



Universidade Federal
do Rio de Janeiro
Escola Politécnica

Emprego da Técnica de Ensaio Não Destrutivo Ultrassônico na Caracterização de Níveis Diferentes de Carburização em Tubos de Reforma de Aço HP

João Henrique Duarte Pontes

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia de Materiais da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários a obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Co-orientadora: Natalie Chaves de Siqueira

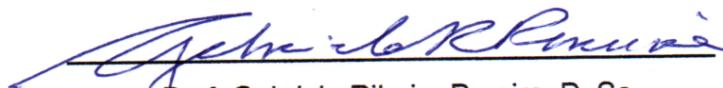
Rio de Janeiro
Dezembro de 2019

EMPREGO DA TÉCNICA DE ENSAIO NÃO DESTRUTIVO ULTRASSÔNICO NA
CARACTERIZAÇÃO DE NÍVEIS DIFERENTES DE CARBURIZAÇÃO EM TUBOS DE
REFORMA DE AÇO HP

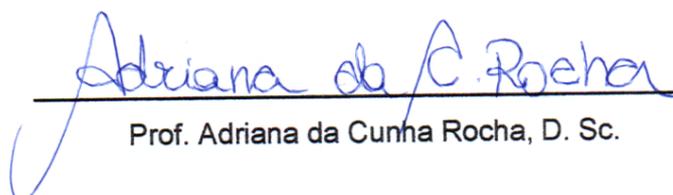
João Henrique Duarte Pontes

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE
ENGENHARIA DE MATERIAIS DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS
PARA A OBTENÇÃO DO FRAU DE ENGENHEIRO DE MATERIAIS.

Examinada por:



Prof. Gabriela Ribeiro Pereira, D. Sc.



Prof. Adriana da Cunha Rocha, D. Sc.



Priscila Duarte de Almeida, M. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL
DEZEMBRO DE 2019

Pontes, João Henrique Duarte

Emprego da Técnica de Ensaio Não Destrutivo Ultrassônico na Caracterização de Níveis Diferentes de Carburização em Tubos de Reforma de Aço HP / João Henrique Duarte Pontes. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2019.

viii, 48 p.: il; 29,7 cm.

Orientadoras: Gabriela Ribeiro Pereira. Natalie Chaves de Siqueira.

Projeto de graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia de Materiais, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 47-48.

1. Ultrassom. 2. Aço HP. 3. Tubos de Reforma 4. Carburização. I. Pereira, Gabriela Ribeiro. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia de Materiais. III Emprego da Técnica de Ensaio Não Destrutivo Ultrassônico na Caracterização de Níveis Diferentes de Carburização em Tubos de Reforma de Aço HP

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, aos meus pais, Rosemere e José Luiz, por tudo o que fizeram e fazem por mim. Sem vocês nada disso seria possível, e é por vocês que eu busco sempre crescer e me superar todos os dias.

Aos meus amados irmãos Guilherme, Vitor Hugo e Leonardo.

À toda a minha família, especialmente à minha vó Elza, e à minha tia Teresa, minha segunda e terceira mães, por terem tido papel fundamental na minha criação, e sempre deixarem claro o quanto se orgulham de mim.

À Tatiana, que há mais de 3 anos tem sido minha companheira, e desde então tem dado um novo sentido a minha vida. Agradeço por todo o amor, carinho, companheirismo, paciência, e tantas outras coisas.

Aos amigos de longa data, e aos que fiz durante minha trajetória acadêmica, desde o início na Rural até o fim na UFRJ, em particular Luquinhas, Jabá, Rafael, Guilherme, Valéria, Henrique “Barbudão”, Henrique “Soneca”, Marcus, Wesley, Ana Beatriz, Antônio, Ricardo, Michel, e toda a galera dos “Power C@R41#05”, que faziam com que todas as dificuldades e a rotina cansativa durante todos esses anos se tornassem muito mais leves.

Aos amigos que o LNDC me apresentou, Raphael, Iane, Mariana, Tibério, Lucas Maciel, Lucas Braga, Mauro, Gabriel, Ana Carolina, Nicole, Thiago, Cid e Spock, que fizeram e fazem dessa equipe a melhor possível.

À minha orientadora Gabriela, por ter me aceitado como orientando e por todos os ensinamentos, conselhos, apoio, e confiança, sempre se mostrando disposta a ajudar de todas as formas possíveis.

À Johanna, por todos os ensinamentos e apoio durante todo o período de estágio, tornando-se uma pessoa muito querida e que me fez evoluir pessoalmente e profissionalmente.

À Natalie por todos os seus ensinamentos e dicas, contribuindo de forma fundamental para este trabalho e para o meu crescimento acadêmico e profissional.

À Mariana Burrowes por toda a ajuda e ensinamentos, que permitiram o enriquecimento e conclusão deste trabalho.

À professora Adriana e à pesquisadora Priscila por terem aceitado fazer parte da banca.

À toda a equipe LNDC pelo suporte concedido para a realização do trabalho.

À Petrobrás pelas amostras fornecidas e à COPPETEC pelo apoio financeiro.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro de Materiais.

EMPREGO DA TÉCNICA DE ENSAIO NÃO DESTRUTIVO ULTRASSÔNICO NA CARACTERIZAÇÃO DE NÍVEIS DIFERENTES DE CARBURIZAÇÃO EM TUBOS DE REFORMA DE AÇO HP

João Henrique Duarte Pontes

Dezembro/2019

Orientadora: Gabriela Ribeiro Pereira

Co-orientadora: Natalie Chaves de Siqueira

Curso: Engenharia de Materiais

Fornos de reforma são reatores utilizados na produção de hidrogênio, gás muito empregado em diversos setores industriais. Estes fornos operam em altas temperaturas, sendo constituídos por tubos dispostos verticalmente no interior de uma câmara de radiação, onde atuam como trocadores de calor. Devido às severas condições de operação, são empregados materiais capazes de suportar tais circunstâncias, destacando-se as ligas de aço inoxidáveis austeníticos da classe HP. Os tubos de aços HP estão sujeitos a diversos mecanismos de danos, sendo um deles o de carburização, resultado da difusão do carbono presente no meio para a matriz austenítica. O objetivo deste trabalho consiste em detectar regiões carburizadas presentes em tubos de aço HP, e para isso, faz-se uso de uma metodologia previamente abordada de ensaios de ultrassom aliada ao processamento de sinais a fim de avaliar o seu comportamento espectral. Além disso, foi empregada a *Transformada Rápida de Fourier (FFT)* e realizou-se análises estatísticas com o objetivo de aprofundar o estudo. Os resultados sugerem que os parâmetros adotados pelo ensaio ultrassônico são insuficientes para a detecção de níveis de carburização da ordem de grandeza apresentada.

Palavras-chave: Ensaios não destrutivos, ultrassom, aço HP, carburização, processamento de sinais.

Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Materials Engineer.

EMPLOYMENT OF ULTRASONIC NONDESTRUCTIVE TESTING IN THE
CHARACTERIZATION OF DIFFERENT CARBURIZATION LEVELS FOR HP STEEL
REFORM PIPES

João Henrique Duarte Pontes

December/2019

Advisors: Gabriela Ribeiro Pereira
Natalie Chaves de Siqueira

Course: Materials Engineering

Reformer furnaces are reactors used for hydrogen production, a gas widely used in the industry. These furnaces operate at high temperatures, consisting of tubes arranged vertically within a radiation chamber, where they act as heat exchangers. Due to the harsh operating conditions, materials capable of withstand these settings are employed, most notably the HP grade austenitic stainless steel alloys. HP steel tubes are subject to various damage mechanisms, such as carburization, resulting from the diffusion of carbon present in the medium to the austenitic matrix. The objective of this study is to detect carburized regions present in HP steel tubes using a previously approached methodology of ultrasonic testing combined with signal processing in order to evaluate the spectral behavior. In addition, the Fast Fourier Transform (FFT) was used and statistical analyzes were performed. The results suggest that the parameters adopted by the ultrasonic tests are insufficient to detect carburization levels of the order of magnitude presented.

Key-words: Nondestructive testing, ultrasonics, HP steel, carburization, signal processing.

SUMÁRIO

1. Introdução.....	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Fornos de reforma	3
2.2. Aços inoxidáveis resistentes ao calor	5
2.2.1. Aços HP.....	7
2.3. Mecanismos de deterioração	9
2.4. Carburização.....	10
2.4.1. Classificação de severidade	11
2.5. Ultrassom.....	14
2.5.1. Vantagens e limitações	14
2.5.2. Vibrações mecânicas e tipos de onda	15
2.5.3. Comprimento de onda, velocidade e frequência.....	17
2.5.4. Atenuação	18
2.5.5. Impedância acústica, reflexão e transmissão.....	18
2.5.6. Acoplantes.....	19
2.5.7. Piezoeletricidade e transdutores.....	20
2.5.8. Campo sônico	21
2.5.9. Técnicas de inspeção	21
2.5.10. Formas de apresentação da inspeção ultrassônica.....	22
3. Materiais e Métodos	24
3.1. Amostras.....	24
3.1.1. Metalografia.....	26
3.1.2. Ensaio de ferrofluido	26
3.2. Ensaio ultrassônico.....	28
3.3. Processamento de Sinais.....	30
4. Resultados e Discussão	33
4.1. Sinais A-scan das amostras de aço HP.....	33
4.2. Análise estatística.....	38
4.2.1. Transformada de Fourier	39
4.2.2. Teste de Kruskal-Wallis	41
5. Conclusão.....	45
6. Propostas para Trabalhos Futuros.....	46
7. Referências Bibliográficas	47

Lista de Figuras

Figura 1 - Modelo esquemático de um forno de reforma a do tipo <i>Top-Fired</i> . Adaptado de SILVEIRA [9].	4
Figura 2 - Quantidades de cromo e níquel de acordo com o padrão ACI para aços fundidos resistentes à corrosão e à altas temperaturas. Adaptado de ASM Metals Handbook, 1990 [8].	5
Figura 3 - Microscopia ótica de um aço HK 40 mostrando os 6 estados de envelhecimento. a) Estado I, b) Estado II, c), Estado III, d) Estado IV, e) Estado V e f) Estado VI. Adaptado de LE MAY et al [13].	9
Figura 4 - Processo de difusão do carbono decorrente da carburização. Adaptado de SOUZA F. [17].	10
Figura 5 - Classificação de severidade de carburização, nível A. Adaptado de SILVEIRA [19].	11
Figura 6 - Classificação de severidade de carburização, nível B. Adaptado de SILVEIRA [19].	12
Figura 7 - Classificação de severidade de carburização, nível C. Adaptado de SILVEIRA [19].	12
Figura 8 - Classificação de severidade de carburização, nível D. Adaptado de SILVEIRA [19].	13
Figura 9 - Classificação de severidade de carburização, nível F. Adaptado de SILVEIRA [19].	14
Figura 10 - Tipos de ondas. Adaptado de NDT Resource Center [22].	16
Figura 11 - Modo de vibração das ondas superficiais. Adaptado de NDT Resource Center [22].	17
Figura 12 - Fenômeno da piezoelectricidade. Adaptado de NDT Resource Center [22].	20
Figura 13 - Classificação teórica das zonas do campo sônico. Adaptado de ANDREUCCI [21].	21
Figura 14 - Técnica de pulso-eco. Adaptado de ANDREUCCI [21].	22
Figura 15 - Ilustração descritiva da origem das amostras. Os estados de envelhecimento e níveis de carburização estão assinalados. Adaptado de LÓPEZ [18].	25
Figura 16 - Comparação da microestrutura interna de um corpo de prova de aço HP com estado de envelhecimento V. (a) Região próxima à parede externa sem	

carburização. (b) Região próxima à parede interna com carburização. Adaptado de LÓPEZ [18].	26
Figura 17 – Metalografias MEV com magnificação de 400x de aço HP carburizado na região próxima à parede interna. Adaptado de LÓPEZ [18].	27
Figura 18 - Representação das amostras. A figura (a) mostra como a grade para referência espacial foi feita, com a coluna marcada em azul indicando a região de inspeção. A figura (b) mostra a vista de topo, evidenciando pelos números em vermelho as regiões que foram escolhidas para serem inspecionadas pelo ensaio ultrassônico. Adaptado de LÓPEZ [18].	28
Figura 19 - Montagem experimental utilizada para obtenção dos sinais ultrassônicos.	30
Figura 20 - Sinal A-scan assinalando a localização dos ecos de fundo. Adaptado de SIQUEIRA [3].	30
Figura 21 - Sinal A-scan com espectro a partir do segundo eco de fundo.	31
Figura 22 - Etapas do processamento de dados para o cálculo do sinal A-scan médio.	32
Figura 23 - Perfis dos A-scans médios provenientes de regiões 4, 8, 12 e 16 da amostra A.	33
Figura 24 - Perfis dos A-scans médios provenientes de regiões 4, 8, 12 e 16 da amostra B.	34
Figura 25 - Seleção do trecho do espectro ultrassônico correspondente à região carburizada.	35
Figura 26 - Comparação dos A-scans por região da amostra A.	36
Figura 27 - Comparação dos A-scans por região da amostra B.	36
Figura 28 - Comparação dos A-scans médios das duas amostras.	37
Figura 29 - Comparação entre os sinais A-scans médios contendo o desvio padrão (região translúcida) para cada amostra.	39
Figura 30 - Espectros das FFT dos sinais médios de cada amostra.	40
Figura 31 - Espectros das FFT dos sinais médios, limitado até a frequência de 13 MHz.	41

1. Introdução

O hidrogênio é um gás de importância crescente, graças ao desenvolvimento de processos de refino catalítico, especialmente dessulfuração e hidrocraqueamento, e o aumento na produção de amônia, metanol, e certos compostos intermediários na síntese química [1], além do interesse recente em seu uso como fonte de energia [2].

Como o hidrogênio ocorre naturalmente na forma ligada, ele primeiramente precisa ser liberto usando energia, podendo ser produzido a partir de todas as fontes primárias. Os métodos comerciais aplicados na atualidade para a sua obtenção são baseados no uso de matérias-primas fósseis, como a reforma de gás natural e a oxidação parcial de fontes de qualidade inferior, como coque de petróleo e outros subprodutos de refinarias [2].

A reforma a vapor é, globalmente, o método mais comum utilizado para produzir hidrogênio. Este processo é entendido como a conversão catalítica endotérmica de hidrocarbonetos leves (em geral metano ou nafta) usando vapor, aplicando-se calor sobre catalisadores de níquel [2]. As reações ocorrem em instalações conhecidas como fornos de reforma, que atuam como trocadores de calor [3].

Os fornos de reforma estão sujeitos a condições de operação extremamente exigentes devido às restrições do processamento envolvido. Devido à estas condições, os tubos de reforma são comumente feitos de ligas austeníticas fundidas por centrifugação, contendo altos teores de cromo e níquel, tipicamente da família HK e HP. Os tubos são arranjados verticalmente e recebem a mistura de hidrocarbonetos e vapor em uma câmara de radiação, sendo aquecidos, na presença do catalisador, a temperaturas tipicamente na faixa entre 850 e 900°C. A temperatura das paredes dos tubos podem exceder 1000°C ao final do processo, quando os catalisadores estão próximos de serem totalmente consumidos [4,5].

A ocorrência de falhas nos tubos pode resultar em paradas não planejadas e/ou perdas de produção que são extremamente custosas, devendo assim ser minimizadas sempre que possível. As principais causas que acarretam em falha dos tubos de reforma são fluência, superaquecimento, surto de temperatura, deposição de coque, carburização, oxidação, entre outros. Desta forma, a avaliação e previsão da vida útil destas colunas é de vital importância, sendo normalmente feita através de técnicas de

ensaios não destrutivos, como por exemplo medições de perfilometria, correntes parasitas e ultrassom [5].

A aliança da técnica de ultrassom com processamento de sinais é uma ferramenta já consolidada na literatura [6]. O trabalho apresentado por SIQUEIRA [3] analisa diferentes amostras retiradas de tubos de reforma, e é capaz de caracterizar os estados de envelhecimento da liga de aço inoxidável austenítico da classe HP utilizando a técnica de ultrassom associada ao processamento de sinais, avaliando assim mudanças microestruturais nos materiais. Seus resultados concluíram que mudanças microestruturais decorrentes dos estados de envelhecimento foram perceptíveis em análises espectrais, podendo-se identificar os Estados I, IV e V de envelhecimento.

O presente trabalho visa o desenvolvimento de uma metodologia para identificar danos de carburização utilizando a técnica de ultrassom. O fenômeno de carburização está relacionado à difusão de carbono no material, e provoca a redução da ductilidade da liga, afetando a resistência à fluência e aos ciclos térmicos, e conseqüentemente diminuindo o tempo de vida útil das colunas. A literatura apresenta trabalhos direcionados à detecção de carburização utilizando ensaios ultrassônicos [7,8], mas estes trabalhos utilizam para a sua análise amostras provenientes de fornos de pirólise majoritariamente, fornos estes onde o dano por carburização ocorre com maior frequência e intensidade. Apesar de ser um mecanismo de dano característico de fornos de pirólise, os tubos de fornos de reforma também apresentam deposição e difusão de carbono na parede interna, mesmo que em níveis mais baixos [5].

