico, serão abordadas algumas possíveis explicações para este fenômeno.

Dos resultados adquiridos até o presente momento, pode-se concluir que as amostras sem camada externa, tiveram em alguns casos, comportamentos diferentes das amostras com camada externa. Essa explicação se dá pela grande interferência do campo próximo do transdutor, principalmente para o Estado I de envelhecimento, influenciando principalmente nos cálculos de parâmetros ultrassônicos. Este estado também teve dificuldade de caracterização nos ensaios ultrassônicos realizados por SANTOS *et al.* (2014).

Sabe-se que a onda ultrassônica percorreu toda a espessura do material analisado, pois pode ser visto nos sinais *A-scans* de todos os estados, localização do eco apresentado na **Figura 3-6**, o segundo eco de fundo, demonstrando que o sinal ultrassônico foi refletido pela superfície de fundo (diâmetro interno do tubo) e interpretado pelo transdutor, descartando a influência da camada externa.

Com relação ao tipo de interação que ocorre nesse material, analisando o comprimento de onda incidente utilizada (aproximadamente de 3687 µm ou 3,687 mm), este não foi o ideal para analisar individualmente a interação com os carbetos de nióbio e cromo, pois o tipo de espalhamento que ocorre neste caso é o de *Rayleigh*, onde o comprimento de onda incidente é maior do que o diâmetro do espalhador (precipitados). Com isso, a análise feita foi baseada em uma região microscópica, investigando o comportamento da onda ultrassônica sobre os carbetos como um aglomerado.

Espectros

A análise do sinal retroespalhado a princípio indicou uma priorização das baixas frequências. Só com o uso do momento de segunda ordem pode-se diferenciar o Estado IV do Estado V.

Na análise dos ecos de fundo, a amplitude do sinal espectral foi diretamente influenciada pela condição de envelhecimento ao qual foi submetida às amostras de aço HP. O Estado IV, possui maior amplitude em relação ao Estado V, uma possível explicação é feita baseada na maior quantidade de precipitados presentes no Estado IV do que o Estado V. As finas precipitações de carbetos distribuídas homegeneamente ao longo da matriz austenítica, de alguma maneira reduziram o livre caminho médio para propagação das ondas ultrassônicas, de modo a refletir na amplitude do espectro do eco de fundo.

Parâmetros ultrassônico

Os parâmetros ultrassônicos calculados são mais sensíveis para este material.

PALANICHAMY *et al.*, 1995 publicou um artigo que apresentava a influência do tamanho de grão nas velocidades sônicas, concluindo que o aumento do tamanho de grão acarretaria com que as ondas ultrassônicas percorressem um caminho mais longo para cobrir as densidades do material e com isso, gerassem uma redução da velocidade sônica.

Baseado no trabalho de PALANICHAMY *et al.*, 1995, tentou-se correlacionar os resultados obtidos, e em vez de trabalhar com tamanho de grão optou-se em avaliar a quantidade de precipitados presentes nas amostras envelhecidas, visto que o tamanho de grão nas amostras de aço HP não é uniforme ao longo da seção transversal.

As amostras com maior quantidade de precipitados como no Estado IV, resultaram em: velocidade sônica, módulo de elasticidade e impedância acústica maiores em relação ao Estado V de envelhecimento.

Os resultados obtidos utilizando o ensaio não destrutivo de ultrassom demonstraram-se bastante promissores, sendo possível caracterizar os Estado IV e o Estado V de envelhecimento, tanto para nas amostras com e sem camada externa, porém não foi tão efetiva para separar o Estado I de envelhecimento, devido a influência do campo próximo do transdutor. O mesmo problema de caracterização sobre o Estado I foi reportado por SANTOS *et al.* (2014), que utilizando a técnica de ultrassom associada a reconhecimento de padrões por redes neurais não conseguiu identificar com precisão as amostras em Estado I de envelhecimento.

A técnica de caracterização utilizando o ensaio não destrutivo de ultrassom pode ser uma técnica complementar na caracterização dos tubos de aço HP. O trabalho publicado por CORREA, (2013) utilizando o ensaio não destrutivo de correntes parasitas (*Eddy Current*), tornou possível caracterizar o Estado I (caráter não magnético) do Estado IV e do Estado V, que possuem caráter magnético, nas amostras com a camada externa.

Porém, a técnica de correntes parasitas não foi satisfatória para diferenciar o Estado IV do Estado V de envelhecimento. Os valores de ângulo de fase para o Estado IV e o Estado V tiveram uma incerteza que poderia trazer sobreposição entre os resultados. O gráfico obtido por CORREA (2013) por meio do ensaio de correntes parasitas avaliando o caráter magnético (entre 90° e 180°) ou não magnético (entre 180° e 270°) do material através do ângulo de fase pode ser visto na **Figura 4-33**.



Figura 4-33: Plano de impedância obtido no ensaio de correntes parasitas para o Estados I, IV e V de envelhecimento de um aço HP. Adaptado de (CORREA, 2013).

4.5. Comparação dos espectros obtidos do eco de fundo com amostras *Blind Test* (Teste Cego)

Com o intuito de comprovar a eficiência da técnica de caracterização por ultrassom, o resultado obtido de análise espectral do sinal de eco de fundo foi escolhido, pois apresenta uma resposta mais rápida em relação aos cálculos dos parâmetros ultrassônicos.

O ensaio foi realizado em duas amostras (*Blind Test* WD e *Blind Test FAFENSE*) com camada externa e de espessuras semelhantes. Obtidos os espectros do sinal do eco de fundo dessas amostras, plotou-se estes com os espectros dos Estados I, IV e V de envelhecimento.

Na **Figura 4-34**, a amostra *Blind Test* WD teve seu espectro semelhante ao espectro do Estado V. Com isso, pode ser inferido que a técnica de caracterização com ensaio não destrutivo de ultrassom utilizando análise espectral foi eficiente para caracterizar o Estado V de envelhecimento.

CORREA (2014), também efetuou a caracterização da mesma amostra WD, utilizando a técnica por correntes parasitas e determinou que a amostra *Blind Test* WD pertenceria ao Estado V de envelhecimento.



Figura 4-34: Aplicação da técnica de caracterização por ultrassom por análise espectral do eco de fundo dos Estados I, IV e V com a amostra *Blind Test* WD.

