CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

ANÁLISE ESPECTRAL DE ONDAS ULTRASSÔNICAS LONGITUDINAIS APLICADAS AO ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS IF TRATADOS TERMICAMENTE

Marcos Heleno Anton

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientadores:

Gilberto Alexandre Castello Branco, Ph.D.

Maurício Saldanha Motta, D.Sc.

Rio de Janeiro
Fevereiro – 2014

ANÁLISE ESPECTRAL DE ONDAS ULTRASSÔNICAS LONGITUDINAIS APLICADAS AO ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS IF TRATADOS TERMICAMENTE

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Marcos Heleno Anton

Aprovada por:

_____
Presidente, Prof. Gilberto Alexandre Castello Branco, Ph.D. (Orientador)

_____
Prof. Maurício Saldanha Motta, D.Sc. (Co-orientador)

_____
Prof.(a) Cristiane Maria Basto Bacaltchuk, Ph.D.

_____
Prof. José Brant de Campos, D.Sc. – UERJ

Rio de Janeiro
Fevereiro – 2014

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

A634 Anton, Marcos Heleno
Análise espectral de ondas ultrassônicas longitudinais aplicadas ao estudo da caracterização de aços IF tratados termicamente / Marcos Heleno Anton.—2014.
xiii, 81f. : il.color., grafs., tabs. ; enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2014.
Bibliografia : f. 77-81
Orientador : Gilberto Alexandre Castello Branco
Coorientador : Maurício Saldanha Motta

1. Materiais. 2. Ondas ultrassônicas. 3. Análise espectral. 3. Aço - Tratamento Térmico. I. Branco, Gilberto Alexandre Castello (Orient.). II. Motta, Maurício Saldanha (Coorient.). II. Título.

CDD 620.11

AGRADECIMENTOS

Aos avós paternos e maternos que transmitiram os valores do trabalho, do estudo e da honestidade.

Aos pais pelo incondicional apoio de sempre.

A minha esposa e minha filha pelo incentivo, pela paciência e compreensão.

Aos irmãos pelo apoio logístico.

Aos inúmeros colegas, do Arsenal de Marinha do Rio de Janeiro e do Arsenal de Guerra General Câmara – RS, pelo companheirismo.

Ao Arsenal de Guerra General Câmara – RS pelas liberações para as viagens ao RJ.

Aos meus amigos pelos momentos de descontração e alegria.

Aos professores das disciplinas que cursei pelos ensinamentos prestados e pela compreensão das dificuldades enfrentadas pelos alunos que trabalham e estudam.

Aos meus orientadores por todos os conhecimentos transmitidos, pelas valiosas sugestões ao longo de todo o trabalho, pelas revisões realizadas e pela liberdade dada para o desenvolvimento do mesmo.

Aos funcionários do CEFET/RJ - Maracanã pela manutenção da instituição.

RESUMO

ANÁLISE ESPECTRAL DE ONDAS ULTRASSÔNICAS LONGITUDINAIS APLICADAS AO ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS IF TRATADOS TERMICAMENTE

Marcos Heleno Anton

Orientador: Gilberto Alexandre Castello Branco, Ph.D.

Coorientador: Maurício Saldanha Motta, D.Sc.

Resumo da Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos de necessários à obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Este trabalho tem por objetivo caracterizar o aço IF tratado termicamente quanto aos tamanhos de grãos através da análise espectral de ondas ultrassônicas longitudinais. A motivação deste trabalho é a de obter um método de análise da atenuação ultrassônica que possa ser futuramente automatizado e utilizado no controle de qualidade do tratamento térmico dos aços. A metodologia ultrassônica utilizada é a do pulso-eco por contato, e o sinal adquirido a partir das amostras de aço é o da tensão versus tempo, que é posteriormente transformado matematicamente no sinal de atenuação da tensão versus frequência, e suavizado com um filtro linear. A base teórica para análise é a transição do regime Rayleigh para o regime estocástico. Apesar do filtro de suavização transladar o ponto de transição para frequências mais altas é possível associar os comprimentos de onda correspondentes a pontos de frequência da derivada segunda com os tamanhos de grãos obtidos pelo método metalográfico e de análise de imagem. Os melhores resultados nas associações entre o método ultrassônico e metalográfico são variações menores que 10,4 % para os tamanhos de grãos mínimos, máximos, e a média destes adicionada a uma parcela do desvio padrão.

Palavras-chave:

Caracterização; Ultrassom; Materiais

Rio de Janeiro
Fevereiro – 2014

ABSTRACT

ANÁLISE ESPECTRAL DE ONDAS ULTRASSÔNICAS LONGITUDINAIS APLICADAS AO ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS IF TRATADOS TERMICAMENTE

Marcos Heleno Anton

Orientador: Gilberto Alexandre Castello Branco, Ph.D.

Coorientador: Maurício Saldanha Motta, D.Sc.

Abstract of dissertation submitted to Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, as partial fulfillment of the requeriments for degree of Master in Mechanical Engineering and Materials Technology.

This thesis propose the microstructural characterization of the distribution of grain sizes in Interstitial Free (IF) steel heat treated through the spectral analysis of longitudinal ultrasonic waves. The motivation for this study is to obtain an methodology of analysis of the ultrasonic attenuation can be further automated and used in quality control of heat treatment of steels. The ultrasonic methodology used is the pulse-echo by contact, and the signal acquired from the samples of steel is the voltage versus time, which is subsequently transformed mathematically in signal attenuation of voltage versus frequency, and smoothed with a linear filter. The theoretical basis for analysis is the transition from the Rayleigh scattering regime to the stochastic scattering regime. Despite the smoothing filter translates the transition point to higher frequencies is possible to associate the wavelengths corresponding to the second frequency points of the second derivative with grain sizes obtained by metallographic method and image analysis. The best results in the associations between the ultrasonic method and metallographic are variations less than 10.4% of minimum, maximum, grains, and the average of these added to a portion of the standard deviation.

Keywords:

Characterization; Ultrasound; Materials

Rio de Janeiro
February – 2014

SUMÁRIO

I Introdução 1

II Revisão bibliográfica 2

II.1 Materiais Policristalinos e o Aço IF 2

II.2 Medição dos Tamanhos de Grãos 3

II.3 Distribuição dos Tamanhos de Grãos 4

II.4 Teoria da Propagação das Ondas Ultrassônicas Aplicada a Determinação do Tamanho de Grão de Materiais Policristalinos 6

II.4.1 Conceitos Básicos sobre Ondas Sonoras 6

II.4.1.1 Atenuação Devido a Relaxação Termoelástica 9

II.4.1.2 Atenuação Devido as Imperfeições da Rede Cristalina 9

II.4.1.3 Atenuação nos Contornos de Grãos 10

II.4.1.4 Atenuação Devido ao Atrito Interno 10

II.4.1.5 Velocidade Ultrassônica 10

II.4.2 Teoria da Propagação das Ondas Sonoras em Sólidos Anisotrópicos .. 11

II.4.3 Atenuação Sonora em Materiais Considerando um Único Tamanho de Grão 14

II.4.4 Atenuação Sonora em Materiais com uma Distribuição de Tamanhos de Grãos 34

III Metodologia experimental 48

III.1 Corpos de Prova 48

III.2 Metodologia Ultrassônica 49

IV Resultados e discussão 55

V Conclusão 75

Sugestões para trabalhos futuros 76

Referências bibliográficas 77

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Símbolos Gregos (Equação)

α Coeficiente de atenuação sonora no domínio frequência: (2.13, 2.15, 2.23, 2.24, 2.25, 2.34, 2.38, 2.39, 2.40, 2.41, 2.42, 2.45, 2.46, 2.47, 2.65, 2.66, 2.67, 2.68, 2.86)

α_T Coeficiente de atenuação sonora no domínio tempo: (2.22)

$\alpha_{Abs.}$ Coeficiente de atenuação sonora devido à absorção: (2.13, 2.44)

$\alpha_{Esp.}$ Coeficiente de atenuação sonora devido ao espalhamento: (2.13, 2.14)

α_n Coeficiente de atenuação sonora normalizado no domínio frequência: (2.48)

Δα Correção do coeficiente de atenuação sonora (2.35, 2.36, 2.37)

β Coeficiente de atenuação multiplicado pelo comprimento de onda: (2.66, 2.67, 2.68)

γ Expoente da lei de potência: (2.68)

Γ Matriz de Cristoffel: (2.12)

δ Matriz identidade: (2.12)

ξ Fator de escala: (2.46, 2.47)

σ Desvio padrão

σ_A Desvio padrão de ln(D/Do): (2.1)

λ Comprimento de onda: (2.26, 2.27, 2.28, 2.29, 2.46, 2.48, 2.65, 2.66, 2.67, 2.68)

μ Média de tamanho dos grãos

ρ Densidade: (2.7, 2.8)

∇ Operador divergente: (2.8)

Símbolos Latinos (Equação)

a Constante dependente do material: (2.2, 2.3, 2.4, 2.17, 2.18, 2.23, 2.26, 2.27, 2.28, 2.29, 2.38, 2.42, 2.43, 2.49, 2.50, 2.51, 2.52, 2.53, 2.55, 2.65, 2.65, 2.68)

A Amplitude da onda sonora: (2.5, 2.34, 2.39, 2.40, 2.41, 2.44)

A_0 Amplitude inicial da onda sonora: (2.39, 2.40, 2.55)

A_S Amplitude do sinal retroespalhado: (2.44)

AS1 Amplitude do eco de fundo do atrasador com o transdutor apenas no atrasador: (2.83)

AS2 Amplitude do eco de fundo do atrasador com o transdutor no conjunto: (2.83)

ASTM American Society for Testing and Material

c Matriz de rigidez: (2.8)

c Constante de rigidez: (2.11, 2.16, 2.17, 2.18)

C Módulo de compressão

$C_{Abs.}$ Constante devido à absorção da onda sonora no material

d Percurso percorrido pela onda: (2.24, 2.25, 2.34, 2.36, 2.39, 2.40, 2.41, 2.84, 2.85, 2.86)

d_i Comprimento de inspeção da estrutura: (2.46)

dB Decibéis: (2.25)

e Base do logaritmo natural: (2.25)

D Tamanho de grão ou tamanho efetivo: (2.1, 2.26, 2.27, 2.28, 2.29, 2.30, 2.31, 2.32, 2.32, 2.33, 2.38, 2.45, 2.46, 2.48, 2.49, 2.50, 2.51, 2.52, 2.65, 2.66, 2.67)

D_0 Tamanho médio de grão: (2.1)

E Amplitude do espectro de frequência: (2.86)

E1 Amplitude do primeiro eco do espectro de frequência: (2.84, 2.85, 2.86)

E2 Amplitude do segundo eco do espectro de frequência: (2.84, 2.85, 2.86)

END Ensaios não destrutivos

f Frequência: (2.15, 2.21, 2.22, 2.23, 2.26, 2.27, 2.28, 2.29, 2.30, 2.31, 2.32, 2.33, 2.35, 2.36, 2.38, 2.39, 2.40, 2.41, 2.42, 2.43, 2.45, 2.49, 2.50, 2.51, 2.52, 2.53)

$\mathcal{F}$ Transformada de Fourier: (2.80)
$\mathcal{F}^{-1}$ Transformada inversa de Fourier: (2.80)
g Função de Fredholm: (2.71)
G Número de tamanho de grão
h Rugosidade superficial: (2.53)
I Intensidade sonora: (2.59)
IF Interstitial free
ln Logaritmo natural
k Vetor de onda: (2.5, 2.12)
k_{ol} Comprimento de onda normalizado
K Módulo de compressão: (2.15, 2.16, 2.17, 2.21, 2.22)
K Função Kernel: (2.71)
N_v Número de grãos em um volume unitário: (2.1)
N_A Número de grãos de área circular: (2.1)
p Vetor polarização: (2.5)
P Pressão sonora: (2.24)
r Vetor posição de um ponto na frente de onda: (2.5)
r Raio do grão em polegadas: (2.19)
r Raio aparente do grão: (2.64)
R Raio real do grão: (2.64, 2.86)
R Coeficiente de reflexão: (2.29, 2.83, 2.84, 2.85)
$\overline{R}$ Coeficiente de reflexão médio: (2.20)
S Campo de deformações: (2.6)
t Tempo: (2.5, 2.8)
T Tensor de tensões: (2.7)
u Campo de deslocamento: (2.5)
U Volume do grão: (2.15)
v Velocidade: (2.8, 2.15, 2.19, 2.22, 2.45)
x Coordenadas espaciais
x Posição do transdutor na amostra: (2.44)
x_{ol} Frequência normalizada
w Frequência angular: (2.5)

LISTA DE FIGURAS

FIG II.1 Comparação do Aço IF em relação a outros tipos de aços 3
FIG II.2 Coeficiente de atenuação normalizado em função da frequência 13
FIG II.3 Método proposto por Goebbels, com média espacial dos sinais. 24
FIG II.4 Modelo auto-similar de material não homogênio 27
FIG II.5 Seccionamento de uma distribuição de tamanhos grãos 36
FIG II.6 Histograma de tamanhos de grãos 38
FIG II.7 Aproximação da lei inversa de potência 40
FIG II.8 Aproximação linear e valores medidos para a atenuação 40
FIG II.9 Configuração utilizada nos experimentos de Motta (2000) 44
FIG II.10 Coeficiente de atenuação sonora versus comprimento de onda 46
FIG II.11 Segunda derivada da função atenuação do corpo de prova T1, T2 46
FIG II.12 Segunda derivada da função atenuação do corpo de prova T3, T4 46
FIG II.13 Segunda derivada da função atenuação do corpo de prova T5 47
FIG II.14 Correlação entre os valores do comprimento de onda limite 48
FIG III.1 Sistema de aquisição de dados 50
FIG III.2 Típico gráfico da V(t), em volts versus segundos, adquirido 50
FIG III.3 Gráfico da tensão V(t) média, em volts, de 20 aquisições 51
FIG III.4 Gráfico da FFT normalizada suavizada e suas derivadas 52
FIG III.5 Efeito do aumento no valor do filtro linear na FFT normalizada 53
FIG III.6 Efeito do aumento no valor do filtro na Derivada segunda da FFT 54
FIG IV.1 Sinal ultrassônico da amostra T1, FFT normalizada e suas derivadas 56
FIG IV.2 Sinal ultrassônico da amostra T2, FFT normalizada e suas derivadas 57
FIG IV.3 Sinal ultrassônico da amostra T3, FFT normalizada e suas derivadas 58
FIG IV.4 Sinal ultrassônico da amostra T4, FFT normalizada e suas derivadas 59
FIG IV.5 Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT, T1 69
FIG IV.6 Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT, T2 69
FIG IV.7 Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT, T3 70
FIG IV.8 Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT, T4 70
FIG IV.9 Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão, T1 71
FIG IV.10 Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão, T2 72
FIG IV.11 Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão, T3 72
FIG IV.12 Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão, T4 73
FIG IV.13 Função ajustada por regressão não linear a distribuição, T1 74
FIG IV.14 Função ajustada por regressão não linear a distribuição, T2 74
FIG IV.15 Função ajustada por regressão não linear a distribuição, T3 75

FIG IV.16 Função ajustada por regressão não linear a distribuição, T4 75

LISTA DE TABELAS

TAB II.1 Parâmetros que afetam o coeficiente de atenuação ultrassônica 22
TAB II.2 Experimentos que usam a equação do coeficiente de atenuação 24
TAB II.3 Experimentos com diversos materiais 27
TAB II.4 Experimentos que utilizam parâmetros relacionados a atenuação 30
TAB II.5 Experimentos no regime Rayleigh e estocástico 33
TAB II.6 Experimentos no regime Rayleigh 33
TAB II.7 Comparação em cada amostra dos valores 47
TAB III.1 Composição química das amostras (% em peso) 49
TAB IV.1 Pontos da derivada segunda da FFT normalizada 60
TAB IV.2 Resultados obtidos das distribuições dos tamanhos de grão 61
TAB IV.3 Comparação dos tamanhos de grão com o 1° ponto 62
TAB IV.4 Comparação dos tamanhos de grão com o 2° ponto 63
TAB IV.5 Comparação dos tamanhos de grão com o 3° ponto 64
TAB IV.6 Comparação dos tamanhos de grão com o 4° ponto 65
TAB IV.7 Comparação dos tamanhos de grão com o 5° ponto 66

I – Introdução

O tratamento térmico de recozimento do aço IF (interstitial-free) provoca a modificação dos tamanhos dos grãos (MOTTA, 2000), que é um dos fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos materiais, tais como a resistência mecânica e a tenacidade a fratura (NICOLETTI, 1992). Uma forma tradicional de verificação deste fator é a através da metalografia que requer diversas etapas para execução e se constitui um método destrutivo (CORREIA, 2002).

As ondas ultrassônicas propagam-se através da estrutura de materiais policristalinos, tal como é o caso dos aços IF, e são atenuadas nos contornos de grãos. O valor desta atenuação e a mudança na velocidade das ondas são relacionados aos grãos no que diz respeito aos seus tamanhos, formas e distribuições das orientações (AHMED, 1996).

Experimentalmente e teoricamente, a atenuação de ondas ultrassônicas em materiais policristalinos tem mostrado três distintas regiões definidas pela relação entre o comprimento de onda e o tamanho de grão (PAPADAKIS, 1965). O espalhamento Rayleigh ocorre quando o comprimento de onda é muito maior que o diâmetro do tamanho de grão (RONEY, 1950). Quando o comprimento de onda torna-se comparável ao diâmetro do grão ocorre o espalhamento estocástico (PAPADAKIS, 1967). Quando o comprimento de onda é muito menor que o diâmetro do grão ocorre o espalhamento difuso (SANIIE, 1989). As equações teóricas convencionais reportadas para cada regime de espalhamento são dependentes do diâmetro médio de grão (ou tamanho efetivo de grão), ou seja, dependentes de um único tamanho de grão, e da frequência da onda incidente sobre o meio (RONEY, 1950), (PAPADAKIS, 1960, 1965), (KOPEC, 1975), (BERGNER, 1990), (NICOLETTI, 1992), (MOTTA, 2000), (CORREIA, 2002), (KRUGER, 2008).

A metodologia proposta neste trabalho consiste na seleção de um intervalo contínuo do gráfico da tensão versus tempo obtido experimentalmente pelo método ultrassônico do pulso-eco por contato, na sua transformação para um gráfico de atenuação da tensão versus frequência através da aplicação da transformada rápida de Fourier (FFT), e na escolha de pontos do gráfico da derivada segunda da FFT para comparação e associação destes com os tamanhos mínimos e máximos de grãos, bem como a média destes, provenientes do ensaio metalográfico e da análise de imagem, adicionados a uma fração do desvio padrão.

A verificação do tamanho de grão do aço, para fins de controle de qualidade, produzido com determinado tratamento térmico de recozimento, que pode ser realizada convencionalmente através do método ultrassônico em conjunto com as equações convencionais do coeficiente de atenuação para cada regime de espalhamento (GOEBBELS,

1997), (TAKAFUJI, 1985), poderia ser substituída pelos valores encontrados pela metodologia proposta. Da mesma forma as estimativas teóricas da distribuição do número de grãos em função do tamanho de grão a partir da média de um determinado tamanho de grão (NICOLETTI, 1997), poderiam ser calculadas com esses valores.

II – Revisão bibliográfica

II.1 Materiais policristalinos e o aços IF

A maioria dos sólidos cristalinos compostos por uma coleção de cristais são denominados policristalinos. Para muitos destes materiais, as orientações cristalográficas dos grãos individuais são totalmente aleatórias. Nestas circunstâncias, apesar de cada grão pode ser anisotrópico, uma amostra composta de agregados de grãos se comporta isotropicamente. Além disso, a magnitude de uma propriedade medida representa uma média dos valores direcionais. Porém, há casos em que os grãos de material policristalino têm uma orientação cristalográfica preferencial, e neste caso o material possui uma textura (CALLISTER, 2007).

Os grãos são originalmente formados na solidificação do material durante o resfriamento. Quanto mais lento for este resfriamento menor será a quantidade de núcleos de solidificação e maiores serão os tamanhos dos grãos originais. Os contornos de grão atuam como barreiras à propagação de descontinuidades e à deformação plástica, desta forma o tamanho de grão interfere na capacidade de deformação plástica dos materiais metálicos, e constitui-se num importante elemento de controle das propriedades mecânicas (TAVARES, 2007).

Os aços livres de elementos intersticiais, ou aços IF (Interstitial Free), são produzidos com quantidades muito baixas de elementos intersticiais, principalmente de carbono e nitrogênio, e são acrescidos de pequenas quantidades de titânio ou nióbio para amarrar os átomos intersticiais remanescentes. Estes aços pertencem a uma classe que se distingue dos demais aços convencionais devido as seguintes características: baixo limite de escoamento, possibilidade de atingir alta qualidade superficial na conformação e grande elongação total. O maior mercado para a aplicação do aço IF é a indústria automobilística, especialmente na fabricação de para-lama, capô, tampa de porta-malas. A Figura II.1 mostra a comparação do aço IF com diversos tipos de aços (FERNANDES 2007).

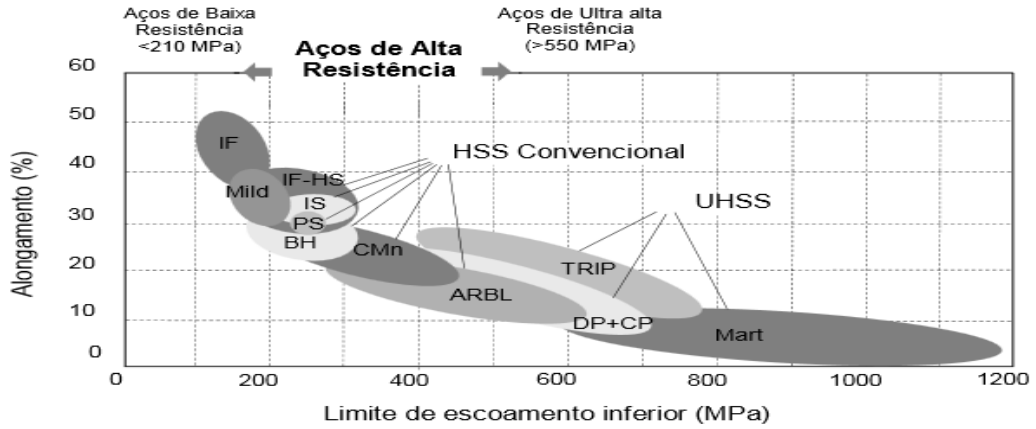


Figura II.1 – Comparação do Aço IF em relação a outros tipos de aços quanto ao alongamento e o limite de escoamento dentre vários aços de baixa, alta e ultra resistência; IF: Intersticial Livre; IF-HS: Intersticial Livre e Alta Resistência; IS: Isotrópico; BH: Endurecimento Retardado; CMn: Carbono Magnésio; ARBL: Alta Resistência e Baixa Liga; TRIP: Plasticidade Induzida pela Transformação; DC+CP: Dupla Fase + Fase Complexa; Mart: Martensítico; (FERNANDES, 2007).

Na laminação do aço IF se obtém a espessura adequada de produto e é fornecida energia suficiente para que o material seja recristalizado na etapa posterior de recozimento. O recozimento se faz necessário, por fornecer melhores características de ductilidade e resistência do material que acaba de ser deformado, e para que possibilite a estampagem profunda, sem ocorrência de fratura ou consumo excessivo de energia. Os mecanismos chaves que atuam durante o trabalho a quente e no tratamento térmico subsequente são: recuperação, recristalização e crescimento de grão. Diferentes propriedades mecânicas podem ser obtidas dependendo do grau de deformação a frio, e dos parâmetros de recozimento (temperatura, tempo de encharque e taxa de resfriamento) adotados.

II.2 Medição dos tamanhos de grãos

Os grãos muitas vezes possuem uma geometria regular e podem ser assumidos como forma esférica (PAPADAKIS, 1961), (HIRSEKORN, 1985), equiaxial (AHMED, 1996), equiaxial alongados (AHMED, 2002, 2003), colunares (KOLKOORI, 2013) ou poliédricos (MOTTA, 2000).

Os métodos convencionais de ensaio para determinação de tamanho médio de grão de materiais metálicos abordados na norma ASTM são procedimentos de medição aplicados em metais, e dividem-se no método de intercepção e no método planimétrico (ASTM E112, 1996).

Os dois métodos são utilizados para distribuição unimodal de grãos em relação a área, diâmetros, ou comprimentos interceptados, e esta distribuição aproxima-se da forma **log-normal**. Ambos os métodos produzem resultados similares de exatidão relativa em torno de 10%, com uma confiabilidade de 95%, porém o primeiro exige para tanto um mínimo de 400 interceptações enquanto que o segundo contagem de 700 grãos. Também, em relação a repetibilidade os dois métodos são semelhantes, e um mesmo indivíduo que faça a medição pode ter repetibilidade de +- 0,1 G, sendo G o número de tamanho de grão, enquanto que a repetibilidade entre dois indivíduos diferentes fica em +- 0,5 G. Os tempos de execução dos métodos variam com a exatidão pretendida que determinará a quantidade de interceptações ou contagens, e deve ser levado em conta todo o processo de preparação da amostra, ataque químico e microscopia, que necessitam de tempo e trabalho consideráveis.

A norma ASTM padroniza as medições realizadas usando analisadores (semi-automáticos ou automáticos) de imagem digitalizadas. Estes dispositivos diminuem o trabalho associado com a medição manual, permitindo assim a coleta de uma quantidade maior de dados e uma amostragem mais extensa, que irão produzir melhor definição estatística do tamanho de grão do que a obtida por métodos manuais (ASTM E1382, 1997).