Dessa forma, este presente estudo propõe-se a utilizar de uma metodologia análoga à usada por SIQUEIRA para tentar caracterizar níveis distintos de carburização de amostras de tubos de reforma, comparando os diferentes graus de deterioração. Para essa finalidade, foram utilizadas amostras retiradas de uma coluna de reforma extraída de campo, cada uma com um diferente grau de carburização, mas apresentando o mesmo estado de envelhecimento (Estado V). Realizou-se então a análise estatística dos dados espectrais obtidos pelos ensaios ultrassônicos, juntamente com processamento dos sinais aplicando-se a *Transformada de Fourier*, afim de se diferenciar as amostras.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Fornos de reforma

As amostras analisadas neste trabalho são provenientes de um forno de reforma. Fornos de reforma são usados amplamente na indústria petroquímica para produzir hidrogênio a partir de hidrocarbonetos. A produção de hidrogênio acontece no interior de tubos contendo catalisadores dentro de uma zona de radiação, como resultado de reações endotérmicas entre os hidrocarbonetos e vapor d'água [9].

Os projetos de fornos de reforma aprimoraram-se muito nos últimos 30 anos, e novas ligas metálicas e processos de manufatura foram desenvolvidos para atender as severas exigências impostas sobre os tubos na zona de radiação. Aprimoramentos foram feitos com relação aos catalisadores, proporcionando temperaturas de reação mais baixas. Entretanto, ao mesmo tempo, há uma tendência em direção ao aumento de temperatura e pressão de trabalho afim de se elevar a produtividade e eficiência [9].

A Figura 1 mostra o arranjo de um forno de reforma típico contendo colunas (tubos), dispostas na forma de paredes verticais. O número de colunas varia entre 15 e 200, dependendo do número e tamanho das paredes. A maioria dos fornos mais modernos são do tipo *Top-Fired*, com queimadores dispostos em fileiras em ambos os lados das colunas, enquanto fornos mais antigos podem ser do tipo *Side-Fired* com queimadores distribuídos em duas ou mais camadas [9].

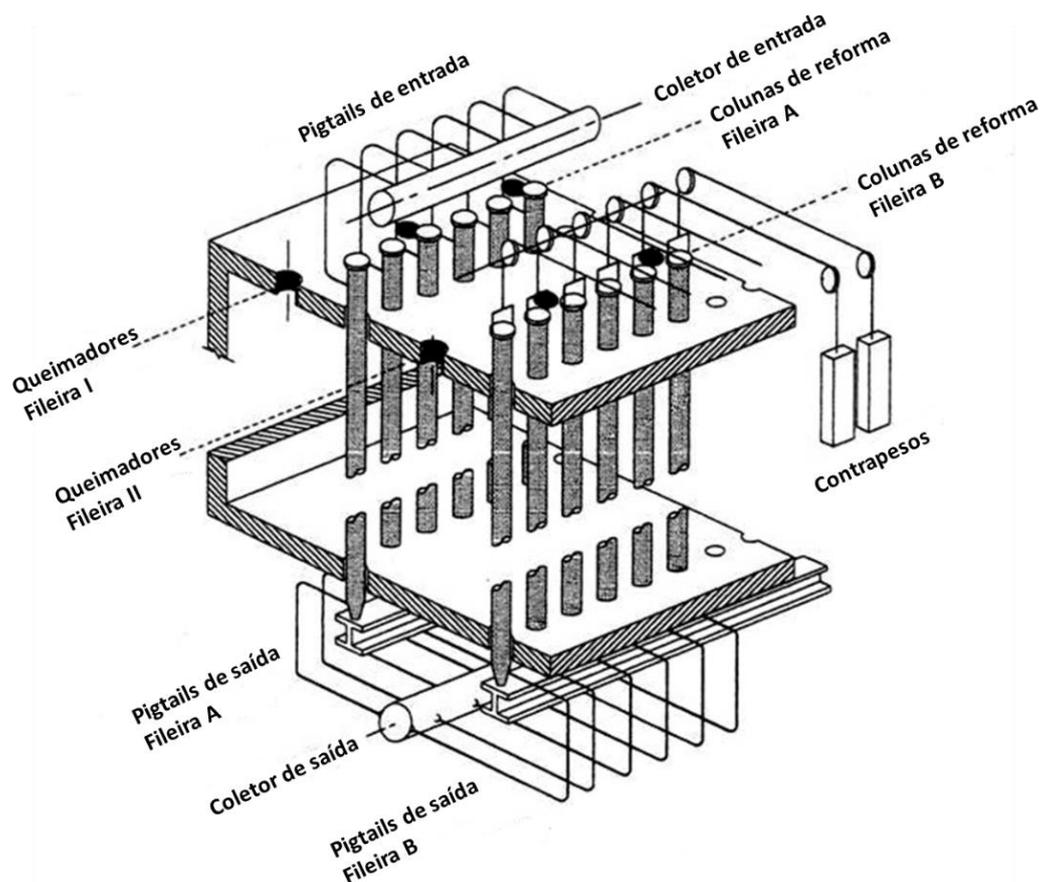


Figura 1 - Modelo esquemático de um forno de reforma a do tipo *Top-Fired*. Adaptado de SILVEIRA [9].

A pressão de trabalho de um forno de reforma varia entre 1 e 5 Mpa dependendo do processo e é essencialmente constante durante a operação. A temperatura da carga no coletor de entrada situa-se entre 420 e 550°C. Esta é a temperatura da parede do tubo no segmento que se encontra no teto do forno. A temperatura do gás que reage dentro dos tubos abaixo da altura do chão do forno se encontra entre 800 e 900°C. O trecho da coluna que usualmente atinge os maiores valores de temperatura é o da metade inferior, que em muitos casos é estimado a ser maior do que 1000°C.

A dimensões das colunas variam entre 10 e 15 metros de altura, 100 a 200 milímetros de diâmetros, e de 10 a 25 milímetros de espessura da parede. São projetadas para terem um tempo de vida nominal de 100 000 horas (11,4 anos) [10]. A duração de uma campanha normal para um forno de reforma pode variar de 12 a 36 meses (8760 a 26300 horas). No entanto, o tempo útil de serviço varia entre 30 000 e 150 000 horas, dependendo das condições de operação e das características do material em particular [9].

Os componentes mais críticos de um forno de reforma são as suas colunas. Devido às condições extremas de temperatura, aços altamente ligados são necessários. As ligas comumente utilizadas são as de aço austenítico inoxidável contendo altos teores de cromo e níquel. Antigamente, a composição preferencial continha 25% Cr, 20% Ni, 0,4% C, designada como HK-40, mas com o aumento das temperaturas de operação a liga HP-40 (25Cr, 35Ni, 0,4C) se tornou mais comum [9].

2.2. Aços inoxidáveis resistentes ao calor

Aços inoxidáveis são uma classe de aços contendo cromo em sua composição que são amplamente utilizados em virtude de sua resistência a corrosão em ambientes aquosos e por ser capaz de trabalhar em elevadas temperaturas. Geralmente, possuem mais de 10% de cromo em sua composição, o que garante a esses aços passivação em ambientes altamente oxidantes [11].

Usualmente, os aços inoxidáveis fundidos são classificados de acordo com o sistema de designação da *Steel Founders' Society of America*. A primeira letra indica se a liga destina-se primariamente para o serviço em ambientes corrosivos (C) ou em altas temperaturas (H). A segunda letra denota o tipo de liga cromo-níquel nominalmente, de forma que, à medida que a quantidade de níquel aumenta, a segunda letra varia de A à Z. Os numerais após as primeiras duas letras indicam a quantidade máxima de carbono da liga (porcentagem \times 100). Finalmente, se outros elementos de liga estiverem presentes, eles são indicados pela adição de uma ou mais letras como um sufixo [11].

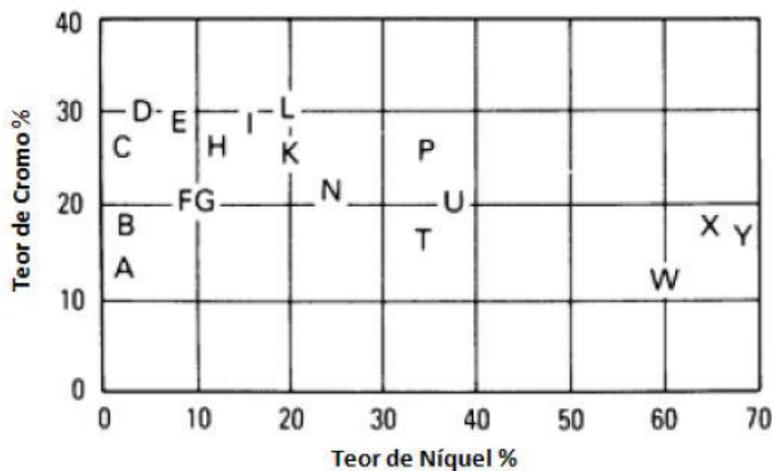


Figura 2 - Quantidades de cromo e níquel de acordo com o padrão ACI para aços fundidos resistentes à corrosão e à altas temperaturas. Adaptado de ASM Metals Handbook, 1990 [8].

Os aços fundidos são classificados como sendo do tipo H (resistentes ao calor) quando são capazes de sustentar operações enquanto expostos, continuamente ou intermitentemente, a temperaturas que excedam 650 °C. As três principais categorias de aços tipo H, baseadas em sua composição, são [11]:

- Ligas ferro-cromo
- Ligas ferro-cromo-níquel
- Ligas ferro-níquel-cromo

O níquel pode estar presente em quantidades de até 70% nas ligas resistentes ao calor. Sua principal função é fortalecer e endurecer a matriz. Microestruturalmente, o níquel promove a formação de austenita, que apresenta estabilidade e propriedades mecânicas melhores que a ferrita em elevadas temperaturas. O níquel também contribui para a resistência à oxidação, carburização, nitretação e fadiga térmica.

A quantidade de cromo varia aproximadamente de 10 até 30%. Cromo confere resistência à oxidação em altas temperaturas, e à atmosferas contendo enxofre. Além disso, carbeto de cromo precipitam na matriz e contribuem de maneira benéfica para a fluência à temperaturas elevadas e para a resistência à fratura. Em algumas ligas, a presença de cromo aumenta a resistência contra a ação de diversos agentes corrosivos em temperaturas tanto ambiente como elevadas [12].

A Tabela 1 mostra as composições de alguns desses aços.

Tabela 1 – Composição química de ligas resistentes ao calor segundo designação ACI.

Adaptado de *ASM Metals Handbook*, 1990 [11].

Designação ACI	Composição, %			
	C	Cr	Ni	Si (máx.)
HA	0,20 máx.	8-10	...	1,00
HD	0,50 máx.	26-30	4-7	2,00
HF	0,20-0,40	19-23	9-12	2,00
HI	0,20-0,50	26-30	14-18	2,00
HK	0,20-0,60	24-28	18-22	2,00
HK40	0,35-0,45	23-27	19-22	1,75

HP	0,35-0,75	24-28	33-37	2,00
HP-50WZ*	0,45-0,55	24-28	33-37	2,50

* Também contém 4-6% W, 0,1% Zr, e 0,035% S (máx.) e P (máx.)

2.2.1. Aços HP

A liga de aço HP possui uma composição que a torna resistente em atmosferas tanto oxidantes quanto carburizantes à altas temperaturas e proporciona elevada resistência mecânica na faixa de operação de 900-1100 °C. Ela é utilizada na fabricação de tubos que compõem fornos de pirólise, fornos de reforma a vapor, aparelhos de tratamento térmico, e tubos de radiação. Há uma grande variedade de ligas modificadas, contendo nióbio e/ou tungstênio que também são empregadas na indústria [12].

Na década de 60, quando fornos usando tubos verticais foram adotados, ocorreu uma substituição massiva das ligas forjadas utilizadas até então pela liga fundida HK-40 (25Cr-20Ni), em operações de reforma e craqueamento. A liga HK-40, que apresentava propriedades mecânicas melhores que as ligas forjadas usadas anteriormente, tornou-se a principal escolha na indústria, e cumpriu bem o seu papel. Posteriormente, iniciou-se a manufatura de ligas HP modificadas, de variadas composições, oferecendo maior vida útil e melhor performance, operando com espessuras de parede do tubo menores [13].

A fabricação de aços do tipo HP é feita por meio da fundição por centrifugação, em um processo onde o metal líquido é vazado em um molde rotatório, onde a grande pressão promove a redução de defeitos na microestrutura. Este tipo de processo propicia uma solidificação direcional e bom acabamento superficial [14].

O aumento da quantidade de níquel em relação à liga HK é particularmente importante por estabilizar a estrutura austenítica e melhorar substancialmente a resistência à carburização, especialmente em conjunto com a presença de silicone na liga. A adição de elementos de liga como nióbio, titânio, tungstênio, e molibdênio nas ligas de aço HP promovem a formação de carbeto, que são necessários para o aumento de resistência a fluência na faixa de elevadas temperaturas [13].

A microestrutura típica de uma liga HP fundida é a de uma matriz austenítica com carbeto de cromo primários intergranulares (tipos M_7C_3 e/ou $M_{23}C_6$). Durante operação,

submetido a temperaturas de 850-1050 °C, todo o carbeto de cromo primário eventualmente se transforma em $M_{23}C_6$, enquanto carbetos secundários do mesmo tipo também precipitam [15].

No entanto, as mudanças microestruturais que ocorrem nas ligas de aço inoxidável austenítico, como as do tipo HK, HP e similares, resultam da exposição prolongada à temperatura, alterando primordialmente a morfologia dos carbetos, e conseqüentemente, alterando também as propriedades mecânicas [4].

Apesar do tempo de operação ter uma contribuição, o fator mais importante é a temperatura, e as microestruturas resultantes podem ser correlacionadas diretamente com a temperatura de serviço:

- Abaixo de aproximadamente 600 °C, mudanças microestruturais não são detectáveis utilizando microscopia ótica, sendo esse estado designado como Estado I de envelhecimento.
- De 600 °C à 700 °C os carbeto primários tendem a coalescer e aglomerar; enquanto isso, carbetos secundários começam a nuclear no interior da matriz austenítica, precipitando primariamente ao longo dos contornos dendríticos. Este é o Estado II de envelhecimento.
- Entre 700 °C e 800, os carbetos primários transformam-se completamente de uma morfologia eutética para formar blocos compactos, e carbetos secundários encontram-se finamente disperso na matriz, produzindo o Estado III.
- Entre 800 °C e 900 °C a morfologia dos carbetos primários estabiliza e os carbetos secundários coalescem. Em razão da difusão de carbono para os carbetos primários, há uma diminuição de carbetos secundários ao longo dos contornos dendríticos. Este é o Estado IV.
- Para o material exposto a temperaturas entre 900 °C e 1000 °C, carbetos secundários coalescidos maiores são observados, em um número bem menor quando comparado a temperaturas inferiores. Uma zona despojada em precipitados secundários circunda os carbetos primários. Este é o Estado V.
- Acima de 1000 °C, carbetos secundários desaparecem e a matriz austenítica apresenta uma aparência similar ao estado bruto de fusão, sendo esse o Estado VI de envelhecimento [4].

As características microestruturais descritas acima são mostradas na Figura 3.

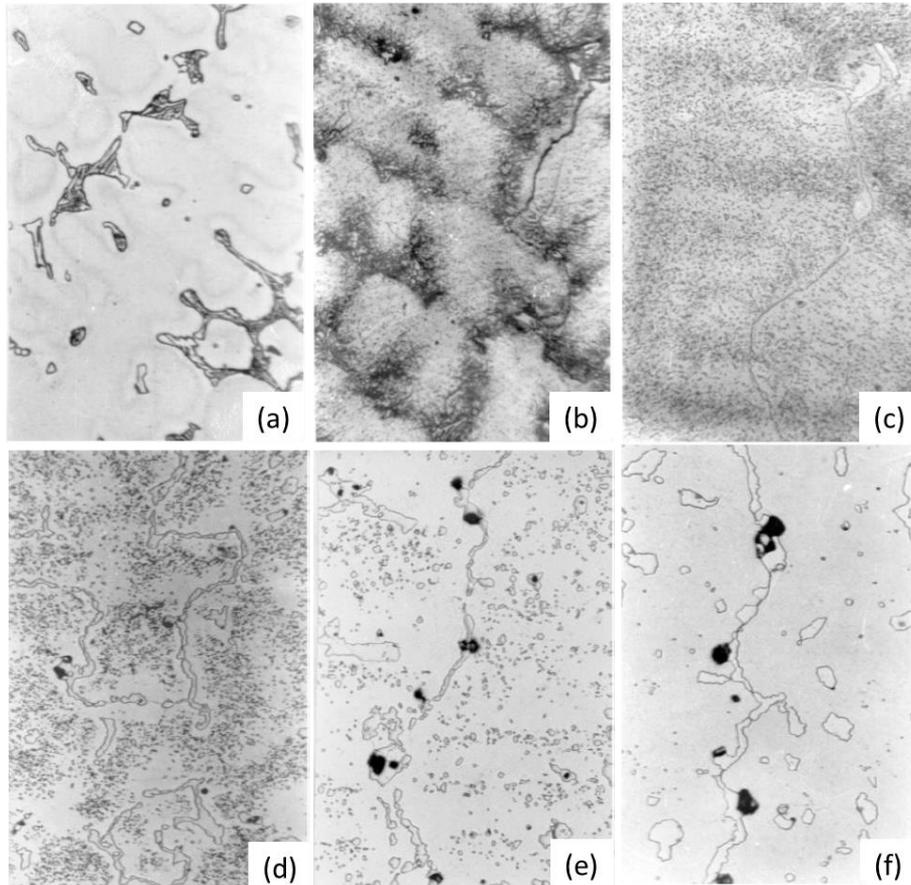


Figura 3 - Microscopia ótica de um aço HK 40 mostrando os 6 estados de envelhecimento. a) Estado I, b) Estado II, c), Estado III, d) Estado IV, e) Estado V e f) Estado VI. Adaptado de LE MAY et al [13].