Outro teste foi realizado com uma amostra de espessura semelhante, *Blind Test FAFENSE*. O espectro do eco de fundo dos Estados I, IV e V além do *Blind Test* podem ser visualizados na **Figura 4-35**. Com esses resultados, pode-se concluir que a amostras teste possui espectro dentro do intervalo que pertence ao Estado I, confirmando que a amostra *Blind Test FAFENSE* pertence ao Estado I de envelhecimento.



Figura 4-35: Aplicação da técnica de caracterização por ultrassom por análise espectral do eco de fundo dos Estados I, IV e V com a amostra Blind Test FAFENSE.

Capítulo 5 Conclusões

A metodologia proposta para caracterização do aço HP utilizando o ensaio não destrutivo de ultrassom se mostrou satisfatória, permitindo obter algumas conclusões.

- Os parâmetros ultrassônicos avaliados de análise espectral do sinal retroespalhado e do sinal do eco de fundo, assim como velocidade sônica longitudinal, módulo de elasticidade e impedância acústica, mostraram-se sensíveis às modificações microestruturais decorrentes dos estados de envelhecimento do aço HP.
- O sinal do segundo eco de fundo no domínio do tempo, para os Estados I, IV e V de envelhecimento, demonstrou um comportamento padrão na relação sinal do ruído (SNR), separando os estados de envelhecimento. O Estado IV teve uma maior SNR se comparado aos outros estados, o Estado I teve uma SNR intermediária e o Estado V com a menor SNR.
- As análises espectrais de eco de fundo se mostraram muito sensível às mudanças microestruturais decorrentes do envelhecimento do aço HP, conseguindo identificar os Estados I, IV e V nas amostras com e sem camada externa.
- Os testes realizados nas amostras *Blind Test* demonstraram a eficácia da técnica para identificar o Estado I e V de envelhecimento.
- Através das micrografias obtidas para cada estado de envelhecimento podese concluir intuitivamente que em função do aumento do número de partículas (quantidade de precipitados), o espaçamento interpartículas é menor, sendo que isso é condição suficiente para que elas atuem como barreiras à propagação das ondas sônicas. O efeito de espalhamento que

ocorre é do tipo de *Rayleigh* (espalhamento elástico), pois o comprimento de onda é muito maior do que o diâmetro dos espalhadores (precipitados). A quantidade de energia da onda incidente e comprimento de onda incidente são os mesmos depois que a onda interage com os precipitados. O que será diferente nesta interação é a forma de espalhamento que ocorre para cada estado de envelhecimento. Relacionando-se isso com o sinal espectral do eco de fundo, pode-se concluir que o Estado IV tem maior espalhamento da onda ultrassônica incidente e o Estado V, menor espalhamento da onda incidente.

Capítulo 6 Propostas para Trabalhos Futuros

• Utilizar um transdutor com campo próximo menor ou utilizar uma montagem que permita um percurso sônico maior. Com isso será possível estimar a atenuação.

• Utilizar um transdutor com maior frequência que possa ser utilizado neste tipo de material e aumentar a espessura da amostra.

• Metodologia para aquisição dos sinais diferente, tipo *pitch cat* por exemplo.

• Realizar o cálculo da quantidade de precipitados para demonstrar a relação com a análise espectral do sinal ultrassônico.

• Investigar por que a camada externa piorou a relação sinal ruído do sinal ultrassônico.

Referências Bibliográficas

ABADIE, E. **Processos de Refino – Curso de Formação de Operadores de Refinaria.** Adaptado do material de Elie Abadie. Material de uso interno Petrobras. Curitiba. 2002.

ALBUQUERQUE, M.P. de, ALBUQUERQUE, M.P de, Análise de Imagens e Visão Computacional. V Escola de Inverno de 2004, Curso G7, CBPF, Rio de Janeiro, 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). A297/A 297M: Standard Specification for Steel Castings, Iron-Chromium and Iron-Chromium-Nickel, Heat Resistant, for General Application. West Conshohocken: 2008, p. 1-3.

ANDREUCCI, R. Ensaio por Ultra-Som – Aspectos Básicos. Editora ABENDE Associação Brasileira de Ensaios Não Destrutivos. 3° ed. Jul. 2002.

API RP 573, First Edition, 1991. **Inspecton of Fired Boilers and Heaters.** API American Petroleum Institute.

API STD 530, Fourth Edition, 1996. Calculation of heater thickness in petroleum refineries. API American Petroleum Institute.

AREIZA, M. C. L. Visita Técnica para Acompanhamento da Inspeção pelo Sistema MANTIS na Planta de Amônia da FAFEN – Sergipe. Relatório Técnico, Rio de Janeiro.2014.

ASM, Metals Handbook: Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys. 10 ed. Estados Unidos, 1990.

ASM, Metals Handbook: Volume 15: Casting. 1 ed. Estados Unidos, 1988.

ASM, Metals Handbook: Volume 6: Steel Casting Handbook. 6th ed. Estados Unidos, 1995.

ASM, Metals Handbook: Volume 7: Nondestructive Evaluation and Quality Control. 5th ed. Estados Unidos, 1997.

ASTM A 608 / A 608M –06, Standard Specification For Centrifugally Cast Iron-Chromium-Nickel High-Alloy Tubing For Pressure Application A High Temperatures. Norma 2006. ASTM, A 297/ A 297M-08, Standard Specification For Steel Casting, Iron-Chromium And Iron-Chromium-Nickel, Heat Resistant, For General Application. Norma 2008.

BARBABELA, G. D., Estabilidade Estrutural de Aços Resistentes ao Calor do Tipo HP com Adição de Nióbio. Tese de D.Sc.; COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 1990.

BARBABELA, G. D. *et al.* Role of Nb in modifying the microstructure of heat-resistant cast HP steel. Materials characterization, v. 26, n. 3, p. 193-197, 1991.

BENDAT, J.S., PIERSOL, A.G., Random Data: Analysis and Measurement Procedures. Fourth Edition. John Wiley & Sons, New Jersey. EUA. 2010.

BIEZUNER, R. J. **Transformada de Fourier**. Disponível em <<u>http://www.mat.ufmg.br/~aneves/ensino/edb/chapter8.pdf</u>>. Acessado em 20 jan. 2015.

BLAIR, M., STEVENS, T.L., **Steel Casting Handbook**. 6th. ASM International. United States of America. 1995.

BRITISH STAINLESS STEEL ASSOCIATION. Disponível em: < <u>http://www.bssa.org.uk</u>>. Acesso em: 25 Jun. 2014.