Estes métodos de ensaio abrangem os procedimentos para determinar os tamanhos mínimos, médios e máximos da distribuição de tamanhos dos grãos em metais policristalinos. Isto inclui os metais com as seguintes características: de grãos equiaxiais ou deformados; de distribuição de tamanho de grão uniforme ou duplex; monofásicos ou multifásicos, ou seja, os que possuem uma estrutura cristalina ou mais de uma, respectivamente.

A precisão e exatidão relativa dos resultados dos testes dependem da representatividade das amostras, da qualidade de preparação (técnica de ataque e atacantes utilizados), das amostras que influenciam na clareza dos limites de grãos, do número de grãos medidos ou da área de medição, dos erros no ataque químico para revelação dos contornos de grão, dos erros devido à medição de carbonetos, das inclusões, dos limites individuais, e de erros de programação.

II.3 Distribuição dos Tamanhos de Grãos

Convencionalmente se utiliza um único tamanho de grão, que normalmente é a média dos tamanhos de grãos, para representar a distribuição de tamanhos de grãos, na determinação da atenuação sonora. Isto resulta em assumir que o primeiro momento estatístico da distribuição de tamanhos de grãos seria suficiente para descrever a mesma. O

primeiro momento estatístico para distribuições estreitas pode ser válido, mas para uma larga distribuição não (NICOLLETI, 1992). Em uma distribuição o primeiro momento central (em torno da média) tem seu valor igual a média (RYAN, 2009).

Normalmente é aceito que a função de distribuição log-normal represente a distribuição de grãos considerados esféricos, e que o número N_A de áreas circulares dos grãos cortados por uma determinada seção seja relacionado com o número de grãos N_V de um volume unitário, considerando o tamanho de grão D, o tamanho médio de grão D_0 e o desvio padrão σ_A de ln(D/Do), (PAPADAKIS, 1961), através da equação:

$$N_A(D) = \begin{cases} \frac{N_V}{\sigma_A \cdot \sqrt{2\pi}} . \exp\left[-\frac{ln\left(\frac{D}{D_0}\right)^2}{2 \cdot {\sigma_A}^2} \right] & para\ D_{min} < D < D_{máx} \\ 0 & para\ D < D_{mín}\ e\ D > D_{máx} \end{cases} \quad (2.1)$$

A distribuição log-normal neste caso se caracteriza pela distribuição normal do logaritmo da variável aleatória D. Assumindo que o espalhamento múltiplo possa ser negligenciado a distribuição pode ser assumida como uma lei de potência inversa com expoente γ, ou seja, do tipo $KD^{-\gamma}$, onde K é uma constante e γ um número inteiro positivo. Considerando uma única lei de potência como função e um único intervalo de tamanhos de grãos, então a equação de N(D) pode ser dada por:

$$N(D) = \begin{cases} \boldsymbol{a} \cdot D^{-\gamma}\ para\ D_1 < D < D_2 \\ 0 \quad para\ D < D_1\ e\ D > D_2 \end{cases} \quad (2.2)$$

onde "**a**" é uma constante que depende do material. Considerando múltiplas leis de potência e um único intervalo de tamanho de grão a função pode ser dada por:

$$N(D) = \begin{cases} \sum_{i=1}^{M} \boldsymbol{a_i} \cdot D^{-\gamma_i}\ para\ D_1 < D < D_2 \\ 0 \quad para\ D < D_1\ e\ D > D_2 \end{cases} \quad (2.3)$$

Considerando múltiplas leis de potência e múltiplos intervalos de diâmetros, a função pode ser dada por:

$$N(D) = \begin{cases} \boldsymbol{a_1} D^{-\gamma i_1} \; para \; D_1 < D < D_2 \\ \boldsymbol{a_2} D^{-\gamma i_2} \; para \; D_2 < D < D_3 \\ \ldots \\ \boldsymbol{a_M} D^{-\gamma i_M} \; para \; D_M < D < D_{M+1} \\ 0 \quad para \; D < D_1 \; e \; D > D_{M+1} \end{cases} \tag{2.4}$$

II.4 Teoria da propagação das ondas ultrassônicas aplicada a determinação do tamanho de grão de materiais policristalinos

II.4.1 Conceitos básicos sobre ondas sonoras

O som é uma forma de energia que necessita de um meio material para propagar-se. Uma onda sonora é considerada ultrassônica quando sua frequência ultrapassa os 20 kHz, todavia, para ensaios não destrutivos (END) na indústria, o intervalo de frequência normalmente utilizado está entre 500 kHz a 25 MHz (KRAUTKRÄMER, 1983). Os métodos mais comuns de ultrassom utilizam as ondas longitudinais ou de cisalhamento, porém também podem ser usadas as ondas superficiais (ANDREUCCI, 2011).

As ondas longitudinais são ondas de compressão, cuja propagação se dá pela criação de zonas de compressão e rarefação nas quais os átomos transmitem o movimento através da vibração, para frente e para trás no mesmo sentido de propagação da onda (FERREIRA, 2010). Já as ondas transversais são ondas cisalhantes, cujos deslocamentos ocorrem na direção perpendicular a direção do movimento e é mais comumente utilizada para inspeção ultrassônica em peças soldadas (LOPEZ, 2008).

As ondas superficiais tem o movimento dos átomos de forma elíptica e propagam-se através da superfície do material, sendo sua velocidade cerca de 90% da velocidade da onda de cisalhamento, e sua profundidade de penetração no material de aproximadamente um comprimento de onda (ANDREUCCI, 2011). As ondas superficiais Lamb são constituídas de superposições de ondas longitudinais e transversais, em materiais onde a espessura é menor que o comprimento de onda e as características da propagação dependem de diversos fatores (FARIAS, 2011).

Cronologicamente algumas datas importantes para o desenvolvimento do ultrassom (GRAFF, 1981), (SILVA, 2013), são:

1820: Wollaston faz observações sobre os limites da audibilidade;

1830: Savart desenvolve um dispositivo para gerar altas frequências;

1842: Joule descobre o efeito magnetostrictivo;

1845: Stokes investiga o efeito da viscosidade na atenuação;

1860: Tyndall desenvolve um dispositivo para detecção de ondas de alta frequência;

1866: Kundt faz a medição da velocidade do som no ar em um tubo com pó;

1877-1878: Rayleigh estabelece os fundamentos da teoria de vibração de ondas sonoras;

1880: Jacques e Pierre Curie descobrem o efeito piezoelétrico;

1881: Lippmann deduz matematicamente o efeito piezoelétrico;

1890: Koening estuda os limites da audibilidade, produz vibrações acima de 90 kHz;

1903: Lebedev e colaboradores desenvolveram sistema de ultrassom completo para analisar a absorção de ondas;

1911: Love descobre um tipo de onda superficial;

1912: Richardson registra a primeira patente de sistema de navegação por sonar;

1914: Fessenden constrói o primeiro sistema de sonar para detecção de icebergs por navios;

1915: Langevin inventa um dispositivo ultrassônico para detecção de submarinos;

1921: Cady descobre o oscilador de quartzo estabilizado oscilador;

1925: Pierce desenvolve o interferômetro de ultrassom;

1928: Sokolov propôs o uso de ultrassom para detecção de falhas;

1931: Mulhauser obtém uma patente para o uso de dois transdutores de ultrassom para detectar falhas em sólidos;

1940: Firestone e Sproule desenvolvem o método ultrassônico do pulso-eco por contato para detecção de falhas em metais;

1945: Descoberta da cerâmica piezoelétrica de titanato de bário;

1954: Titanato zirconato de chumbo (PZT) é desenvolvido e substituí o titanato de bário.

As ondas ultrassônicas podem ser geradas por transdutores que convertem uma diferença de potencial elétrico em vibração mecânica, e vice-versa. Tais transdutores normalmente são feitos de materiais piezoelétricos naturais, tais como o quartzo, ou artificiais, tais como o sulfato de lítio, titanato de bário, e titanato de zirconato de chumbo (PZT) (REZENDE, 2004).

A impedância acústica de um meio está relacionada com a resistência ou dificuldade do meio a passagem do som. Quando a onda atravessa uma interface entre dois meios com a mesma impedância acústica, não há reflexão, e a onda é toda transmitida ao segundo meio. A diferença de impedância acústica entre dois meios define a quantidade de reflexão na interface, quanto maior a diferença de impedância entre duas estruturas, maior será a intensidade de reflexão.

Considerando que a velocidade das ondas longitudinais no aço é aproximadamente 6000 m/s (ASTM E 494, 1995), e que se for utilizado transdutores com frequência ultrassônica entre 0,1 a 50 MHz. Então, o valor do comprimento de onda λ, dado por λ = v / f, onde v é a velocidade, e considerando os extremos da frequência f considerada, então λ está aproximadamente entre 120 µm para 50 MHz e 60000 µm para 0,1 MHz, ou seja, dado pelo seguinte cálculo: $6000x10^6$ (µm/s)/ [$50x10^6$ (1/s)] = 120 µm; e 6000 $x10^6$ (µm/s)/ [$0,1x10^6$ (1/s)] = 60000 µm.

Se tivermos, por exemplo, uma amostra de aço com tamanho de grão D variando entre 10 e 1000 µm, e um transdutor com frequência de centro de 10 MHz, e se a velocidade ultrassônica longitudinal no aço no valor de 6000 m/s, então o intervalo da relação λ / D que é dado por $\lambda/D_{máx.} < \lambda/D < \lambda/D_{mín.}$, ficaria 0,6 µm < λ / D < 60 µm, dado pelo seguinte cálculo: (v/f) / $D_{máx.}$ = [$6000x10^6$ (µm/s)/($10x10^6$/s)] / (1000 µm) = **0,6 µm = λ / $D_{máx}$**; (v/f) / $D_{mín.}$ = [$6000x10^6$ (µm/s)/($10x10^6$/s)] / (10 µm) = **60 µm = λ / $D_{mín.}$**. Desta forma, a frequência de centro do transdutor abrange os intervalos do regime Rayleigh λ/D >> 1, e estocástico λ/D ≈ 1.

Vale lembrar que o cálculo foi baseado apenas na frequência de centro transdutor, mas se o cálculo for estendido para a banda de frequência do mesmo, o intervalo de $\lambda/D_{máx.} < \lambda/D < \lambda/D_{mín.}$ vai ficar maior, visto que teremos uma frequência mínima menor que 10 MHz e outra maior. Por exemplo, se a largura de banda for de 60%, teremos dois extremos de frequência uma mínima de 6 MHz e outra máxima de 16,7 MHz e o intervalo da relação λ / D que é dado por $\lambda/D_{máx.} < \lambda/D < \lambda/D_{mín.}$, ficaria, 0,36 µm < λ / D < 100 µm, dado pelo seguinte cálculo: (v/**$f_{máx.}$**) / $D_{máx.}$ = [$6000x10^6$ (µm/s)/($16,7x10^6$/s)] / (1000 µm) = **0,36 µm =** λ / $D_{máx}$ a (v/**$f_{mín.}$**) / $D_{mín.}$ = [$6000x10^6$ (µm/s)/($6x10^6$/s)] / (6 µm) = **100 µm =** λ / $D_{mín.}$ Da mesma forma abrangendo ambos os intervalos do regime Rayleigh λ/D >> 1, e estocástico λ/D ≈ 1.

A onda ultrassônica em sua propagação no meio material perde energia sofrendo atenuação da sua amplitude devido a diversos efeitos, que são dependentes de características de propriedades físicas do meio, embora a natureza exata da causa da atenuação pode não ser sempre apropriadamente entendida. As possíveis causas da atenuação (PANDEY, 2010) são perdas devido a(ao): relaxação termoelástica; imperfeição da rede cristalina; contorno de grão; atrito interno;

II.4.1.1 Atenuação devido a relaxação termoelástica

Um sólido policristalino pode ser anisotrópico devido a orientação dos grãos constituintes, assim como os próprios grãos individuais podem anisotrópicos. Desta forma, quando uma dada tensão mecânica é aplicada ao sólido pode haver variação desta tensão de um grão para outro. A força de compressão produzida pela onda ultrassônica longitudinal faz com que ocorra um aumento da temperatura em cada cristal, mas por causa da falta de homogeneidade da tensão, a distribuição de temperatura não é uniforme. Desta forma, durante o ciclo de compressão, o calor irá fluir a partir de um grão que sofreu maior esforço, e que possue uma temperatura mais elevada, para o grão que sofreu uma deformação menor, e que possue uma temperatura menos elevada. A reversão na direção de fluxo de calor ocorre durante o ciclo de expansão, e isto é um processo de relaxamento termoelástico (BERGNER, 1990), (BOTVINA, 2000). A atenuação devido a relaxação termoelástica é proporcional ao quadrado da frequencia (PAPADAKIS, 1981).

II.4.1.2 Atenuação devido as imperfeições da rede cristalina

Qualquer irregularidade na estrutura da rede cristalina para um sólido cristalino é considerada como uma imperfeição (PAPADAKIS, 1981), (BOTVINA, 2000). As imperfeições aumentam a absorção das ondas ultrassônicas, e podem ser dos seguintes tipos (FILHO, 2011):

i) Pontuais restritas: são compreendidas em uma região de uns poucos átomos próximos do ponto do reticulado, e são normalmente são divididas em vacância, na presença de átomo intersticial, na presença de átomo de natureza diversa, ou deslocamento de átomo de sua posição regular;

ii) Imperfeições em linha: são as que correspondem à interrupção da continuidade das arestas de planos de átomos ao longo do cristal, e são conhecidas também como discordância de linha ou de cunha;

iii) Imperfeições de superfície: que são representados por contornos dos grãos, contornos de subgrãos, contornos de maclação, e por falhas de empilhamento na sequência de planos de átomos.

II.4.1.3 Atenuação nos contornos de grãos

As perdas de energia nos limites dos grãos dependem do grau de anisotropia dos cristais, do diâmetro médio de grão (ou da distribuição de tamanhos de grãos), da frequencia da onda incidente, e do tipo de material incidido pela onda (PAPADAKIS, 1981), (NICOLETTI, 1992). A relação entre o comprimento de onda (λ), obtido a partir da relação entre a velocidade da onda e sua frequencia (f), e o tamanho do espalhador (D) define usualmente três regimes atenuação sonora, que são: Regime Rayleigh para $\lambda >> D$; Regime estocástico para $\lambda \approx D$; Regime difuso ou geométrico para $\lambda << D$. Estes regimes possuem equações específicas para o coeficiente de atenuação sonora α. O valor de α é considerado usualmente proporcional a D^n, e a f^m, e a uma constante relativa ao material, para os regimes Rayleigh e estocástico, sendo que os expoentes n e m variam entre estudos desenvolvidos por diversos autores já citados e que serão abordados em seção específica.

II.4.1.4 Atenuação devido ao atrito interno

Os picos de atrito interno são causados devido ao efeito de amortecimento no arraste entre regiões de atrito ao longo das vacâncias, ou podem ser considerados relacionados a frenagem em pontos de ancoragem causados por vibrações térmicas. Esta perda é independente da frequência e é muito aumentada pela quantidade de trabalho a frio realizado no material (PANDEY, 2010).

II.4.1.5 Velocidade ultrassônica

Os parâmetros relacionados entre a atenuação e a velocidade ultrassônica podem ser utilizados para caracterizar as microestruturas e estimar as propriedades físicas associadas

aos materiais. O comportamento da atenuação ultrassônica e da velocidade em função dos parâmetros físicos relacionados as diferentes condições do meio são usados para caracterizar o material durante e depois de seu processamento. O ultrassom também pode ser utilizado para a preparação e investigação de nanomateriais, e é uma ferramenta eficaz para o diagnóstico do material (PANDEY, 2010).

II.4.2 Teoria da propagação das ondas sonoras para sólidos anisotrópicos

Uma forma geral para representar os deslocamentos de ondas planas em sólidos anisotrópicos é dado pela equação de Cristoffel para um sólido anisotrópico:

$$\mathbf{u} = A \cdot \mathbf{p} \cdot \exp\left[i(\mathrm{k} \cdot \mathbf{r} - wt)\right] \tag{2.5}$$

onde **u** é o campo de deslocamento da onda no meio material, A é a amplitude de deslocamento da onda, p é o vetor polarização, k é o vetor de onda e r é o vetor posição de um ponto na frente de onda representado nas coordenadas cartesianas (*x, y, z), w* é a frequencia angular, e t é o tempo.

A relação entre deformação e deslocamento em sólidos é expressa por:

$$\mathbf{S} = \nabla\mathbf{u} \tag{2.6}$$

onde ∇ é o divergente do campo de deslocamento **u** da onda e **S** é o campo de deformações. A equação da propagação de onda em um sólido genérico é definida por:

$$\nabla \cdot \mathrm{T} = \rho \cdot \frac{\partial^2 \mathrm{u}}{\partial \mathrm{t}^2} \tag{2.7}$$

onde T é o tensor de tensões, ρ é a densidade do meio e t o tempo. Expressando a equação (2.7) na forma de índices, fica:

$$\nabla_{\mathrm{iK}} \cdot \mathrm{c}_{\mathrm{KL}} \cdot \nabla_{\mathrm{Lj}} \cdot \mathrm{v}_{\mathrm{j}} = \rho \cdot \frac{\partial^2 \mathrm{v}_{\mathrm{j}}}{\partial \mathrm{t}^2} \tag{2.8}$$

onde ∇_{iK} é o operador divergente na forma matricial, onde c_{KL} é a matriz de rigidez, ∇_{Lj} é o operador matricial do gradiente simétrico, v_j é o componente de velocidade da onda. Os termos ∇_{iK}, c_{KL}, ∇_{Lj}, são dados pelas matrizes (2.9), (2.10) e (2.11), ou seja:

$$\nabla_{iK} = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} & \frac{\partial}{\partial y} \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 & \frac{\partial}{\partial z} & 0 & \frac{\partial}{\partial x} \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial x} & 0 \end{bmatrix} \tag{2.9}$$

$$\nabla_{Lj} = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} \\ 0 & \frac{\partial}{\partial z} & \frac{\partial}{\partial y} \\ \frac{\partial}{\partial z} & 0 & \frac{\partial}{\partial x} \\ \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial x} & 0 \end{bmatrix} \tag{2.10}$$

$$[\mathbf{c}] = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{bmatrix} \tag{2.11}$$

As características de propagação da onda em sólidos anisotrópicos podem ser representadas utilizando as matrizes:

$$\left[\mathbf{k}^2 \cdot \Gamma_{ij} - \rho \cdot w^2 \cdot \delta_{ij}\right]\left[v_j\right] = 0 \qquad (2.12)$$

onde $\Gamma_{ij} = l_{ik} \cdot c_{KL} \cdot l_{Lj}$ é chamada de matriz de Cristoffel, δ_{ij} é a matriz identidade, o índice KL varia de 1 a 6 e o índice ij varia de 1 a 3, l_{ik} e l_{Lj} são os componentes da onda plana uniforme representado por $l = x \cdot l_x + y \cdot l_y + z \cdot l_z$, w é a frequência angular, e **k** o vetor de onda (KOLKOORI, 2013).

Ahmed utiliza a teoria de propagação de ondas, na equação de Cristoffel, em materiais policristalinos equiaxiais (randomicamente orientados). Considera uma autocorrelação geométrica para representar o tamanho e a forma dos grãos, isto é, leva em conta a distribuição de tamanhos de grãos. Isto possibilita o cálculo numérico da variação da atenuação em função da frequência para ondas longitudinais. O autor utiliza a definição de frequências normalizadas, na forma x_{0l} onde $x_{0l} \ll 1$ é o intervalo do regime de atenuação Rayleigh e $1 < x_{0l} < 10$ é o intervalo da transição do regime Rayleigh para o estocástico (AHMED, 1996). Os resultados apontam que a atenuação aumenta rapidamente no início do intervalo do parâmetro de frequência, isto é, dentro do regime Rayleigh de atenuação, e que no intervalo de transição a atenuação é proporcional ao quadrado da frequência, conforme a Figura II.2. Também aproximadamente no centro da transição observa-se que há um ponto de inflexão, que pode ser considerado teoricamente o ponto de transição entre os dois regimes.

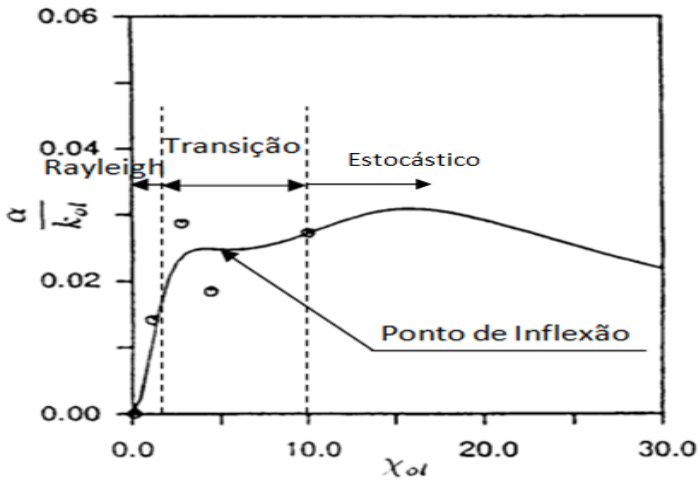


Figura II.2 - Coeficiente de atenuação normalizado em função da frequência normalizada para ondas longitudinais se propagando em um material policristalino equiaxial.

II.4.3 Atenuação sonora em materiais considerando um único tamanho de grão

Na caracterização de materiais por ultrassom a atenuação é classificada em duas classes principais de mecanismos considerados (HAAK, 2010), que são:

i) Absorção: converte a maior parte da energia absorvida em calor devido a relaxação termoelástica. A energia absorvida é irreversível, isto é, perdida do campo acústico e dissipada no meio de propagação;

ii) Espalhamento: a energia coerente, ou seja, energia das ondas de mesma frequência e direção que mantém a relação de fase, é transformada em incoerente. Uma parte desta energia que retorna ao transdutor ultrassônico corresponde aos ecos de fundo e retroespalhados, outra parte pode ser espalhada para fora do campo sonoro do transdutor e não ser registrada.

O coeficiente de atenuação sonora α pode ser escrito como a soma dos componentes de absorção $\alpha_{\mathrm{Abs.}}$ e espalhamento $\alpha_{\mathrm{Esp.}}$, ou seja:

$$\alpha = \alpha_{\mathrm{Abs.}} + \alpha_{\mathrm{Esp.}} \tag{2.13}$$

O valor de $\alpha_{\mathrm{Abs.}}$ é considerado linear em relação à frequência, e pode ser definido por uma equação do tipo $\alpha_{\mathrm{Abs.}} = C_{\mathrm{Abs.}} \cdot f$, onde $C_{\mathrm{Abs.}}$ é uma constante. Geralmente para metais policristalinos e cerâmicos a atenuação por espalhamento é bem maior que a absorção, sendo por vezes negligenciada, de forma que α poderia ser considerado como:

$$\alpha = \alpha_{\mathrm{Esp.}} \tag{2.14}$$

O espalhamento das ondas sonoras elásticas em sólidos ocorre devido a diferenças ponto a ponto nas propriedades elásticas e na densidade. Estas diferenças são associadas à estrutura policristalina dos grãos, múltiplas fases, precipitados e imperfeições nos cristais.

O problema geral de expressar a atenuação devido ao espalhamento em um meio é inviável para as aplicações práticas industriais devido a sua complexidade, pois deve levar em conta em relação aos espalhadores o tamanho, a forma, a distribuição e a densidade de ocorrência destes, bem como as propriedades do material. Todavia, assumindo um espalhamento relativamente fraco, a perda causada por um único espalhador não é afetada

pela presença de outros, então a perda total pode ser calculada de maneira relativamente fácil através da seção de espalhamento e da média de tamanho destes.

Papadakis faz uma revisão teórica de alguns trabalhos importantes sobre atenuação ultrassônica desenvolvidos até 1959 (PAPADAKIS, 1960), dentre eles resumidamente estão os seguintes:

i) Rayleigh: descreve o espalhamento do som nos casos em que o comprimento de onda é muito maior que o diâmetro do espalhador considerado esférico. A energia de espalhamento é proporcional a quarta potência da frequência e a terceira potência do diâmetro do espalhador, com a consideração de que não ocorra dispersão na velocidade da onda. Os grãos metálicos em metais sólidos são tratados como esferas causando espalhamento no som e algumas características de um grão individual devem diferir daquelas características do meio, ou do valor médio, para que o espalhamento ocorra (RAYLEIGH, 1896);

ii) Mason e McSkimin: analisam o caso em que o módulo de elasticidade dos grãos não exibe simetria esférica, mas varia com a direção relativa a seus eixos. Os autores negligenciam qualquer variação na densidade de cristal para cristal por considerar insignificante. Em relação ao módulo de compressão e de cisalhamento sobre todas as possíveis direções em um cristal simples consideram a sua média para caracterizar o meio. O cristal simples considerado difere do meio, pois a magnitude de sua constante elástica varia com a sua orientação em relação a direção de propagação do som (MASON e McSKIMIN, 1948).

No caso em que o comprimento de onda é muito maior que o tamanho de grão a atenuação da amplitude de sinal em dB/cm, ou seja, o coeficiente de atenuação sonora é dado por:

$$\alpha = 17{,}37 \cdot \frac{\pi^3 \cdot U \cdot \mathbf{f^4}}{v^4} \cdot \left\langle \left(\frac{\Delta K}{K}\right)^2 \right\rangle_{av.} \qquad (2.15)$$

onde U é o volume do cristal, dado por $\cong 4 \cdot \pi \cdot \mathbf{R^3}/3$, e “R” é o raio do cristal, em cm, f é a frequencia ultrassônica, em MHz, *v* é a velocidade do som, em cm/µs. A fórmula é considerada boa somente para comprimentos de onda muito maiores que o diâmetro do grão.