2.3. Mecanismos de deterioração

O ambiente em que os tubos de fornos de reforma e de pirólise operam é extremamente severo, estando submetido à carregamento em altas temperaturas e exposto a interações com fluídos do processo. Por isso, estes tubos estão sujeitos a diversos mecanismos de danos, como fluência, fadiga, erosão, superaquecimento, corrosão interna ou externa, carburização, entre outros [16,17].

Os tubos ainda podem apresentar outros danos como resultados dos processos citados acima. Os tubos podem sofrer ovalização devido à diferença dos coeficientes de dilatação térmica entre as regiões carburizadas e não carburizadas, além da diferença entre as regiões com maior e menor presença de coque. A carburização faz com que o teor de carbono aumente na liga, e isso resulta em perda de ductilidade, e variações mais bruscas de temperatura podem gerar trincas longitudinais pela tubulação [17].

2.4. Carburização

A carburização é um mecanismo de dano que está associado à difusão de carbono no material. Este fenômeno é considerado um tipo de corrosão e ocorre em diferentes processos industriais, que envolvem tubos de fornos de pirólise ou de reforma [16,18].

A carburização se dá pela absorção do carbono proveniente da massa de reação, que ao reagir com elementos de liga presentes na matriz, especialmente o cromo, forma carbeto na região próxima à parede interna dos tubos. Este processo se intensifica em temperaturas superiores a 1000 °C e tem como consequência a perda de ductilidade, diminuição de limites de resistência a tração e fluência [16,18]. Como a difusão do carbono não ocorre uniformemente, diversas regiões carburizadas são formadas com diferentes espessuras e níveis, como ilustrado na Figura 4.

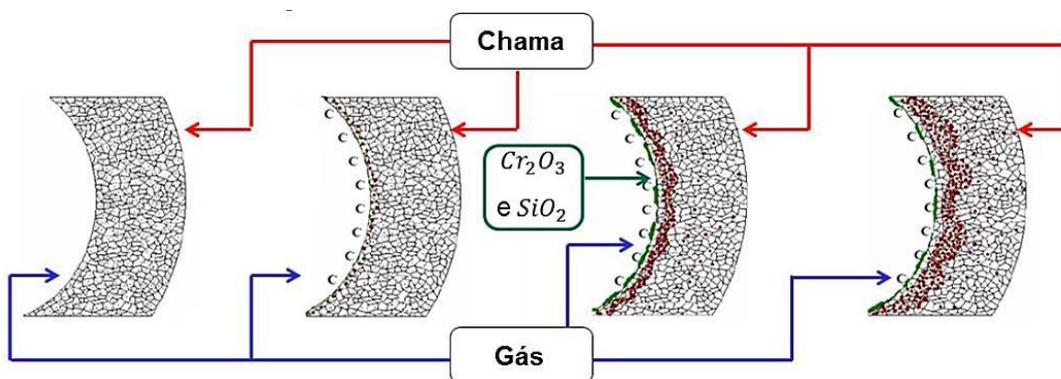


Figura 4 - Processo de difusão do carbono decorrente da carburização. Adaptado de SOUZA F. [17].

Os carbeto sofrem alterações químicas e morfológicas, apresentando inicialmente expansão e coalescência, e posteriormente transformação de fase. Consequentemente, a precipitação de carbeto na parede interna do tubo resulta no aumento da região carburizada e a mudança do coeficiente de expansão térmica dessa região, fragilizando o material [18].

O processo relaciona-se de forma direta com a temperatura a que o material está exposto: quanto maior a temperatura, maior será o percentual de carbono que difundirá. Geralmente, a carburização apresenta-se em fornos que atuam em temperaturas entre 800 °C e 1200 °C. O teor de carbono presente nos tubos não é proporcional ao tempo de uso, mas à temperatura de trabalho [16,17].

2.4.1. Classificação de severidade

De acordo com a fração volumétrica e o tipo de carbeto presente ao longo da espessura da parede de um tubo, um critério de classificação foi estabelecido por SILVEIRA [19] em seu trabalho. Foram definidos seis níveis de carburização, sendo esse critério válido para as ligas da família HP (25% Cr, 35% Ni, 0,4% C), contendo adição moderada de elementos de liga estabilizadores de carbeto, como o tungstênio.

- Nível A – Sem carburização:

O material sofreu o processo de envelhecimento, porém não há carburização. A região da coluna que foi mais aquecida foi exposta a temperaturas superiores a 1000 °C. A microestrutura consiste em uma matriz austenítica livre de precipitados observáveis em microscopia ótica e carbeto interdendríticos coalescidos, ricos em cromo, sob a forma M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, ou do tipo (Nb,Ti)C, Figura 5.

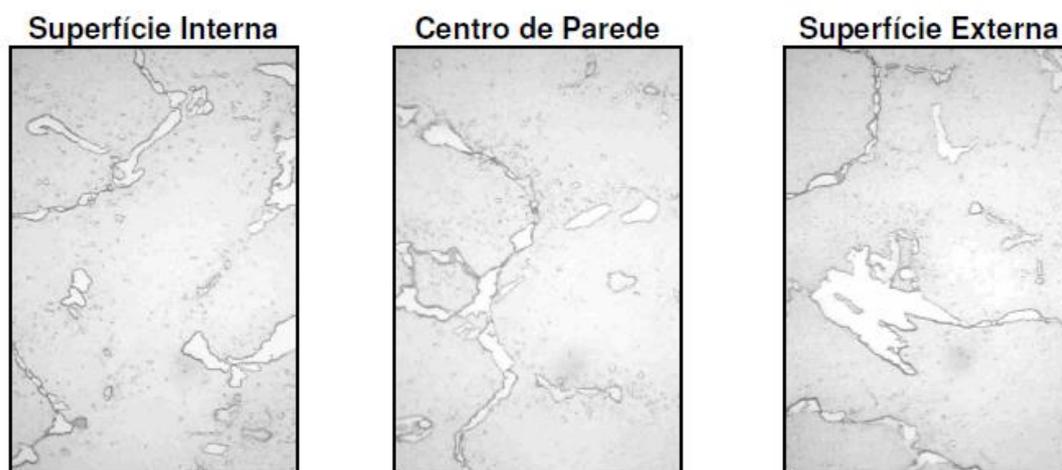


Figura 5 - Classificação de severidade de carburização, nível A. Adaptado de SILVEIRA [19].

- Nível B – Carburização inicial:

Estágio inicial da carburização. Os carbeto primários variam ao longo da espessura, de forma que próxima a parede interna dos tubos, os carbeto são majoritariamente do tipo M_7C_3 , enquanto que na superfície externa, são do tipo $M_{23}C_6$. No centro da parede coexistem ambos os tipos, Figura 6.

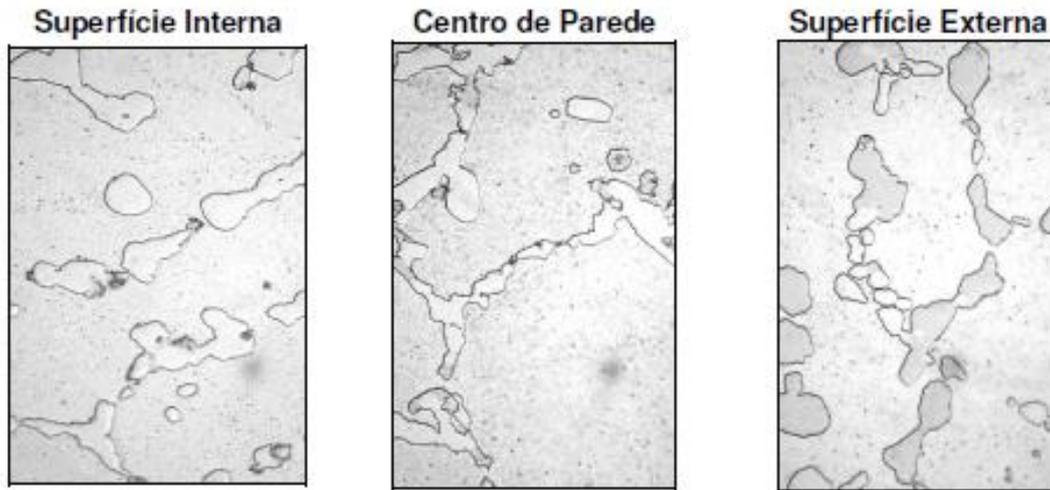


Figura 6 - Classificação de severidade de carburização, nível B. Adaptado de SILVEIRA [19].

- Nível C – Carburização leve:

Este é um estado de carburização leve. Ocorre o coalescimento de carbetos primários, sendo estes quase que exclusivamente do tipo M_7C_3 , enquanto que no centro e na região próxima à parede externa a distribuição permanece equivalente à do nível B.

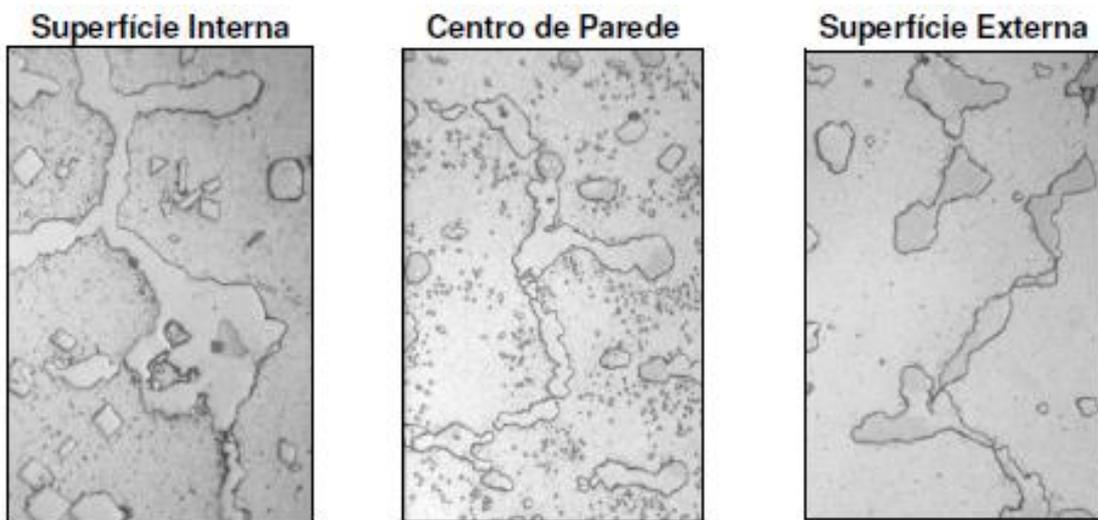


Figura 7 - Classificação de severidade de carburização, nível C. Adaptado de SILVEIRA [19].

- Nível D – Carburização moderada:

Este nível é caracterizado por apresentar uma morfologia chamada de “carbetos pipoca” (nomenclatura utilizada por SILVEIRA) na região da parede interna. Nas regiões

centrais e próximas da parede externa, a distribuição de carbeto é a mesma dos níveis B e C, como observado na Figura 8.

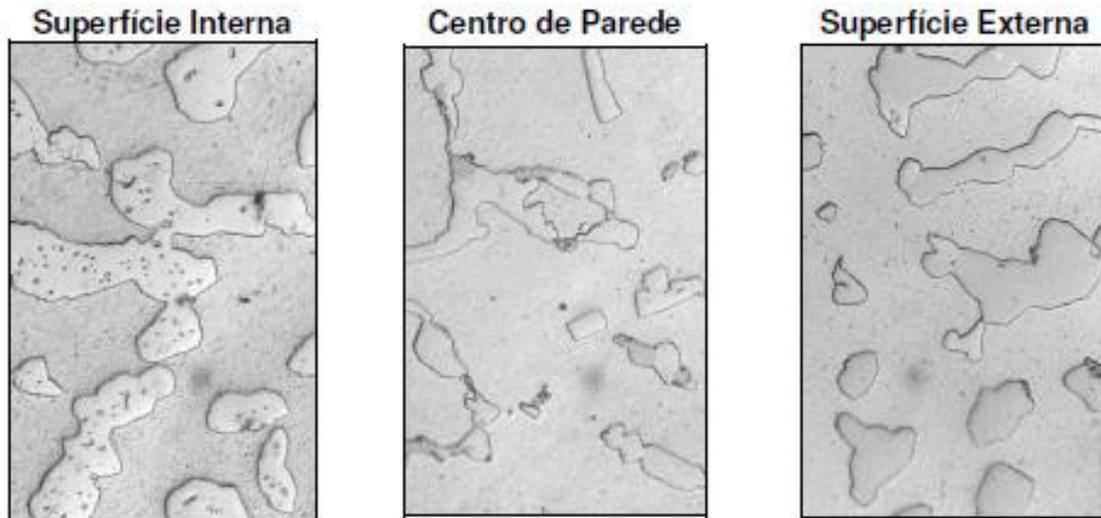


Figura 8 - Classificação de severidade de carburização, nível D. Adaptado de SILVEIRA [19].

- Nível E – Carburização severa:

Este nível não apresenta micrografias disponibilizada pelo autor da classificação (SILVEIRA em [19]). Porém estima-se que a presença de “carbeto pipoca” se estende até o centro da parede, e que haja um coalescimento mais intenso dos carbeto interdendríticos quando comparado ao nível D.

- Nível F – Vida extinta por carburização:

É o nível que representa a maior intensidade de transformações decorrentes da carburização, e os “carbeto pipoca” ocupam toda a espessura da parede. A confiabilidade da coluna se torna baixa, e a vida útil é considerada como extinta.

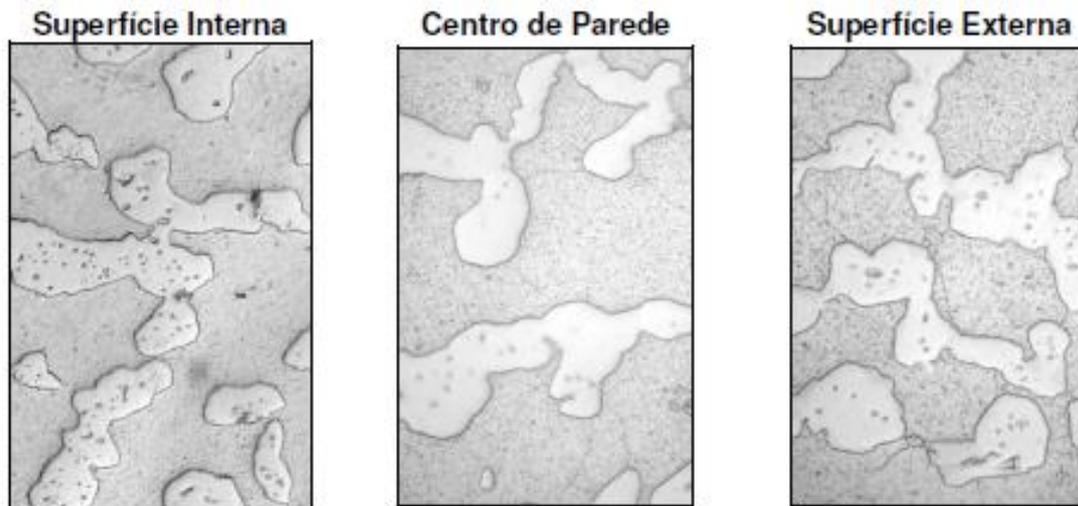


Figura 9 - Classificação de severidade de carburização, nível F. Adaptado de SILVEIRA [19].

2.5. Ultrassom

O ensaio não destrutivo de ultrassom é uma técnica importante dentro do extenso domínio que abrange os ensaios não destrutivos. Esta técnica normalmente é utilizada para inspeção de materiais, fornecendo informações como detecção de descontinuidades internas e avaliação de uma seção transversal (cálculo de espessura). Entretanto, o método também pode ser utilizado para caracterização de diversos materiais, principalmente aços carbono, determinando propriedades físicas, estrutura, tamanho de grão, e constantes elásticas [20,21].

O ensaio ultrassônico é aplicado em peças e materiais novos ou em serviço usados em toda a indústria, e como resultado, aplicações específicas foram desenvolvidas para cada situação. Alguns exemplos são: detecção de descontinuidades em estruturas fabricadas como fuselagens, tubulações e vasos de pressão, embarcações, pontes, motores; detecção de falha iminente em componentes submetidos a condições severas; e quantificar o nível ou presença de líquidos em componentes de parede única [20].

2.5.1. Vantagens e limitações

As técnicas de ensaio ultrassônico modernas oferecem os meios necessários para se realizar testes que demandam pouco tempo, em pequena ou grande escala, em materiais e estruturas encontradas em praticamente todos os setores da indústria.

Quando se alia a técnica adequada ao equipamento apropriado, o ensaio de ultrassom é altamente sensível, permitindo a detecção de descontinuidades muito pequenas, além de ser capaz de inspecionar grandes áreas e penetrar paredes espessas. A técnica pode ser realizada de forma manual ou automatizada, e fornece as informações necessárias para a medição precisa do tamanho e localização de defeitos, proporcionando a avaliação rápida de materiais e componentes [20,21].

Entretanto, o ensaio ultrassônico pode ser limitado pela geometria do componente (tamanho, contorno, rugosidade da superfície, complexidade e orientação do defeito), e pelas características estruturais do material (tamanho e orientação de grão, impedância acústica diferentes para matérias compósitos, entre outros). Faixas de espessura de paredes muito finas constituem uma dificuldade para o método. Como a maioria das técnicas de ensaio ultrassônico necessitam de algum acoplante entre o transdutor e a superfície inspecionada, a compatibilidade do componente com o acoplante pode ser um fator. Além disso, temperatura, nível de radiação, interferência elétrica, dentre outras variáveis podem afetar a efetividade do ensaio. Por fim, a limitação principal se dá por parte da habilidade do inspetor, pois a técnica requer grande conhecimento teórico e experiência [20,21].