CALLISTER, W. D. Jr., RETHWISCH, D. G., Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 8ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

CARNEVAL, R. O., SOARES, S. D., SPERANDIO, A. G., DECARO, P.R., PINHEIRO, F.F. **Avaliação de Danos por Hidrogênio em Equipamentos de Plantas de Processo**. Anais do 8° Simpósio Brasileiro sobre Tubulações e Vasos de Pressão -SIBRAT, Gramado, 1994.

CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos. 7.ed. São Paulo: Editora ABM, 2012.

CORREA, M. P. A. Caracterização por Ensaios Magnéticos Não Destrutivos de Aços HP Provenientes de Fornos de Reforma. Dissertação de M.Sc., UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2013.

COSSOLINO, L.C; PEREIRA, A.H.A Módulo Elástico: Visão Geral e Métodos de Caracterização. Informativo Técnico Científico. Disponível em: < <u>http://www.atcp.com.br/imagens/produtos/sonelastic/artigos/RT03-ATCP.pdf</u> >. Acessado em: 25 out. 2015.

112

CRUZ, F. E. Produção de Hidrogênio em Refinarias de Petróleo: Avaliação Exergética e custo de produção. Dissertação de M.Sc., USP. São Paulo, SP, Brasil. 2010.

De ALMEIDA, L.H., RIBEIRO, A.F., LE MAY, I., Microstructural characterization of modified 25Cr–35Ni centrifugally cast steel furnace tubes. s.l.: ELSEVIER, Materials Characterization, Vol. 49, pp. 219-229, 2003.

DINIZ, P.S.R., SILVA, E.A.B. da, NETTO, S.L., **Processamento Digital de Sinais – Projeto e Análise de Sistemas.** Bookman. Porto Alegre. 2004.

FARIAS, C. T. T. et al. Estudo da propagação das ondas de Lamb em chapas de alumínio com furos de diferentes profundidades.In: 5TH PAN AMERICAN CONFERENCE FOR NDT, COPAEND, Cancun, México. 2011.

FERREIRA, N.A.M., Avaliação de Integridade de Colunas de Reforma Catalítica. Dissertação de M.Sc., COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 1993.

FONSECA, D. S., Estudo da Causalidade Entre a Variabilidade da Frequência Cardíaca e a Pressão Arterial Considerando-se a Influência Respiratória. Dissertação de M.Sc., UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2012.

GALVÃO, R. K. H. *et al.*, **Estudo comparativo sobre filtragem de sinais instrumentais usando transformadas de Fourier e Wavelet.**Química Nova, v. 24, n. 6, p. 874-884, 2001.

GARBIAK, M., JASIŃSKI, W., PIEKARSKI, B., Materials for Reformer Furnace Tubes. History of evolution. Archives of Foundry Engineering, v. 700, n. 800, p. 900, 2011.

GONZALEZ, C.S., Efeitos do hidrogênio nas propriedades mecânicas e microestruturais dos aços inoxidáveis austeníticos utilizados na indústria petrolífera. Dissertação de M.Sc., UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2006.

HALLIDAY, D., RESNICK, R., WALKER, J., **Fundamentos de Física 2**. Livros Técnicos e Científicos. Editora S.A., 4 ed. Rio de Janeiro, 1996.

HUALONG, D., TURNER, J. A. Ultrasonic attenuation in pearlitic steel. Ultrasonics, v. 54, n. 3, p. 882-887, 2014.

JAHROMI, S. A. J., NAGHIKHANI, M., Creep life assessment of primary reformer HP40-Nb modified stell tube of an ammonia plant. IJE Transactions B: Applications, Volume 17, n. 02, pp. 189-190, Jul 2004.

KRÜGER, S. E. Caracterização Microestrutural de Ferros Fundidos por Ultra-som. Tese de D.Sc.; COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2000.

KRÜGER, S. E., REBELLO, J. M. A., CAMARGO, P. C., Análise Espectral Ultrassônica para Caracterização de Materiais. XIV Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos, Rio de Janeiro, Set. 1995.

KRÜGER, S. E.; REBELLO, J. M. A.; DE CAMARGO, P. C. Hydrogen damage detection by ultrasonic spectral analysis. NDT & E International, v. 32, n. 5, p. 275-281, 1999.

KRÜGER, S. E., REBELLO, J. M. A., CAMARGO, P. C., Aplicação da Análise Espectral de Ecos do Sinal Retroespalhado na Detecção de Danos por Hidrogênio em Aços. XIV Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos, Rio de Janeiro, Set. 1995.

MARTIN, C. C., **Ultrassom.** 1 ed. São Paulo, Editora ABENDE Associação Brasileira de Ensaios Não Destrutivos. 2012.

MARUVADA, S., SHUNG, K. K., W, S.H.. High-frequency backscatter and attenuation measurements of porcine erythrocyte suspensions between 30–90 MHz. Ultrasound in Medicine & Biology, v. 28, n. 8, p. 1081-1088, 2002.

LE MAY, I, SILVEIRA, T. L., VIANNA, C. H., **Criteria for the Evaluation of Damage and Remaining Life in Reformer Furnace Tubes.** Int. J. of Pressure Vessel & Piping; 66; pp233-241; 1995.

MELO, M. L. N. M. *et al.* Análise dos modelos utilizados para a previsão dos parâmetros microestruturais obtidos durante a solidificação direcional do aço inoxidável austenítico AISI 304. Rem: Revista Escola de Minas, v. 60, n. 1, p. 135-140, 2007.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Mapa 2014. Disponível em: < http://www.agricultura.gov.br/comunicacao/noticias/2014/12/produto-interno-bruto-daagropecuaria-deve-ser-de-rs-1-trilhao>. Acesso em: 10 dez. 2015.

MONOBE, L. S., Caracterização do Envelhecimento da Liga 20Cr32Ni+Nb Fundida por Centrifugação e de seu Efeito Sobre o Comportamento Mecânico A Frio. Dissertação de M.Sc., USP, São Paulo, Brasil, 2007.

NARDI, K. C. Detecção de Inclusões Tipo Sulfeto de Manganês em Linhas de Inspeção Automática Via Ultrassom. Dissertação de M.Sc., UFRGS, Porto Alegre, Brasil. 2009.

NDT **Resource Center.** Disponível em:<<u>http://www.ndt-ed.org</u>>. Acesso em: 06 nov. 2014.