A fração ΔK/K é o desvio fracional do módulo de compressão em relação a média e vale:

$$\frac{\Delta K}{K} = \frac{\left[c_{ij}' - (c_{ij}')_{av}\right]}{\left(c_{ij}'\right)_{av}} \tag{2.16}$$

onde c_{ij}' é a constante de rigidez e $(c_{ij}')_{av}$ é o valor médio sobre um cristal. No caso do grão ser considerado uma esfera uniforme em um meio homogênio, $(\Delta K/K)^2$ é constante e conhecido. No caso de um policristalino sólido $\langle(\Delta K/K)^2\rangle_{av.}$ é aproximadamente a média sobre todas as orientações de $(\Delta K/K)^2$, isto é:

$$\left\langle\left(\frac{\Delta K}{K}\right)^2\right\rangle_{av} = \left\langle\left(\frac{\left[c_{ij}' - (c_{ij}')_{av}\right]}{\left(c_{ij}'\right)_{av}}\right)\right\rangle_{av} = \frac{4}{21}\cdot a \tag{2.17}$$

O valor de "a" para cristais de ferrita é de $6{,}7\cdot10^{-3}$, e para um cristal simples é dado em termos de constantes elásticas:

$$a = \left[\frac{2\cdot(c_{12}-c_{11})+4\cdot c_{44}}{5\cdot c_{11}+2\cdot(c_{12}-c_{11})+4\cdot c_{44}}\right]^2 \tag{2.18}$$

No caso em que o comprimento de onda é muito menor que o tamanho de grão o coeficiente de atenuação, em dB/μs, vale:

$$\alpha_T = \left(8{,}68\cdot\overline{R}\cdot\frac{v}{r}\right) \tag{2.19}$$

onde r é o raio do grão em polegadas, v é a velocidade do som em polegadas por microsegundos, $\overline{R}$ é o coeficiente de reflexão médio nos contornos de grão, e é derivado da seguinte equação:

$$\overline{R} = \frac{1}{4}\cdot\left|\frac{c_{ij}' - (c_{ij}')_{av.}}{(c_{ij}')_{av.}}\right| \tag{2.20}$$

É proposto uma aproximação do coeficiente médio por um quarto de diferença entre o máximo e o mínimo valor de R.

iii) Pekeris: assume uma função de autocorrelação para as inomogeineidades do sólido, e encontra que a atenuação varia conforme a seguinte equação:

$$\alpha_T = \frac{8 \cdot r^3 \cdot f^4}{1+8 \cdot r^2 \cdot f^2} \cdot \left\langle \left(\frac{\Delta K}{K}\right)^2 \right\rangle_{av.} \quad (2.21)$$

onde "r" é o raio do grão, e o valor de $(8 \cdot r^3 \cdot f^4)/(1+8 \cdot r^2 \cdot f^2)=(r \cdot f^2)/[1/(8 \cdot r^2 \cdot f^2)+1]$ tende para "$r^3 \cdot f^4$" quando f tende para uma pequena frequencia (ou um grande comprimento de onda), e tende para "$r \cdot f^2$" quando f para uma grande frequencia (ou um pequeno comprimento de onda). Esta é a ligação teórica entre o espalhamento Rayleigh e estocástico, ou seja, levar em consideração o modo de conversão no contorno de grão no tratamento da atenuação em policristais (PEKERIS,1947) .

iv) Hutingtон: chega a uma expressão da atenuação assumindo o desenvolvimento de uma distribuição de fase da frente de onda quando a onda passa através de grãos com diferentes constantes elásticas dependentes de suas orientações. A variação nas constantes elásticas causa a variação na velocidade do som no cristal, e uma mudança de fase na onda que passa por um determinado número de cristais. Usando um processo estocástico envolvendo uma distribuição estocástica de mudança de fase por grão, encontra a atenuação da amplitude de sinal em dB/μs (HUTINGTON, 1950), dada por:

$$\alpha_T = \frac{4 \cdot \pi^2 \cdot r \cdot f^2}{3 \cdot v} \cdot \left\langle \left(\frac{\Delta K}{K}\right)^2 \right\rangle_{av.} \quad (2.22)$$

a qual varia no quadrado da frequência, a primeira potência do raio "r" do grão, e o quadrado da variação fracional das constantes elásticas.

Roney estuda a atenuação sonora, a partir das equações desenvolvidas Mason e McSkimin, como sendo uma relação entre o coeficiente de atenuação e a frequência, para o caso particular de uma onda com frequência entre 3 a 15 MHz que viaja numa liga de duralumínio (RONEY, 1950), conforme o seguinte:

$$\alpha = \mathbf{a_1} \cdot f + \mathbf{a_2} \cdot f^4 \quad (2.23)$$

onde $\mathbf{a_1}$ é uma constante, e $\mathbf{a_2} = \mathbf{a_3} \cdot D^3$, e D é o tamanho médio de grão, $\mathbf{a_3}$ é uma constante dependente do material. O primeiro termo representa a perda por absorção através da histerese de amortecimento em baixas frequências. A histerese é a tendência de um material de conservar as propriedades geradas por um estímulo mesmo na sua ausência. O segundo termo da equação (2.23) é usualmente aplicado ao espalhamento Rayleigh, onde λ/D >> 1.

Todavia, Roney lembra que autores aplicaram a equação para um intervalo λ/D > 3, o que contraria a condição de Rayleigh, que originalmente é λ/D >> π. Afirma também que para uma generalização teórica mais completa seria necessário mais resultados com a relação λ/D >> π. Então, recomenda assim que sejam realizados mais estudos no intervalo 10π > λ/D > π/100, divididos em dois tipos: i) experimentos em amostras com grãos de tamanho homogêneo e variação na frequência com uso de diversos transdutores; ii) experimentos com amostras preparadas cuidadosamente para produzir diferentes diâmetros de grão, D, e uso de apenas um transdutor de banda de frequência estreita.

Kopec em seu artigo relata que a atenuação da pressão sonora devido a propagação de uma onda ultrassônica em um meio material pode ser expressa utilizando o logaritmo natural e a unidade em Neper (Np) (KOPEC, 1975), por:

$$\ln\left(\frac{P}{P_0}\right) = -\alpha \cdot d \qquad [Np] \qquad (2.24)$$

Se a distância d for constante, e a unidade de atenuação for expressa em dB, então a equação fica:

$$\log\left(\frac{P}{P_0}\right) = -\frac{1}{10} \cdot \alpha \cdot d \cdot \log(e) = \text{const} \cdot \alpha \qquad [dB] \qquad (2.25)$$

onde d é a distância percorrida pela onda sonora, em cm, e P a pressão sonora no meio na posição d, em N/cm^2, P_0 é a pressão inicial no meio, α é o coeficiente de atenuação em dB/cm. O autor utiliza para os regimes de atenuação as seguintes relações do coeficiente global de atenuação:

Regime Rayleigh para λ/D >> 2π: $\alpha = a_1 \cdot f + a_2 \cdot f^4$ (2.26)

onde a_1 é uma constante, e a_2 vale aproximadamente D^3, e D é o diâmetro médio dos grãos. O termo dependente de f é o termo relativo a absorção, e o dependente de f^4 é o termo relativo ao espalhamento Rayleigh.

Regime Estocástico para $2\pi > \lambda/D > 1$: $$\alpha = a_1 \cdot f + a_2 \cdot f^2 \quad (2.27)$$

onde a_1 é uma constante que depende do material, e a_2 vale aproximadamente D. O termo dependente de f^2 é relativo ao espalhamento estocástico.

Regime Alta Frequência para $\lambda/D < 1$: $$\alpha = a_1 \cdot f + a_2 \quad (2.28)$$

onde a_2 é aproximadamente 1/D, é independente de f e é proporcional a anisotropia elástica.

Regime de Altíssima Frequência ($\lambda/D << 1$): $$\alpha = a_1 \cdot f + a_2 \cdot f^2 + \frac{R}{D} \quad (2.29)$$

onde R é o fator de reflexão. O segundo termo é devido a perda térmica que é muito alta nesse regime. As equações (2.27) e (2.29) são reportadas por Papadakis de forma similar (PAPADAKIS, 1981).

Takafuji elabora um método para determinar o tamanho efetivo de grão, nos quais as orientações cristalográficas variam grandemente. Afirma que os grãos alongados produzidos no resfriamento do aço produzem marcante atenuação nas ondas sonoras que viajam através do mesmo. As ondas ultra-sônicas de uma freqüência f são propagadas através de um objeto a ser examinado, e sua constante de atenuação α é determinada (TAKAFUJI,1985). Utilizando a razão f/α determina os seguintes intervalos de atenuação:

Se $f/\alpha < 1{,}79$, então: $$\alpha = 0{,}52\ D\ f^2 \quad (2.30)$$

Se $1{,}79 \leqq f/\alpha < 2{,}86$, então: $$\alpha = 0{,}49\ D^2\ f^3 \quad (2.31)$$

Se $2{,}86 \leqq f/\alpha < 7{,}14$, então: $$\alpha = 0{,}58\ D^3\ f^4 \quad (2.32)$$

Se f/α ≧ 7,14, então: $\alpha = 0,36\ D^2\ f^3$ (2.33)

Dado que o valor de f/α é conhecido, D pode ser derivado a partir de α e f. Lembrando que o autor segue a regra $\alpha = A \cdot D^i \cdot f^{i+1}$, então: $(f / \alpha) = A \cdot (D^i / \lambda^i)$, onde A é uma constante. Nestas equações, f é a frequência de medição (MHz), λ é a relação V/f, em mm, onde V é a velocidade de propagação do som através de aço considerada constante, e α é o coeficiente de atenuação corrigido em relação as perdas por difração e por reflexão. O valor de α é definido a partir do método ultrassônico do pulso eco aferindo a amplitude dos ecos de fundo conforme a seguinte equação:

$$\alpha = \frac{20}{d} \cdot \log\left(\frac{A1}{A2}\right) \quad (2.34)$$

onde A_1 e A_2 são as amplitudes de dois ecos de fundo consecutivos, em V, e d a espessura do aço em cm. Devem ser levadas em conta as correções em relação a perdas por difração, ou seja, desvio do ultrassom do campo sonoro do transdutor, por reflexão na superfície da amostra, e devido a uma dada espessura d do aço, conforme as equações:

$$\Delta\alpha_{\text{Difração}} = \frac{3}{\text{f}} \quad \text{(dB/cm)} \quad (2.35)$$

$$\Delta\alpha_{\text{Reflexão}} = \frac{0,25}{2\text{d}}\sqrt{\text{f}} \quad \text{(dB/cm)} \quad (2.36)$$

Desta forma a constante de atenuação corrigida fica:

$$\alpha = \alpha_{\text{Experimental}} - \Delta\alpha_{\text{Difração}} - \Delta\alpha_{\text{Reflexão}} \quad \text{(dB/cm)} \quad (2.37)$$

Deve ser levado em consideração que a reflexão varia com o grau de acabamento da superfície do aço, e neste caso recomenda-se que seja retificada. O tamanho de grão D é dado por:

$$D = \left(\frac{\alpha}{\mathbf{a_j} \cdot f^{n_j+1}}\right)^{\frac{1}{n_j}} \tag{2.38}$$

onde n_j é um número inteiro que depende do intervalo de f/α, e $\mathbf{a_j}$ é uma constante que dependente do material e é predeterminada para uma constante j que varia de 1 a 4 de acordo com a região de atenuação.

Saniie e Wang adotam um modelo de envelopamento exponencial para o decaimento dos picos de amplitude do sinal retroespalhado, ou seja, para o sinal compreendido entre dois ecos de fundo, no material para uma dada profundidade a partir da superfície de contato do transdutor com a amostra (SANIIE, 1989) e (WANG,1991). No domínio frequência a equação é representada por:

$$A(d,f) = A_0 \cdot \alpha_{Esp.Norm.}(d,f) \cdot e^{-2\cdot\int_0^d \alpha(d,f)dz} \tag{2.39}$$

onde A_0 é a amplitude inicial da onda incidente no meio material, em centímetros (cm), α(d, f) é o coeficiente global de atenuação em Neper/cm, e $\alpha_{Esp.Norm.}$(d, f) é o coeficiente de espalhamento normalizado pelo valor do coeficiente global. O valor de α(d, f) dependente da posição d do espalhador e da frequência f da onda sonora. Se o material exibir propriedades homogêneas em função da posição d, a equação pode ser simplificada e reescrita assim:

$$A(f) = A_0 \cdot \alpha_{Esp.}(f) \cdot e^{-2\cdot\alpha(f)\cdot d} \tag{2.40}$$

onde α(f) é soma do coeficiente de absorção e de espalhamento. Também considera a definição da média da amplitude atenuada em função da média do coeficiente de atenuação através da seguinte equação:

$$\langle A(f)\rangle = A(f) \cdot \langle \alpha_{Esp.}(f)\rangle \cdot e^{-2\cdot\langle\alpha(f)\rangle\cdot d} \tag{2.41}$$

Bergner estuda a atenuação em um aço Cr-Mo-V com estrutura bainítica (BERGNER, 1990). A dependência do coeficiente de atenuação é proposta de acordo com a seguinte função:

$$\alpha(f) = \mathbf{a_1} \cdot f^{0,5} + \mathbf{a_2} \cdot f^4 \qquad (2.42)$$

onde os valores de $\mathbf{a_1}$ e $\mathbf{a_2}$ são encontrados por regressão. O valor de $\mathbf{a_2}$ é $\mathbf{a_3} \cdot D^3$, sendo D o tamanho médio de grão, e para obter uma primeira aproximação do tamanho de grão pode ser usado o valor de $\mathbf{a_3} = 0{,}84 \cdot 10^{-14}$ $m^{-4} \cdot s^4$ que é obtido para o ferro alfa.

O primeiro termo da função esta relacionado com perdas termoelásticas, e é principalmente determinado pelos pacotes de bainita. O segundo termo esta relacionado ao espalhamento Rayleigh, e é determinado principalmente pelos maiores tamanhos de grão de austenita. Os baixos valores dos coeficientes de perdas magnéticas encontrados para o aço Cr-Mo-V são devidos aos elementos ligantes, visto que o Cr e o V que formam carbetos não magnéticos constituem obstáculos para as paredes de domínio responsáveis por perdas magnéticas.

Os resultados encontrados para o valor do D pelo método ultrassônico ficam mais próximos dos tamanhos da austenita, visto que estes são os que apresentam maiores dimensões pelo método metalográfico. A Tabela II.1 mostra os parâmetros que afetam o coeficiente de atenuação ultrassônica no estudo do aço baixo carbono (≈0,2% C) conforme levantamento do autor.

Tabela II.1 – Parâmetros que afetam o coeficiente de atenuação ultrassônica, referências em relação ao aço baixo carbono (≈0,2% C) (BERGNER, 1990).

Dependência Experimental	Dependência Microestrutural	Mecanismo de Atenuação	Autor(es)
f^4	D^3	Espalhamento Rayleigh	(GOEBBELS, 1980), (SMITH, 1981), (REYNOLDS, 1984), (MONCHALIN, 1985)
$f^{0,5}$, T	D^{-1}	Perdas Termoelásticas	(MONCHALIN, 1985), (EBERHARDT, 1982)
f , J	- - -	Perdas Magnéticas	(MONCHALIN, 1985), (BRATINA, 1960)
f^2 , T	- - -	Atrito Interno	(MONCHALIN, 1985)

Legendas: f: frequência; T: Temperatura; J: Histerese Magnética; D: Tamanho Médio de Grão; - - - Não informado;

Goebbels apresenta um método para determinação do tamanho de grão onde a informação é retirada do sinal retroespalhado (GOEBBELS, 1977). Nele é utilizada a relação da atenuação como a soma das parcelas da absorção e espalhamento conforme o seguinte:

$$\alpha = \mathbf{a_1} \cdot \mathrm{f} + \mathbf{a_2} \cdot \mathrm{D}^3 \cdot \mathrm{f}^4 \qquad (2.43)$$

onde $\mathbf{a_1}$ é uma constante referente a absorção, $\mathbf{a_2}$ é constante referente ao espalhamento, ambas dependentes do material. A partir dos valores desconhecidos a_1 e D é construído um sistema linear de equações, sendo a técnica repetida para duas frequências diferentes. Já o valor de α pode ser calculado experimentalmente através do sinal retroespalhado.

Devido ao emprego de transdutores ultrassônicos fase-sensitivos o autor sugere a utilização de técnicas de processamento de sinais, a fim de eliminar o padrão de interferência. A técnica utilizada pelo autor é a da média espacial, onde sinais são adquiridos em diversos pontos da amostra, retificados e somados entre si, e o resultado é uma curva suavizada. A Figura II.3 mostra o perfil do decaimento da amplitude do sinal retroespalhado. A amplitude As(x) pode ser representada pela seguinte equação:

$$\mathrm{A_s}(\mathrm{x}) = \mathrm{A_0}\sqrt{\left(\alpha_{\mathrm{Esp.}} \cdot \Delta\mathrm{x}\right)} \cdot \mathrm{e}^{-\alpha \cdot \mathrm{x}} \qquad (2.44)$$

onde x é a posição do transdutor na amostra e A_0 a amplitude inicial. Aplicando-se o logaritmo à $A_S(x)/[A_0 \cdot (\alpha_{Esp.} \cdot \Delta x)^{0,5}] = e^{-\alpha \cdot x}$ da equação 2.44, tem-se como inclinação da reta o coeficiente de atenuação α.

A Tabela II.2 mostra a comparação quanto as equações utilizadas do coeficiente de atenuação sonora (α) para determinação do tamanho de grão, intervalos da relação entre comprimento de onda (λ) e tamanho de grão (D) e mecanismos de atenuação relacionados.

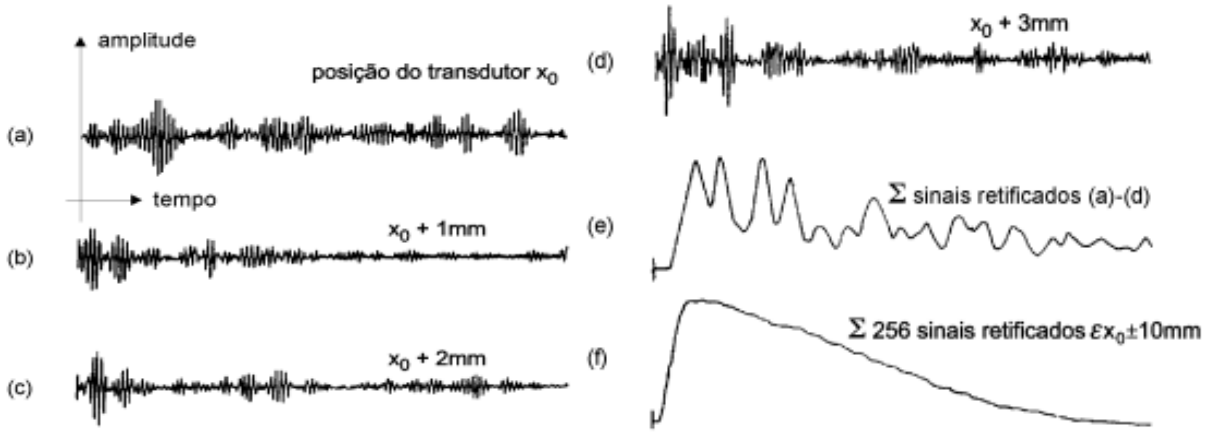


Figura II.2 - Método proposto por Goebbels com média espacial dos sinais ultrassônicos retroespalhados (GOEBBELS, 1997) nas respectivas posições: a) x_0; b) x_0 + 1 mm; c) x_0 + 2 mm; d) x_0 + 3 mm; em e) o somatório dos sinais retificados de a) a d); e em f) o somatório de 256 sinais retificados adquiridos de forma automática.

Tabela II.2 – Experimentos que utilizam a equação do coeficiente de atenuação sonora (α) para determinação do tamanho de grão, intervalos da relação entre comprimento de onda (λ) e tamanho de grão (D) e mecanismos de atenuação relacionados.

Material Estudado	**Equação Usada Intervalo Válido Gráfico**	**Intervalo Estudado**	**Autor**
Aço Baixo Carbono + Normalização	$\alpha = \mathbf{a_1} f + \mathbf{a_2} D^3 f^4$ $\lambda/D > 2\pi$ Absorção e Esp. Rayleigh	$4 < \lambda/D < 75$	(KOPEC, 1975)
	$\alpha = \mathbf{a_1} f + \mathbf{a_3} D f^2$ $\lambda/D < 2\pi$ Absorção e Esp. Estocástico		
Aço Baixa Liga Cr-Mo-V + Normalização	$\alpha = \mathbf{a_1} f^{0,5} + \mathbf{a_2} D^3 f^4$ Absorção e Esp. Rayleigh	$12<\lambda/D<1000$	(BERGNER, 1990)
Materiais c/ Estrutura Cristalina	$\alpha = \mathbf{a_1} f + \mathbf{a_2} D^3 f^4$ Absorção e Esp. Rayleigh	$\lambda/D >> 1$	(GOEBBELS, 1997)

Legenda: a_i constante relativa ao material; Esp.: Espalhamento;

Kummar em seu estudo sobre aços inoxidáveis do tipo 316 L, tratados termicamente, detecta diferenças na amplitude do espectro de frequências para amostras de diferentes tamanhos de grãos (KUMMAR, 1999). Quanto maior é o tamanho médio de grão da amostra mais atenuado é o pico de amplitude da frequência de centro dos transdutores usados, mesmo que este pico se localize em diferentes frequências. Todavia, a relação λ/D não se mantém constante, numericamente (λ/D≈324μm/30μm=10,8; λ/D≈545μm/78μm=7; λ/D≈667μm/138μm=4,8), isto é, verifica-se que λ/D=10,8 está no regime de atenuação Rayleigh

ao passo que λ/D=4,8 está no regime de espalhamento estocástico. Desta forma seria mais confiável a diferenciação utilizando a amplitude do espectro com ambas as amostras no mesmo regime de atenuação, visto que dois regimes diferentes possuem diferentes equações para o coeficiente de atenuação (α é proporcional a f^2 no regime estocástico com λ/D=4,8 e α proporcional a f^4 no regime Rayleigh λ/D=10,8) e naturalmente os valores de amplitudes serão diferentes.

Botvina relata que o espalhamento dependente dos grãos quanto ao seu tamanho, a sua forma, a sua orientação, a sua anisotropia, e a configuração entre os mesmos, bem como da composição química do aço e das fases presentes (BOTVINA, 2000). Para o equacionamento teórico do coeficiente de atenuação sonora nos regimes Rayleigh, estocástico e difuso, levando-se em conta apenas o espalhamento da onda ultrassônica nos contornos de grãos, faz as seguintes considerações:

(i) As descontinuidades nos contornos de grãos são de natureza elástica, e não há variação na densidade das discordâncias;

(ii) O espalhamento é em grãos individuais, tais como esferas, cubos e cilindros;

(iii) Os grãos de diferentes tamanhos são randomicamente localizados e orientados, de modo que a estrutura é elasticamente homogênea e isotrópica;

(iv) O número de grãos é grande o suficiente para que a atenuação por espalhamento nos contornos de grãos seja muito maior que a atenuação por absorção;

(v) O espalhamento em grãos individuais não é coerente.

Adicionalmente para o regime Rayleigh é necessária ainda a seguinte condição;

(vi) A energia espalhada individualmente em cada grão é suficientemente pequena, de forma que o múltiplo espalhamento possa ser negligenciado.

O autor ainda resume alguns dos experimentos típicos relacionados com a atenuação, frequência e tamanho de grão, bem como as conclusões a respeito dos regimes de atenuação e os limiares de λ/D sugeridos, conforme a Tabela II.3. Afirma que as equações dos regimes Rayleigh, estocástico e difuso, convencionalmente utilizadas, para a determinação do diâmetro de grão D necessitam que as constantes dos materiais sejam determinadas, e que na maioria dos casos não podem ser determinadas analiticamente, sendo necessária experimentação. Então, propõem o uso de uma curva relacionando as variáveis adimensionais log (D·α) versus log (v·dα/df), descrita pela seguinte equação:

$$\log(\mathrm{D}\cdot\alpha)=\begin{cases}2\cdot\log\left(\mathrm{v}\frac{\mathrm{d}\alpha}{\mathrm{df}}\right)+1 & \text{se } \log\frac{\mathrm{d}\alpha}{\mathrm{df}}<-1{,}5\\ 2\cdot\log\left(\mathrm{v}\frac{\mathrm{d}\alpha}{\mathrm{df}}\right)-1 & \text{se } \log\frac{\mathrm{d}\alpha}{\mathrm{df}}>-1{,}5\end{cases} \tag{2.45}$$

Utiliza a equação 2.45 para ligas de alumínio, magnésio, aço e cobre e reporta um desvio em relação ao tamanho de grão médio de 10 a 20%, dentro do regime Rayleigh, e um desvio de 100% para pequenos tamanhos de grãos, dentro do regime estocástico. Justifica o desvio de até 100% no regime estocástico devido à equação teórica para o coeficiente de espalhamento, $\alpha = const.\cdot D\cdot f^2$, que serviu para determinar o tamanho de grão para comparação, subestime o nível de espalhamento. Afirma que valores excessivamente altos (maiores que 1) do módulo de $v\cdot d\alpha/df$, ou excessivamente baixos (menores que 0,001), indicam que o procedimento não apresentará resultados confiáveis.