2.5.2. Vibrações mecânicas e tipos de onda

O ensaio de ultrassom é realizado com o uso de ondas mecânicas ou acústicas inseridas no meio a ser inspecionado. Uma onda mecânica é formada por oscilações de partículas discretas do ambiente em que ela se propaga, onde a transferência de energia acústica pelo ambiente faz com que as partículas realizem um movimento de oscilação em torno da posição de equilíbrio, de forma que a amplitude do movimento será diminuída com o tempo, como consequência da perda de energia da onda [21].

Em materiais sólidos, as ondas podem se propagar em quatro modos principais que são baseados na forma que as partículas oscilam. O som pode se propagar como ondas longitudinais, transversais, superficiais, e em materiais finos na forma de ondas de Lamb. Ondas longitudinais e transversais são os dois modos de propagação mais utilizados no ensaio ultrassônico [22]. Os movimentos de partículas responsáveis pela propagação das ondas longitudinais e transversais são ilustradas abaixo:

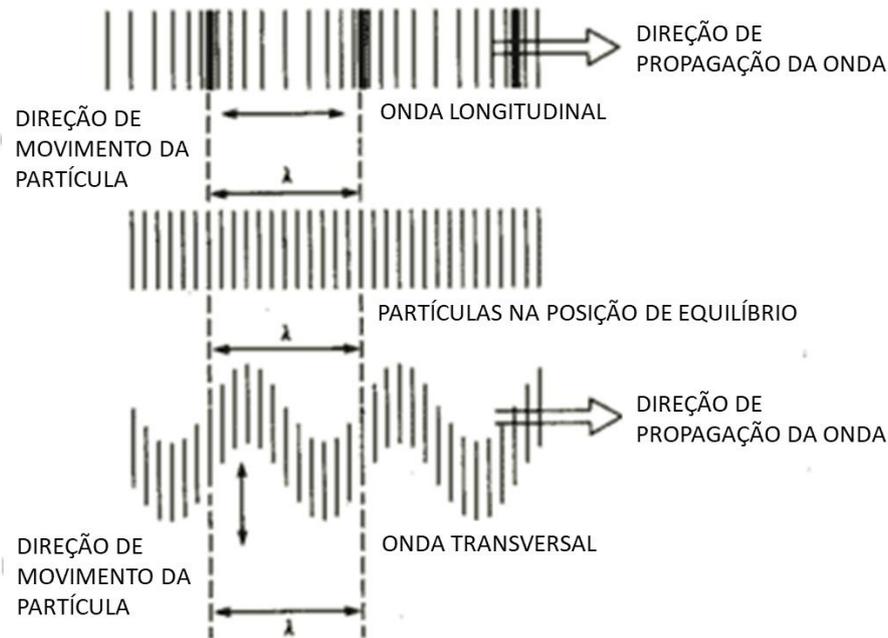


Figura 10 - Tipos de ondas. Adaptado de NDT Resource Center [22].

Em ondas longitudinais, as oscilações ocorrem na mesma direção da propagação da onda. Como forças de compressão e dilatação são ativas nestas ondas, elas também são chamadas de ondas de compressão. Estas ondas podem ser geradas tanto em sólidos quanto em líquidos, e em decorrência do processo de propagação, se propagam em alta velocidade [21,22].

Nas ondas transversais (ou de cisalhamento), as partículas oscilam na direção perpendicular à de propagação. Ondas transversais exigem materiais sólidos para que a onda propague de forma eficaz devido à sua natureza e, portanto, não se propagam de forma eficiente em líquidos e gases. Ondas transversais são usualmente geradas em materiais utilizando parte da energia das ondas longitudinais [21,22].

Ondas superficiais (ou de Rayleigh) percorrem a superfície de materiais sólidos de espessura relativamente grande, penetrando a uma profundidade correspondente à de um comprimento de onda [22]. Estas ondas combinam o movimento transversal e longitudinal, gerando um movimento elíptico como mostrado na Figura 11.

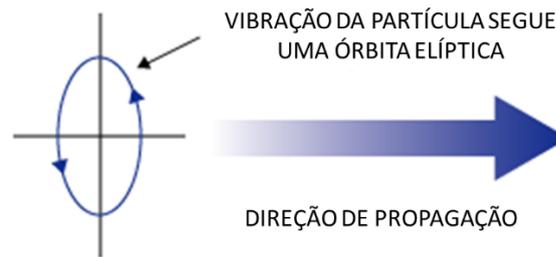


Figura 11 - Modo de vibração das ondas superficiais. Adaptado de NDT Resource Center [22].

Ondas superficiais são úteis pois são altamente sensíveis a defeitos de superfície, e elas acompanham as curvaturas do material inspecionado. Por essa razão, ondas superficiais podem ser usadas para inspecionar áreas que outras formas de onda teriam dificuldade de alcançar [22].

As ondas de Lamb são similares às ondas superficiais, exceto pelo fato de que elas só podem ser geradas em materiais finos, com a espessura equivalente a poucas vezes o tamanho do comprimento de onda. Estas ondas apresentam vibrações complexas que se propagam paralelas à superfície testada, ao longo da espessura do material. São muito úteis na inspeção de chapas, fios, e tubos de metal.

2.5.3. Comprimento de onda, velocidade e frequência

Dentre as propriedades de propagação de ondas em materiais sólidos isotrópicos encontram-se o comprimento de onda, a frequência, e a velocidade de propagação da onda no meio. O comprimento de onda é diretamente proporcional à velocidade e inversamente proporcional à frequência da onda, segundo a relação da equação 1 [22]:

$$\text{Comprimento de onda } (\lambda) = \frac{\text{Velocidade } (v)}{\text{Frequência } (f)} \quad (1)$$

Nos ensaios não destrutivos por ultrassom, o tamanho do comprimento de onda é um parâmetro muito importante na detecção de discontinuidades. Um comprimento de onda menor resultante de uma alta frequência, normalmente irá proporcionar a detecção de discontinuidades menores. A escolha do comprimento de onda utilizado em uma inspeção irá causar um efeito significativo na probabilidade de detecção de um defeito.

De um modo geral, uma descontinuidade deve ser pelo menos maior do que aproximadamente metade do comprimento de onda para ser detectada [22].

Entretanto, existem inúmeras variáveis que também afetam a habilidade do ensaio ultrassônico de detectar descontinuidades. Algumas delas serão discutidas com mais detalhes afrente.

2.5.4. Atenuação

Quando o som viaja através de um meio, sua intensidade diminui com a distância. Em materiais ideais, a amplitude do sinal sônico seria reduzida apenas pelo espalhamento da onda. Materiais reais, entretanto, produzem efeitos que enfraquecem ainda mais a propagação da onda. Este enfraquecimento resulta dos efeitos de dispersão e absorção [22].

O efeito de dispersão ocorre pela reflexão do som em direções diferentes da direção de propagação inicial. Este fenômeno acontece devido às heterogeneidades presentes na estrutura do material, sejam elas naturais ou produzidas por processos de fabricação. A absorção é a conversão da energia da onda sonora em outras formas de energia, e verifica-se sempre que uma vibração acústica atravessa um meio elástico, sendo então a energia cedida pela onda para que cada partícula do meio realize um movimento oscilatório [21,22].

O efeito combinado da dispersão e adsorção é chamado de atenuação sônica, e pode ser observado no ensaio de ultrassom pela taxa de decaimento da amplitude da onda conforme ela atravessa o material [22].

2.5.5. Impedância acústica, reflexão e transmissão

O som viaja através dos materiais sob a influência da pressão sônica. Como as moléculas e átomos de um sólido estão unidas umas às outras elasticamente, a pressão resulta na onda propagando-se ao longo do sólido [22].

A impedância acústica de um material é definida pela equação 2:

$$Z = \rho V \quad (2)$$

Onde:

Z : impedância acústica [kg/m²s];

ρ : massa específica [kg/m³];

V : velocidade do som [m/s].

Este parâmetro é importante em muitos aspectos, como na determinação da transmissão e reflexão acústica da fronteira entre dois materiais que possuem impedâncias diferentes, no planejamento de transdutores ultrassônicos, e na estimativa da absorção de som por um meio [22].

No caso de materiais com impedâncias acústicas diferentes, quanto maior for a diferença, maior será a porcentagem de energia ultrassônica que será refletida na interface entre os dois meios. Quando a impedância de ambos os materiais é conhecida, a fração da intensidade de onda incidente que é refletida e transmitida pode ser calculada com as equações 3 e 4:

$$R = \left(\frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \right)^2 \quad (3)$$

$$T = 1 - R \quad (4)$$

Onde:

R : Coeficiente de reflexão;

Z_1 e Z_2 : Impedância acústica dos meios 1 e 2 [Kg/m²s];

T : Coeficiente de transmissão.

Multiplicando-se o coeficiente de reflexão por 100, obtém-se a quantidade de energia refletida como uma porcentagem da energia original [21,22].

2.5.6. Acoplantes

O acoplante é uma substância (geralmente líquida) que facilita a transmissão da energia ultrassônica para a peça a ser inspecionada. Acoplantes são necessários devido à grande diferença entre as impedâncias acústicas do ar e de sólidos. Por esse motivo, praticamente toda a energia é refletida e muito pouco é transmitido ao material testado. O acoplante substitui o ar e permite que uma maior parcela da energia seja transmitida, de forma que obtém-se um sinal ultrassônico viável [22].

Os acoplantes são escolhidos baseados no tipo de peça e de material, rugosidade e acabamento superficial, condições técnicas, entre outros fatores [21].

2.5.7. Piezoeletricidade e transdutores

A conversão de pulsos elétricos para vibrações mecânicas, e vice-versa, é a base do ensaio de ultrassom. O elemento ativo é um material com polarização permanente, como o quartzo (SiO_2) e o titanato de bário (BaTiO_3), e eletrodos ligados a duas de suas faces, sendo elas opostas. Quando um campo elétrico é aplicado sobre o material, as moléculas polarizadas irão alinhar-se ao campo, causando uma mudança de dimensões do material. Adicionalmente, um campo elétrico será produzido quando as dimensões do material forem alteradas por uma força mecânica externa. Este fenômeno é conhecido como piezoeletricidade, e está ilustrado na Figura 12.

Cerâmicas piezoelétricas são os elementos ativos da maioria dos transdutores utilizados atualmente. Elas podem ser manufaturadas de forma a gerar ondas de diferentes modos e frequências [22].

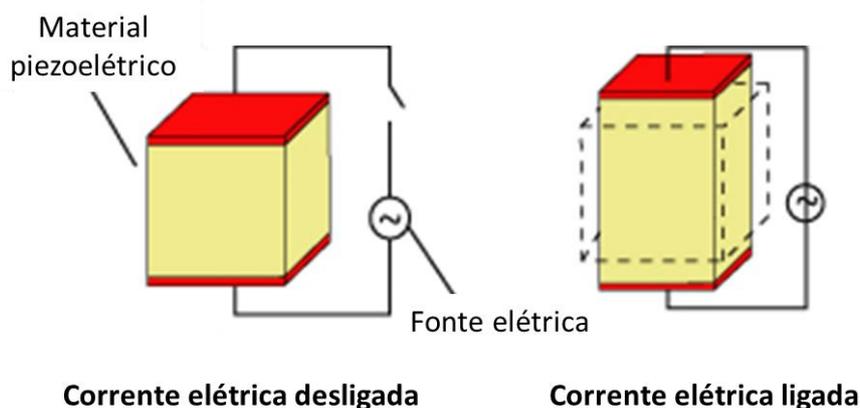


Figura 12 - Fenômeno da piezoeletricidade. Adaptado de NDT Resource Center [22].

Além do material piezoelétrico, os transdutores, também chamados de cabeçotes, são compostos por uma base de suporte (bloco amortecedor), eletrodos e a carcaça externa, e convertem sinais elétricos em vibrações mecânicas (emissor), e vibrações mecânicas em sinais elétricos (receptor) [21,22].

Transdutores podem ser fabricados para uma gama variada de aplicações, podendo ser feitos sob encomenda quando necessário. Eles são classificados em grupos de acordo com a aplicação, e podem ser de contato ou de imersão, normais ou angulares, monocristal ou duplo-cristal, entre outros [21,22].

2.5.8. Campo sônico

O ultrassom que emana de um transdutor não origina de apenas um ponto, mas da maior parte da superfície do elemento piezoelétrico. Um campo sônico típico é representado pela Figura 13 abaixo.

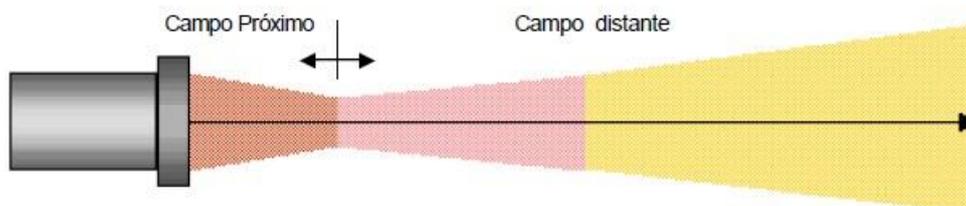


Figura 13 - Classificação teórica das zonas do campo sônico. Adaptado de ANDREUCCI [21].

Por originar de diversos pontos através da face do transdutor, a intensidade do ultrassom ao longo do feixe é afetada por interferências de ondas construtivas e destrutivas, levando a flutuações de intensidade na região próxima da fonte de emissão. Essa região é conhecida como campo próximo. Devido às variações acústicas dentro da região, torna-se difícil avaliar precisamente a presença de defeitos em materiais quando eles se encontram nesta área [22].

Afastando-se da fonte, as ondas se combinam para formar uma frente relativamente uniforme próximo ao fim do campo próximo. A região além do campo próximo onde o feixe ultrassônico é mais uniforme é chamado de campo distante. Nesta região, o feixe espalha de forma padronizada, originando do centro do transdutor. A distância de transição entre o campo próximo e o distante, de extensão N , depende de parâmetros como o tamanho do cristal piezoelétrico, e do comprimento de onda, podendo ser calculado [21,22].

2.5.9. Técnicas de inspeção

Materiais podem ser inspecionados por ultrassom através de duas técnicas principais: a técnica de pulso-eco, e a de transparência [21].

A técnica de pulso-eco utiliza apenas um transdutor, que é responsável simultaneamente pela emissão e recepção das ondas ultrassônicas que se propagam

pelo material. Dessa forma, o transdutor é acoplado somente em um dos lados da peça inspecionada, podendo-se verificar a profundidade do defeito, suas dimensões, e localização. A Figura 14 exemplifica a metodologia da técnica [21].

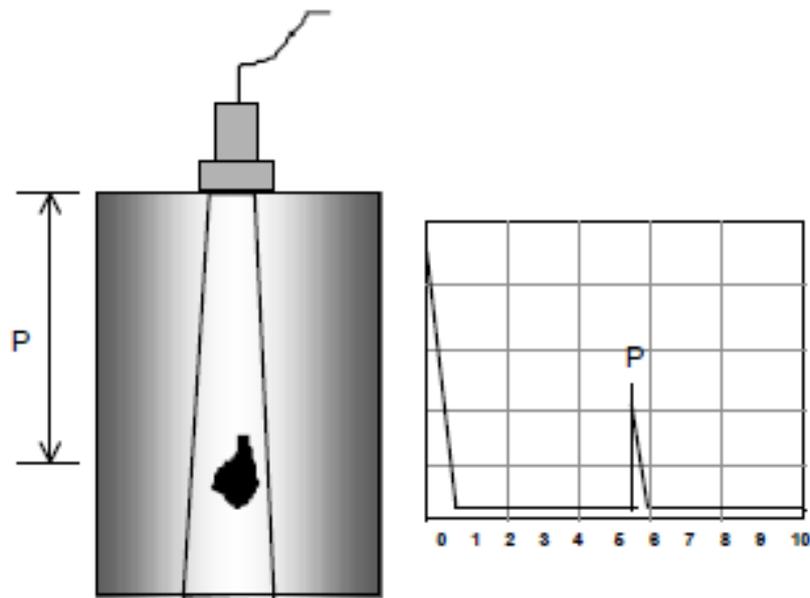


Figura 14 - Técnica de pulso-eco. Adaptado de ANDREUCCI [21].

Já na técnica de transparência, são utilizados dois transdutores separados, um responsável por emitir a onda, e outro por receber, havendo assim a necessidade de acoplar transdutores alinhados nos dois lados da peça. Esse método é apenas utilizado para verificar se a peça está íntegra ou não, pois não se pode determinar a posição nem dimensão da descontinuidade. A avaliação estabelece um critério comparativo em relação a peças sem descontinuidades [21].

2.5.10. Formas de apresentação da inspeção ultrassônica

O mostrador de um aparelho de ultrassom pode apresentar a seção inspecionada de uma peça de três formas básicas: A-scan, B-scan e C-scan. Para cada tipo de apresentação, o aparelho deve incorporar circuitos eletrônicos especiais que permitam a sua visualização [21].

Na forma de apresentação A-scan, sendo essa a mais tradicional, a tela do aparelho exibe os ecos de fundo de reflexão, onde o eixo de base horizontal do gráfico mostra o tempo decorrido, e o vertical mostra a amplitude do sinal. Esse tipo de

apresentação permite a determinação de espessura de peças, profundidade e tamanho de descontinuidades, velocidade ultrassônica do material e módulo elástico, atenuação, espalhamento do feixe, dentre outros fatores [20,21].

Quando há o interesse de inspecionar o formato ou a distribuição de descontinuidades em uma peça, a apresentação B-scan é a mais útil. Neste caso, é mostrada a seção transversal da peça, e a sua visualização é feita em corte. É usada principalmente para análise e corrosão em peças, e tubos e chapas, pois o perfil da espessura pode ser diretamente visualizado [20,21].