NEUBAUER, B., WEDEL, V., **Restlife estimation of creeping components by means of replicas.** In ASME International Conference on Advances in Life Prediction Method, eds D.A. Woodford & J.R. Whitehead. ASME, New York, pp. 353-6. 1983

NOGUEIRA, L.J. Fornos Reformadores /Apresentação CENPES-PETROBRAS. Rio de Janeiro. 2013.

NUNES, F.C. Alteração da microestrutura e das propriedades mecânicas pela adição de ítrio em aços inoxidáveis do tipo-HP modificado fundidos por centrífugas. Tese de D.Sc., UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2005.

OLIVEIRA, M. A., FARIAS C. T. T., SANTOS, Y. T. B., OLIVEIRA T. A. S., RIBEIRO, I. S., SOBRAL M. D. C., BARRA, S. R.. Estudo do Conteúdo Espectral e Perfil do Feixe Ultrassônico em Aço Inoxidável 316l Submetido a Diferentes Ciclos Isotermicos. Trabalho apresentado durante a XXVIII – Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos e Inspeção. 14º IEV – Conferência Internacional sobre Evaluación de Integridad y Extensión de Vida de Equipos Industriales. ABENDI, PROMAI, 2009.

OLYMPUS. Disponível em<<u>http://www.olympus-ims.com</u>>. Acesso em: 24 nov. 2014.

OPPENHEIM, A. V., WILLSKY, A. S. Signals and systems. Prentice-Hall, 1997.

PADILHA, A. F., GUEDES, L. C., Aços Inoxidáveis Austeníticos – Microestruturas e Propriedades. 1 ed. São Paulo, SP, Brasil, Ed. Hemus LTDA, 2004.

PALANICHAMY, P. *et al.* Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel. NDT & E International, v. 28, n. 3, p. 179-185, 1995.

PAPADAKIS, E. P. "Ultrasonic Attenuation Caused by Scattering in Polycrystalline Media". In: Mason & Thurston Editores. <u>Physical Acoustics</u>, 1 ed, chapter 15, vol 4b, New York, USA, Academic Press. 1968.

PATTERSON, D. M. *et al.* Wavelets and their application to digital signal processing in ultrasonic NDE. In: Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. Springer US, p. 719-726. 1993.

PETROBRAS. **Fábrica de Fertilizantes Nitrogenados (Fafen).** Disponível em: < http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/principais-operacoes/fabricas-de-fertilizantes/fabrica-de-fertilizantes-nitrogenados-fafen.htm>. Acesso em 12 dez. 2015.

QUEIROZ, F.S. Influência de Surto de Temperatura sobre Comportamento dos tubos de Fornos de Reforma Fundidos por Centrifugação em Liga de HP40 Modificada ao Níobio. Projeto de Graduação em Engenharia: UFRJ. Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2012.

RIBEIRO, A. F. Evolução Microestrutural do Aço HP Modificado ao Nb e Nb Ti Durante o Envelhecimento. Tese de D.Sc.; COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2000.

RIBEIRO, A. F., MARQUES, R. B., ALMEIDA, L. H., Influência do Ti na Transformação de Fases em Aços HP Utilizados em Fornos de Reforma de Unidades de Geração de Hidrogênio. Disponível em: < http://www.sm2000.coppe.ufrj.br/mirror/sarra/artigos/artigo10110/> Acesso em: 21 jul. 2014.

RIBEIRO, E. A.A.G., SOKOLOWSKI, A. B, BARBOSA C. A, Liga 25Cr 35 Ni-Nb + microadições: uma maior segurança para as indústrias petroquímicas. I Seminário Brasileiro sobre Aços Inoxidáveis. (S.d.), pg 1-2. 2001.

RICHTER, M. R., CAMPINHO, H. S. Aplicação Prática de Ultrassom Computadorizado na Inspeção de Vasos de Pressão Baseado no CODE CASE 2235. 3° PANNDT. Rio de Janeiro. 2003.

SAMPAIO, R. Apostila de Fornos de Processos-Curso de Formação deInspetordeEquipamentos.Disponívelem:<</th>http://www.ebah.com.br/content/ABAAAA0IIAH/apostila-fornos-processo>Acessadoem: 01 out. 2014.

SANTIN, J.L., **Ultra-som:Técnica e Aplicação.** 2 ed.Curitiba, Paraná. Brasil. Artes Gráficas e Editora Unificado, 2003.

SANTOS, M. S., NOGUEIRA, V. P., FERREIRA, M., NETO, C. A. C., REBELLO, J. M. A.. Utilização de Método Ultra-Sônico na Avaliação da Degradação de Náilon-11. 3° Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás. Salvador, Bahia. 2 a 5 de out. 2005.

SANTOS, Y. T., SILVA, G. P., SILVA, I. C., SILVEIRA, T., FARIAS, C. T.. Utrasonic Non-Destructive Evaluation of Isothermal Aging in HP Steels. 11 th European Conference on Non-Destructive Testing – ECNDT. Czech Republic. 6 out. 2014.

SCHMERR, L. W. J., SONG, J. S. Ultrasonic Nondestructive Evaluation Systems: Models and Measurements. Springer, 2007.

SENAI-PETROBRAS. **Monitoramento e Controle de Processos**. Disponível em: < <u>http://fabioferrazdr.files.wordpress.com/2008/08/1-9-fornos_petrobras.pdf</u> >. Acessado em: 01 out. 2014.

SERNA, M. M., Quantificação e Identificação De Carbonetos No Aço Ferramenta AISI/SAE M2.. Tese de D.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil, 2008.

SHI, S., LIPPOLD, J.C. Microstructure evolution during service exposure of two cast, heat-resisting stainless steels HP-Nb modified and 20-32Nb. s.l.: Materials Characterization – ELSEVIER. Vol. 59, pp. 1029-1040. 2007.

SHI, S., Repair Weldability of Heat-Resistant Stainless Steel Casting – HP45Nb, HP50Nb and 20-32Nb alloys. Ph.D. dissertation, Ohio State University, Ohio, USA. 2006.

SILVEIRA, T. F. Carburização em tubos de aço inoxidável austenítico da família HP fundidos por centrifugação. Tese D.Sc. UFRJ/COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2002.

SILVEIRA, T.F.A., SILVEIRA T. L., ALMEIDA, L.H., Moreira M. F. Microestrutura de Tubos de Forno de Pirólise Desativados após 91.000h de Operação - Resultados da Metalografia Ótica. 6a COTEQ - Conferência Sobre Tecnologia de Equipamentos Salvador. Bahia. Brasil. 2002.