A perda por espalhamento é função da frequência, do tamanho característico do espalhador e do grau relativo de inomogeneidades, e que pode ser estabelecida sem realmente resolver a equação da onda acústica (NICOLETTI, 1992). Uma importante regra geral é a de estruturas auto-similares, conforme o modelo de material da Figura II.4. Isto é, a auto-similaridade implica na consideração de que a estrutura grosseira é uma ampliação linear da estrutura fina, onde f_1 é a frequência de inspeção da estrutura fina e λ_1 é o comprimento de onda (velocidade da onda ultrassônica pela frequência). Já a estrutura grosseira é inspecionada a uma frequência f_2 e o comprimento de onda médio é λ_2. Então, o fator de escala é:

$$\xi = d_2 / d_1 = D_2 / D_1 = \lambda_2 / \lambda_1 \qquad (2.46)$$

Quando é resolvida a equação da onda para determinar as perdas por espalhamento, todos os termos são divididos pelo comprimento de onda acústico, todavia a solução para a estrutura fina à alta frequência é a mesma para a estrutura grosseira a baixa frequência, ou seja, $D_2/\lambda_2 = D_1/\lambda_1$. Consequentemente, a perda por espalhamento deve ser a mesma em ambos os casos, o que significa que o coeficiente de atenuação também possui um fator de escala ξ.

Tabela II.3 – Experimentos com diversos materiais relacionando atenuação sonora, tamanho de grão, limiar do regime de atenuação, e mecanismos de atenuação, **BOTVINA (2000)**.

Material Estudado	Limiares de (λ/D) Sugeridos	Mecanismo de Atenuação Relatado	Autor(es)
Alumínio Magnésio	λ / D > 3	Espalhamento Rayleigh e Absorção por Histerese Magnética	(MASON, 1947, 1948)
	λ / D < 1/3	Espalhamento Difuso (Região Geométrica)	
Ferro, Cobre e Magnésio	λ / D > 10	Espalhamento Rayleigh e Absorção por Histerese Magnética	(MERKULOV, 1956)
Aços 12, 15 e 40	4 < λ / D < 10	Espalhamento Estocástico	(MERKULOV, 1957)
Aços 31440, 4150	1/3 < λ / D <3	Espalhamento Estocástico	(PAPADAKIS, 1960)
Aço 46	λ / D > 4π	Espalhamento Rayleigh	(KLINMAN, 1980)
Aço NiMoV	λ / D > 30 2 < λ / D < 7	Espalhamento Rayleigh Espalhamento Estocástico	(SERABIAN, 1980)

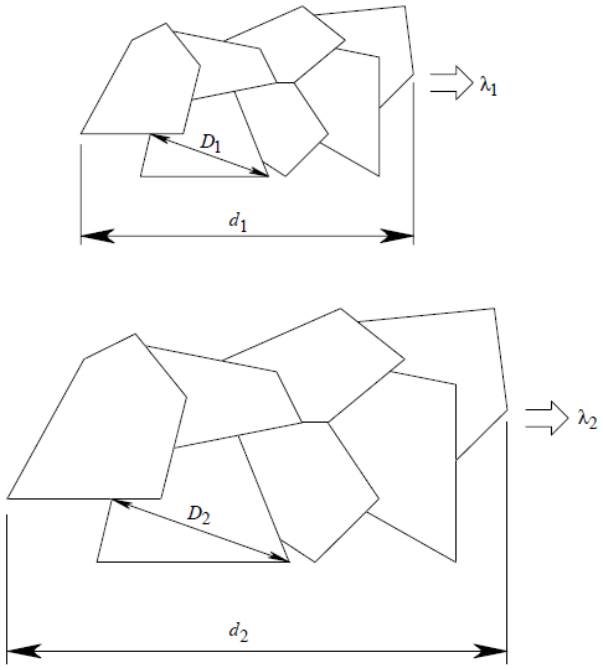


Figura II.4 - Modelo auto-similar de material não homogênio.

$$\alpha_1 / \alpha_2 = \xi \qquad (2.47)$$

A equação normalizada α_n é definida como a atenuação por um comprimento de onda, e de acordo com a equação 2.48, a atenuação normalizada de inomogeneidades similares é determinada dividindo-se $\alpha(D, \lambda)$ pelo comprimento de onda total de espalhamento:

$$\alpha_n = \alpha(D, \lambda) / \lambda = \alpha_n(D / \lambda) \quad (2.48)$$

Devido a esta simples relação, a dependência funcional do coeficiente de atenuação em relação à frequência é vinculado ao tamanho do espalhador. Geralmente, se o coeficiente de atenuação é proporcional a i-ésima potência de tamanho de grão D, ela deve ser proporcional a (i + 1)-ésima potência da frequência f, ou seja:

$$\alpha(D, f) = a \cdot D^i \cdot f^{i+1} \quad (2.49)$$

onde “a” é uma constante relativa ao material.

Na região de Rayleigh quando $\lambda >> D$, a atenuação induzida pelo espalhamento em um material policristalino pode ser escrita conforme a seguinte equação:

$$\alpha_R(D, f) = \mathbf{a_R} \cdot D^3 \cdot f^4 \quad (2.50)$$

Na região intermediária (região estocástica) quando $\lambda / D \approx 1$, tem-se:

$$\alpha_E(D, f) = \mathbf{a_E} \cdot D \cdot f^2 \quad (2.51)$$

Na região de alta frequência (região geométrica) quando $\lambda/D<<1$:

$$\alpha_G(D, f) = \mathbf{a_G} \cdot D^{-1} \cdot f^0 = \mathbf{a_G} \cdot D^{-1} \quad (2.52)$$

Na região difusa ou geométrica a atenuação é independente da frequência.

A atenuação ocorre localmente como resultado da interação da onda com descontinuidades no material, perdas por reflexão ou por transmissão numa interface. Todavia,

outras perdas não são necessariamente proporcionais à distância percorrida pela onda, tais como as associadas a abrangência ou divergência do campo ultrassônico. A atenuação induzida pelo espalhamento de materiais policristalinos não se limita a equação geral dada por (2.49), por exemplo, a atenuação induzida pelo espalhamento de uma onda se propagando numa superfície levemente rugosa pode ser escrita como:

$$\alpha_{Rug}(h, f) = \mathbf{a_{Rug}} \cdot h^4 \cdot f^5 \qquad (2.53)$$

onde h é o valor real (RMS) de rugosidade da superfície. A auto-similaridade neste caso significa que a rugosidade RMS para autocorrelação em relação ao comprimento de onda é constante.

Nanekar afirma que a região de espalhamento estocástico deve ser utilizada para medição do grau de recristalização do material, devido ao fato que nesta região λ/D ≈ 1, ou seja, o tamanho de grão é da ordem do comprimento de onda da onda ultrassônica incidente (NANEKAR, 2003). Também afirma que o expoente da frequência na equação do coeficiente de atenuação, tanto no espalhamento Rayleigh, quanto no estocástico, deve ser determinado por ser um fator chave relacionando a atenuação ultrassônica e ao processo cinético de recristalização.

Kruger utiliza o método do laser ultrassônico que consiste em curto pulso de laser para gerar ondas ultrassônicas. A energia é transferida do laser para as ondas ultrassônicas no regime termoelástico onde a expansão térmica da estrutura pelo aquecimento do laser é responsável pela geração do pulso ultrassônico, ou em regime de ablação o laser remove uma fina camada da superfície e produz um plasma a qual induz o ultrassom (KRUGER, 2008). A atenuação, em dB, pode ser calculada a partir do espectro de atenuação, do coeficiente de atenuação, e da distância percorrida pela onda, a partir da seguinte equação:

$$\log\left(\frac{A_{0(f)}}{A(f)}\right) = \frac{1}{20} \cdot d \cdot \alpha(f) \qquad (2.54)$$

onde A_0 é a amplitude de referência. Se a distância d for constante, então a equação 2.54 fica:

$$\log\left(\frac{A_{0(f)}}{A(f)}\right) = a \cdot \alpha(f) \qquad (2.55)$$

onde “a” uma constante dependente do material.

O autor destaca que muitos mecanismos físicos são responsáveis pela atenuação e que esta pode ser representa por uma lei da potência da frequência, ou seja, uma função dependente de f^n. Se vários mecanismos de atenuação estão presentes, e não é possível diferenciá-los entre si, então sugere que esta pode ser ajustada pela seguinte equação:

$$\alpha(f) = a_0 + a_1 \cdot f^n \tag{2.56}$$

onde $\mathbf{a_0}$ é um parâmetro que leva em conta as variações da intensidade do sinal independentemente da frequência, e $\mathbf{a_1}$ é uma constante relacionada ao material. Se dois tipos de mecanismos presentes possam ser diferenciados sugere que a atenuação pode ser ajustada pelo seguinte:

$$\alpha(f) = a_0 + a_1 \cdot f^m + a_2 \cdot f^n \tag{2.57}$$

onde m e n são as potências das frequências, relativas a absorção e ao espalhamento respectivamente. Similarmente a “$\mathbf{a_1}$” o valor de “$\mathbf{a_2}$” é constante e relacionado ao material. Relata que os modelos bem aceitos possuem “m” variando de 0,2 a 1,5 e “n” variando de 1,5 a 4. A Tabela II.4 apresenta uma comparação entre diversos experimentos que utilizam parâmetros relacionados a atenuação sonora para determinação do tamanho de grão sem utilizar diretamente as equações teóricas convencionais de regime.

Tabela II.4 – Experimentos que utilizam parâmetros relacionados a atenuação sonora para determinação do tamanho de grão, intervalo estudado da relação entre comprimento de onda (λ) e tamanho de grão (D), e regimes de atenuação relacionados.

Material	**Relação Utilizada**	**Intervalo Estudado**	**Regime de Atenuação**	**Autor(es)**
Liga 60% Al + 40% Mg	Gráfico da Densidade de Probalbilidade da Energia Retroespalhada	25< λ/D<166	Rayleig	(BEECHAM, 1966)
Aços	Gráfico do log(D) versus log (vdv/df)	1/3< λ/D <30	Rayleig Estocástico	(BOTVINA, 2000)
Aços	$\alpha(f) = \mathbf{a_0} + \mathbf{a_1} \cdot f^m + \mathbf{a_3} \cdot f^n$	0,5< λ/D <1,5	Estocástico	(KRUGER, 2008)

Nowacki utiliza o método ultrassônico do pulso-eco para uma amostra de aço considerando apenas a parcela do espalhamento Rayleigh para uma relação de λ/D > 6 (NOWACKI, 2009). Realiza a comparação entre os diversos tamanhos de grãos metalográficos das amostras e os valores de D encontrados a partir da equação $\alpha = a_2 D^3 f^4$, sendo C uma constante relativa ao material. Considera várias frequências de inspeção, e afirma que a atenuação por absorção é relevante se a relação λ/D < 4.

Oliveira estuda o conteúdo espectral e perfil do feixe ultrassônico em duas amostras de aço inoxidável 316L submetido a diferentes ciclos de tratamentos térmicos OLIVEIRA (2009). Adquire intervalos contendo os ecos de fundo do sinal ultrassônico através de um transdutor de ondas longitudinais, e adquire também os intervalos com o sinal retroespalhado através de um transdutor de ondas transversais.

O autor determina a magnitude das amplitudes dos ecos de fundo e retroespalhados, a partir da média de 50 sinais para cada caso. Dispõe em histogramas o n° de eventos de amplitude em função da magnitude da amplitude para verificar a dispersão obtida para cada tipo de eco. Observa na análise temporal que as médias dos sinais caracterizam a variação da microestrutura de forma satisfatória apenas para os sinais de eco de fundo adquiridos com ondas longitudinais. Explica que isto é devido à variância significativa na amplitude destas ondas. Já para as ondas transversais há pouca sobreposição de amplitude e a variância é pequena.

Todavia no domínio frequência, isto é, após a aplicação da transformada rápida de Fourier (FFT) no sinal temporal, o estudo mostra que as maiores diferenças nos componentes de amplitude ocorrem para ondas transversais, tanto para os ecos de fundo quanto para os sinais retroespalhados. Não explica o motivo disto, mas talvez seja pelo maior tamanho de grão obtido na microestrutura no sentido transversal após os tratamentos térmicos. Já a separação dos componentes de amplitude que a FFT realiza torna possível retirar informações também dos sinais obtidos a partir de ondas transversais.

Uppturi considera a atenuação da amplitude da onda ultrassônica longitudinal uma função periódica senoidal atenuada exponencialmente que pode ser determinada no domínio tempo (UPPTURI, 2009), através da seguinte equação:

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\alpha \cdot t} \cdot \mathrm{sen}(2\pi \cdot f_0 \cdot t) \qquad (2.58)$$

onde A_0, é a amplitude inicial em cm, α é o coeficiente de atenuação sonora em nepers/cm, t é o instante de tempo, em μs, na qual esta sendo avaliado a amplitude, f_0 é a frequência inicial em MHz, e $1/f_0$ é o período da função em μs.

Haak relata que a perda da pressão sonora devido ao meio para as ondas harmônicas pode ser dada pela equação de Helmoltz, e a partir dela a atenuação da intensidade sonora I, em Neper, de uma onda harmônica plana (HAAK, 2010), pode ser escrita como:

$$\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = \ln\left(\frac{A}{A_0}\right)^2 = -\alpha \cdot d \qquad \text{[Neper]} \qquad (2.59)$$

Se a distância d for constante, e a unidade de perda em dB, então:

$$10 \cdot \log\left(\frac{I}{I_0}\right) = 10 \cdot \log\left(\frac{A}{A_0}\right)^2 = -\alpha \cdot d \cdot \log(e) = \text{const.} \cdot \alpha \qquad \text{[dB]} \qquad (2.60)$$

onde d é a distância percorrida pela onda sonora, em cm, I é a intensidade da onda na posição d, em W/m^2, onde I_0 é a intensidade inicial da onda, α é o coeficiente de atenuação em Neper/cm para a equação (2.59) ou em dB/cm para a equação (2.60). A intensidade I para uma dada seção de área, em m^2, e um dado intervalo de tempo, em s, esta associada a uma quantidade determinada de energia em J.

Ivanova no estudo da degradação em tubos de vapor relaciona o coeficiente de atenuação com a taxa de dois espectros $S(f)_1$ e $S(f)_2$ a partir dos sinais ultrassônicos (IVANOVA, 2012), da seguinte forma:

$$\ln\left(\frac{S(f)_1}{S(f)2}\right) = -\frac{1}{2} \cdot d \cdot \alpha(f) \qquad \text{[Neper]} \qquad (2.61)$$

Se distância d, em cm, percorrida pela onda for constante, então:

$$\ln\left(\frac{S(f)_1}{S(f)2}\right) = \text{const} \cdot \alpha(f) \qquad (2.62)$$

Sendo o coeficiente de atenuação α(f) dado em Neper/cm. Na Tabela II.5 a comparação entre diversos experimentos, realizados nos regimes Rayleigh e regime estocástico, na caracterização de materiais através da atenuação sonora, sem utilização direta das equações do coeficiente de atenuação sonora de cada regime. A Tabela II.6 mostra a comparação entre diversos experimentos quanto ao material estudado, os métodos utilizados, o objetivo na caracterização de materiais através da atenuação sonora, realizados no regime Rayleigh sem utilização direta das equações do coeficiente de atenuação sonora.

Tabela II.5 – Experimentos que utilizam a atenuação sonora na caracterização de materiais dentro do regime Rayleigh e regime estocástico, intervalos da relação entre comprimento de onda (λ) pelo tamanho de grão (D), e equações do coeficiente de atenuação α utilizadas.

Material	Método	Objetivo	Autor(es)
Titânio 6242 Forjado e Fundido	(Média Sinal-Média Ruído)/(3$\sigma_{Ruído}$) 5 < λ/D < 200	Determinar a Aceitabilidade do Material	(BEWLAY, 2002)
Aço A508 Soldado + T. T.	ΔA no Gráfico A x f 2,5 < λ/D < 100	Determinação da ΔD	(CROOK, 1990)
Ferro Fundido‡ ASTM 216/352 Iconel 600†	Gráfico A x f com o Limiar de Frequência 5 < λ/D < 250	Diferenciação entre Grãos Finos e Grossos	(BOUTEILLE‡, 2010) (FEUILLY†, 2008)

Legenda: A: amplitude; $\sigma_{Ruído}$: Desvio padrão do ruído do sinal; ΔD: Variação do Diâmetro dos grãos; T. T.: Tratamento Térmico.

Tabela II.6 – Experimentos que utilizam a atenuação sonora na caracterização de materiais dentro do regime Rayleigh, equações e/ou gráficos relacionados, intervalos da relação entre comprimento de onda (λ) pelo tamanho de grão (D), e equações do coeficiente de atenuação α utilizadas.

Material	Equação Intervalo Gráfico	Objetivo	Autor(es)
AFNOR E24, S300PB, A60	ΔA no Gráfico A x f λ/D >>1	Diferenciar Grãos Finos de Grossos	(BOUDA, 2003)
Aço Dureza 120 HV	Gráfico Energia Ruído Estrutural 30 > λ/D > 20	Detectar a Assinatura Acústica do Sinal	(BETTAYEB, 2011)
Aços: Tubos de Caldeira	Relação: Variância Acumulada das Amplitudes dos Ecos Retroespalhados e a Área sob estes Ecos; 17,6 > λ/D > 13,3	Avaliação da Degradação Estrutural	(IVANOVA, 2012)

Legenda: A é a amplitude da onda atenuada, f é frequência da onda; HV é a dureza vickers; AFNOR é a entidade normativa francesa;

II.4.4. Atenuação sonora em materiais considerando uma distribuição de tamanhos de grão

Papadakis analisa micrografias de grãos de uma amostra metálica polida e apresenta equações para distribuição das áreas dos grãos em um volume unitário através da imposição da condição de forma circular para os mesmos (PAPADAKIS, 1961).

Considera que o cálculo da atenuação ultrassônica causada pelo espalhamento Rayleigh nos grãos de metais policristalinos necessita de um bom conhecimento do diâmetro médio dos grãos. Em seu experimento considera que a gama de diâmetros dos grãos é muito pequena, isto é, que a distribuição é estreita, e que a potência de espalhamento de um único grão é proporcional a D_0^6, para o espalhamento Rayleigh. Todavia para um grão de diâmetro médio D_0, a divisão da atenuação pelo volume do grão ($4\pi D_0^3/3$), para que a potência de espalhamento seja por unidade de volume amostrado, permite concluir que a mesma proporcional é proporcional a D_0^3.

Explica que se a distribuição de tamanho de grão não é extremamente estreita, a atenuação não deverá ser proporcional a D_0^3, e que na realidade as distribuições reais geralmente não são estreitas, consequentemente a aproximação anterior pode induzir a erro. Compara um distribuição de tamanho de grãos esféricos hipotética com micrografias de grãos de amostras metálica polida de aço, ferro fundido, cobre e alumínio, e observa que estas possuem uma distribuição na forma log-normal para os diâmetros dos grãos, e que a distribuição pode ser representada pela equação:

$$N_A\left(ln\frac{D}{D_0}\right) = \left[\frac{N_V}{\sigma_A \cdot \pi^{1/2}}\right] \cdot \exp\left[-\frac{\left(ln\frac{D}{D_0}\right)^2}{2 \cdot {\sigma_A}^2}\right] \qquad (2.63)$$

onde N_A é a distribuição de área de seções de grãos aproximadamente circulares da micrografia; D é o diâmetro do grão, D_0 é o diâmetro médio do grão; N_V é o número total de grãos em um volume unitário; e σ_A é o desvio padrão de $\ln(D/D_0)$. A explicação do aparente diâmetro de grão D visto na micrografia resulta de duas causas: (1) o real tamanho do diâmetro 2R do grão no volume, onde R é o raio real do grão; e (2) a distância do centro do grão ao plano que secciona o grão. Desta forma um grão de diâmetro 2R pode ter um aparente diâmetro D no valor de zero se a seção de corte tangenciar o grão e no valor de 2R se a seção de corte passar pelo seu centro.

O autor equaciona a distribuição N_A a partir da contribuição de grãos de todos os tamanhos de corte e de todos os possíveis locais da amostra. Para encontrar a distribuição de área N_A de círculos da distribuição de volume N_V de esferas em uma amostra faz algumas considerações:

(1) As esferas de vários tamanhos são randomicamente distribuidas através da amostra, ou seja, não há gradiente de tamanho de esferas em qualquer direção;

(2) As esferas de um determinado tamanho são randomicamente distribuidas ao longo da amostra, ou seja, não há pacotoes regulares de determinado tamanho, ou uma ordem com um longo intervalo;

(3) A seção plana de uma unidade de área através da amostra corta muitas esferas com ráio entre R e R+dR.

O autor afirma que levando em conta estas três considerações uma amostragem estatística pode ser utilizada. A Figura II.5 (a) ilustra uma distribuição esferas opacas em um meio transparente. A Figura II.5 (b) mostra as esferas de raio entre R+dR, e o plano A-B de corte atrabés da amostra. A Figura II.5 (c) dá a aparência dos círculos no plano A-B como um plano de corte através das esferas. A Figura II.5 (d) mostra o plano de corte de uma esfera, e define as grandezas usadas no equacionamento. Consideremos $N_V(R)dR$ sendo o número de esferas por unidade de volume da amostra com raio entre R e R+dR. Quando um plano de uma unidade de área passar através da amostra, o número de esferas cortadas deverá ser o número de esferas com centro entre os planos a uma distância R e o plano de corte.

Uma combinação de duas integrais que dá a forma final da transformação da distribuição, ou seja:

$$N_A(r) = 2 \cdot \int_0^r R \cdot N_V(R)dR - 2 \cdot \int_r^\infty N_V(R)(R^2 - r^2)^{1/2}dR \qquad (2.64)$$

Finalmente, o número de círculos, de raio menor ou igual a r, contados em uma seção plana de uma unidade de área, através de um sólido contendo muitos grãos esféricos randomicamente distribuidos no espaço, é dado pelo par de integrais envolvendo a distribuição de volume $N_V(R)$ de um número de esferas versus seus raios R.

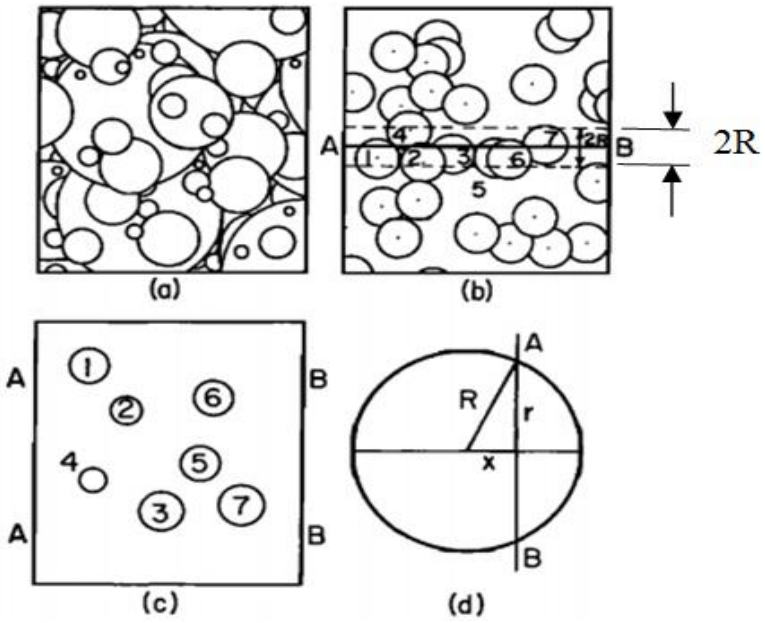


Figura II.5 - Seccionamento de uma distribuição de tamanhos grãos: (a) Uma distribuição de esferas de diferentes tamanhos no espaço; (b) As esferas de raio entre R e R+dR de uma distribuição cortadas por um plano A-B perpendicular ao plano da página. Todas as esferas com centro disposto no volume de espessura 2R são seccionadas pelo plano A-B; (c) A aparência dos círculos no plano A-B resulta de um corte através da esfera em (b); (d) Uma esfera de raio R corta o plano A-B na distância x do centro para o fornecer um círculo de raio r (PAPADAKIS, 1961).

Conclui que a função de distribuição de área de círculos é um sensível indicador da natureza da distribuição dos volumes das esferas, e que a distribuição destes últimos pode ser inferida a partir da distribuição dos primeiros encontrada experimentalmente. Conclui que um método para determinar uma distribuição de área log-normal $N_A(r)$ de círculos requer que o volume da distribuição $N_V(R)$ tenha as seguintes características: (1) Ser de 100% a probabilidade de encontrar todos os círculos menores de um arbitrado tamanho pequeno; (2) A distribuição ser decrescente e diferente de zero para grandes valores de R; (3) Numa distribuição log-normal não há limite superior pré-determinado para o tamanho de grão possível.

Nicolleti afirma que convencionalmente o desenvolvimento das expressões do coeficiente de espalhamento leva em consideração apenas um tamanho único D do espalhador. Isto pode afetar as estimativas das propriedades físicas e mecânicas por não levarem em conta a distribuição de tamanhos de grãos existente, de forma que a classificação de materiais possa ser prejudicada NICOLLETI (1992). O efeito de negligenciar a distribuição

de grãos pode ser visto na interpretação de resultados experimentais para o regime Rayleigh que são:

i) o valor da potência da frequência f do coeficiente de atenuação pode variar de 2 a 4;

ii) o valor da potência do diâmetro D do coeficiente de atenuação pode ser diferente de 3, pois quando há distribuição de tamanhos de grãos o terceiro momento pode não ser válido. A explicação para isto é que se os comprimentos de onda forem escolhidos para serem muito maiores que o tamanho médio de grão, ou seja, escolha do experimento dentro do intervalo Rayleigh, ainda é possível que dentro da distribuição de tamanhos de grãos ocorram grãos comparáveis ao tamanho de grão médio, recaindo assim parcialmente no espalhamento do regime estocástico.