Sincronizando a posição de exibição do aparelho com o movimento de escaneamento do transdutor ao longo de duas coordenadas, uma vista de cima do objeto inspecionado, conhecida como vista em planta, pode ser criada. Esta é a apresentação C-scan [20,21].

3. Materiais e Métodos

3.1. Amostras

O presente trabalho utilizou como material de estudo amostras retiradas de um tubo de reforma extraído de campo, após aproximadamente 130.000 horas de operação. Em dissertação realizada por LÓPEZ [18], que fez uso das mesmas amostras usadas no presente trabalho, foi feita a análise química seguindo as normas vigentes para determinar a composição da liga de aço HP que constitui o tubo de reforma. A Tabela 2 apresenta a porcentagem em massa dos elementos existentes na liga.

Tabela 2 - Composição química do tubo de reforma estudado. Adaptado de LÓPEZ [18].

<i>Elemento</i>	<i>Porcentagem massa [%]</i>
<i>Carbono (C)</i>	$0,52 \pm 0,03$
<i>Silício (Si)</i>	$1,89 \pm 0,01$
<i>Manganês (Mn)</i>	$1,26 \pm 0,01$
<i>Fósforo (P)</i>	$0,023 \pm 0,001$
<i>Enxofre (S)</i>	$0,012 \pm 0,002$
<i>Cromo (Cr)</i>	$26,1 \pm 0,1$
<i>Níquel (Ni)</i>	$34,3 \pm 0,1$
<i>Molibdênio (Mo)</i>	$0,018 \pm 0,001$
<i>Vanádio (V)</i>	$0,044 \pm 0,001$
<i>Cobre (Cu)</i>	$0,044 \pm 0,001$
<i>Estanho (Sn)</i>	$<0,010$
<i>Titânio (Ti)</i>	$<0,010$
<i>Nióbio (Nb)</i>	$1,26 \pm 0,01$
<i>Cobalto (Co)</i>	$0,061 \pm 0,001$
<i>Tungstênio (W)</i>	$0,044 \pm 0,002$

O tubo apresenta variação microestrutural ao longo do comprimento, e as duas amostras foram retiradas de diferentes trechos da coluna. Elas consistem em seções de tubos de 200 mm de comprimento e medidas aproximadamente idênticas de diâmetro interno e externo (101 mm e 133 mm, respectivamente), e espessura (16 mm), assim como o mesmo estado de envelhecimento, mas cada uma com um grau diferente de carburização. Não foi possível a obtenção de uma amostra sem qualquer deterioração causada pelo fenômeno da carburização. A Figura 15 apresenta a região aproximada de onde foram retiradas as amostras, assim como os respectivos estados de

envelhecimento e níveis de carburização, onde a classificação inicial foi realizada por microscopia ótica e baseada em critérios estabelecidos por LÓPEZ [18] em seu trabalho.

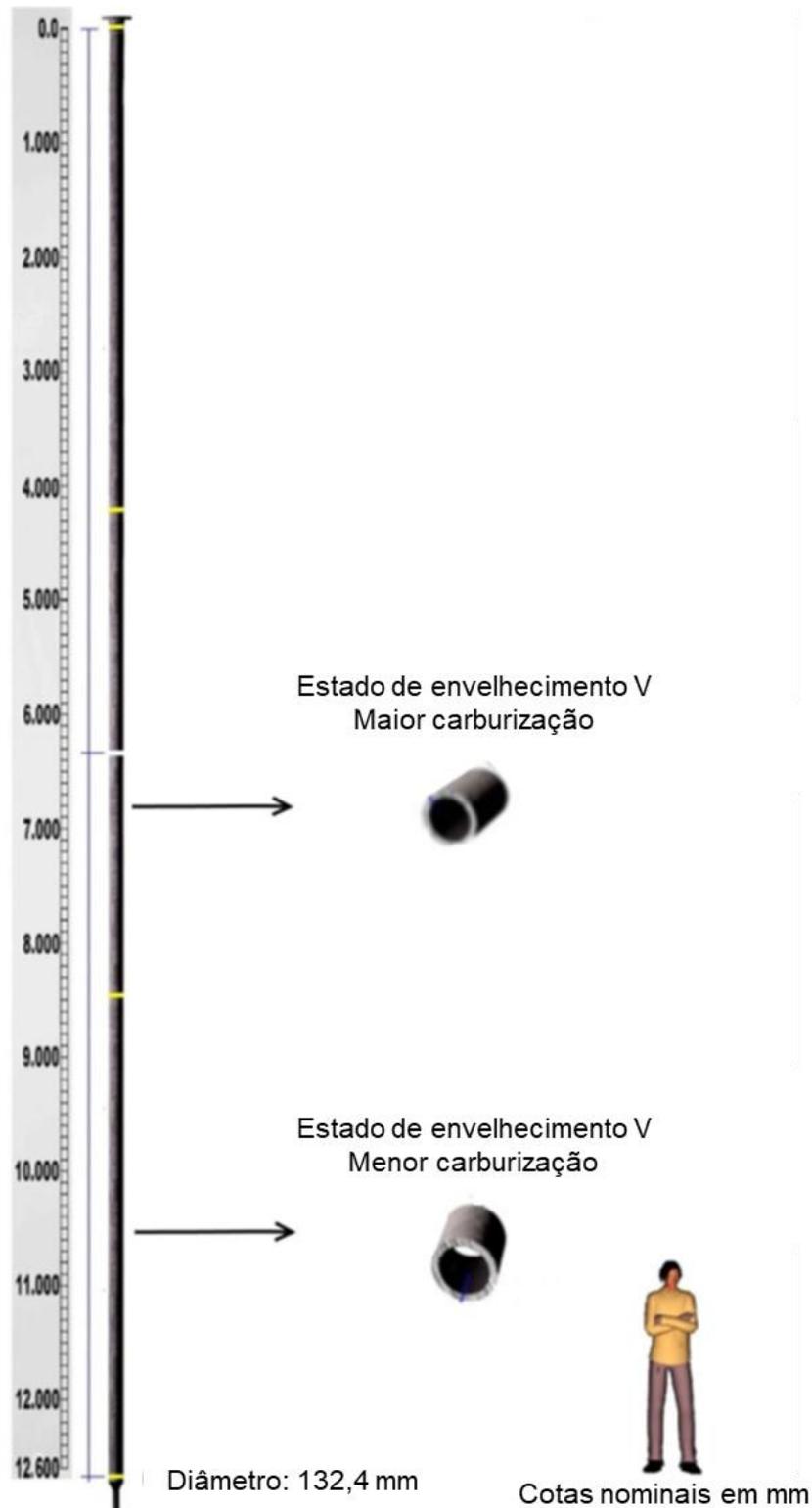


Figura 15 - Ilustração descritiva da origem das amostras. Os estados de envelhecimento e níveis de carburização estão assinalados. Adaptado de LÓPEZ [18].

3.1.1. Metalografia

Como foi descrito anteriormente, a carburização muda a microestrutura do aço, criando novos carbeto ou favorecendo a coalescência dos existentes, especialmente na região próxima à parede interna da coluna. As micrografias apresentadas por LÓPEZ em seu trabalho [18] obtidas mediante microscopia eletrônica de varredura foram capazes de diferenciar uma microestrutura sem carburização e uma microestrutura carburizada.

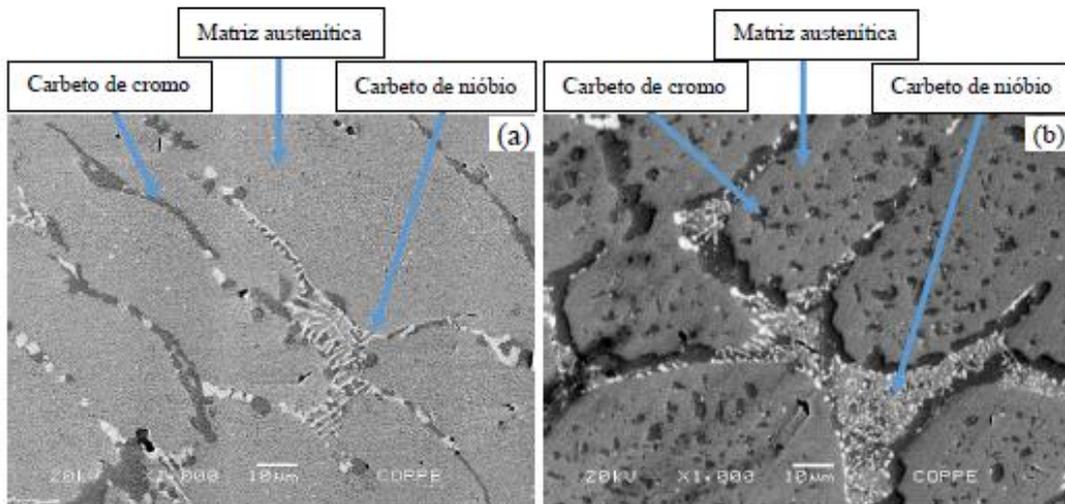


Figura 16 - Comparação da microestrutura interna de um corpo de prova de aço HP com estado de envelhecimento V. (a) Região próxima à parede externa sem carburização. (b) Região próxima à parede interna com carburização. Adaptado de LÓPEZ [18].

3.1.2. Ensaio de ferrofluido

O trabalho de LÓPEZ [18] realizou a caracterização das amostras de diversas formas. Além das metalografias por microscopia eletrônica de varredura, ensaios de ferrofluido permitiram a construção de um mosaico que evidencia o nível de deterioração causado pela carburização em cada uma das amostras. O ferrofluido é uma solução de nanopartículas magnéticas (geralmente hematita ou magnetita), e cada partícula apresenta o comportamento de um único domínio magnético. Assim, os momentos magnéticos de todos os átomos que compõem as partículas ficam alinhados numa única direção, comportando-se como um material superparamagnético. Estas partículas ficam suspensas normalmente num solvente orgânico, ou água, e são revestidas por tensoativos que impedem sua aglomeração. Esta técnica é utilizada para a caracterização magnética de peças e amostras, revelando seus domínios [18].

Devido ao processo de carburização, a precipitação de carbeto de cromo na região próxima a parede interna resulta em uma matriz austenítica empobrecida em Cr. Este fenômeno gera um comportamento ferromagnético na região afetada, em contraponto ao comportamento de natureza paramagnética da matriz [23]. Desta forma, o ensaio de ferrofluido se mostrou eficaz na revelação das regiões com comportamento ferromagnético. O resultado é apresentado na Figura 17 onde foram cotadas as espessuras das camadas de óxido e coque depositados na parede interna, e a espessura da região carburizada [18].

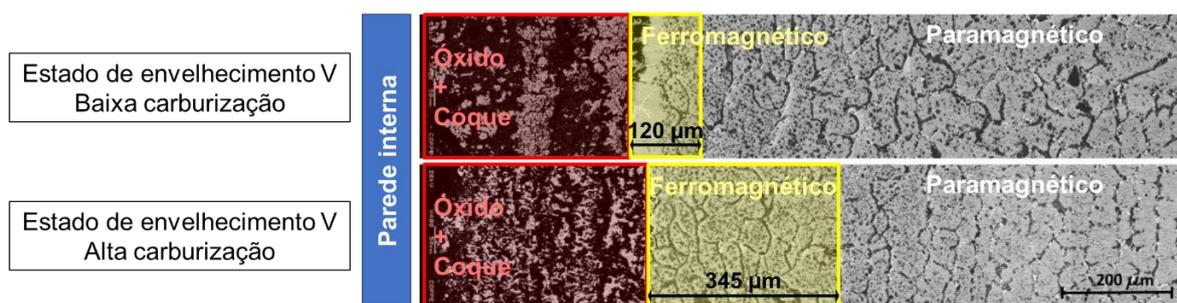


Figura 17 – Metalografias MEV com magnificação de 400x de aço HP carburizado na região próxima à parede interna. Adaptado de LÓPEZ [18].

Considerando os resultados obtidos, os critérios adotados para a identificação das amostras foram baseados na extensão da região com comportamento ferromagnético causada pela carburização. Portanto, a classificação que será utilizada nos ensaios seguintes e nas medidas experimentais receberá a nomenclatura apresentada na Tabela 3.

Tabela 3 - Designação utilizada para as amostras.

Estado de envelhecimento	Extensão da microestrutura ferromagnética	Classificação	Nomenclatura adotada
V	120 µm	Menor carburização	Amostra A
V	345 µm	Maior carburização	Amostra B

3.2. Ensaio ultrassônico

Afim de realizar o ensaio não destrutivo ultrassônico, os corpos de prova foram preparados elaborando-se uma grade vermelha como mapa de referência espacial, usado em todas as inspeções realizadas. A amostra foi dividida em 16 colunas de marcação numérica, e 7 fileiras em ordem alfabética, como é observado na Figura 18.a. A Figura 18.b exibe a vista de topo das amostras. Com o intuito de obter dados representativos da amostra como um todo, foram escolhidas as regiões 4, 8, 12 e 16 entre as fileiras B e F para a tomada de dados da inspeção.

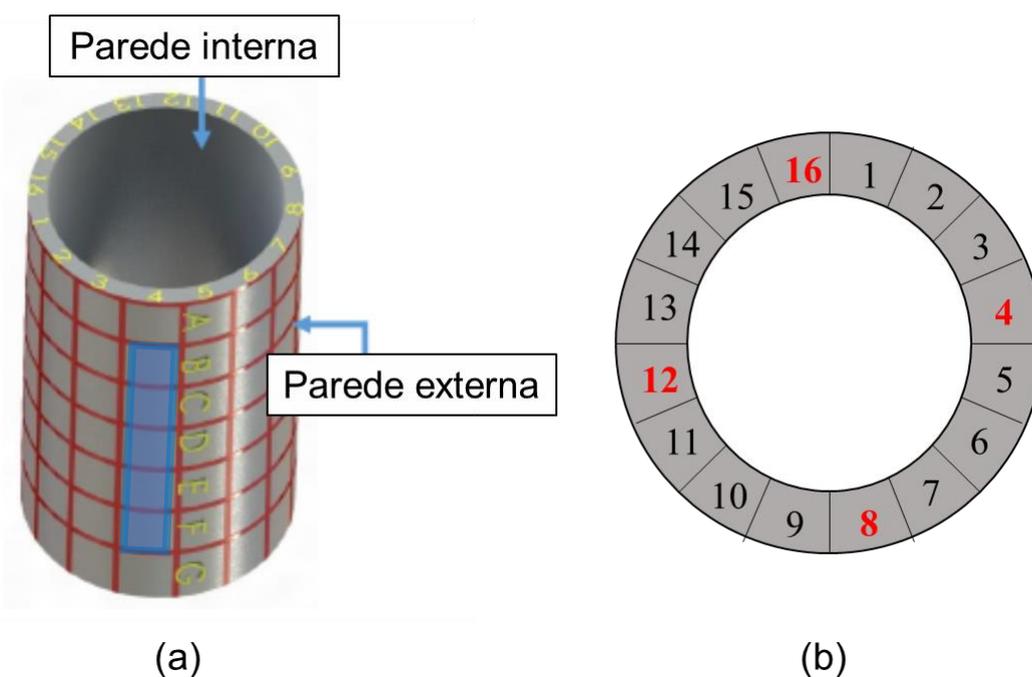


Figura 18 - Representação das amostras. A figura (a) mostra como a grade para referência espacial foi feita, com a coluna marcada em azul indicando a região de inspeção. A figura (b) mostra a vista de topo, evidenciando pelos números em vermelho as regiões que foram escolhidas para serem inspecionadas pelo ensaio ultrassônico. Adaptado de LÓPEZ [18].

A caracterização dos níveis de carburização foi feita através da aquisição de sinais A-scan utilizando o equipamento de ultrassom convencional da empresa *Sonotron NDT*, modelo *Isonic 2005*, em conjunto com um osciloscópio da marca *Keysight*, modelo *MSOX 4024A*, usado na digitalização do sinal ultrassônico e interface com o *software* de processamento de sinais.

Foi utilizado um transdutor de frequência central na faixa de $1.6 \text{ MHz} \pm 50\%$ não focalizado, com largura de banda para queda de 6dB maior ou igual a 65%, diâmetro efetivo de 12.7 mm e comprimento de 70 mm, da empresa *Imasonic*. A escolha deste

transdutor foi baseada em medidas experimentais realizadas por SIQUEIRA [3] em sua pesquisa, que mostram que este apresentava a melhor relação sinal-ruído comparado aos outros transdutores presentes no laboratório LNDC, local onde o presente trabalho foi realizado. Além disso, ensaios anteriores realizados utilizando-se frequências mais elevadas mostraram-se ineficazes devido à característica atenuante da microestrutura do aço HP. A técnica utilizada para a inspeção foi a de pulso-eco por contato, usando mel como acoplante dado a sua elevada viscosidade. Os parâmetros usados nos ensaios são apresentados a seguir na Tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros utilizados na aquisição do sinal A-scan.

Parâmetros	Valores
Ganho	40 dB
Filtro	Banda larga
Frequência	0,35 - 5,2 MHz
PRF	450 Hz
Damping	25 Ω
Largura do pulso	200 ns
Zero do cabeçote	0 μ s

A metodologia empregada para a execução do ensaio foi feita da seguinte forma: após ajuste dos parâmetros exibidos na Tabela 4, os sinais referentes às regiões previamente definidas (colunas 4, 8, 12, e 16, entre as fileiras B e F) foram coletados pelo equipamento de ultrassom e salvos pelo osciloscópio como arquivos do formato *.csv* (*Comma Separated Values*) para posterior análise e processamento. Foram obtidas 30 medidas de cada região, totalizando 120 medidas para cada amostra. Uma ilustração da montagem experimental pode ser vista na Figura 19.