SILVEIRA, T.L., LE MAY, I. **Reforme furnaces: materials, damage mechanisms and assessment.** The Arabian Journal for Science and Engineering. v.31, n. 2C, pp. 99-119, 2006.

SOARES, G.D. A., ALMEIDA, L.H., SILVEIRA, T. F., MAY, I.L., Niobium Additions HP Heat-Resistant Cast Stainless Steel. Materials Characterization. vol 29, pp 387-396, 1992.

STASZCZAK, E. J., REBELLO, J. M. A., CARVALHO, M. B., Análise da Inspeção Ultra-sõnica de Tubos de Aço HK 40 Utilizados em Fornos de Plantas de Processamento de Petróleo. III Pan-American Conference for NondestructiveTesting. Rio de Janeiro. Brasil. 2003.

WU, X.Q., JING, H.M., ZHENG, Y.G., YAO, Z.M.; KE, W., HU, Z.Q. The eutectic carbides and creep rupture strength of 25Cr20Ni heat-resistant steel tubes centrifugally cast with different solidification conditions. Materials Science and Engineering A. n. 293. pp. 252-260. 2000.

APÊNDICES

Neste capítulo serão apresentados os detalhes dos resultados obtidos com o uso da ferramenta de análises (testes de hipóteses) no *software* da *Microsoft Office Excel* além das rotinas desenvolvidas para processamento de sinais ultrassônicos utilizando o *software* Matlab®.

Apêndice A-Teste de Hipóteses t-Student

Velocidade sônica longitudinal - Amostras com camada externa

Comparando Estado I e IV

H₀: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais

H₁: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

 $\alpha = 0,05$

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado IV	Simbologia
Média	5980,17	6029,13	
Variância	11334,94	5297,14	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	7		
Stat t	-0,849		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,212		p-valor
t crítico uni-caudal	1,894		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,424		p-valor
t crítico bi-caudal	2,364		t _{crítico}

Resultado

Analisando p-valor: Valor muito alto (42,4 %) se comparado ao nível de significância, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0.

 $\label{eq:analytical} Analisando \ a \ estatística \ do \ teste \ e \ o \ valor \ crítico: \ \underline{nada \ pode \ ser \ afirmado} \ pois $t_{crítico} > t_0$$

Apêndice B – Teste de Hipóteses t-Student

Velocidade sônica longitudinal - Amostras com camada externa

Comparando Estado I e V

H0: a média entre o Estado I e Estado V são iguais H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V $\alpha = 0.05$

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	5980,17	5886,69	
Variância	11334,94	602,77	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	4		
Stat t	1,913		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,064		p-valor
t crítico uni-caudal	2,139		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,128		p-valor
t crítico bi-caudal	2,776		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor muito alto (12,8 %) maior que o nível de significância 5 %, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: <u>nada pode ser afirmado</u> pois $t_{crítico} > t_0$

Não existe diferença significativa entre as médias do Estado I e V, com um nível de significância de 95%.

Apêndice C - Teste de Hipóteses t-*Student*

Velocidade sônica longitudinal - Amostras com camada externa

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados IV e Estado V

 $\alpha = 0,05$

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	6029,13	5886,69	
Variância	5297,14	602,77	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	4,152		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,004		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,009		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (0,89 %) se comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 0.89%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: <u>Rejeita-se a</u> H_0 , $t_0 > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias dos Estado IV e Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice D - Teste de Hipóteses t-Student

Velocidade sônica longitudinal - Amostras sem camada externa

Comparando Estado I e IV

H0: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α: 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes				
	Estado I	Estado IV	Simbologia	
Média	5835,93	5674,44		
Variância	7063,31	5641,99		
Observações	5	5		
Hipótese da diferença de média	0			
gl	8			
Stat t	3,203		t ₀	
P(T<=t) uni-caudal	0,006		p-valor	
t crítico uni-caudal	1,859		t _{crítico}	
P(T<=t) bi-caudal	0,012		p-valor	
t crítico bi-caudal	2,306		t _{crítico}	

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 1.25%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a H₀, t₀ > t_{crítico}

Existe diferença significativa entre as médias dos Estado I e Estado IV com um nível de significância de 95%.

Apêndice E - Teste de Hipóteses *t-Student*

Velocidade sônica longitudinal - Amostras sem camada externa

Comparando Estado I e V

H₀: a média entre o Estado I e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V

α: 0,05

Teste-t: duas amostras presun			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	5835,93	5596,47	
Variância	7063,31	700,95	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	6,076		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,0008		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,0017		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (0,17%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 0.17%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado I e do Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice F - Teste de Hipóteses t-*Student* Velocidade sônica longitudinal - Amostras sem camada externa

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α: 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	5674,43	5596,47	
Variância	5641,99	700,95	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	2,189		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,040		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,080		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (8%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: nada pode ser afirmado pois $t_{crítico} > t_0$

Apêndice G - Teste de Hipóteses t-Student

Módulo de Elasticidade amostras com camada externa

Comparando Estado I e IV

H0: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α: 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes				
	Estado I	Estado IV	Simbologia	
Média	208,86	212,27		
Variância	56,12	26,68		
Observações	5	5		
Hipótese da diferença de média	0			
gl	7			
Stat t	-0,836		t ₀	
P(T<=t) uni-caudal	0,215		p-valor	
t crítico uni-caudal	1,894		t _{crítico}	
P(T<=t) bi-caudal	0,430		p-valor	
t crítico bi-caudal	2,364		t _{crítico}	

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (43,04124%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: <u>nada pode ser afirmado</u> pois $t_{crítico} > t_0$

Apêndice H - Teste de Hipóteses t-Student

Módulo de Elasticidade amostras com camada externa

Comparando Estado I e V

H0: a média entre o Estado I e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumi			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	208,86	202,33	
Variância	56,12	2,84	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	4		
Stat t	1,902		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,065		p-valor
t crítico uni-caudal	2,131		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,130		p-valor
t crítico bi-caudal	2,776		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (13%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: nada pode ser afirmado pois $t_{crítico} > t_0$

Apêndice I - Teste de Hipóteses t-*Student* <u>Módulo de Elasticidade amostras com camada externa</u>

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	212,26	202,33	
Variância	26,68	2,84	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	4,087		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,004		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,009		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (0,9%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 0.9%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado IV e do Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice J - Teste de Hipóteses t*-Student* <u>Módulo de Elasticidade amostras sem camada externa</u>