O terceiro momento estatístico de uma distribuição discreta é dado por $m'_3 = \sum_{i=1}^{n} \frac{{x_i}^3}{n}$, onde x_i são os valores observados e n o número de observações (EVERITT, 2002). Este momento representa uma medida de distorção da distribuição, isto é, uma medida de quanto a distribuição se afasta de uma distribuição simétrica (RYAN, 2009).

A autora utiliza um modelo que condiciona a distribuição de grãos obedecer a lei inversa de potência com expoente γ, isto é, $N(D) = KD^{-\gamma}$, onde K é uma constante, para o intervalo de diâmetro $0 < D < \infty$. Justifica a adoção da lei inversa de potência pela auto-similaridade estatística e afirma que tanto a distribuição log-normal, quanto a lei inversa de potência, podem ser visualizadas como duas de uma classe de funções que descrevem distribuições com uma larga variância.

Elabora um histograma de tamanhos de grãos a partir de micrografias do níquel comercialmente puro (~99,6% de Ni), que passou por laminação com 50% de redução, e recozido a 800 °C por 2, 3, 5 min, respectivamente para as amostras n° 2, 3, 5, e dispõem na escala linear-linear, conforme Figura II.6.

Convencionalmente a dependência das fórmulas de espalhamento para o coeficiente de atenuação de ondas ultrassônicas para os três regimes de atenuação são as seguintes:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Região Rayleigh: } \alpha(\lambda, D) = \mathbf{a_R}\, D^3\, \lambda^{-4} \quad \text{para} \quad \lambda \gg D \\ \text{Região estocástica: } \alpha(\lambda, D) = \mathbf{a_E}\, D\, \lambda^{-2} \quad \text{para} \quad \lambda \approx D \\ \text{Região Difusa: } \alpha(\lambda, D) = \mathbf{a_D}\, D^{-1} \quad \text{para} \quad \lambda << D \end{array} \right\} \qquad (2.65)$$

Onde a_R, a_E e a_D são constantes e λ é o comprimento de onda, ou seja, λ=v/f, onde v é a velocidade ultrassônica da onda e f a frequência.

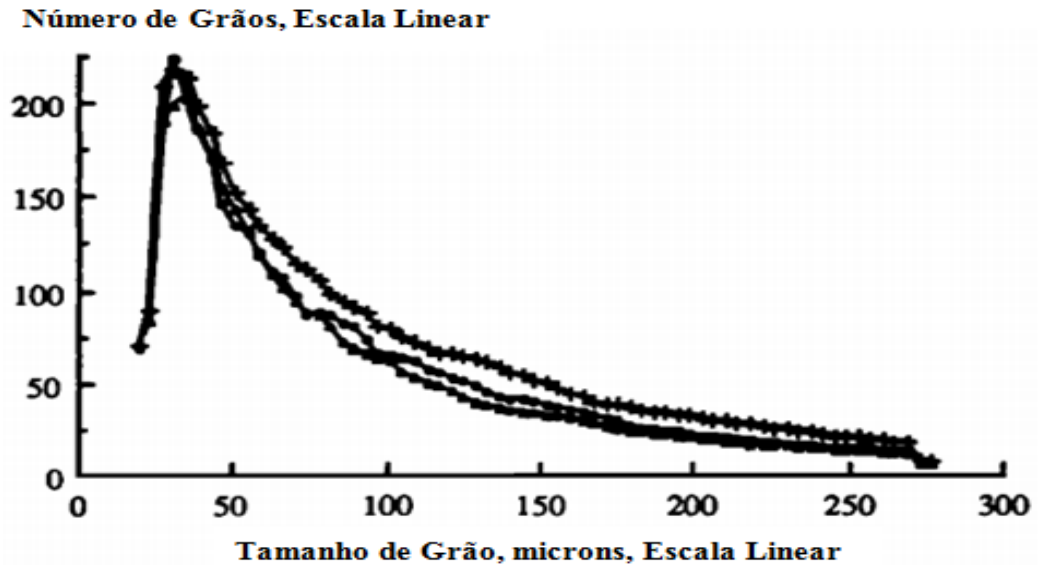


Figura II.6 - Histograma da distribuição de Tamanhos de grãos para as amostras n° 2 (—▲— ou curva inferior), n° 3 (—●— ou curva central), n° 5 (—+— ou curva superior), escala linear-linear (NICOLLETI, 1992).

Em seu método Nicoletti expressa o coeficiente de atenuação em função da relação D/λ, e chama os diversos regimes de atenuação de atenuação em escala. A relação de dependência e proporcionalidade das expressões do coeficiente de atenuação em escala, em relação a λ e D, para os regimes de atenuação Rayleigh, estocástico e difuso (ou geométrico), ficam respectivamente:

$$\left\{\begin{array}{c} \lambda\alpha(\lambda,\mathrm{D}) = \beta(\lambda,\mathrm{D}) \sim \left(\frac{\mathrm{D}}{\lambda}\right)^3 \quad \text{para} \quad \frac{\mathrm{D}}{\lambda} \ll 1 \\ \lambda\alpha(\lambda,\mathrm{D}) = \beta(\lambda,\mathrm{D}) \sim \frac{\mathrm{D}}{\lambda} \quad \text{para} \quad \frac{\mathrm{D}}{\lambda} \approx 1 \\ \lambda\alpha(\lambda,\mathrm{D}) = \beta(\lambda,\mathrm{D}) \sim \left(\frac{\mathrm{D}}{\lambda}\right)^{-1} \quad \text{para} \quad \frac{\mathrm{D}}{\lambda} \gg 1 \end{array}\right\} \tag{2.66}$$

Considera que o múltiplo espalhamento possa ser ignorado, define N(D)dD igual ao número de grãos entre D e D + dD, e expressa o coeficiente de atenuação em escala em da seguinte forma:

$$\mathrm{a}(\lambda) = \int_0^\infty \mathrm{N}(\mathrm{D}) \cdot \beta(\lambda,\mathrm{D})\mathrm{dD} \tag{2.67}$$

onde N(D) é uma função de distribuição dos tamanhos de grãos que obedece a lei inversa de potência $N(D) = \mathbf{a} \cdot D^{-\gamma}$, onde "**a**" é uma constante. Fazendo a mudança de variável $x=D/\lambda$ e chega a partir da equação (2.67) na seguinte equação:

$$\alpha(\lambda) = \mathbf{a} \cdot \lambda^{-\gamma} \cdot \int_0^{\infty} x^{-\gamma} \beta(x)\ dx \quad para \quad 0 < \gamma < 4 \tag{2.68}$$

Assim o expoente do coeficiente de atenuação sonora em função do comprimento de onda é determinado pelo expoente da distribuição de tamanho de grão. As limitações práticas da relação proposta são demonstradas através do efeito da escolha do comprimento de onda na medição do coeficiente de atenuação. Se for assumido uma lei inversa de potência para distribuição de grãos dentro do intervalo $D_1 < D < D_2$.

Os três casos para a taxa entre o comprimento de onda e os diâmetros D_1 e D_2 são os seguintes: i) quando $\lambda << D_1$, ocorre o espalhamento difuso, e o expoente para a dependência em relação ao comprimento de onda resultante da atenuação deverá ser zero, ou seja, independentemente do comprimento de onda; ii) quando $D_1 << \lambda << D_2$ relata que ocorrem os três modos de espalhamento; Usando a expressão para atenuação em escala para $x >> 1$ e o intervalo dos tamanhos de grãos $D_1 < D < D_2$ chega a seguinte equação:

$$a(\lambda) = \mathbf{a} \cdot \lambda^{-(\gamma-1)} \cdot \int_{\frac{D_1}{\lambda}}^{\frac{D_2}{\lambda}} x^{-\gamma} \cdot \frac{\mathbf{a_d}}{x}\ dx \tag{2.69}$$

iii) Se $\lambda >> D_2$, então o regime de espalhamento é Rayleigh. Nesta instância, a expressão para a função do coeficiente de atenuação em escala reduz-se neste caso a equação (2.66) para um $x<<1$, e resulta na seguinte dependência de atenuação em escala em função do comprimento de onda:

$$a(\lambda) = \frac{\mathbf{a} \cdot C_R \cdot (D_2^{4-\gamma} - D_1^{4-\gamma})}{(4-\gamma) \cdot \lambda^3} \tag{2.70}$$

A autora recomenda que quando o intervalo para tamanhos for muito largo ($D_2 >> D_1$) o comprimento de onda pode ser cuidadosamente selecionado, tal que $D_1 << \lambda << D_2$, para abranger os três tipos de espalhamento (Rayleigh, estocástico, difuso).

A Figura II.7 mostra a comparação entre a distribuição de tamanhos de grãos obtida pelos dados metalográficos e a distribuição obtida pela lei inversa de potência. Nicoletti considera que esta lei produz um bom ajuste, com exceção de alguns pontos no início e no fim do gráfico;

A Figura II.8 mostra uma aproximação linear para a declividade do coeficiente de atenuação, que passa de -2,4 para -4, indicando a passagem do regime de atenuação estocástico para Rayleigh. As barras verticais indicam os valores dos desvios para a amostra n° 2 na escala log-log.

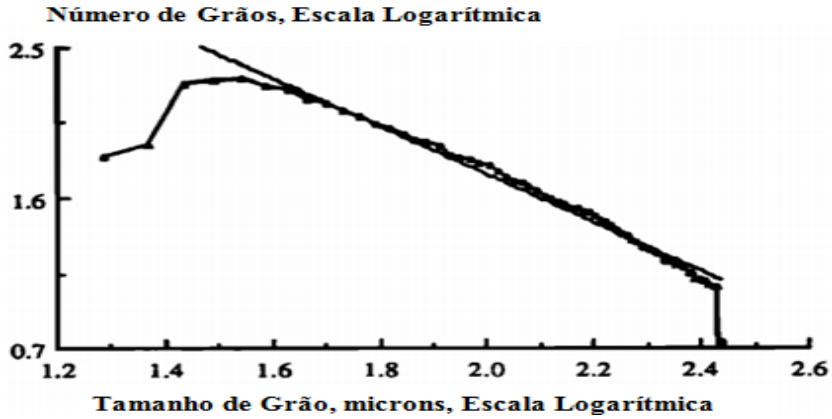


Figura II.7 - Aproximação da lei inversa de potência (——) para o histograma de tamanhos de grãos para a amostra n° 2 (—▲—), escala log-log, (NICOLLETI, 1992).

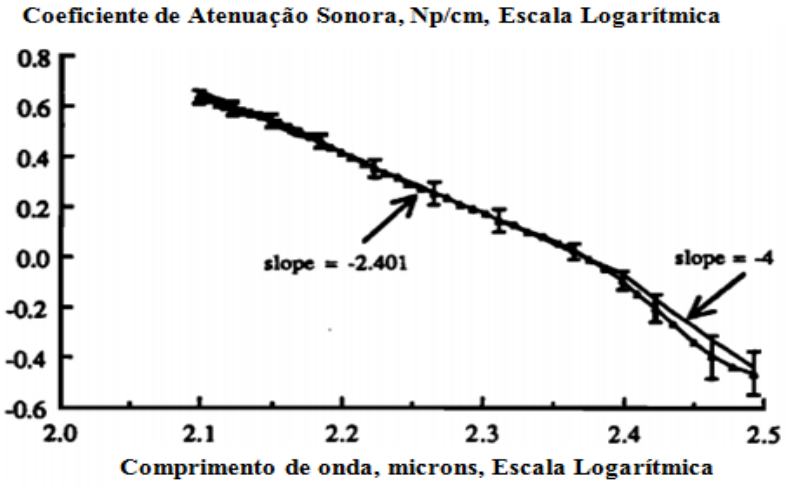


Figura II.8 - Aproximação linear e valores medidos para o coeficiente de atenuação com barras verticais indicando os desvios para a amostra n° 2 (—▲—), escala log-log, NICOLLETI (1992). A declividade, Δy/Δx, (slope) de cada trecho indica o regime de atenuação, no primeiro trecho,

Δy/Δx ≈ (0,1-0,7)/(2,4-2,1)=- 2, indica o regime estocástico, já no segundo trecho, Δy/Δx ≈ (-0,4-0)/(2,5-2,4) = -4, indica o regime Rayleigh.

Nicoletti descreve uma forma teórica geral, não validada experimentalmente, para encontrar a distribuição de grãos N(D) diretamente de α(λ) (NICOLETTI, 1997). Considera o coeficiente de atenuação como uma função pertencente a uma classe de equações conhecidas como equações de Fredholm de primeira espécie, através da seguinte equação:

$$g(y) = \int f(x) \cdot K(y, x)dx \tag{2.71}$$

onde a K(y, x) é a chamada função Kernel, ou núcleo da transformada integral, g(y) é conhecida, neste caso é o coeficiente de atenuação $\alpha(\lambda, D)$, e a solução para f(x) é desejada, neste caso é a função de distribuição de tamanhos de grãos, N(D). As relações para α dos regimes de atenuação para cada região permitem expressá-la da seguinte forma:

$$\alpha(\lambda, D) = \frac{1}{D} \cdot f\left(\frac{\lambda}{D}\right) \tag{2.72}$$

Condiciona que a proporcionalidade entre $\alpha(\lambda, D)$ e $f\left(\frac{\lambda}{D}\right)$ é válida para todos os valores de comprimento de onda e tamanho de grão, então α pode ser reescrita como:

$$\alpha(\lambda, D) = \int_0^{\infty} N(D) \cdot f\left(\frac{\lambda}{D}\right) \cdot \frac{1}{D} dD \tag{2.73}$$

onde f(λ/D)(1/D) é a função de atenuação Kernel, K(y, x).

A solução de N(D) da equação (2.73) necessita fazer primeiro as seguintes mudanças de variáveis:

$$N(D) = x \ln(D) \tag{2.74}$$

$$f\left(\frac{\lambda}{D}\right) = y \left[\ln\left(\frac{\lambda}{D}\right)\right] \tag{2.75}$$

onde ln é o logaritmo natural de base e. Substituindo as Eq.s (2.74) e (2.75) na Eq.(2.73), chega-se a:

$$\alpha(\lambda) = \int_0^{\infty} \mathrm{x} \cdot (\ln \mathrm{D}) \cdot \mathrm{y}\left[\ln\left(\frac{\lambda}{\mathrm{D}}\right)\right] \cdot \frac{1}{\mathrm{D}}\,\mathrm{dD} \tag{2.76}$$

Adicionalmente fazendo uma nova mudança de variáveis para t = ln(λ) e τ = ln(D), teremos:

$$\alpha(\mathrm{e}^{\mathrm{t}}) = \int_{-\infty}^{\infty} \mathrm{x}(\tau)\mathrm{y}(\mathrm{t}-\tau))\,\mathrm{d}\tau \tag{2.77}$$

$$\mathrm{z}(\mathrm{t}) = \alpha(\mathrm{e}^{\mathrm{t}}) \tag{2.78}$$

$$\mathrm{z}(\mathrm{t}) = \int_{-\infty}^{\infty} \mathrm{x}(\tau)\mathrm{y}(\mathrm{t}-\tau)\,\mathrm{d}\tau \tag{2.79}$$

A qual é considerada uma simples integral de convolução. Esta equação pode ser resolvida com a transformada de Fourier e sua inversa, as quais podem ser calculadas. Deve ser notado que o uso da transformada de Fourier produz uma solução, mas que não é a única transformada que proporciona uma solução.

As equações (2.75) e (2.78) são usadas para resolver analiticamente a N(D) dada uma α(λ) e uma f(λ/D). Após é aplicada a transformada de Fourier e a sua inversa para encontrar x(t). Finalmente, se encontra N(D) a partir de x(t) usando a equação (2.74), e a transformada inversa ($\mathcal{F}^{-1}$) aplicada na relação de duas transformadas diretas $\mathcal{F}\{\mathrm{z}(\mathrm{t})\}$ e $\mathcal{F}\{\mathrm{y}(\mathrm{t})\}$:

$$\mathrm{x}(\mathrm{t}) = \mathcal{F}^{-1}\left\{\frac{\mathcal{F}\{\mathrm{z}(\mathrm{t})\}}{\mathcal{F}\{\mathrm{y}(\mathrm{t})\}}\right\} \tag{2.80}$$

A técnica proposta pela autora proporciona uma solução analítica para N(D) quando as transformadas de Fourier de z(t) e y(t) existem, e fornece uma $\mathcal{F}\{y(t)\}$ sempre diferente de zero. A equação (2.80) pode ser avaliada numericamente quando z(n) e y(n) são sequências finitas, os efeitos da escolha do intervalo (janelamento) de uma sequência infinita devem ser negligenciados, e um conveniente período pequeno de T_s é escolhido.

A determinação de x[n] depende de uma manipulação da equação da transformada integral, devido ao fato que qualquer função α(λ, D) não satisfaz a condição de contorno da equação (2.79). Uma forma de contornar isto é usar as versões discretas das equações (2.74), (2.75), (2.78), (2.79), que são respectivamente:

$$\left\{\begin{array}{c} x[n] = N(e^{nT_s}) \\ y[n] = f(e^{nT_s}) \\ z[n] = z(nT_s) \\ z[n] = T_s \sum_{m=-\infty}^{\infty} x[m] \cdot y[n-m] \end{array}\right\} \quad (2.81)$$

Quando α(λ, D) é assumida como aproximadamente constante, com valor diferente de zero para λ/D << 1. Todavia ainda a FFT de y[n] não pode ser calculada. A característica de y[n] é que converge para 0 para um valor grande e positivo de n, mas não converge para zero em ambas as extremidades do gráfico. Uma forma de contornar isto é tomando a derivada de ambos os lados da equação de transformação que na forma discreta fica:

$$z'[n] = T_s \cdot \sum_{m=-\infty}^{\infty} x[m] \cdot y'[n-m] \quad (2.82)$$

Desde que y'[n] seja finita, a técnica de deconvolução da transformada de Fourier pode ser usada para resolver x[n]. Este processo de inversão foi verificado numericamente utilizando dois exemplos. A técnica proposta aponta para uma solução para N(D), equação (2.74), e afirma que a solução pode ser prática a partir de dados experimentais para α, analítica através do equacionamento teórico, e numérica via discretização das equações teóricas.

Motta apresenta uma metodologia ultrassônica baseada na obtenção do expoente da lei de potência através da inclinação da curva de atenuação. Direciona o estudo para a região de transição entre o espalhamento estocástico e Rayleigh (MOTTA, 2000).

Observa experimentalmente que a transição entre tais regimes de atenuação caracteriza o tamanho de grão correspondente ao valor do percentil 95 da distribuição de tamanhos de grão, para o aço IF (interstitial-free) estudado. Na distribuição de tamanhos de grão o percentil 95 corresponde ao valor na qual aproximadamente 95% dos grãos apresentam valores de tamanho menores que o mesmo, ou ainda, que aproximadamente 5% dos grãos apresentam valores de tamanho maiores que o mesmo.

Explica o valor do tamanho de grão de transição em razão do comprimento de onda ultrassônico, pois quando seu tamanho está comparativamente, entre a dimensão do maior e do menor tamanho de grão, o sinal ultrassônico será capaz, através da atenuação, medir o expoente da distribuição dos tamanhos de grão.

A técnica ultrassônica utilizada é a do pulso-eco por contato para adquirir os sinais do primeiro eco, do segundo eco, e da reflexão na superfície de contato com o transdutor, em cinco chapas de aço IF. Posteriormente, aplica a transformada de Fourier nestes ecos, o que permite calcular a atenuação, para uma faixa de frequências. A configuração usada no ensaio pode ser vista na Figura II.9, onde se utilizou um bastão de vidro entre cristal piezo-elétrico e a superfície do corpo de prova. Este bastão funcionou como um atrasador de sinais na base de tempo, permitindo o afastamento dos ecos do pulso inicial de excitação. O agente acoplante utilizado foi glicerina líquida.

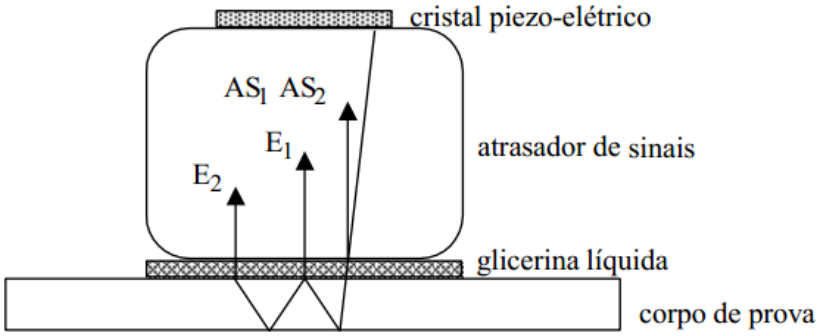


Figura II.9 - Configuração utilizada nos experimentos de (MOTTA, 2000).

A média de cada eco (AS_1, AS_2, E_1 e E_2) foi obtida a partir da realização de 64 sinais no tempo. O eco AS_1 foi obtido da superfície do bastão de vidro, sem o contato com a superfície do corpo de prova. Após o contato do transdutor ultrassônico com o conjunto (bastão/acoplante/corpo de prova), o eco da superfície do bastão foi novamente obtido e nomeado de AS_2. Através dos sinais AS1 e AS2, no domínio da frequência, isto é, após a aplicação da transformada rápida de Fourier (FFT) em cada sinal no domínio tempo, pode-se calcular o coeficiente de reflexão, |R(f)|, equação (2.84), relativo à interface atrasador do conjunto e efetuar a correção, na determinação do coeficiente de atenuação ultrassônica.

$$|R| = \frac{|AS_2(f)|}{|AS_1(f)|} \qquad (2.83)$$

$AS_1(f)$ e $AS_2(f)$ representam a amplitude de cada espectro de frequência AS1 e AS2, respectivamente, calculados através da FFT. Com o transdutor ultrassônico, ainda em contato, adquiriu-se o primeiro e o segundo ecos, da reflexão na superfície oposta a de contato na chapa do corpo de prova, ou seja, E1 e E2, respectivamente. A amplitude do espectro de frequência destes sinais pode ser calculada através da equação (2.84), lembrando que $|AS_2(f)| = [|AS_1(f)| \cdot |R(f)|]$, as equações para amplitude dos ecos podem ser dadas por:

$$|E_1(f)| = |AS_1(f)| \cdot [1 - |R(f)|^2] \cdot \exp[-\alpha(f) \cdot (2d)] \quad (2.84)$$

$$|E_2(f)| = [|AS_1(f)| \cdot |R(f)|] \cdot [1 - |R(f)|^2] \cdot \exp[-\alpha(f) \cdot (4d)] \quad (2.85)$$

onde d é a espessura do corpo de prova, em cm. Assim o coeficiente de atenuação pode ser calculado por meio da equação:

$$\alpha(f) = \frac{1}{2d} \cdot \ln\left(\frac{|E_1(f)| \cdot |R(f)|}{|E_2(f)|}\right) \quad (2.86)$$

Em seu trabalho, foi escolhida a faixa de frequência útil dos transdutores, sendo um com frequência de centro de 10 MHz e outro de 15, e considerando as cinco amostras estudadas o intervalo de frequência onde foi determinada a atenuação foi de 11,5 a 20 MHz. A frequência útil é aquela em que o sinal de cada eco apresentava uma queda de 6 dB, em relação a amplitude máxima destes mesmos sinais, e representa uma queda para a metade da amplitude máxima.

A Figura II.10 mostra o coeficiente de atenuação sonora (α), em Np/cm, escala logarítmica normalizada, versus comprimento de onda (λ), em μm, escala logarítmica, para cada uma das cinco amostras. As Figuras II.11, II.12, II.13 mostram a segunda derivada da função atenuação do corpo de prova T1, T2, T3, T4, 10T5, todas com transdutor de 10 MHz e 15T5 com transdutor de 15 MHz. Nelas o ponto máximo em módulo da segunda derivada, localizado na parte inferior de cada curva, foi considerado o ponto de transição entre os regimes Rayleigh e estocástico, devido ao vetor tangente neste ponto mudar sua direção com maior rapidez.

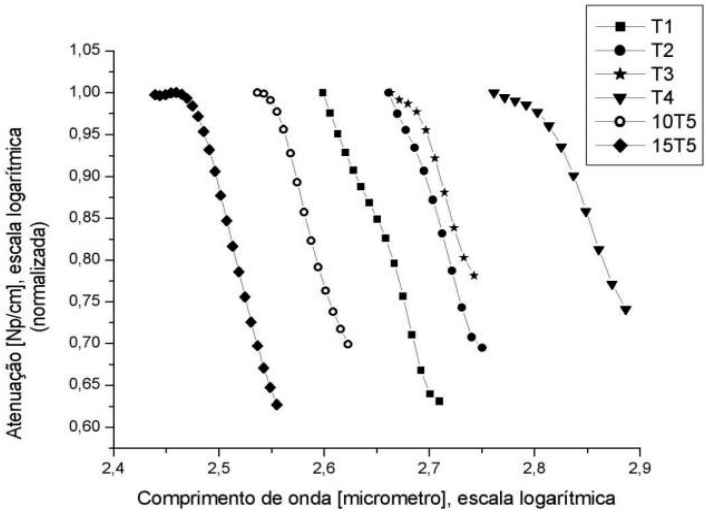


Figura II.10 - Coeficiente de Atenuação sonora α normalizado, em Np/cm, escala logarítmica, versus comprimento de onda λ, em μm, escala logarítmica, (MOTTA, 2000).