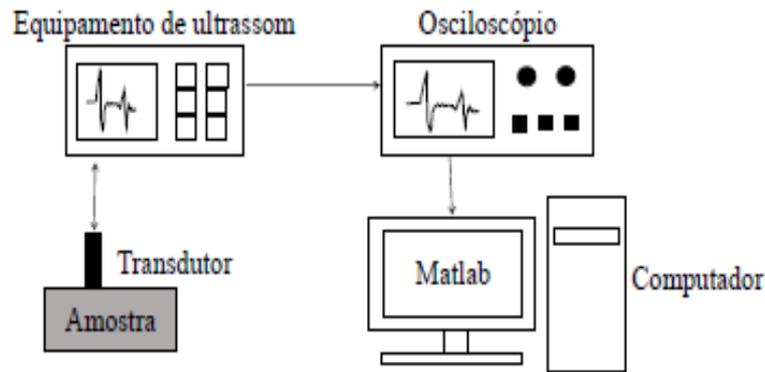


Figura 19 - Montagem experimental utilizada para obtenção dos sinais ultrassônicos.

3.3. Processamento de Sinais

O reconhecimento dos ecos de fundo de um sinal A-scan é de suma importância para as análises que serão feitas a seguir. O transdutor utilizado produz um campo sônico que contém regiões de zona morta e campo próximo muito longos, causando interferência à região do primeiro eco de fundo do espectro ultrassônico. A Figura 20 apresenta o perfil do A-scan gerado pelo transdutor em inspeção de amostras semelhantes às usadas neste trabalho, apresentando a localização dos ecos de fundo.

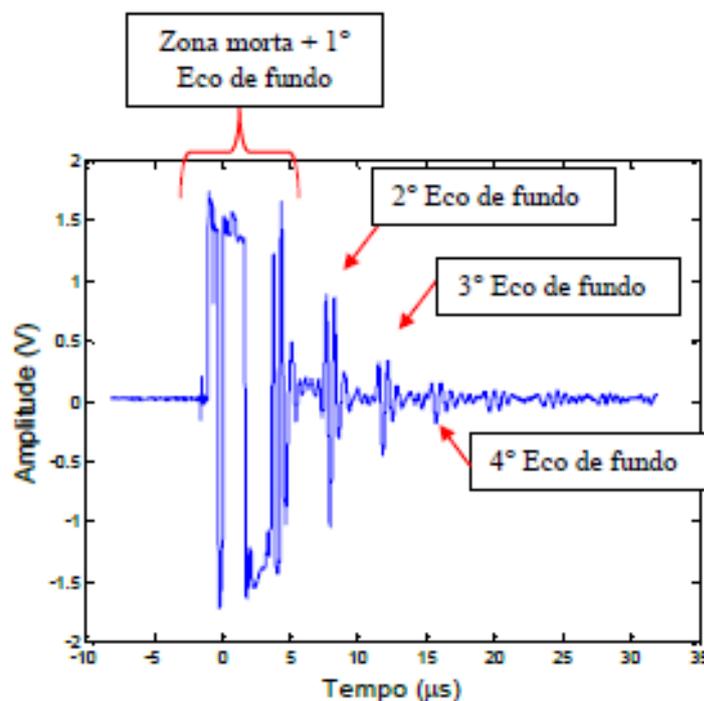


Figura 20 - Sinal A-scan assinalando a localização dos ecos de fundo. Adaptado de SIQUEIRA [3].

Sendo assim, julgou-se mais sensato a exclusão da parte do espectro anterior ao segundo eco de fundo para a aquisição de dados. A Figura 21 mostra o perfil dos espectros aquisitados durante as inspeções do presente estudo.

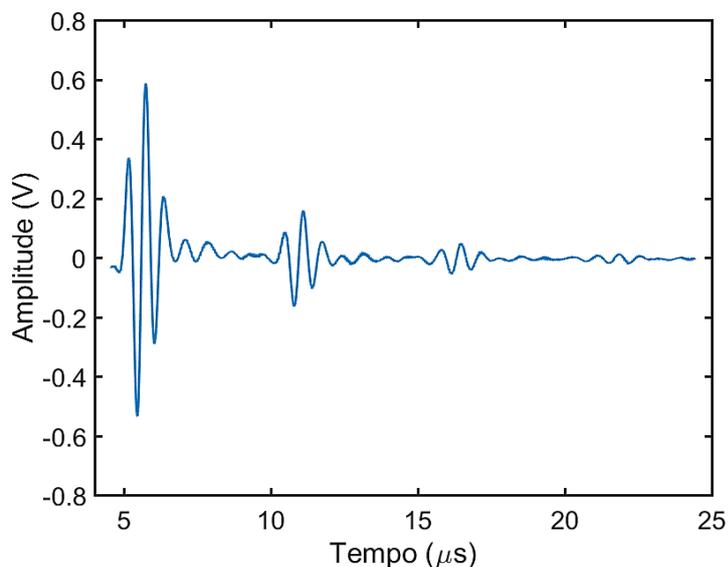


Figura 21 - Sinal A-scan com espectro a partir do segundo eco de fundo.

A partir da aquisição dos sinais ultrassônicos, os dados salvos em formato .csv foram exportados para uma rotina desenvolvida em ambiente *Matlab*. Primeiramente foi implementada a correlação cruzada dos 30 sinais A-scan de cada região, com o propósito de corrigir a defasagem entre os sinais. A função correlação cruzada é capaz de medir a relação linear entre dois ou mais sinais, como também pode indicar o atraso (*time delay*) entre eles [24].

Em seguida, foi realizada a médias destes 30 sinais, afim de se obter um único sinal representativo que cada uma das 4 regiões, tanto para a amostra A como para a amostra B. A média dos sinais desempenha uma filtragem suave nos dados, eliminando alguns ruídos eletrônicos presentes.

Com o intuito de facilitar o entendimento, o esquema apresentado pela Figura 22 representa de forma simplificada as etapas do processamento realizado.

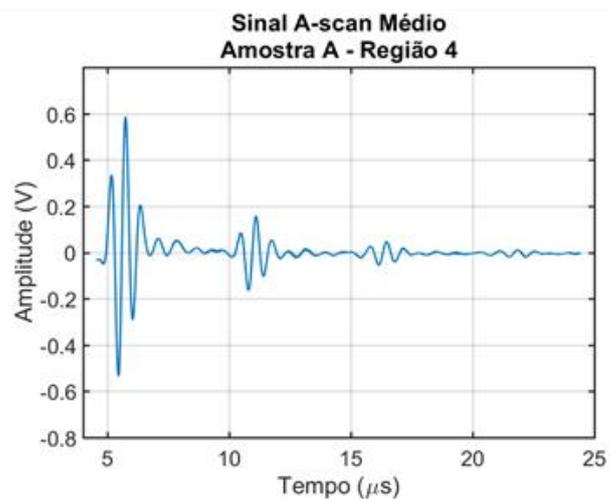
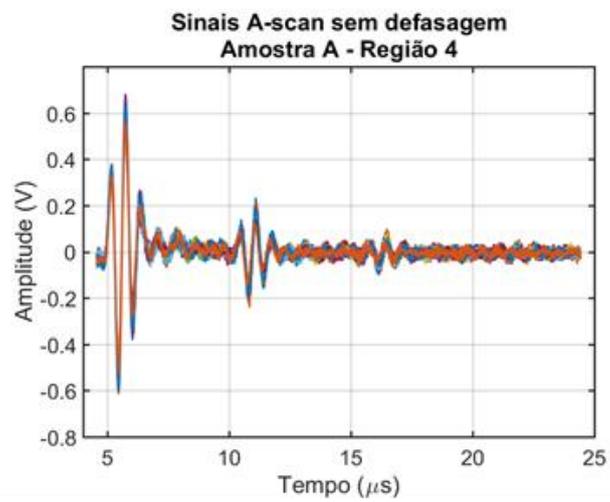
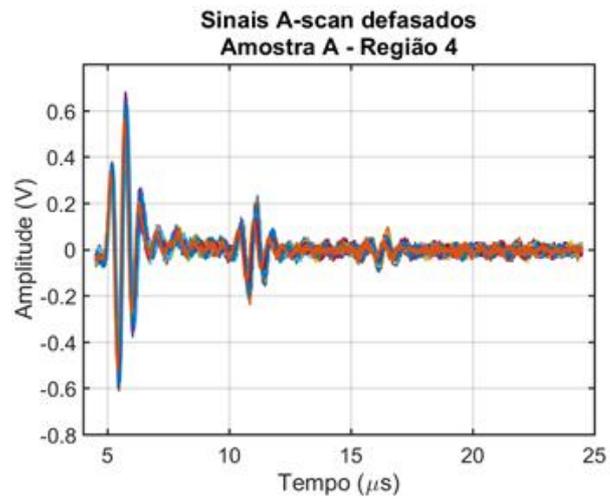


Figura 22 - Etapas do processamento de dados para o cálculo do sinal A-scan médio.

4. Resultados e Discussão

4.1. Sinais A-scan das amostras de aço HP

Com o propósito de comparar as duas amostras estudadas e estabelecer a correlação entre elas, torna-se necessário em primeiro lugar verificar a distribuição das variáveis que compõem estas amostras. Tendo um conjunto de dados quaisquer, a sua distribuição pode ser avaliada através de análises gráficas.

A partir das informações adquiridas dos ensaios ultrassônicos, obteve-se o sinal médio referente a cada região para cada amostra. Os resultados serão apresentados nas figuras seguintes. A Figura 23 apresenta os resultados da análise das regiões predeterminadas da amostra A.

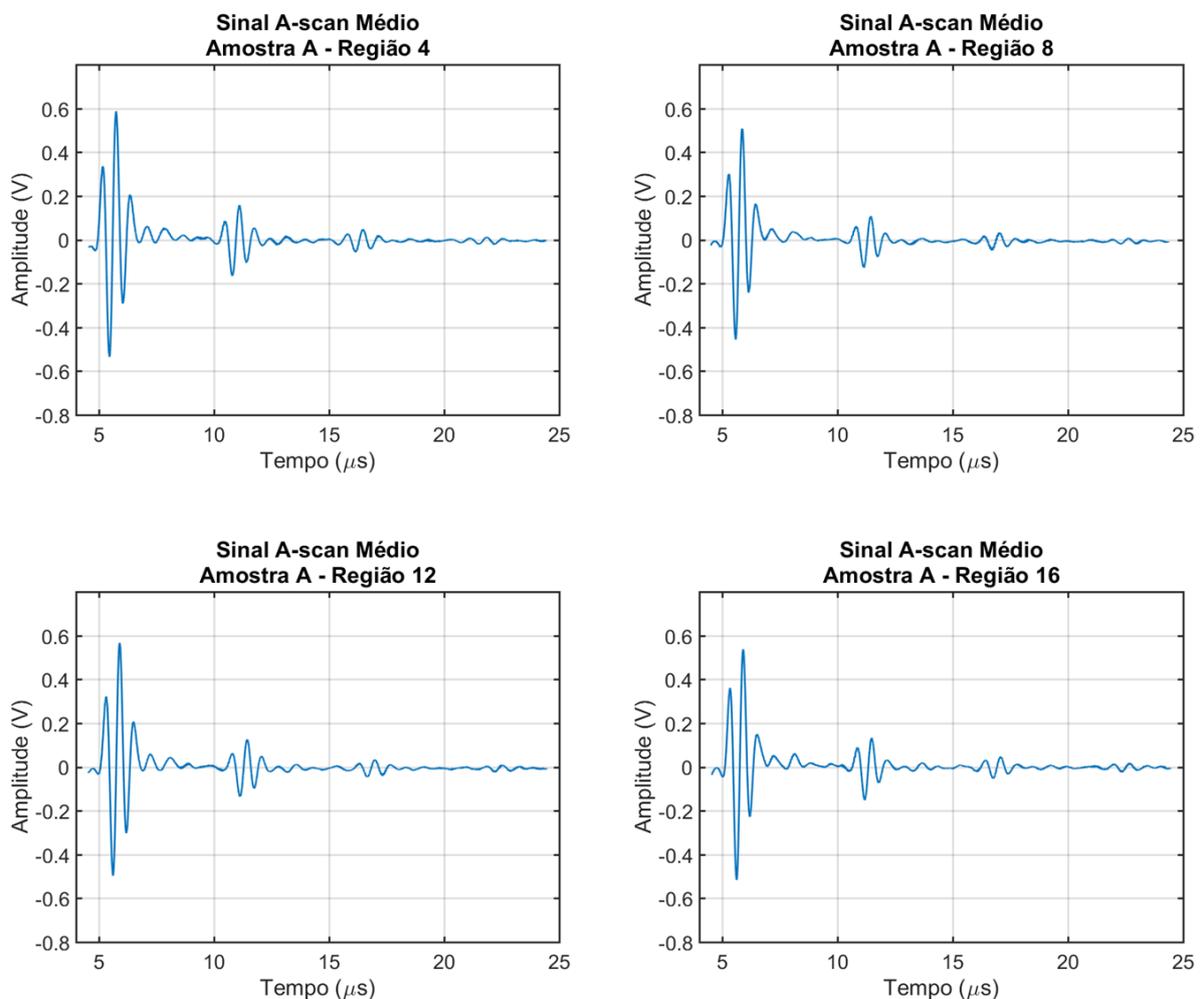


Figura 23 - Perfis dos A-scans médios provenientes de regiões 4, 8, 12 e 16 da amostra A.

Em uma avaliação visual primária, os perfis dos espectros ultrassônicos analisados não se diferenciam muito uns dos outros entre as regiões da amostra A,

exceto pela variação de amplitude do sinal. Isto apresenta um indício de uniformidade na microestrutura da amostra.

A Figura 24 exibe os resultados obtidos pela análise da amostra B.

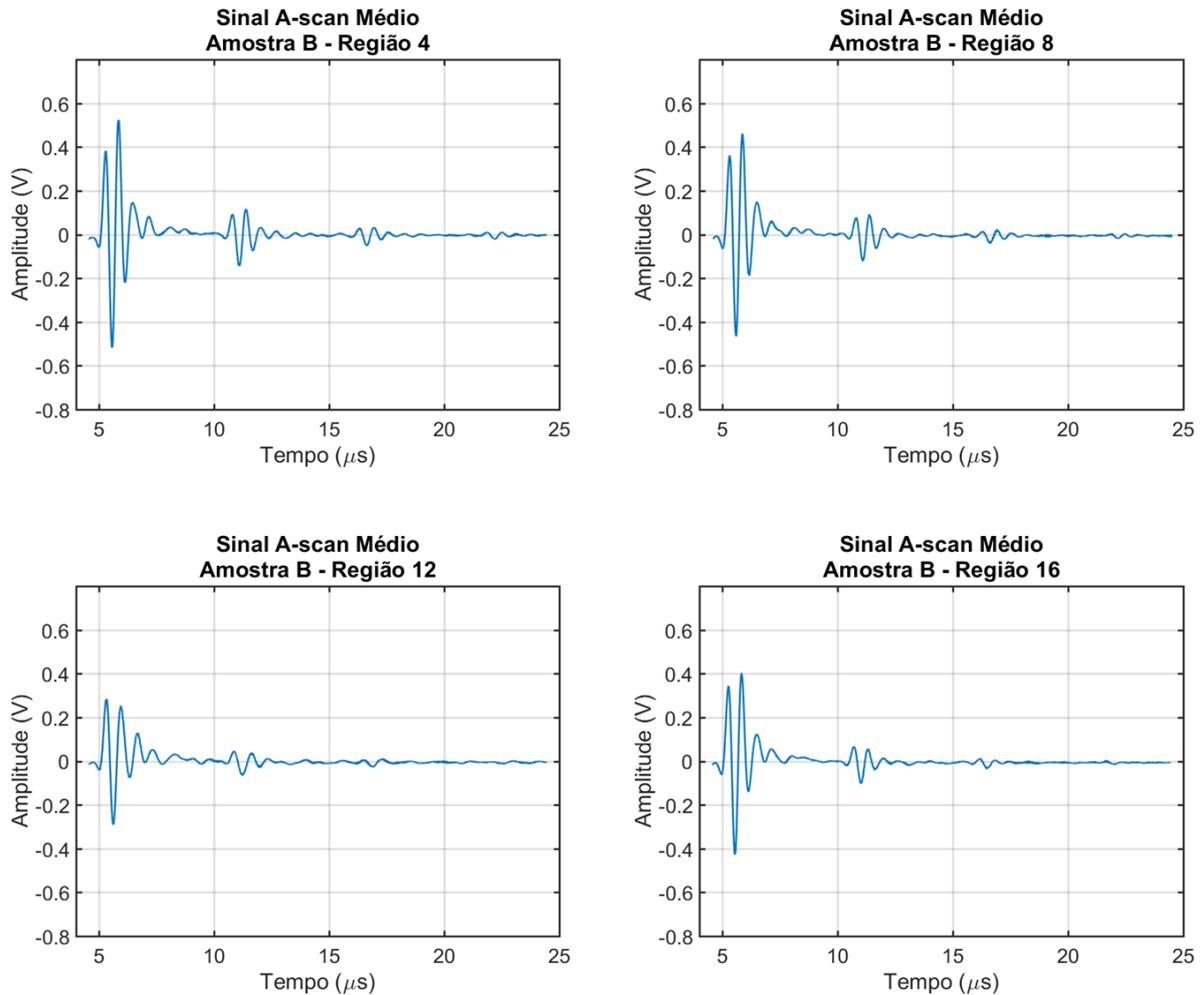


Figura 24 - Perfis dos A-scans médios provenientes de regiões 4, 8, 12 e 16 da amostra B.