Comparando Estado I e IV

H0: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado IV	Simbologia
Média	198,89	188,03	
Variância	33,31	24,45	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	8		
Stat t	3,195		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,006		p-valor
t crítico uni-caudal	1,859		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,0127		p-valor
t crítico bi-caudal	2,306		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (1,27%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 1,27%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado I e do Estado IV com um nível de significância de 95%.
Apêndice L - Teste de Hipóteses t-*Student* <u>Módulo de Elasticidade amostras sem camada externa</u>

Comparando Estado I e V

H0: a média entre o Estado I e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	198,89	182,87	
Variância	33,31	2,98	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	5,943		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,0009		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,0019		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (1,9%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 1,9%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado I e do Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice M - Teste de Hipóteses t-*Student* <u>Módulo de Elasticidade amostras sem camada externa</u>

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	188,03	182,87	
Variância	24,45	2,98	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	2,200		t_0
P(T<=t) uni-caudal	0,0395		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,079		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (7,9%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Apêndice N - Teste de Hipóteses t-*Student* Impedância amostra com camada externa

Comparando Estado I e IV

H0: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado IV	Simbologia
Média	47,004	47,389	
Variância	0,7002	0,327	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	7		
Stat t	-0,848		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,212		p-valor
t crítico uni-caudal	1,894		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,424		p-valor
t crítico bi-caudal	2,364		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (42,4%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Apêndice O - Teste de Hipóteses t-*Student*

Impedância amostra com camada externa

Comparando Estado I e V

H0: a média entre o Estado I e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	47,004	46,269	
Variância	0,700	0,037	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	4		
Stat t	1,913		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,064		p-valor
t crítico uni-caudal	2,131		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,128		p-valor
t crítico bi-caudal	2,776		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (12,8%) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

Apêndice P - Teste de Hipóteses t-*Student*

Impedância amostra com camada externa

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

α

0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	47,388	46,26936	
Variância	0,3275	0,037239	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	4,146		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,004		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,008		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (0,8%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 0,8%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado IV e do Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice Q - Teste de Hipóteses t-Student

Impedância amostra sem camada externa

Comparando Estado I e IV

H0: a média entre o Estado I e Estado IV são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV

0,05

α

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado IV	Simbologia
Média	45,87	44,60	
Variância	0,43	0,34	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	8		
Stat t	3,203		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,006		p-valor
t crítico uni-caudal	1,859		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,012		p-valor
t crítico bi-caudal	2,306		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (1,2%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 1,2%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado I e do Estado IV com um nível de significância de 95%.

Apêndice R - Teste de Hipóteses t-Student

Impedância amostra sem camada externa

Comparando Estado I e V

H0: a média entre o Estado I e Estado V são iguais

H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado V

α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado I	Estado V	Simbologia
Média	45,87	43,98	
Variância	0,43	0,04	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	6,076		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,001		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,0017		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor menor (0,17%) do que comparado ao nível de significância de 5%, consegue-se rejeitar com qualquer significância até 0,17%

Analisando a estatística do teste e o valor crítico: Rejeita-se a $H_{0, t_0} > t_{crítico}$

Existe diferença significativa entre as médias do Estado I e do Estado V com um nível de significância de 95%.

Apêndice S - Teste de Hipóteses t-Student

Impedância amostra sem camada externa

Comparando Estado IV e V

H0: a média entre o Estado IV e Estado V são iguais H1: a média é diferente entre os Estados I e Estado IV α 0,05

Teste-t: duas amostras presumindo variâncias diferentes			
	Estado IV	Estado V	Simbologia
Média	44,60	43,98	
Variância	0,34	0,04	
Observações	5	5	
Hipótese da diferença de média	0		
gl	5		
Stat t	2,188		t ₀
P(T<=t) uni-caudal	0,040		p-valor
t crítico uni-caudal	2,015		t _{crítico}
P(T<=t) bi-caudal	0,080		p-valor
t crítico bi-caudal	2,570		t _{crítico}

Resultado:

Analisando p-valor: Valor maior (8 %) se comparado ao nível de significância 5%, significando que a probabilidade de rejeitar a hipótese nula erroneamente é grande, portanto não se pode rejeitar H0

calculados.			
		Hipóteses	
Fnsaio	$H_0: \mu_I = \mu_{IV}$	H ₀ : $\mu_I = \mu_V$	$H_0: \mu_{IV} = \mu_V$
Elisalo	$H_1 {:}\; \mu_I \neq \mu_{IV}$	$H_1 : \mu_I \neq \mu_V$	$H_1 \colon \mu_{IV} \neq \mu_V$
Velocidade sônica CC	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀
Velocidade sônica SC	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀	t _{crítico} ≥ t₀ Nada pode ser afirmado
Módulo de elasticidade CC	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀
Módulo de elasticidade SC	t₀≥t _{crítico} Rejeita-se H₀	t₀≥t _{crítico} Rejeita-se H₀	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado
Impedância acústica CC	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t _{crítico} ≥t ₀ Nada pode ser afirmado	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀
Impedância acústica SC	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀	t₀≥ t _{crítico} Rejeita-se H₀	t _{crítico} ≥t₀ Nada pode ser afirmado

Apêndice T - Teste de Hipóteses t-Student

Resumo com os resultados obtidos do teste de hipóteses nos parâmetros ultrassônicos calculados.