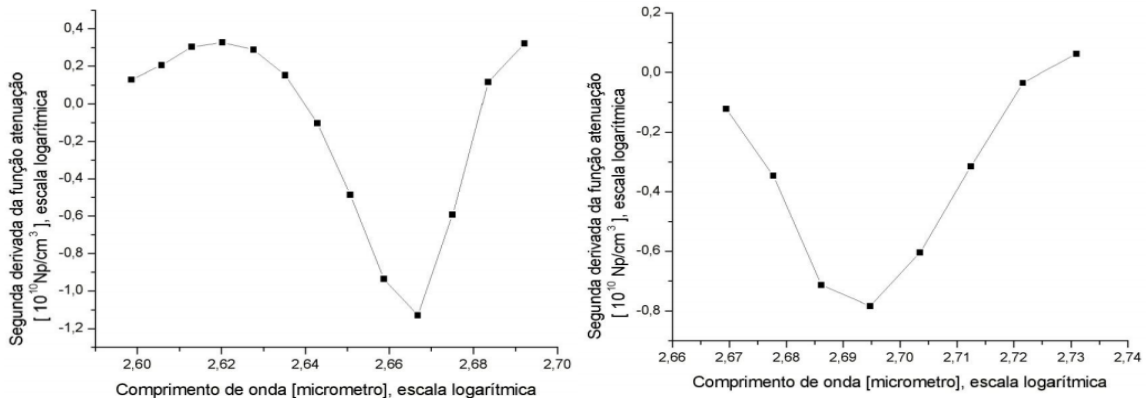


Figura II.11 - Segunda derivada da função atenuação em Np/cm, escala logarítmica, para os corpos de prova T1 e T2, versus comprimento de onda em μm, escala logarítmica, com uso de um transdutor 10 MHz para ambas as amostras (MOTTA, 2000).

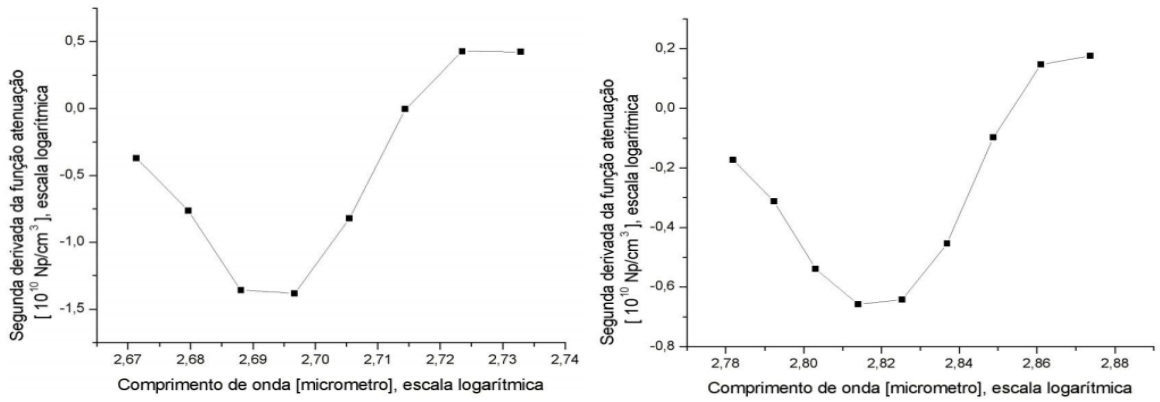


Figura II.12 - Segunda derivada da função atenuação normalizado em 10^{10}·Np/cm^3, escala logarítmica, para os corpos de prova T3 e T4 com uso de um transdutor de 10 MHz para ambas as amostras (MOTTA, 2000).

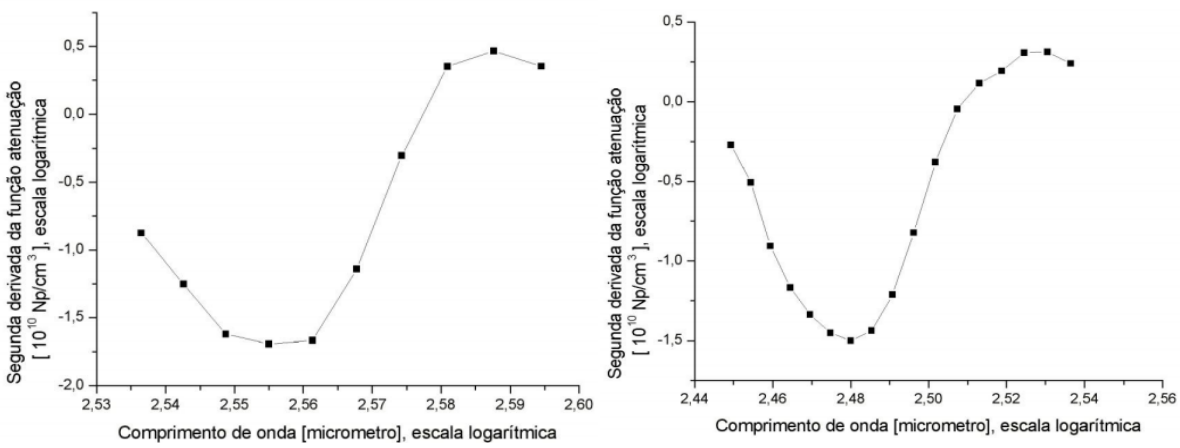


Figura II.13 - Segunda derivada da função atenuação em 10^{10}·Np/cm^3, escala logarítmica, para os corpos de prova 10T5, 15T5, com uso de transdutores de 10 e 15 MHz respectivamente, (MOTTA, 2000).

A maior diferença percentual (20,23%) encontrada foi para o corpo de prova T5 ao utilizar a curva 15T5, conforme verificado na Tabela II.7. Desta forma, para a correlação entre os valores obtidos por meio desta metodologia proposta e os valores determinados metalograficamente foram adotados o corpo de prova T5 e a curva 10T5.

Tabela II.7 – Comparação em cada amostra entre os valores do comprimento de onda limite obtido pelo método ultrassônico e o percentil 95 proveniente da metalografia e análise de imagem (MOTTA, 2000).

Corpo de prova/Curva	P95 (tam. máximos) [µm]	Comprimento de onda limite [µm]	Diferença Percentual %
T1	461,99	464,30	0,50
T2	481,75	495,15	2,78
T3	519,04	497,36	4,18
T4	620,43	651,70	5,04
10T5	378,59	358,92	5,20
15T5	378,59	302,02	20,23

A Figura II.14 apresenta a correlação entre os valores do comprimento de onda limite, obtidos através das curvas de atenuação, e os valores do percentil 95, para as distribuições dos tamanhos máximos dos grãos.

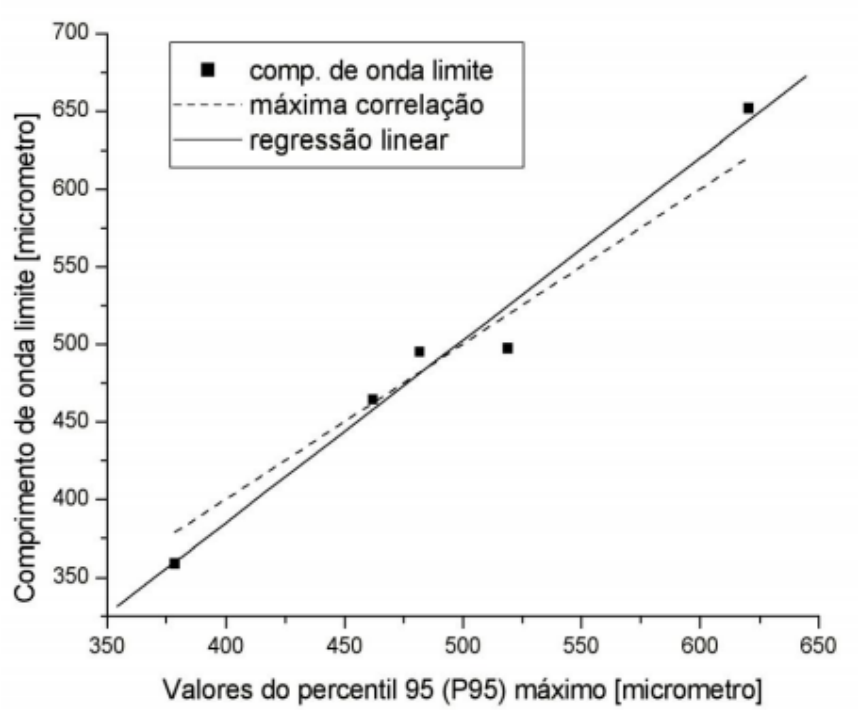


Figura II.14 - Correlação entre os valores do comprimento de onda limite para as amostra T1, T2, T3 e T4, representados respectivamente pelos pontos da esquerda para direita, e os valores do percentil 95, em μm, para os tamanhos máximos dos grãos. Reta sólida representando a regressão linear da correlação dos valores e a reta tracejada representando a máxima correlação teórica (MOTTA, 2000).

III – Metodologia experimental

III.1 Corpos de Prova

Foram utilizados corpos de prova, resultados metalográficos e de análise de imagem produzidos em (MOTTA, 2000). As quatro amostras (T1, T2, T3 e T4) são de chapa de aço do tipo IF são provenientes da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN). Este tipo de material caracteriza-se por um controle rigoroso nos níveis de impurezas e baixos teores de carbono e

nitrogênio, produzindo desta forma uma microestrutura monofásica e homogênea de ferrita. Na Tabela III.1 pode-se verificar a composição química, fornecida pela CSN, do material utilizado:

Tabela III.1 – Composição química das amostras (% em peso).

C	Mn	Si	P	S	N	Ti	Nb	Al
0,004	0,143	0,014	0,011	0,003	0,003	0,072	<0,001	0,053

As amostras T1, T2, T3, T4 são chapas de aproximadamente 50 x 130 mm, com espessuras de 2,6 - 2,2 - 2,6 e 1,4 mm, respectivamente. As variações nos tamanhos de grãos foram obtidas através de quatro tratamentos térmicos diferentes. A temperatura escolhida de 970 °C foi aquela em que através do diagrama ferro-carbono todo material apresentava-se austenitizado. As amostras de T1, T2 e T3 foram normalizadas com tempo de encharque de 30 min, 1 e 2 horas, respectivamente, e já a amostra T4 passou por recozimento pleno com tempo de encharque de 2 horas.

III.2 Metodologia Ultrassônica

O sistema de aquisição é composto pelos seguintes elementos: Um emissor/receptor de sinais eletrônicos para frequências de 0,1 a 20 MHz; Um transdutor piezelétrico banda larga de 10 MHz e diâmetro de ¼", tipo B-Style com largura de banda de 60%; Dois cabos coaxiais com 50 Ω de conexão; Glicerina líquida como acoplante entre o transdutor e a amostra; Um osciloscópio para disparo do emissor/receptor e registro dos sinais adquiridos com frequência para sinal de até 350 MHz, taxa de amostragem de 2,5 Gs e memória de até 10 MB por aquisição. A configuração do sistema utilizado pode ser vista na Figura III.1.

Uma parcela da energia inicial da onda sonora produzida reflete na superfície da amostra retorna ao transdutor sendo transformada em parte do sinal de tensão V(t) com uma dada amplitude. O restante da energia atravessa a amostra sob a forma de onda ultrassônica sendo refletida na superfície posterior da amostra, e produz o primeiro eco de fundo, que será transformada em outra parte do sinal V(t) no transdutor. Sucessivamente ao percorrer diversas vezes a amostra a onda sonora produz os ecos de fundo até ser atenuada totalmente, ou seja, sua amplitude diminuirá a zero ao longo do tempo. Sempre entre dois ecos de fundo ocorrem diversos picos e vales que correspondem aos ecos retroespalhados. Um típico gráfico V(t) com os ecos de fundo e retroespalhados, é mostrado na Figura III.2.

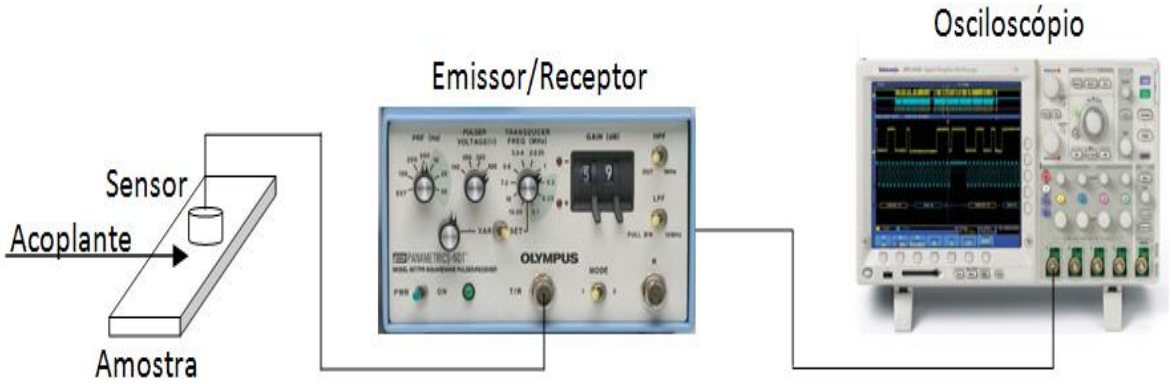


Figura III.1 - Sistema de aquisição de dados utilizado composto de um osciloscópio DPO 4034 da marca Olympus, um emissor/receptor de pulso de onda quadrada modelo 5077PR da marca Panametrics, um transdutor piezelétrico modelo IGHB 102 da marca NDT Systems e dois cabos coaxiais de 50 Ω representado pelas linhas.

O método ultrassônico empregado é o do pulso-eco por contato. O pulso eletrônico emitido pelo emissor/receptor excita o elemento piezoelétrico do transdutor que produz as ondas sonoras longitudinais através de uma amplitude inicial de 2,4 V.

O osciloscópio conectado ao emissor/receptor registra a tensão V(t). A amplitude de tensão V(t), ou seja, tensão no domínio do tempo obtida no transdutor após o retorno da onda ultrassônica da amostra pode ser transformada num sinal V(f), ou seja, tensão no domínio da frequência. A obtenção de V(f) pode ser realizada através da aplicação de um algoritmo da transformada rápida de Fourier (FFT) na V(t) através do programa Sigview 2.0.

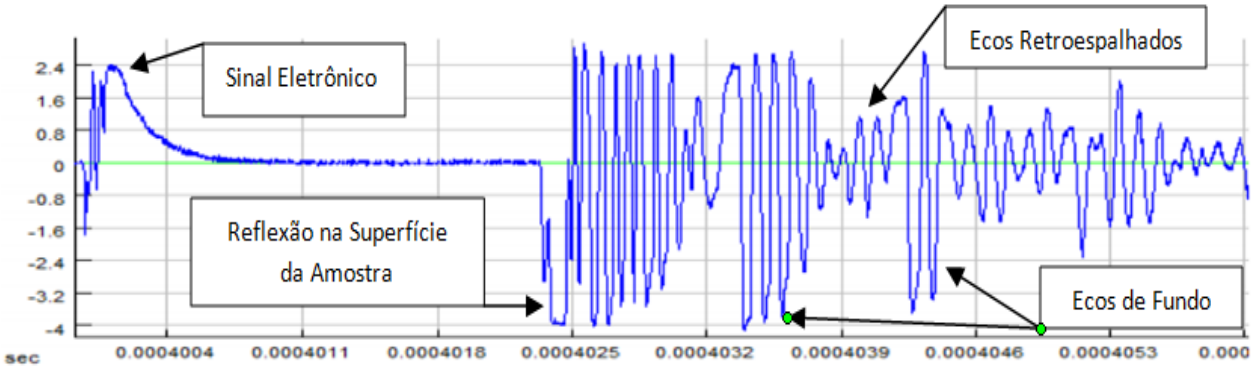


Figura III.2 - Típico gráfico da V(t), em volts versus segundos, adquirido de cada amostra.

Através do sistema de aquisição foram adquiridos 20 sinais de V(t) em pontos diferentes da superfície de cada amostra, sempre com o transdutor ocupando uma área diferente da anterior. A partir destas aquisições foi realizada para cada amostra a média dos sinais através

do programa Sigview, versão 2.6.1. A Figura III.3 mostra a V(t) média de 20 sinais para a amostra T2.

O programa Sigview é um programa de análise de sinais, de arquivos gravados ou adquiridos em tempo real. Aceita importação de arquivos de dados de formato dat para uma tabela de dados (x, y), por exemplo, coluna x com o valor do tempo e coluna y com o valor da tensão, tal como foram registrados os aquivos no osciloscópio. Os arquivos podem conter milhões de pontos e dezenas de sinais podem ser combinados e analisados ao mesmo tempo. Possui o algoritmo da transformada rápida de Fourier (FFT) para transformação do gráfico da tensão em função do tempo para o gráfico da tensão em função da frequencia. Possibilita o pré e pós-processamento dos dados através de parâmetros, tais como, média e diversos tipos de visualização gráfica.

Os sinais podem ser trabalhados diretamente na forma gráfica e a realização da filtragem de sinal com vários tipos de filtros lineares: bandstop (corte de frequências muito baixas), passa-banda (corte de frequências muito altas), passa-baixa (corte de frequências abaixo de determinado valor), Highpass (corte de frequências acima de determinado valor). Isto é, os filtros lineares de suavização atenuam ou eliminam alguns componentes de freqüências enquanto preservam outros.

Também é possível fazer operações aritméticas em tempo real sobre os sinais, por exemplo, subtrair, multiplicar, somar, escala, normalizar. Além de funções estatísticas: de retenção de pico, média, remoção de tendência linear, distribuição de probabilidade.

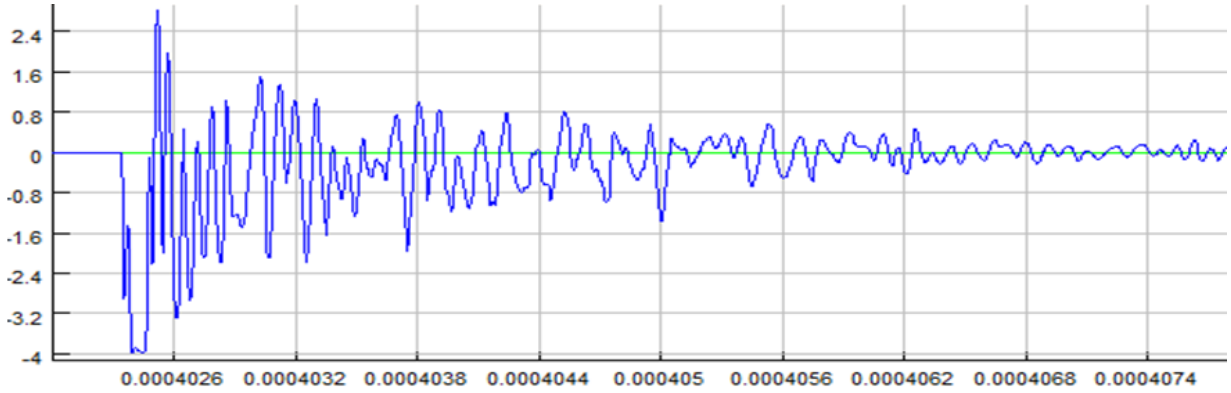


Figura III.3 - Gráfico da tensão V(t) média, em volts, de 20 aquisições ultrassônicas para amostra T2 no intervalo de tempo 0,000402 a 0,000408 s;

O intervalo de tempo de aquisição foi de 0,000402 a 0,000408 s foi adotado para todas as amostras e está compreendido entre um ponto após o término do pulso eletrônico até o

instante em que a amplitude do sinal cai para aproximadamente 1/10 da inicial. Após a aplicação da FFT na V(t) o programa é ajustado para gerar um gráfico da atenuação da V(f), ou seja, 10 log [V (f) / V_0 (f)], em dB. A ordenada de 10 log [V (f) / V_0 (f)] é normalizada pelo valor máximo e a partir de agora será chamada apenas de FFT normalizada; O intervalo (janela) de frequência selecionado para estudo vai de zero a 50 MHz. A seguir, é aplicado em todo intervalo da FFT normalizada um filtro linear de suavização ajustado no valor de 150 em relação a um máximo de até 9999 que o programa disponibiliza.

A partir da FFT normalizada e suavizada é gerada graficamente a derivada da FFT normalizada desta vez sem filtro. O gráfico da derivada primeira é derivado para obter a derivada segunda, e por fim aplica-se novamente um filtro linear ajustado em 150. Isto é realizado arbitrariamente para encontrar no mínimo 3 pontos de zero da derivada segunda, um ponto de mínimo local e um ponto de máximo local.

Na Figura III.4 é mostrada a FFT normalizada, sua derivada primeira e segunda, bem como a sequência dos cinco pontos estudados na derivada segunda.

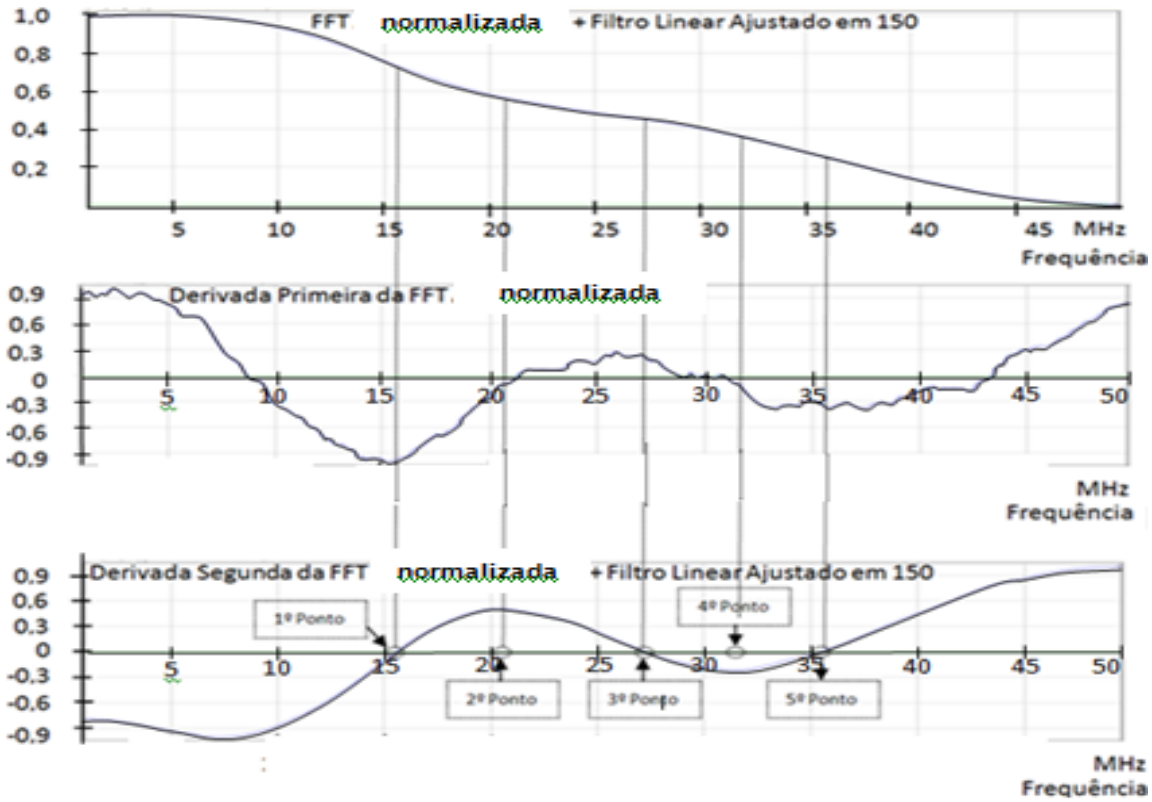


Figura III.4 - Gráfico da FFT normalizada, em dB, versus frequência, em MHz, após suavização com filtro linear ajustado em 150, gráfico da derivada primeira da FFT sem suavização, gráfico da derivada segunda da FFT após uma suavização com filtro linear ajustado em 150, respectivamente de cima para baixo.

O aumento no valor do filtro linear, tanto para a FFT quanto para a derivada segunda da FFT, tornam os gráficos mais suaves e diminui o número de pontos de zero da derivada segunda, de mínimo e de máximo local, isto é, diminui o número de pontos pretendidos de análise. A diminuição no valor do filtro linear aumenta o número de pontos de zero da derivada segunda, de mínimo e de máximo local, isto é aumenta o número de pontos pretendidos de análise. Na Figura III.5 pode ser visto o efeito do aumento do valor do filtro na FFT normalizada, e na Figura III.6 pode ser visto o efeito do aumento do valor do filtro na derivada segunda da FFT normalizada.