Assim como para a amostra A, os sinais ultrassônicos da amostra B apresentam grande similaridade entre as regiões, exceto pela região 12 que apresenta valores de amplitude bem inferiores quando comparada às demais. Pode-se levantar a hipótese de que este seria um indicativo de alguma alteração microestrutural presente somente nesta região, resultando em uma maior atenuação da onda ultrassônica.

Com o propósito de refinar a análise dos sinais, foi selecionado do conjunto total de dados do sinal A-scan o trecho que corresponde especificamente à região carburizada da microestrutura, visando detectar os efeitos resultantes desse fenômeno com mais precisão. Como exemplo, a Figura 25 mostra o trecho do sinal A-scan referido, correspondente à região ao redor do eco de fundo, para a região 4 da amostra A. O

janelamento foi feito realizando-se cálculos para que a região compreendida englobasse a espessura carburizada juntamente com parte do eco de fundo.

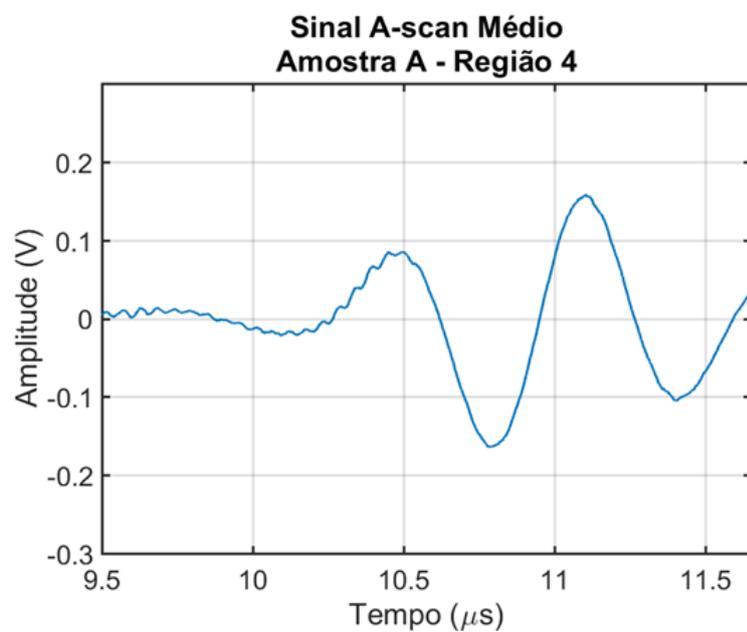
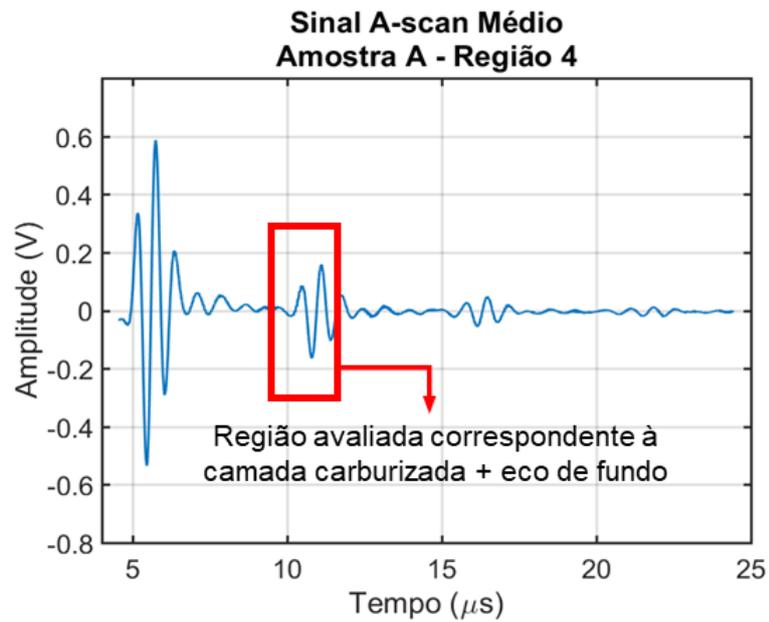


Figura 25 - Seleção do trecho do espectro ultrassônico correspondente à região carburizada.

O mesmo procedimento foi repetido para as demais regiões da amostra A e as médias foram plotadas em um mesmo gráfico, apresentado na Figura 26.

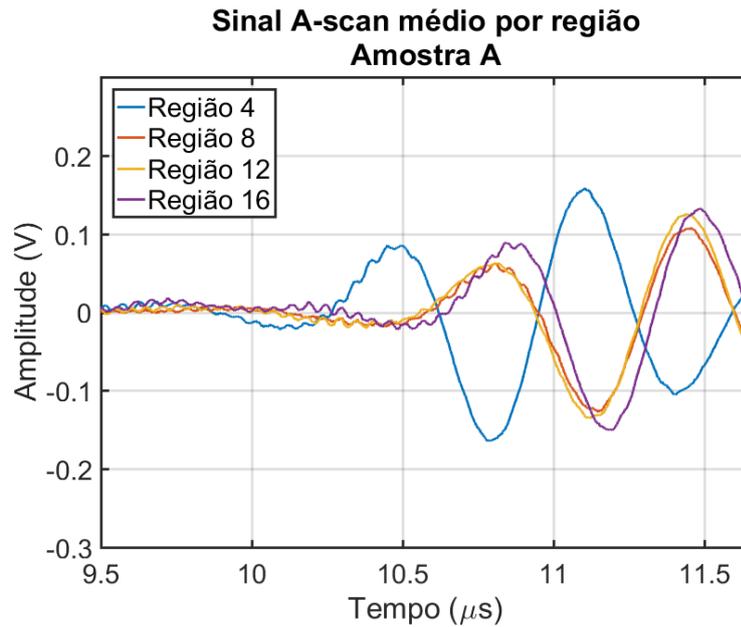


Figura 26 - Comparação dos A-scans por região da amostra A.

A mesma metodologia foi aplicada para a amostra B. As médias das medidas de cada região foram plotadas e o gráfico com os A-scans pode ser observado a seguir, na Figura 27.

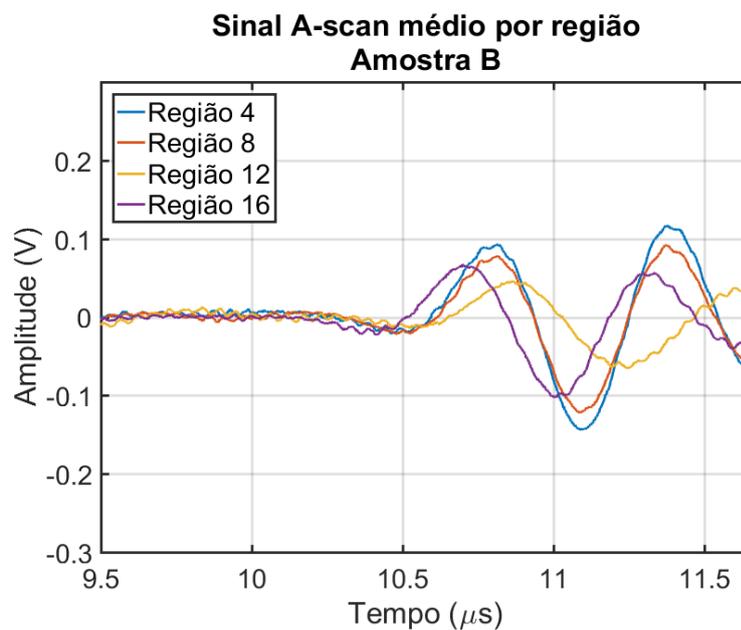


Figura 27 - Comparação dos A-scans por região da amostra B.

A partir da avaliação dos sinais ultrassônicos presentes nos gráficos, pode-se observar um perfil espectral bastante similar em cada amostra, e mesmo entre as amostras. Entretanto vale ressaltar o comportamento fora de um aparente padrão da região 4, na amostra A. A hipótese levantada é a de que essa discrepância provém de uma região com características distintas das demais regiões ou de algum erro experimental sistemático, visto que foram as primeiras medidas tomadas no processo de aquisição de sinais A-scans. Porém, tal divergência não é observada nas demais medidas.

Como aparentemente não há meios de discriminar os sinais entre si, o que se fez posteriormente foi traçar os sinais A-scans médios de cada amostra, calculados fazendo-se a médias entre as quatro regiões inspecionadas, e compará-las. A Figura 28 exibe o resultado.

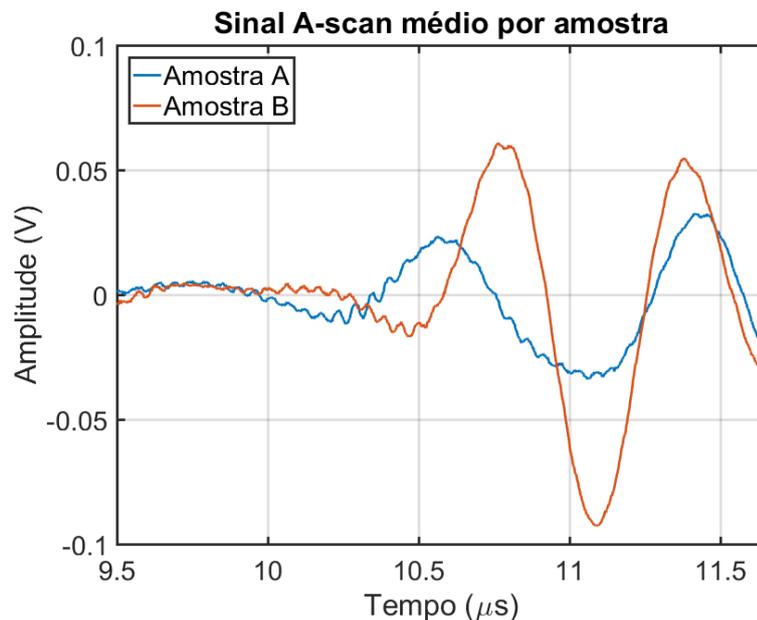


Figura 28 - Comparação dos A-scans médios das duas amostras.

A partir da avaliação visual dos sinais ultrassônicos, a diferenciação entre os espectros apresentados para as duas amostras se mostra inconclusivo. Com o objetivo de traçar um comparativo entre os resultados alcançados e chegar-se à uma conclusão, foi realizado um estudo estatístico sobre as amostragens.

4.2. Análise estatística

Métodos estatísticos são utilizados para verificar se conjuntos de dados podem ser considerados equivalentes (iguais estatisticamente) ou se são diferentes. No presente trabalho, o objetivo de tais métodos é verificar se os comportamentos das amostras A e B perante ensaios de ultrassom são diferentes. Caso sejam diferentes, abre-se a possibilidade de que essa diferença se deve às diferentes espessuras de camadas carburizadas, possibilitando distinguir as amostras através da técnica testada.

Existe uma vasta gama de testes estatísticos que podem ser utilizados, mas algumas limitações frente aos seus usos são observadas. As diferenças começam no tipo de distribuição que os dados seguem. Logo, é de suma importância reconhecer o tipo de comportamento dos dados para que se possa tratá-los da forma adequada.

Observando as representações gráficas dos sinais ultrassônicos, nota-se um formato senoidal não indicativo de uma distribuição normal. Calculando-se parâmetros da estatística descritiva, observa-se valores médios ordens de grandeza menores quando comparados aos seus desvios padrão, apresentados na Tabela 5. Isto é uma característica apresentada pelas curvas senoidais, que variam em torno de uma média, mas possuem desvios padrão superiores à média.

Tabela 5 - Parâmetros de estatística descritiva das amostras A e B. Resultados obtidos utilizando ferramenta do software Excel.

<i>Amostra A</i>		<i>Amostra B</i>	
Média	0,002278605	Média	0,003218825
Erro padrão	0,000675774	Erro padrão	0,000675816
Mediana	-0,004797769	Mediana	-0,003849373
Modo	-0,006471409	Modo	-0,007085077
Desvio padrão	0,064109591	Desvio padrão	0,064113577
Variância da amostra	0,00411004	Variância da amostra	0,004110551
Curtose	18,8249345	Curtose	19,87289345
Assimetria	1,210283745	Assimetria	0,781322196
Intervalo	0,789679243	Intervalo	0,793863343
Mínimo	-0,372942828	Mínimo	-0,408368213
Máximo	0,416736414	Máximo	0,38549513
Soma	20,50744831	Soma	28,96942904
Contagem	9000	Contagem	9000
Nível de confiança(95,0%)	0,001324672	Nível de confiança(95,0%)	0,001324754

Fazendo uso dos parâmetros calculados acima, uma verificação gráfica foi feita plotando-se as curvas de A-scan médio juntamente com os seus respectivos desvios padrão, mostrada na Figura 29.

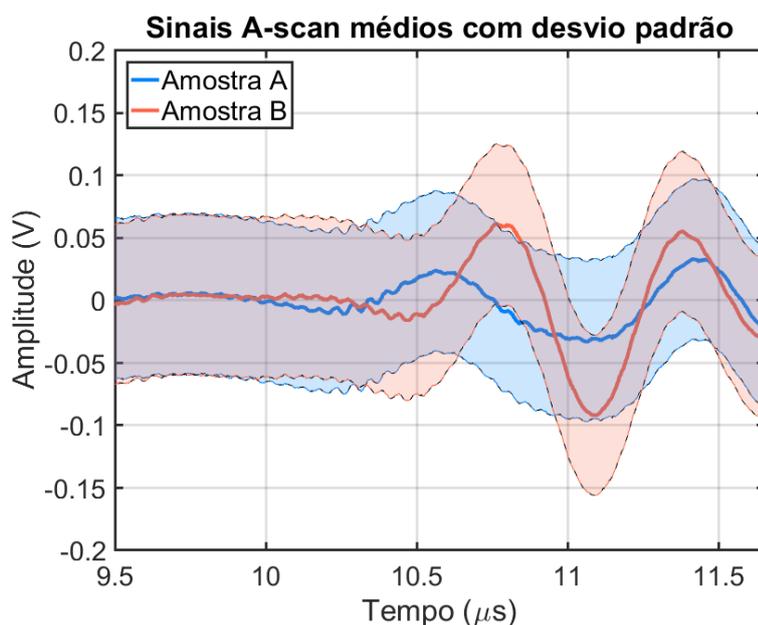


Figura 29 - Comparação entre os sinais A-scans médios contendo o desvio padrão (região translúcida) para cada amostra.

Entendendo o desvio padrão como uma indicação de erro de cada amostra, pode-se notar que não existe área onde não haja sobreposição das regiões referentes às amostras A e B. Sendo assim, não é possível distinguir um comportamento do outro considerando o espaço amostral em questão.

4.2.1. Transformada de Fourier

A análise até este ponto já poderia ser concluída visto que não pôde ser feita a diferenciação analisando os parâmetros estatísticos. Porém, uma forma mais acurada de verificar se as amostras possuem correlação entre si é analisar o espectro ultrassônico no domínio da frequência.

No domínio da frequência, a resposta de um pulso é decomposta em termos de uma distribuição de sinusóides de diferentes frequências e amplitudes. Um pulso no domínio do tempo é transformado para o domínio da frequência através da Transformada de Fourier, definida pela equação 5 [25]:

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)e^{i\omega t} dt \quad (5)$$

Onde $F(\omega)$ é a transformada de Fourier de $f(t)$ e $i = \sqrt{-1}$. Esta transformação é reversível, e $F(\omega)$ é uma função complexa, escrita em termos gerais pela sua magnitude e fase. Na prática, transformadas de Fourier geralmente não podem ser obtidas analiticamente dessa maneira. No entanto, o cálculo numérico das transformadas se tornou algo usual através do uso dos conceitos da Transformada Discreta de Fourier (*Discrete Fourier Transform, ou DFT*), e posteriormente, através da implementação do algoritmo da Transformada Rápida de Fourier (*Fast Fourier Transform, ou FFT*), que aumentou significativamente a eficiência das transformações, tornando-as práticas [25].

Transformar os dados dos A-scans do domínio temporal para o domínio da frequência tem como motivação a viabilidade de uma melhor avaliação da possível diferença entre as amostras. A representação gráfica das FFTs dos sinais A-scan médios referentes à região carburizada das amostras A e B pode ser observada a seguir, na Figura 30.

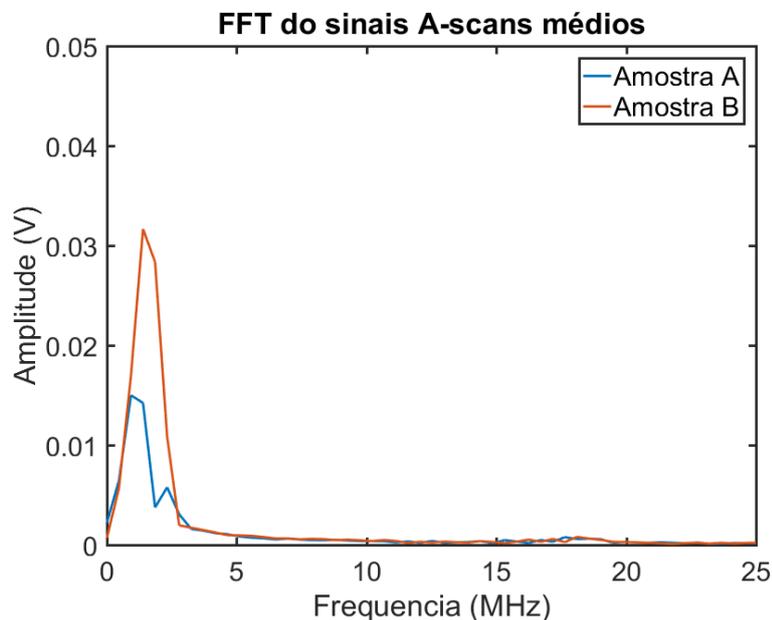


Figura 30 - Espectros das FFT dos sinais médios de cada amostra.