*CC= com camada e SC= sem camada

Apêndice U - Rotinas em Matlab

1- Correlação cruzada nos 30 sinais *A-scan* para cada condição de envelhecimento.

```
close all; clear all; clc;
dados = [];
fid = fopen('t6 1 pl.csv');
dados aux = textscan(fid, '%f, %f', 'HeaderLines', 15);
fclose(fid)
dados = cell2mat(dados aux);
for i=2:29
    filename = sprintf('t6_1_p%d.csv',i);
    fid = fopen(filename);
    dados aux = textscan(fid,'%f,%f','HeaderLines',15);
    fclose(fid)
    dados = [dados cell2mat(dados_aux(:,2))];
end
for i=1:29
    plot((dados(:,1)*10)/10e-6, dados(:,2:end));
    axis([-10 40 -3 3]);
    xlabel('Tempo
(\mus)', 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal'); legend ('Estado I Com
Camada');
    ylabel('Amplitude (V)', 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal');
    set(gca, 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal')
    %legend('Sinais Aquisitados');
end
figure();
nbSinais = size(dados,2)-1;
nbLinhas = size(dados,1);
[acorr,lag]=xcorr(dados(:,2:end)); %verifica o deslocamento do sinal
plot (lag/10000,acorr,'linewidth',1);
axis([-1 1 -1000 3500]);
xlabel('Lag
(10<sup>4</sup>)', 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal'); legend ('Estado I Com
Camada');
ylabel('Correlação Cruzada
(Rxy)', 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal');
set(gca, 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal')
figure();
defasagens = zeros(size(dados,2)-1,1);
for i=1:nbSinais
    defasagens(i) = lag( find( acorr(:,i)==max(acorr(:,i)) ) );
end
maxDefasagem = max (defasagens)
defasagens = defasagens - maxDefasagem;
maxDefasagem = max( abs(defasagens) );
```

```
dadosNovos = zeros(size(dados,1)-maxDefasagem,size(dados,2));
begIdx = 1 + abs(defasagens(1));
endIdx = nbLinhas - (maxDefasagem-abs(defasagens(1)));
dadosNovos(:,1) = dados(begIdx:endIdx,1);
for i=1:nbSinais
    begIdx = 1 + abs(defasagens(i));
    endIdx = nbLinhas - (maxDefasagem-abs(defasagens(i)));
    dadosNovos(:,i+1) = dados(begIdx:endIdx,i+1);
end
dataExport = [dadosNovos(:,1),mean(dadosNovos(:,2:end),2)];
csvwrite('media estado 1 test6.csv',dataExport);
plot((dadosNovos(:,1)*10)/10e-
6,mean(dadosNovos(:,2:end),2),'linewidth',1)
axis([ -10 40 -3 3]);
xlabel('Tempo (\mus)', 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal');
ylabel('Amplitude (V)','Fontsize',12,'Fontweight','normal');
legend('Estado I Com Camada');
set(gca, 'Fontsize', 12, 'Fontweight', 'normal')
```

2- FFT do Sinal Retroespalhado

```
%FFT do Estado I
close all; clear all; clc;
dados = [];
fid = fopen('media estado 1 test6.csv');
dados aux = textscan(fid, '%f, %f', 'HeaderLines', 0);
fclose(fid)
dados = cell2mat(dados aux);
%sinal A scan
plot(dados(:,1), dados(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo');
legend('Estado I');
figure();
retrox=[5.452e-6, 7.368e-6];% base de tempo
%RETROESPALHADO
indiceVetor1 = find(and(dados(:,1)>=retrox(1),
dados(:,1)<=retrox(2)));% acha o vetor e indice onde estão os valores</pre>
escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC = dados(indiceVetor1,2) -
mean(dados(indiceVetor1,2));
Ts=dados(2,1)-dados(1,1); %tempo
Fs=ceil(1/Ts);% frequencia de amostragem
N=length(indiceVetor1); % tamanho do vetor
NFFT = 2^{nextpow2}(N);
```

```
X1=fft(novosdados semDC,NFFT)/NFFT; % os dados estão normalizados
freq1=Fs/2*linspace(0,1,NFFT/2+1);
%FFT Estado IV
dados4 = [];
fid4 = fopen('media estado 4 test6.csv');
dados aux4 = textscan(fid4,'%f,%f','HeaderLines',0);
fclose(fid4)
dados4 = cell2mat(dados aux4);
%sinal A scan
plot(dados4(:,1),dados4(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo');
ylabel('Voltagem (V)')
legend('Estado IV');
figure();
retrox4 = [5.32e-6]
                       7.264e-6]; %base de tempo
%RETROESPALHADO
indiceVetor4 = find(and(dados4(:,1)>=retrox4(1),
dados4(:,1)<=retrox4(2)));% acha o vetor e indice onde estão os
valores escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC4 = dados4(indiceVetor4,2) -
mean(dados4(indiceVetor4,2)); % REmove DC
Ts4=dados4(2,1)-dados4(1,1); %tempo
Fs4=ceil(1/Ts); % frequencia de amostragem
N4=length(indiceVetor4); % tamanho do vetor
NFFT4 = 2^{\text{nextpow2}(N4)};
X4=fft(novosdados semDC4,NFFT4)/NFFT4; % os dados estão normalizados
freq4=Fs4/2*linspace(0,1,NFFT4/2+1);
%FFT Estado V
dados5 = [];
fid5 = fopen('media estado 5 test6.csv');
dados aux5 = textscan(fid5, '%f, %f', 'HeaderLines', 0);
fclose(fid5)
dados5 = cell2mat(dados aux5);
%sinal A scan
plot(dados5(:,1),dados5(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo');
ylabel('Voltagem (V)')
legend('Estado V');
```

figure();

retrox5=[5.34e-6, 7.272e-6]; %base de tempo

```
%RETROESPALHADO
```

```
indiceVetor5 = find(and(dados5(:,1)>=retrox5(1),
dados5(:,1)<=retrox5(2)));% acha o vetor e indice onde estão os
valores escolhidos no espaço tempo
```

```
novosdados_semDC5 = dados5(indiceVetor5,2) -
mean(dados5(indiceVetor5,2)); %Remove DC
```

Ts5=dados5(2,1)-dados5(1,1); %tempo
Fs5=ceil(1/Ts5);% frequencia de amostragem
N5=length(indiceVetor5); % tamanho do vetor
NFFT5 = 2^nextpow2(N5);
X5=fft(novosdados_semDC5,NFFT5)/NFFT5; % os dados estão normalizados
freq5=Fs5/2*linspace(0,1,NFFT5/2+1);

```
%plot de todos os graficos fft
```

```
plot(freq1/1000000,2*abs(X1(1:NFFT/2+1)),'k-
',freq4/1000000,2*abs(X4(1:NFFT4/2+1)),'b-
.',freq5/1000000,2*abs(X5(1:NFFT5/2+1)),'r--
','linewidth',2.75)%multiplicado por 2 para compensar em energia
axis([0 10 0 0.1]);
%title('FFT Sinal Retroespalhado');
legend('Estado I','Estado IV','Estado V')
xlabel('Frequência (MHz)','Fontsize',14,'Fontweight','normal');
ylabel('Amplitude','Fontsize',14,'Fontweight','normal');
set(gca,'Fontsize',14,'Fontweight','normal');
saveas(gcf,'retro2 teste6 cc.png')
```