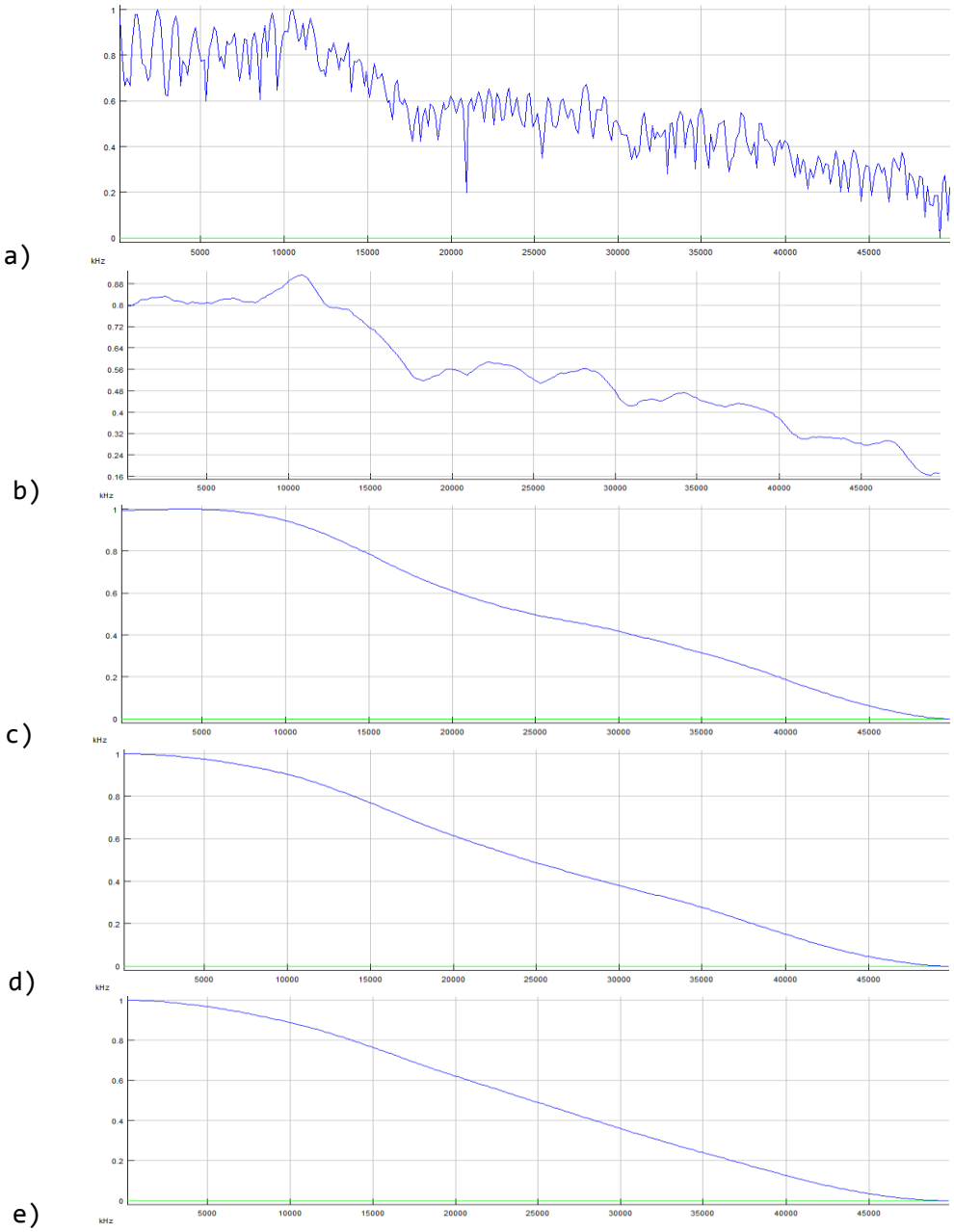
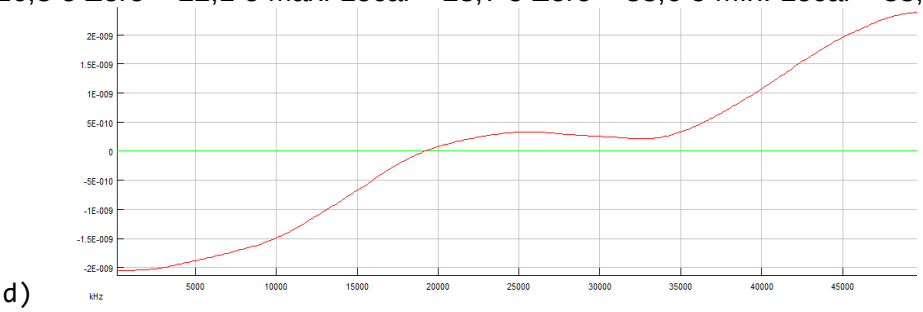


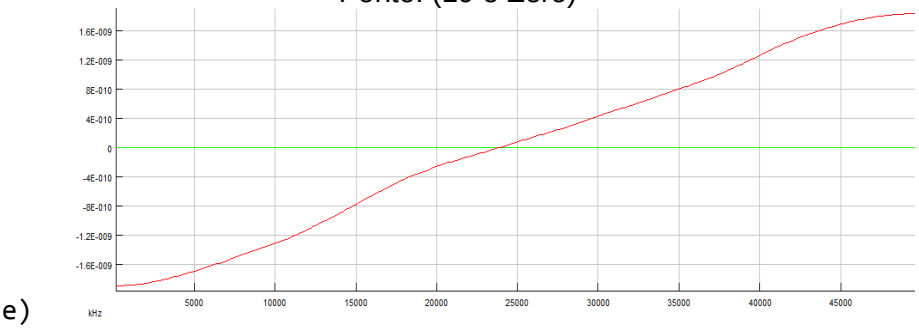
Figura III.5 - Efeito do aumento no valor do filtro linear na FFT normalizada, no intervalo de 0 a 50000 kHz, sem filtro e com filtro linear: b) 15, c) 150, d) 200 e d) 250.



Pontos: (16,3 e Zero – 22,1 e Máx. Local – 28,7 e Zero – 33,6 e Mín. Local – 38,1 e Zero)



Ponto: (19 e Zero)



Ponto: (23,7 e Zero)

Figura III.6 - Efeito do aumento no valor do filtro na Derivada segunda da FFT normalizada sem filtro e com filtro linear: a) 15, b) 150, c) 200, d) 250.

Na propagação da onda sonora quando o comprimento de onda diminui e aproxima-se da ordem de grandeza do espalhador começa a ocorrer à transição entre os regimes de atenuação Rayleigh para estocástico. Esta transição é marcada por pontos de inflexão, de máximo e de mínimo local da derivada segunda. Apesar do uso do filtro de suavização provocar o deslocamento dos pontos de frequência do gráfico da atenuação para valores mais altos as modificações (pontos de inflexão) no gráfico da FFT normalizada, e no gráfico de suas derivadas, devido à mudança de regime são ainda perceptíveis se o valor do filtro não for alto. Em razão disso os pontos de zero, máximo ou mínimo local da derivada segunda são os escolhidos para comparação com os tamanhos de grãos obtidos pelo método metalográfico e de imagem computacional permitindo assim o reconhecimento dos tamanhos de grãos.

IV – Resultados e discussão

Através do programa Sigview foi calculado a média aritmética dos 20 sinais para cada amostra, e esta foi normalizada pelo maior valor da tensão, conforme mostram as Figuras IV.1 (a), IV.2 (a), IV.3 (a), IV.4 (a).

A média dos sinais normalizada de cada amostra foi transformada em um sinal de amplitude de tensão versus frequência através da transformada rápida de Fourier (FFT), calculada através do programa Sigview, e disposto em dB, ou seja, $10 \cdot \log [V_i(f)/V_i(f)+1]$. Os gráficos da FFT normalizada são suavizados com filtro linear ajustado no valor 150, conforme as mostra as Figuras IV.1 (b), IV.2 (b), IV.3 (b), IV.4 (b).

A derivada primeira do sinal da FFT normalizada para cada amostra é calculada numericamente pelo programa Sigview e dispostas graficamente, conforme as mostra as Figuras IV.1 (c), IV.2 (c), IV.3 (c), IV.4 (c).

A derivada segunda do sinal da FFT normalizada é calculada numericamente para cada amostra pelo programa Sigview e dispostas graficamente, e após isto é suavizada com filtro linear ajustado no valor 150, conforme as mostra as Figuras IV.1 (d), IV.2 (d), IV.3 (d), IV.4 (d).

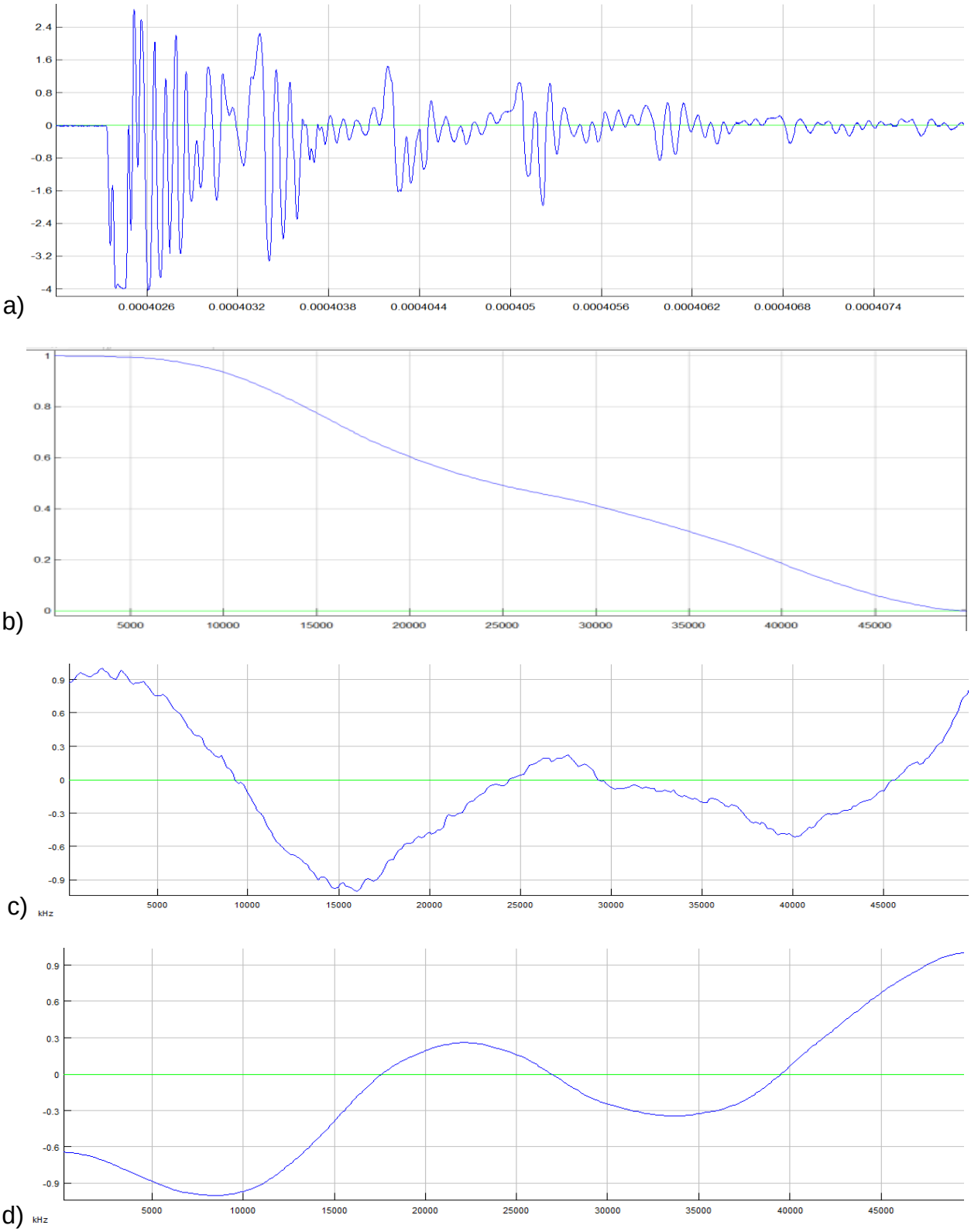
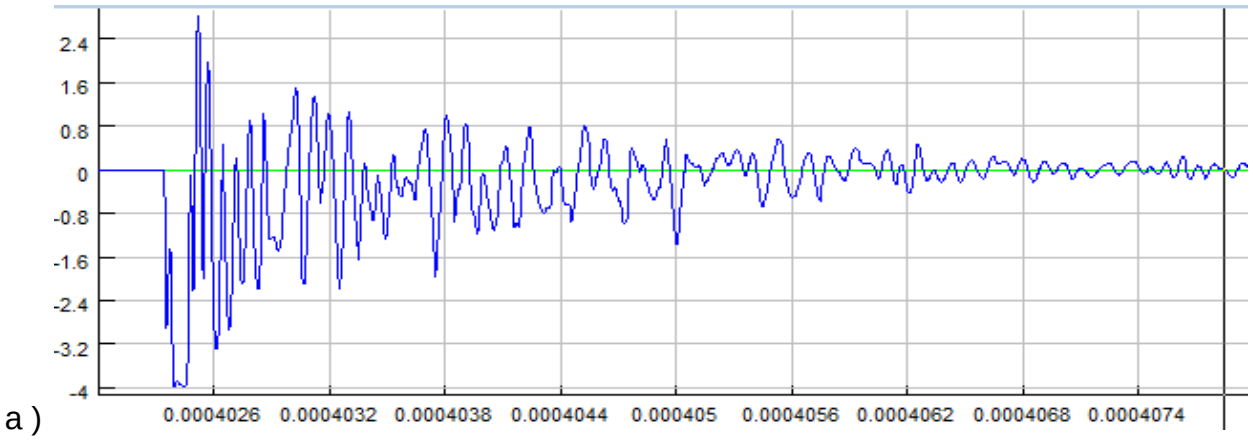
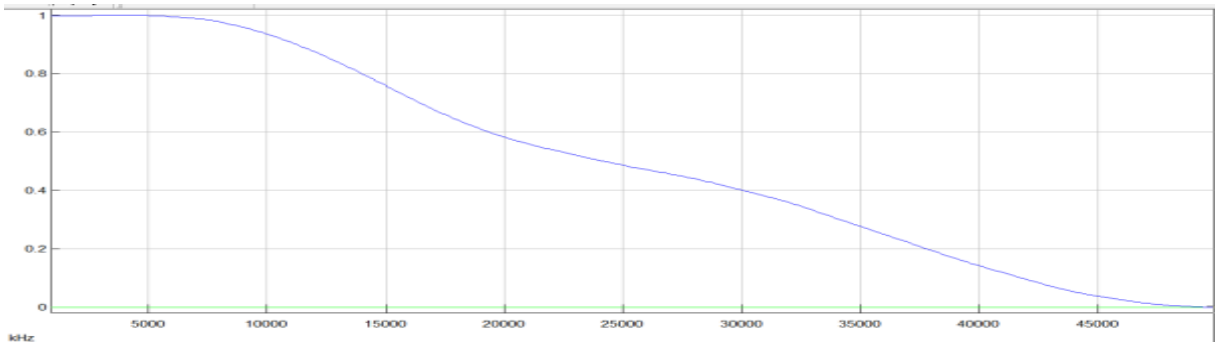


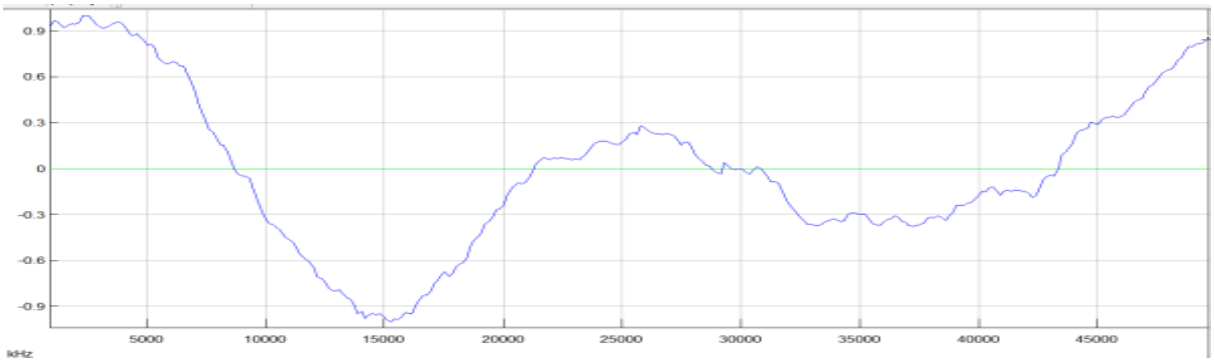
Figura IV.1 - a) Média dos sinais ultrassônicos de 20 aquisições para AMOSTRA T1 no intervalo de tempo 0,000402 a 0,000408 s; b) FFT normalizada com filtro linear 150; c) Derivada primeira da FFT normalizada sem filtro; d) Derivada segunda da FFT normalizada com filtro linear 150.



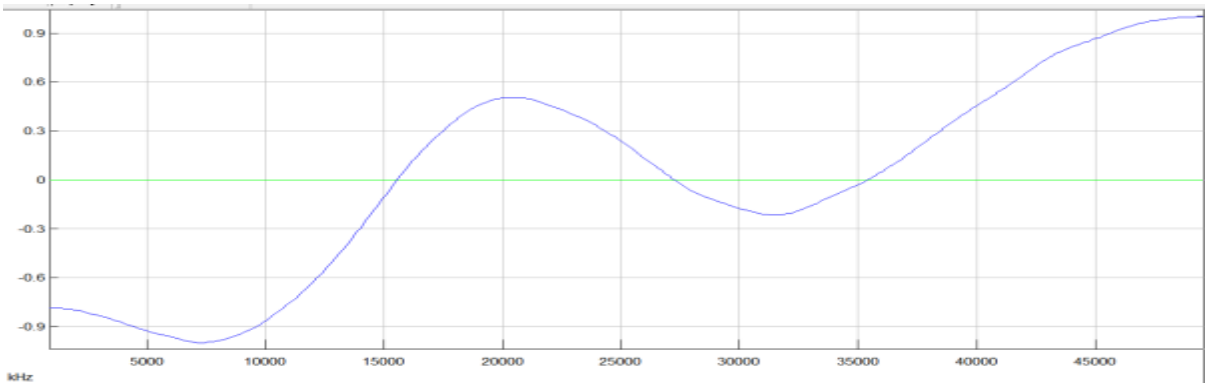
a)



b)



c)



d)

Figura IV.2 - a) Média dos sinais ultrassônicos de 20 aquisições para AMOSTRA T2 no intervalo de tempo 0,000402 a 0,000408 s; b) FFT normalizada com filtro linear 150; c) Derivada primeira da FFT normalizada sem filtro; d) Derivada segunda da FFT normalizada com filtro linear 150.

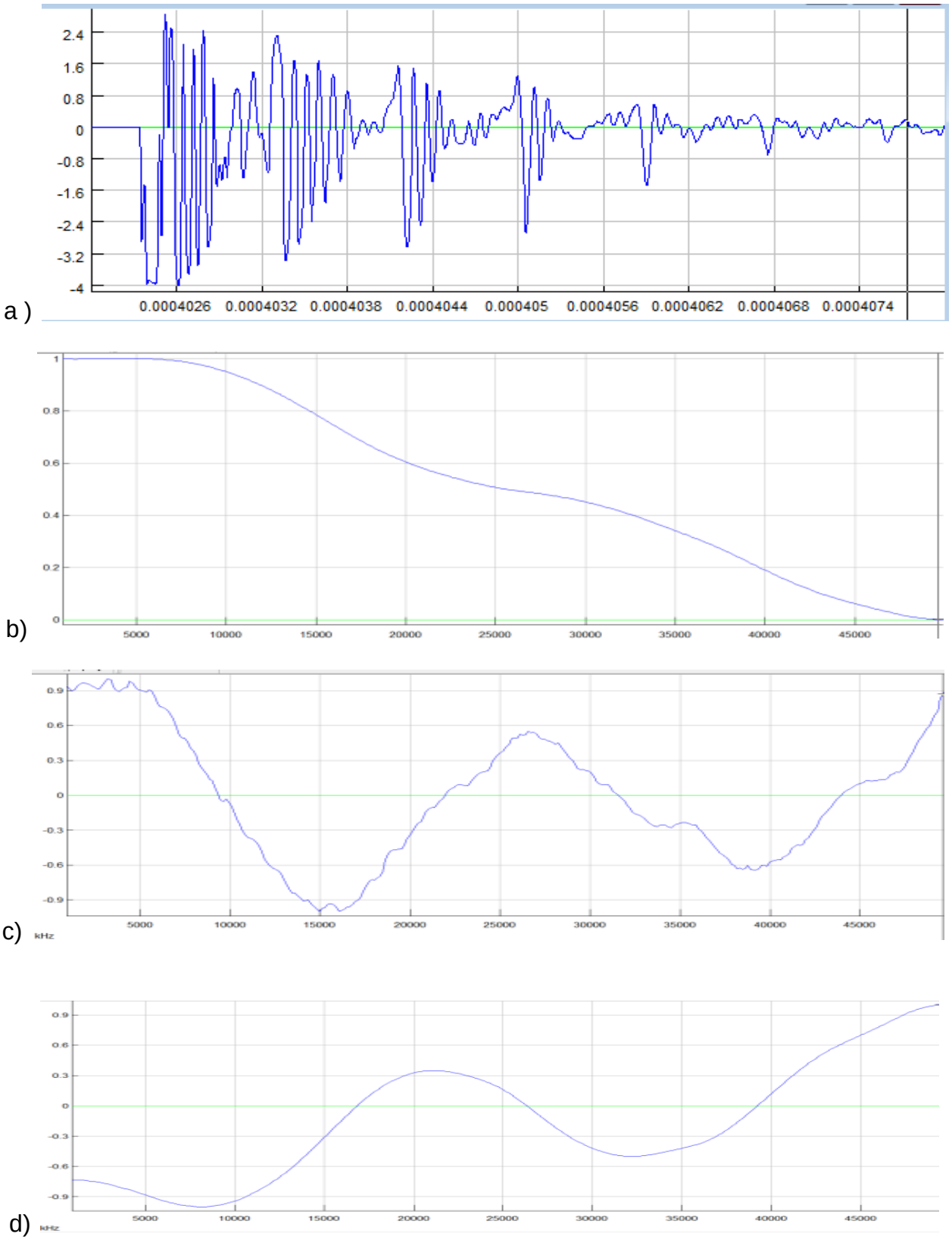


Figura IV.3 - a) Média dos sinais ultrassônicos de 20 aquisições para AMOSTRA T3 no intervalo de tempo 0,000402 a 0,000408 s; b) FFT normalizada com filtro linear 150; c) Derivada primeira da FFT normalizada sem filtro; d) Derivada segunda da FFT normalizada com filtro linear 150.

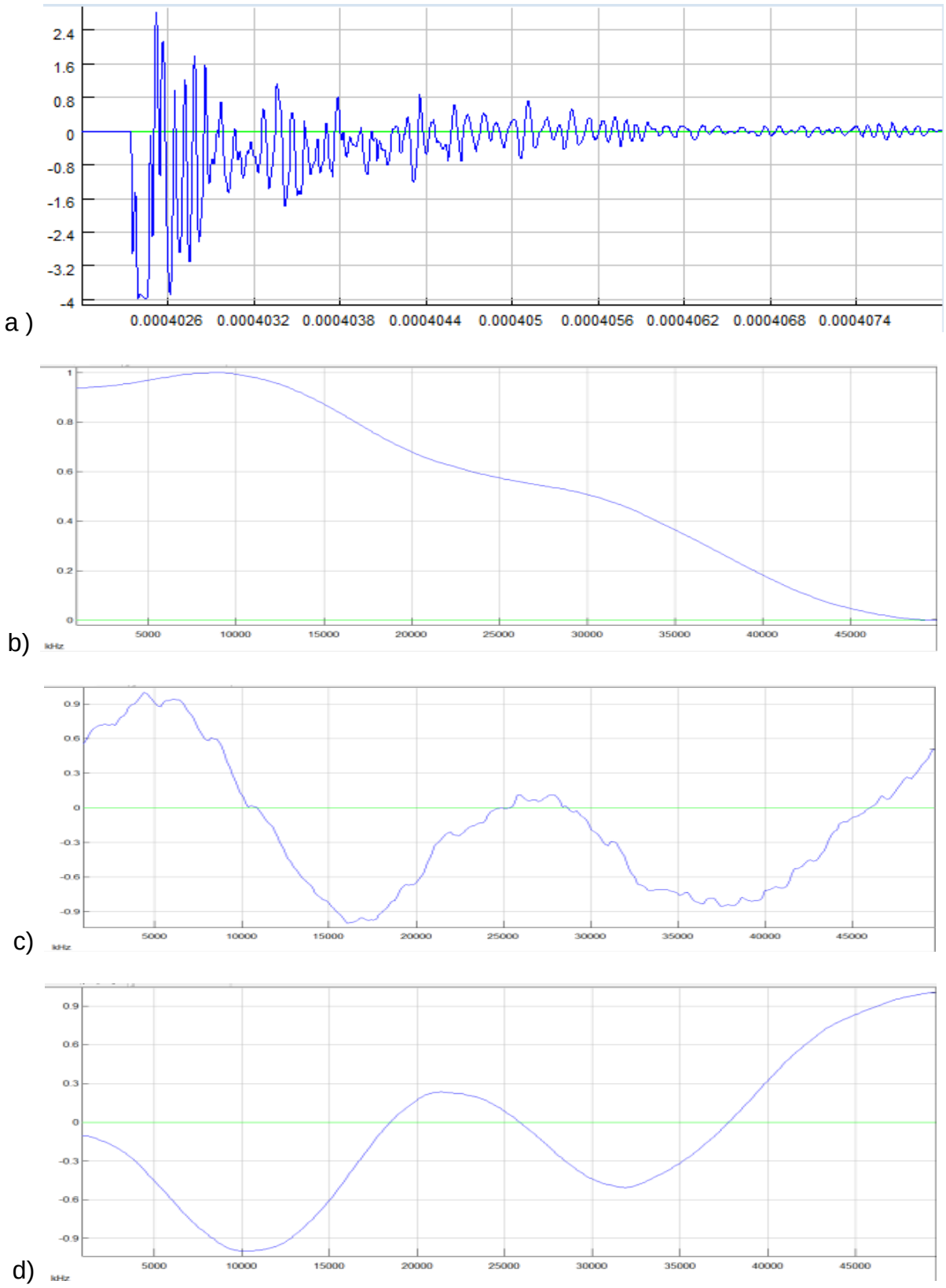


Figura IV.4 - a) Média dos sinais ultrassônicos de 20 aquisições para AMOSTRA T4 no intervalo de tempo 0,000402 a 0,000408 s; b) FFT normalizada com filtro linear 150; c) Derivada primeira da FFT normalizada sem filtro; d) Derivada segunda da FFT normalizada com filtro linear 150.