Avaliando apenas por observação, há um indicativo de que se pode diferenciar as amostras, mas não é possível concluir que as curvas são distintas ou coincidentes. O que foi feito então foi considerar o intervalo até aproximadamente 13 MHz, limitando a análise dos dados, como se pode observar abaixo na Figura 31. A escolha desse trecho pôde ser feita porque não se percebe nenhuma diferenciação entre as curvas após o valor de 13 MHz.

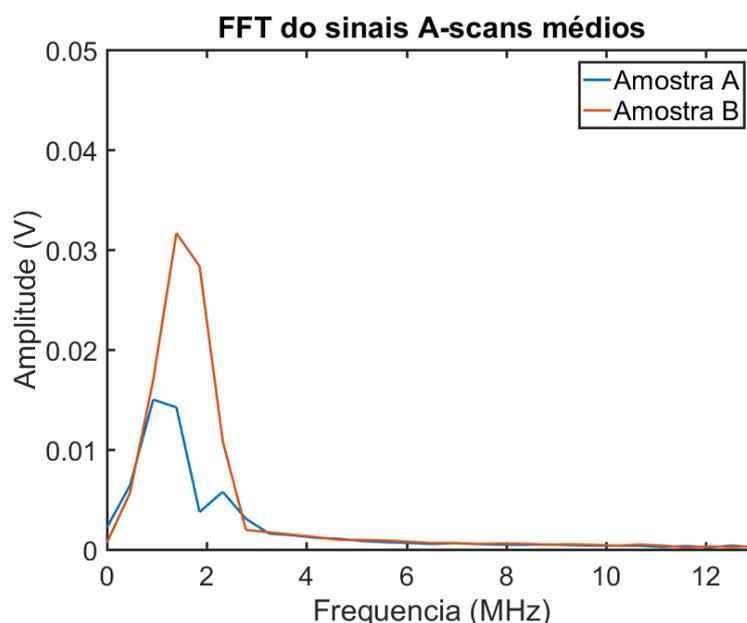


Figura 31 - Espectros das FFT dos sinais médios, limitado até a frequência de 13 MHz.

4.2.2. Teste de *Kruskal-Wallis*

As características das curvas apresentadas na Figura 31 poderiam induzir a uma aproximação para uma distribuição normal. Entretanto, como não se pode afirmar que as distribuições acima são normais sem realizar um teste de normalidade, seria imprudente usar ferramentas que têm como condição que a distribuição seja normal.

Com o intuito de ser o mais conservador possível, foi considerado que não se tem conhecimento nenhum acerca das distribuições mostradas acima, exceto por suas médias e variâncias. Pode-se afirmar que as médias e variâncias são conhecidas pois os conjuntos de dados das amostras são conhecidos.

Quando a distribuição avaliada segue a distribuição normal, os testes aplicados são chamados de testes paramétricos. Quando não se tem informação da distribuição que os dados seguem, são utilizados testes não-paramétricos. O teste utilizado para realizar a presente análise foi o teste de *Kruskal-Wallis*, que é um dos testes mais populares para testar hipóteses quando as amostras parecem não seguir distribuição normal [26].

Para se realizar o teste de *Kruskal-Wallis*, primeiro realiza-se um ranqueamento da totalidade das observações em ordem crescente e então substitui-se cada

observação pelo seu ranque, R_{ij} , com a menor observação possuindo ranque 1. Sendo R_i O somatório dos ranques de cada amostra, o teste estatístico se dá pela equação 6:

$$H = \frac{1}{S^2} \left[\sum_{i=1}^k \frac{R_i^2}{n_i} - \frac{N(N+1)^2}{4} \right] \quad (6)$$

Onde n_i é o número de observações para cada amostra, N é o total de observações, e

$$S^2 = \frac{1}{N-1} \left[\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^{n_i} R_{ij}^2 - \frac{N(N+1)^2}{4} \right] \quad (7)$$

Um teste de hipóteses pode ser entendido como uma afirmação a respeito de parâmetros de uma ou mais populações. A hipótese considerada para verificar se as amostras são equivalentes é descrita pelas equações 8 e 9:

$$H_0: \mu_A = \mu_B \quad (8)$$

$$H_1: \mu_A \neq \mu_B \quad (9)$$

Ou seja, quando não se pode afirmar que os parâmetros em questão são diferentes, significa que não se pode rejeitar a hipótese nula que diz que eles são iguais, sempre considerando um grau de certeza conhecido. Para a análise em questão, rejeitamos a hipótese nula quando verifica-se diferença nos valores de FFT das médias das amostras. No caso do teste de *Kruskal-Wallis*, rejeitamos a hipótese nula quando:

$$H > \chi_{\alpha, k-1}^2 \quad (10)$$

Onde temos que o teste estatístico H é comparado à um valor crítico que é dado pelo valor da significância α e do número de observações $k - 1$, quando dispostos em distribuição qui-quadrado [26].

Realizando-se todos os cálculos pertinentes, chegou-se ao valor de $H = 0,1713$. A etapa seguinte será consultar a tabela de qui-quadrado e verificar se o valor de H é superior ao de $\chi_{\alpha, k-1}^2$. Se for, rejeita-se a hipótese nula e dizemos que as amostras são estatisticamente diferentes. O nível de confiança mais usado é o de 95% (logo, $\alpha = 0,05$), e o número $k = 30$, que corresponde ao número de observações por amostra.

Sendo assim, devemos procurar na tabela de qui-quadrado o valor que corresponde à significância de 0,05 para 29 observações.

A tabela de probabilidade qui-quadrado é apresentada abaixo, na Tabela 6. O valor com os parâmetros utilizados está indicado.

Tabela 6 - Probabilidade de distribuição qui-quadrado. Adaptado de CORDER [25].

df	0.99	0.975	0.95	0.9	0.1	0.05	0.025	0.01
1	0.00	0.00	0.00	0.02	2.71	3.84	5.02	6.63
2	0.02	0.05	0.10	0.21	4.61	5.99	7.38	9.21
3	0.11	0.22	0.35	0.58	6.25	7.81	9.35	11.34
4	0.30	0.48	0.71	1.06	7.78	9.49	11.14	13.28
5	0.55	0.83	1.15	1.61	9.24	11.07	12.83	15.09
6	0.87	1.24	1.64	2.20	10.64	12.59	14.45	16.81
7	1.24	1.69	2.17	2.83	12.02	14.07	16.01	18.48
8	1.65	2.18	2.73	3.49	13.36	15.51	17.53	20.09
9	2.09	2.70	3.33	4.17	14.68	16.92	19.02	21.67
10	2.56	3.25	3.94	4.87	15.99	18.31	20.48	23.21
11	3.05	3.82	4.57	5.58	17.28	19.68	21.92	24.73
12	3.57	4.40	5.23	6.30	18.55	21.03	23.34	26.22
13	4.11	5.01	5.89	7.04	19.81	22.36	24.74	27.69
14	4.66	5.63	6.57	7.79	21.06	23.68	26.12	29.14
15	5.23	6.26	7.26	8.55	22.31	25.00	27.49	30.58
16	5.81	6.91	7.96	9.31	23.54	26.30	28.85	32.00
17	6.41	7.56	8.67	10.09	24.77	27.59	30.19	33.41
18	7.01	8.23	9.39	10.86	25.99	28.87	31.53	34.81
19	7.63	8.91	10.12	11.65	27.20	30.14	32.85	36.19
20	8.26	9.59	10.85	12.44	28.41	31.41	34.17	37.57
21	8.90	10.28	11.59	13.24	29.62	32.67	35.48	38.93
22	9.54	10.98	12.34	14.04	30.81	33.92	36.78	40.29
23	10.20	11.69	13.09	14.85	32.01	35.17	38.08	41.64
24	10.86	12.40	13.85	15.66	33.20	36.42	39.36	42.98
25	11.52	13.12	14.61	16.47	34.38	37.65	40.65	44.31
26	12.20	13.84	15.38	17.29	35.56	38.89	41.92	45.64
27	12.88	14.57	16.15	18.11	36.74	40.11	43.19	46.96
28	13.56	15.31	16.93	18.94	37.92	41.34	44.46	48.28
29	14.26	16.05	17.71	19.77	39.09	42.56	45.72	49.59
30	14.95	16.79	18.49	20.60	40.26	43.77	46.98	50.89

A tabela fornece que $\chi^2_{0,05,29} = 42,56$. O teste consistia em verificar se o valor H era maior do que o valor tabelado, e então rejeitaríamos a hipótese nula e as amostras seriam diferentes. Porém, $H = 0,1713 < 42,56$. Sendo assim, não podemos rejeitar a hipótese nula, significando que não podemos descartar a hipótese de que as amostras são iguais, com uma certeza de 95%.

Além disso, afim de se realizar uma investigação ainda mais detalhada, poder-se-ia diminuir a certeza com o intuito de identificar diferença entre as amostras. Entretanto, analisando a linha referente aos 29 graus de liberdade na tabela acima, não existe nenhum valor tabelado de α que admite valor inferior à $H = 0,1713$.

Dessa forma, após análises dos espectros ultrassônicos, tratamento de sinais e aplicação de testes estatísticos, a conclusão estatística é que não é possível fazer a diferenciação entre as amostras através dos sinais de FFT, com uma certeza de 95%. Sendo assim, o que se conclui é que, para as observações provenientes desse experimento em particular, utilizando as configurações de inspeção testadas, não é possível diferenciar as amostras A e B.

Cabe uma ressalva ao teste de Kruskal-Wallis, entretanto. Se trata de um teste que se aplica aos casos mais genéricos de distribuições, porém tudo que é de abrangência ampla de uso perde em resolução. É um teste que tende a apresentar erros do tipo II que a teoria dos testes de hipóteses descreve como sendo o erro de não rejeitar a hipótese nula mesmo quando ela é falsa. Significa dizer que existe uma chance de estarmos admitindo que não há como diferenciar as amostras, mesmo sendo diferentes.

Ainda que seja feita a afirmação de que não se pode diferenciar as amostras com 100% de certeza, há uma última ressalva a ser feita que vai além da análise estatística. Sabe-se que a relação entre a velocidade de propagação do som no material e a frequência do transdutor utilizado fornece o valor de amplitude ou comprimento de onda. O objetivo é verificar se, utilizando um cabeçote de 1,6 MHz em aço, é possível uma diferenciação das camadas de carburização. Temos que:

$$\lambda = \frac{v_{aço}}{f} = \frac{5920 \text{ m/s}}{1.600.000 \text{ Hz}} = 3,7 \text{ mm} \quad (11)$$

Para estimativa do menor valor detectável por ultrassom nas condições ensaiadas, deve-se verificar o valor de $\lambda/2$, que é 1,85 mm. Isso significa dizer que para um transdutor de 1,6 MHz inspecionando as amostras A e B, a resolução do ensaio de ultrassom seria no máximo de 1,85 mm. Medidas ou intervalos menores que isso, não são detectáveis com esse transdutor.

Apesar disso, ensaios anteriores realizados por SIQUEIRA [3] mostraram que a utilização de transdutores que operam em faixas de frequência maiores que a utilizada não produziam ecos de fundo nos sinais A-scans, o que indica que o feixe sônico, devido a fenômenos de atenuação, não possuía a penetração necessária para alcançar a parede interna das amostras, justamente a região onde se encontra a carburização.

5. Conclusão

A literatura apresenta trabalhos que abordam a utilização do ensaio de ultrassom para a detecção de carburização em fornos utilizados na indústria petroquímica. No entanto, esses trabalhos, em sua grande maioria, realizam análises a respeito de tubos de fornos de pirólise, onde o dano resultante pelo mecanismo da carburização ocorre com maior frequência e de forma muito mais intensa quando comparado aos fornos de reforma.

O principal objetivo deste trabalho era a detecção e diferenciação de diferentes níveis de carburização em tubos de fornos de reforma utilizando uma metodologia análoga à apresentada por SIQUEIRA, que em sua dissertação caracteriza estados de envelhecimento de amostras de aço HP utilizando ensaios ultrassônicos aliados à processamento de sinais, comprovando que mudanças microestruturais são perceptíveis em análises espectrais.

Contudo, o resultado das análises estatísticas sugere que não há diferença entre o comportamento sônico entre as amostras estudadas quando analisadas as FFTs, para os parâmetros utilizados. Fisicamente, esses resultados são corroborados pela fenomenologia do ultrassom, que evidencia que nas condições de ensaio presentes, diferenciar camadas de carburização com espessuras da ordem de centenas de micrômetros se torna impraticável.

6. Propostas para Trabalhos Futuros

- Utilizar um transdutor em que o campo próximo não afete a aquisição do primeiro eco de fundo, obtendo assim sinais mais limpos e de maior amplitude.
- Utilização de faixas de frequências variadas de forma a se obter a melhor relação entre resolução e profundidade para o ensaio ultrassônico.
- Realizar um estudo para determinar qual a espessura mínima de carburização é detectável dependendo dos parâmetros utilizados pelo ensaio.

7. Referências Bibliográficas

- [1] CHAUVEL, A., LEFEBVRE, G., **Petrochemical Processes Volume 1**. Paris, Éditions Technip, 1989.
- [2] BALL, M., WIETSCHER, M., **The Hydrogen Economy**. Cambridge, Cambridge University Press, 2009.
- [3] SIQUEIRA, N. C. de, **Caracterização do Estado de Envelhecimento de um Aço HP por Ensaio Não Destrutivo de Ultrassom**. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2016.
- [4] 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**, v. 66, pp. 233-241, 1995.
- [5] ARENAS, M. P., LOPEZ, J. E. C., PACHECO, C. J., *et al.*, "Detecção De Baixos Níveis Carburização Em Tubos De Reforma Usando Um Sensor Magnético". **72º Congresso Anual da ABM – Internacional**, vol. 72, n. 1, São Paulo, SP, Brasil, 02-06 outubro 2017.
- [6] 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.
- [7] SILVA, I., FARIAS, C., "Identificação da Carburização em Tubos HP por Avaliação Não Destrutiva Ultrassônica". **13ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos**, Cabo de Santo Agostinho, PE, Brasil, 15-18 junho 2015.
- [8] RODRIGUES, L. F. M., CRUZ, F. C., OLIVEIRA, M. A., *et al.*, "Carburization level identification in industrial HP pipes using ultrasonic evaluation and machine learning". **Ultrasonics**, Accepted Manuscript, Set. 2018.
- [9] SILVEIRA, T. L., LE MAY, I., "Reformer furnaces: materials, damage mechanisms and assessment". **The Arabian Journal for Science and Engineering**. v.31, n. 2C, pp. 99-119, 2006.
- [10] API STD 530, Fourth Edition, 1996. **Calculation of heater thickness in petroleum refineries**. API American Petroleum Institute.
- [11] ASM, **Metals Handbook: Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys**. 10 ed. Estados Unidos, 1990.
- [12] NiDI, **Heat and Corrosion Resistant Castings: Their Engineering Properties and Applications**, n. 266, pp. 1-52.
- [13] SCHILLMOLLER, C. M., "HP-Modified Furnace Tubes for Steam Reformers and Steam Crackers", **NiDI Technical Series**., n. 10 058, pp. 1–11, 1992.
- [14] ASM, **Metals Handbook: Volume 15: Casting**. 1 ed. Estados Unidos, 1988.
- [15] LAIGO, J., CHRISTIEN, F., LE GALL, R., *et al.*, "SEM, EDS, EPMA-WDS and EBSD characterization of carbides in HP type heat resistant alloys". **Materials Characterization**. v. 59, pp. 1580–1586, 2008.
- [16] SILVA, I. C., **Avaliação da carburização em aços HP por ensaio magnético não-destrutivo**. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2006.

- [17] SOUZA, C. D., **Carburização na liga de aço inox HP modificada utilizada em fornos de pirólise**. Dissertação de M.Sc., Instituto de Física de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil, 2012.
- [18] LOPEZ, J. E. C., **Deteção de carburização em tubos de aço HP em fornos de reforma por meio de ensaios eletromagnéticos**. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2017.
- [19] SILVEIRA, T. F., **Carburização em tubos de aço inoxidável austenítico da família HP fundidos por centrifugação**. Tese D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2002.
- [20] WORKMAN, G., KISHONI, D., MOORE, P., **Nondestructive Testing Handbook - Volume 7: Ultrasonic Testing**. 3 ed. Ohio, American Society for Nondestructive Testing, 2007.
- [21] ANDREUCCI, R., **Ensaio por Ultra-Som**. São Paulo, ABENDE, 2006.
- [22] NDT, **Resource Center**. Disponível em: <<http://www.ndt-ed.org>>. Acesso em: 25 out. 2019.
- [23] MCLEOD, A. C., BISHOP, C. M., STEVENS, K. J., *et al.*, "Microstructural Characterization and Image Analysis in Ex-Service HP Alloy Stainless Steel Tubes for Ethylene Pyrolysis". **Metallogr. Microstruct. Anal.** v. 5, pp. 178–187, 2016.
- [24] BENDAT, J. S., PIERSOL, A. G., **Random Data - Analysis and Measurement Procedures**. 4 ed. New Jersey, Wiley, 2010.
- [25] SCHMERR, L. W., **Fundamentals of Ultrasonic Nondestructive Evaluation - A Modeling Approach**. 2 ed. Iowa, Springer International, 2016.
- [26] MONTGOMERY, D. C., **Design and Analysis of Experiments**. 9 ed. New Jersey, Wiley, 2017.