3- FFT do Sinal do Eco de Fundo

```
%FFT do Estado I
close all; clear all; clc;
dados = [];
fid = fopen('media estado 1 test6.csv');
dados aux = textscan(fid, '%f, %f', 'HeaderLines', 0); fclose(fid)
dados = cell2mat(dados aux);
%dados semDC= dados(:,2)-mean(dados(:,2)); %Remove DC Offset
%sinal A scan
plot((dados(:,1)*10)/10e-6, dados(:,2), 'linewidth',1);
%grid on;
%title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo (\mus)', 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal');
ylabel('Amplitude (V)', 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal');
%legend('Estado I');
figure();
set(gca, 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal')
retrox=[7.372e-6, 8.58e-6];% base de tempo
%RETROESPALHADO
```

```
indiceVetor1 = find(and(dados(:,1)>=retrox(1),
dados(:,1)<=retrox(2)));% acha o vetor e indice onde estão os valores</pre>
escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC = dados(indiceVetor1,2) -
mean(dados(indiceVetor1,2));
Ts=dados(2,1)-dados(1,1); %tempo
Fs=ceil(1/Ts);% frequencia de amostragem
N=length(indiceVetor1); % tamanho do vetor
NFFT = 2^{nextpow2(N)};
X1=fft(novosdados semDC,NFFT)/NFFT; % os dados estão normalizados
freq1=Fs/2*linspace(0,1,NFFT/2+1);
%FFT Estado IV
dados4 = [];
fid4 = fopen('media_estado_4_test6.csv');
dados aux4 = textscan(fid4,'%f,%f','HeaderLines',0);
fclose(fid4)
dados4 = cell2mat(dados_aux4);
%sinal A scan
plot(dados4(:,1), dados4(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo');
ylabel('Voltagem (V)')
legend('Estado IV');
figure();
retrox4=[7.26e-6, 8.46e-6]; %base de tempo
%RETROESPALHADO
indiceVetor4 = find(and(dados4(:,1)>=retrox4(1),
dados4(:,1)<=retrox4(2));% acha o vetor e indice onde estão os
valores escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC4 = dados4(indiceVetor4,2) -
mean(dados4(indiceVetor4,2)); % REmove DC
Ts4=dados4(2,1)-dados4(1,1); %tempo
Fs4=ceil(1/Ts); % frequencia de amostragem
N4=length(indiceVetor4); % tamanho do vetor
NFFT4 = 2^{nextpow2(N4)};
X4=fft(novosdados semDC4,NFFT4)/NFFT4; % os dados estão normalizados
freq4=Fs4/2*linspace(0,1,NFFT4/2+1);
%FFT Estado V
dados5 = [];
fid5 = fopen('media estado 5 test6.csv');
dados aux5 = textscan(fid5,'%f,%f','HeaderLines',0);
fclose(fid5)
dados5 = cell2mat(dados_aux5);
```

```
%sinal A scan
plot(dados5(:,1),dados5(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
xlabel('Tempo');
ylabel('Voltagem (V)')
legend('Estado V');
figure();
retrox5=[7.276e-6, 8.456e-6]; %base de tempo
%RETROESPALHADO
indiceVetor5 = find(and(dados5(:,1)>=retrox5(1),
dados5(:,1)<=retrox5(2)));% acha o vetor e indice onde estão os
valores escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC5 = dados5(indiceVetor5,2) -
mean(dados5(indiceVetor5,2)); %Remove DC
Ts5=dados5(2,1)-dados5(1,1); %tempo
Fs5=ceil(1/Ts5);% frequencia de amostragem
N5=length(indiceVetor5); % tamanho do vetor
NFFT5 = 2^{\text{nextpow2}(N5)};
X5=fft(novosdados semDC5,NFFT5)/NFFT5; % os dados estão normalizados
freq5=Fs5/2*linspace(0,1,NFFT5/2+1);
plot(freq1/1000000,2*abs(X1(1:NFFT/2+1)),'k-
', freq4/1000000, 2*abs(X4(1:NFFT4/2+1)), 'b-
.', freq5/1000000, 2*abs(X5(1:NFFT5/2+1)), 'r--
', 'linewidth', 2.75) % multiplicado por 2 para compensar em energia
axis([0 5 0 0.65]);
legend('Estado I', 'Estado IV', 'Estado V')
xlabel('Frequência (MHz)', 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal');
ylabel('Amplitude', 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal');
set(gca, 'Fontsize', 14, 'Fontweight', 'normal')
```

4- Momento de Segunda Ordem

saveas(gcf, 'eco2 teste6 cc.png')

A mesma rotina foi usada para calcular o momento do sinal retroepalhado e do sinal do eco de fundo.

```
%FFT do Estado I
close all; clear all; clc;
dados = [];
fid = fopen('t6_1_p10.csv');
dados_aux = textscan(fid,'%f,%f','HeaderLines',14); fclose(fid)
dados = cell2mat(dados_aux);
%sinal A scan
plot(dados(:,1),dados(:,2));
grid on;
title('Sinal A-scan');
```

```
xlabel('Tempo');
legend('Estado I'); ylim([-2.5 2.5]);
figure();
retrox=[7.392e-6,8.58e-6];% base de tempo
indiceVetor1 = find(and(dados(:,1)>=retrox(1),
dados(:,1)<=retrox(2)));% acha o vetor e indice onde estão os valores</pre>
escolhidos no espaço tempo
novosdados semDC = dados(indiceVetor1,2) -
mean(dados(indiceVetor1,2));
Ts=dados(2,1)-dados(1,1); %tempo
Fs=ceil(1/Ts);% frequencia de amostragem
N=length(indiceVetor1); % tamanho do vetor
NFFT = 2^{\text{nextpow2}}(N);
X1=fft(novosdados semDC,NFFT)/NFFT; % os dados estão normalizados
freq1=Fs/2*linspace(0,1,NFFT/2+1);
plot(abs(X1))
figure();
plot(freq1/1000000,2*abs(X1(1:NFFT/2+1)),'*-k')%multiplicado por 2
para compensar em energia
xlim([0 5]); ylim([0 0.65]);
%momento de segunda ordem
X=fft(novosdados semDC,NFFT);
X = abs(X(1:NFFT/2+1));
soma=sum(X 1((1:NFFT/2+1)));
normal=X 1/soma;
freq=freq1';
elevado=freq.^2;
```

```
m=sum(normal.*elevado)
```