Os cinco pontos de frequência (MHz) da derivada segunda, de cada amostra, escolhidos arbitrariamente para comparação com os valores metalográficos estão dispostos na Tabela IV.1, bem como seus respectivos valores de comprimento de onda λ, obtidos por $\lambda = v_i / f$, onde v_i é a velocidade longitudinal medida para cada amostra, e v considerada constante. As velocidades ultrassônicas para as amostras T1 a T4 são respectivamente 6008, 6044, 6071 e 6205 m/s.

Tabela IV.1 – Pontos da derivada segunda da FFT normalizada obtida a partir do método ultrassônico.

AMOSTRA	ULTRASSOM - Pontos da Derivada Segunda da FFT normalizada					
	Frequência (MHz) / **Comprimento de Onda* (μm)**	**5° Ponto**	**4° Ponto**	**3° Ponto**	**2° Ponto**	**1° Ponto**
T 1	MHz	39,5	33,7	27	22,1	15,5
	μm	154	180	225	275	347
T 2	MHz	40,3	31,5	27,0	20,2	15,5
	μm	149	191	222	298	387
T 3	MHz	37,6	31,8	27,3	20,6	15,2
	μm	160	189	220	292	394
T 4	MHz	35,8	30,8	26,0	20,4	16,3
	μm	168	195	231	294	367

Nota: *$\lambda = v_i / f$ e v_i é a velocidade longitudinal medida para cada amostra.

A Tabela IV.2 apresenta os principais parâmetros da distribuição de tamanhos de grãos de cada amostra obtidos pelo método metalográfico e de análise computacional de imagem. Os parâmetros de média, desvio padrão e percentil 95 foram retirados do trabalho de (MOTTA, 2000). Adicionalmente para uma comparação inicial foram inseridos a média entre os tamanhos mínimos e máximos, a média dos desvios padrões, a média adicionada a meio desvio padrão, a média adicionada a um desvio padrão e a média adicionada a dois desvios padrões. A máxima diferença percentual entre o valor do percentil 95 e a média acrescentada a dois desvios padrões foi de 6 %. O valor percentual do desvio padrão em relação a média ficou entre 55 e 81,8%.

Tabela IV.2 – Resultados obtidos das distribuições dos tamanhos de grão de cada amostra tratada termicamente, em função dos menores e maiores eixos de cada grão.

METALOGRAFIA e ANÁLISE COMPUTACIONAL DE IMAGEM Tamanho de Grão (μm)									
Ti	**Tamanho de Grãos**	**μ**	**DP**	**% [DP / μ]**	**μ + 0,5·DP**	**μ + 1·DP**	**μ + 2·DP**	**Perc. 95**	**%[Perc.95/ (μ + 2·DP)]**
T1	**Mínimos**	119	90	75,6	164	209	299	308	3,0
T2		141	88	62,4	185	229	317	336	6,0
T3		132	108	81,8	186	240	348	359	3,2
T4		148	115	77,7	206	263	378	383	1,3
T1	**Médios***	159	112	70,4	215	271	383	385	0,5
T2		185	107	57,8	239	292	399	409	2,5
T3		173	131	75,7	239	304	435	439	0,9
T4		207	154	74,4	284	361	515	502	-2,5
T1	**Máximos**	198	134	67,7	265	332	466	462	-0,9
T2		229	126	55,0	292	355	481	482	-0,2
T3		213	154	72,3	290	367	521	519	-0,4
T4		266	193	72,6	363	459	652	620	-4,9

*Valores estimados a partir da média entre os valores mínimos e máximos.

Legenda: μ: Média; Ti: amostra i; DP: Desvio Padrão; Perc. = Percentil.

Nas Tabelas IV.3 a IV.7 F_i é um fator relativo ao desvio padrão para cada amostra e seu valor é dado pela razão entre a diferença do comprimento de onda λ_i e a média μ_i dividida pelo desvio padrão DP_i, ou seja, dado por $(\lambda_i-\mu_i)/ DP_i$. Já F' é a média entre os dois valores extremos do valor de F_i. O cálculo de F' é realizado para encontrar uma fração do desvio padrão que adicionada a média produza um menor desvio possível relativo à variação do desvio padrão das amostras tomadas em conjunto.

Tabela IV.3 – Comparação dos tamanhos mínimos e máximos dos grãos, e a média destes, adicionados a uma fração F' do DP, obtidos pela metalografia e análise de imagem com o comprimento de onda correspondente ao 1° ponto da derivada segunda da FFT normalizada de cada amostra.

AMOSTRA	METALOGRAFIA E ANÁLISE DE IMAGEM						ULTRASSOM 1° Ponto da Derivada Segunda	
	Tamanhos de Grãos	μ_i (µm)	DP_i µm	$F_i = (\lambda_i - \mu_i)/DP$	F' = Média Extremos	$\mu_i + F'*DP$ (µm)	$\lambda_i = v_i** / f$ (µm)	Desvio de λ_i em Relação à $\mu_i + F' * DP_i$
T1	Mínimos	119	90	2,533	(2,795 + 1,904)/2 = **2,350**	331	347	4,8%
T2		141	88	2,795		348	387	11,2%
T3		132	108	2,436		386	394	2,1%
T4		148	115	1,904		418	367	-12,2%
T1	Médios*	159*	112	1,679	(1,888 + 1,039)/2 = **1,464**	323	347	7,4%
T2		185*	107	1,888		342	387	13,2%
T3		173*	131	1,687		365	394	7,9%
T4		207*	154	1,039		432	367	15%
T1	Máximos	198	134	1,112	(1,254 + 0,523)/2 = **0,889**	317	347	9,5%
T2		229	126	1,254		341	387	13,5%
T3		213	154	1,175		350	394	12,6%
T4		266	193	0,523		438	367	16,2%

* Média entre os tamanhos mínimos e máximos;

** $\lambda = vi / f$ e vi é a velocidade ultrassônica de cada amostra.

Legenda: µ: Média; Ti: amostra i; DP: Desvio Padrão;

Tabela IV.4 – Comparação dos tamanhos mínimos e máximos dos grãos, e a média destes, adicionados a uma fração F' do DP, obtidos pela metalografia e análise de imagem com o comprimento de onda correspondente ao **2° ponto** da derivada segunda da FFT normalizada de cada amostra.

AMOSTRA	**METALOGRAFIA E ANÁLISE DE IMAGEM**						**ULTRASSOM** 2° Ponto da Derivada Segunda	
	Tamanhos de Grãos	**μ_i (μm)**	**DP_i μm**	**$F_i = (\lambda_i-\mu_i)/DP$**	**F' = Média Extre-mos**	**$\mu_i + F'*DP$ (μm)**	**$\lambda_i = v_i$** / f (μm)**	**Desvio de λ_i em Relação à $\mu_i + F' * DP_i$**
T1	**Mínimos**	119	90	1,700	(1,700 + 1,270)/2 = **1,485**	253	275	8,7%
T2		141	88	1,784		272	298	9,6%
T3		132	108	1,481		292	292	0%
T4		148	115	1,270		319	294	-7,1%
T1	**Médios***	159*	112	1,009	(1,056 + 0,908)/2 = **0,811**	250	275	10,0%
T2		185*	107	1,056		272	298	9,6%
T3		173*	131	0,908		279	292	4,7%
T4		207*	154	0,565		332	294	-11,4%
T1	**Máximos**	198	134	0,552	(0,552 + 0,145)/2 = **0,349**	245	275	12,2%
T2		229	126	0,548		273	298	9,2%
T3		213	154	0,513		267	292	9,4%
T4		266	193	0,145		333	294	-11,7%

* Média entre os tamanhos mínimos e máximos;

** $\lambda = v_i / f$ e v_i é a velocidade ultrassônica de cada amostra.

Legenda: μ: Média; T_i: amostra i; DP: Desvio Padrão;

Tabela IV.5 – Comparação dos tamanhos mínimos e máximos dos grãos, e a média destes, adicionados a uma fração F' do DP, obtidos pela metalografia e análise de imagem com o comprimento de onda correspondente ao **3° ponto** da derivada segunda da FFT normalizada de cada amostra.

AMOSTRA	**METALOGRAFIA E ANÁLISE DE IMAGEM**						**U L T R A S S O M** 3° Ponto da Derivada Segunda	
	Tamanhos de Grãos	**μ_i (µm)**	**DP_i µm**	**$F_i = (\lambda_i-\mu_i)/DP$**	**F' = Média Extre-mos**	**$\mu_i + F'*DP$ (µm)**	**$\lambda_i = v_i$** / f (µm)**	**Desvio de λ_i em Relação à $\mu_i + F' * DP_i$**
T 1	**Mínimos**	119	90	1,000	(1,000 + 0,722)/2 = **0,861**	196	225	14,8%
T 2		141	88	0,920		217	222	2,3%
T 3		132	108	0,815		225	220	-2,2%
T 4		148	115	0,722		247	231	-6,5%
T 1	**Médios***	159*	112	0,446	(0,446 + 0,156)/2 = **0,301**	193	225	16,6%
T 2		185*	107	0,346		217	222	2,3%
T 3		173*	131	0,359		212	220	3,8%
T 4		207*	154	0,156		253	231	-8,7%
T 1	**Máximos**	198	134	0,081	(0,081 - 0,181)/2 = **- 0,05**	191	225	17,8%
T 2		229	126	-0,056		223	222	-3,1%
T 3		213	154	0,045		205	220	-3,3%
T 4		266	193	-0,181		256	231	-9,8%

* Média entre os tamanhos mínimos e máximos;

** $\lambda = v_i / f$ e v_i é a velocidade ultrassônica de cada amostra.

Legenda: µ: Média; T_i: amostra i; DP: Desvio Padrão;

Tabela IV.6 – Comparação dos tamanhos mínimos e máximos dos grãos, e a média destes, adicionados a uma fração F' do DP, obtidos pela metalografia e análise de imagem com o comprimento de onda correspondente ao **4° ponto** da derivada segunda da FFT normalizada de cada amostra.

AMOSTRA	METALOGRAFIA E ANÁLISE DE IMAGEM						ULTRASSOM 4° Ponto da Derivada Segunda	
	Tamanhos de Grãos	μ_i (μm)	DP_i μm	$F_i = (\lambda_i - \mu_i)/DP$	F' = Média Extre-mos	$\mu_i + F'*DP$ (μm)	$\lambda_i = v_i** / f$ (μm)	Desvio de λ_i em Relação à $\mu_i + F' * DP_i$
T1	**Mínimos**	119	90	0,656	(0,656 + 0,409)/2 = **0,533**	167	180	7,8%
T2		141	88	0,568		188	191	1,6%
T3		132	108	0,528		190	189	-0,5%
T4		148	115	0,409		209	195	-6,7%
T1	**Médios***	159*	112	0,170	(0,170 - 0,080)/2 = **0,045**	164	180	9,8%
T2		185*	107	0,056		190	191	0,5%
T3		173*	131	0,122		179	189	5,6%
T4		207*	154	-0,080		214	195	-8,9%
T1	**Máximos**	198	134	-0,149	(-0,149 -0,368)/2 = **- 0,259**	163	180	10,4%
T2		229	126	-0,302		196	191	-2,6%
T3		213	154	-0,156		173	189	9,2%
T4		266	193	-0,368		216	195	-9,7%

* Média entre os tamanhos mínimos e máximos;

** $\lambda = v_i / f$ e v_i é a velocidade ultrassônica de cada amostra.

Legenda: μ: Média; T_i: amostra i; DP: Desvio Padrão;

Tabela IV.7 – Comparação dos tamanhos mínimos e máximos dos grãos, e a média destes, adicionados a uma fração F' do DP, obtidos pela metalografia e análise de imagem com o comprimento de onda correspondente ao **5° ponto** da derivada segunda da FFT normalizada de cada amostra.

AMOSTRA	METALOGRAFIA E ANÁLISE DE IMAGEM						ULTRASSOM 5° Ponto da Derivada Segunda	
	Tamanhos de Grãos	μ (μm)	DP μm	$F_i = (\lambda_i - \mu)/DP$	F'= Média Extre-mos	μ + F'*DP (μm)	$\lambda_i = v_i^{**} / f$ (μm)	Desvio de λ_i em Relação à μ + F' * DP
T1	Mínimos	119	90	0,389	(0,389 + 0,174)/2 = **0,240**	141	154	9,2%
T2		141	88	0,091		162	149	-8,0%
T3		132	108	0,259		158	160	1,3%
T4		148	115	0,174		176	168	-4,5%
T1	Médios*	159*	112	-0,045	(-0,045 - 0,336)/2 = - 0,191	138	154	11,6%
T2		185*	107	-0,336		165	149	-9,7%
T3		173*	131	-0,099		148	160	8,1%
T4		207*	154	-0,253		178	168	-5,6%
T1	Máximos	198	134	-0,328	(-0,328 - 0,635)/2 = - 0,482	133	154	15,8%
T2		229	126	-0,635		168	149	-11,3%
T3		213	154	-0,344		139	160	15,1%
T4		266	193	-0,508		173	168	-2,9%

* Média entre os tamanhos mínimos e máximos;

** $\lambda = v_i / f$ e v_i é a velocidade ultrassônica de cada amostra.

Legenda: μ: Média; T_i: amostra i; DP: Desvio Padrão;

A análise das Tabelas IV.3 a IV.7 permite afirmar que:

i) Os menores resultados de desvio percentual do comprimento de onda λ_i, obtido pelo método ultrassônico, em relação à ($\mu_i + F' * DP_i$), que é um valor estatístico da distribuição de tamanhos metalográficos, são produzidos na comparação do 4° ponto; O desvio em questão foi menor que 10,4% para todas as amostras considerando os tamanhos mínimos, médios e máximos dos grãos;

ii) Considerando todos os cinco pontos, o menor desvio ocorreu na comparação do comprimento de onda λ_i com os tamanhos mínimos metalográficos. Isto pode ser devido a quantidade de tamanhos mínimos de grãos ser bem maior que a de tamanhos máximos;
iii) Considerando apenas o 3° ponto, o comprimento de onda λ_i é aproximadamente o valor dos tamanhos máximos metalográficos com um desvio menor que 17,8%;
iv) Considerando apenas o 4° ponto, o comprimento de onda λ_i é aproximadamente o valor dos tamanhos médios metalográficos com um desvio menor que 9,8%;
iv) Considerando apenas o 5° ponto, o comprimento de onda λ_i é aproximadamente o valor dos tamanhos mínimos adicionado a 0,24 (≈25% ou ¼) do desvio padrão metalográficos com um desvio menor que 9,2%;
v) O 1° ponto está mais próximo do ponto de transição entre os regimes Rayleigh e estocástico encontrado no trabalho de (MOTTA, 2000); A grande diferença entre os valores do percentil 95 e os comprimentos de onda do 1° ponto pode ser explicada pelo uso do filtro linear ajustado no valor de 150 que desloca os pontos derivada segunda para frequências mais altas ou comprimentos de onda menores; Também, observa-se que no gráfico da derivada segunda para cada amostra, antes do 1° ponto há um máximo em módulo com um valor de frequência menor e comprimento de onda maior, e este ponto seria o mais adequado para comparação com o percentil 95;

vi) O ajuste para um valor maior ou menor do filtro linear e consequentemente do número de pontos para análise pode ser alterado em função de um resultado insatisfatório (desvio maior que o pretendido) na comparação entre tamanho de grão obtido por método metalográfico e comprimento de onda ultrassônico. O número de pontos ideal para análise seria aquele em que os pontos estão suficientemente afastados para serem diferenciados entre si em função da variação obtida nas aquisições realizadas pelo método ultrassônico.

vii) Quanto aos diferentes tratamentos térmicos aplicados nas amostras o método metalográfico e de análise de imagem possibilitam chegar na distribuição de tamanhos mínimos e máximos dos grãos possibilitando o cálculo da média e do desvio padrão dos tamanhos de grãos. Se a média estiver muito próxima entre dois tratamentos, tal como ocorre com as amostras T2 e T3, ou se o desvio padrão for muito alto, ou ainda, se o método metalográfico e de análise de imagem produzem uma incerteza maior que a prevista, é possível que os dois tratamentos tenham uma intersecção nos intervalos de tamanhos de grãos de tal forma a diferenciação entre eles fique com um alto grau de incerteza.

Considerando as amostras T1 a T4 o tamanho de grão mínimo é de 20 μm para a amostra T1 e o tamanho de grão máximo é de 1250 μm para a amostra T4. Considerando que a largura de banda do transdutor de 10 MHz é de 60% para uma queda de amplitude de 6 dB, então o valor da frequência mínima é de 6 MHz e o valor da frequência máxima é de 16,7 MHz.

O comprimento de onda ultrassônico é dado por $\lambda = v / f$. Para a frequência de 6 MHz os comprimentos de onda das amostras de T1 a T4 são em µm respectivamente: [$6008 \cdot 10^6$ (µm/s) / $6 \cdot 10^6$ (1/s)]=1001 µm, [$6044 \cdot 10^6$ (µm/s) / $6 \cdot 10^6$ (1/s)]=1007 µm, [$6071 \cdot 10^6$ (µm/s) / $6 \cdot 10^6$ (1/s)]=1012 µm, [$6205 \cdot 10^6$ (µm/s) / $6 \cdot 10^6$ (1/s)]=1034 µm. Para a frequência de 16,7 MHz os comprimentos de onda das amostras de T1 a T4 são em µm respectivamente: [$6008 \cdot 10^6$ (µm/s) / $16{,}7 \cdot 10^6$ (1/s)]=360 µm, [$6044 \cdot 10^6$ (µm/s) / $16{,}7 \cdot 10^6$ (1/s)]=362 µm, [$6071 \cdot 10^6$ (µm/s) / $16{,}7 \cdot 10^6$ (1/s)]=364 µm, [$6205 \cdot 10^6$ (µm/s) / $16{,}7 \cdot 10^6$ (1/s)]=372 µm. Dessa forma o intervalo da relação λ/D é dado por: $\lambda_{Mín.}/D_{Máx.} < \lambda/D < \lambda_{Máx.}/D_{Mín.}$, ou seja, 360 µm/1250 µm $<\lambda/D<$ 1034 µm/20 µm, ou ainda, aproximadamente $0{,}3 < \lambda/D < 51{,}7$, isto é, a relação λ/D abrange o regime estocástico ($\lambda/D \approx 1$) e o regime Rayleigh ($\lambda/D >> 1$).

As Figuras IV.5 a IV.9 apresentam os ajustes polinomiais de 4° grau realizados com os pontos da FFT normalizada e suavizada com filtro linear ajustado em 150 para cada amostra, com o objetivo de verificar o comportamento dos coeficientes dos termos com expoente .Os intervalos para ajuste da função aos pontos da FFT foram divididos em dois, um de zero a aproximadamente 21 MHz e outro de 22 a 50 MHz, onde X representa o valor da frequência.

Os valores de frequência para o percentil 95, segundo (MOTTA, 2000), para as amostra T1 a T4 são respectivamente: 6008/462 = 13 MHz, 6044/482=12,5 MHz, 6071/519=11,7 MHz, 6205/620=10,1 MHz. Nas funções de ajuste aos pontos dos gráficos da FFT normalizada e suavizada o coeficiente do termo da frequência X^4 (ou f^4) decresce de valor no intervalo de 21 a 50 MHz quando comparado com seu valor para o intervalo de 0 a 21 MHz, e o com o coeficiente de X^2 (ou f^2) ocorre o contrário. Isto pode ser explicado pelo fato de que mesmo a FFT normalizada ter seu ponto de transição entre os regimes de atenuação Rayleigh para estocástico ter sido transladado para uma frequência maior devido ao uso do filtro de suavização as equações de ajuste refletem a maior dependência da quarta potência da frequência para regimes de baixa frequência e da dependência da segunda potência para regimes de alta frequência.

Os polinômios do quarto grau encontrados possuem termos negativos com dependência de X e X^3. Uma explicação para esses termos serem negativos pode estar no espalhamento múltiplo de forma que o termo que possui X^4 que representa o valor da equação do coeficiente de espalhamento Rayleigh ($\alpha_{Esp..} = A_R \cdot D^3 \cdot f^4$) e o termo que possui X^2 representa o valor da equação do coeficiente de espalhamento estocástico ($\alpha_{Esp.} = A_e \cdot D \cdot f^2$). As equações de espalhamento funcionam como limiares para um comportamento idealizado conforme as condições impostas para cada regime, tal como é a condição do espalhamento que ocorre em um grão não interagir com o espalhamento de grãos vizinhos.

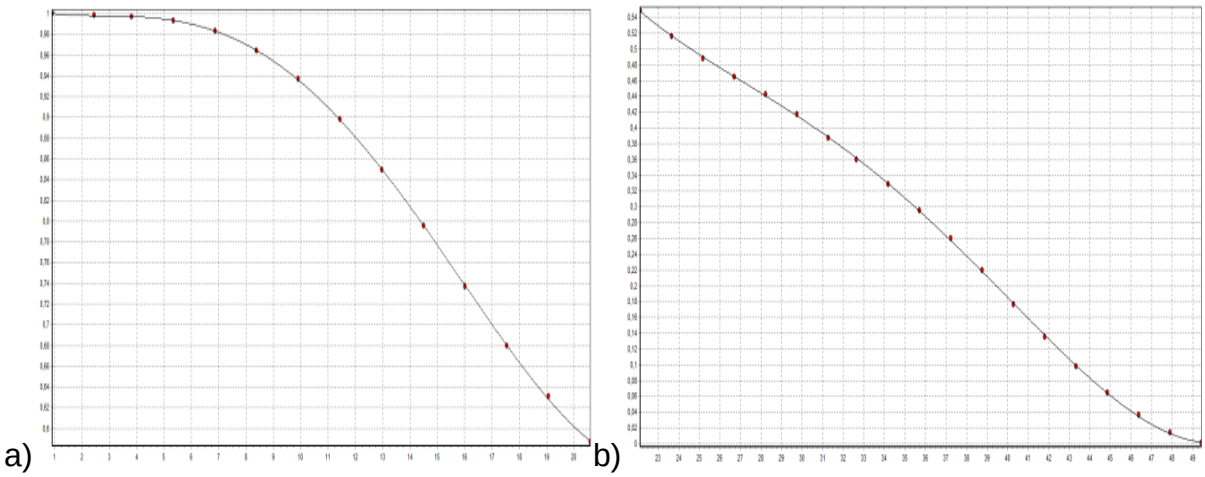


Figura IV.5 - Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT normalizada com filtro 150 versus frequência, em MHz, para a **AMOSTRA T1:** a) Intervalo de frequência entre **0,9 a 20,6** MHz: $1,003645655–0,0068112138 \cdot X+0,002140358 \cdot X^2 -0,000308283 \cdot X^3 + 0,000008278 \cdot X^4$; b) Intervalo de frequência **20,7 a 50** MHz: $3,4304297-0,3444148 \cdot X+0,0156233 \cdot X^2 -0,0003216 \cdot X^3 + 0,00000024 \cdot X^4$.

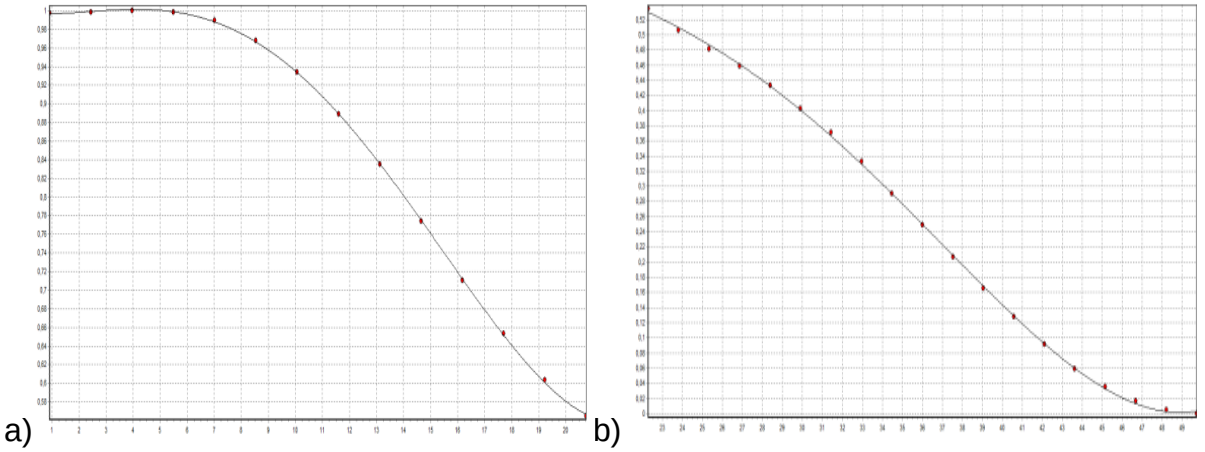


Figura IV.6 - Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT normalizada com filtro 150 versus frequência, em MHz, para a **AMOSTRA T2**: a) Intervalo de frequência entre **0 a 20,6** MHz: $0,997462227-0,002489728 \cdot X + 0,002098795 \cdot X^2- 0,0003343525 \cdot X^3+ 0,000009636 \cdot X^4$; b) Intervalo de frequência entre **20,7 a 50** MHz: $1,148425138 - 0,081511478 \cdot X + 0,004726166 \cdot X^2 - 0,000130259 \cdot X^3 + 0,000001184 \cdot X^4$.

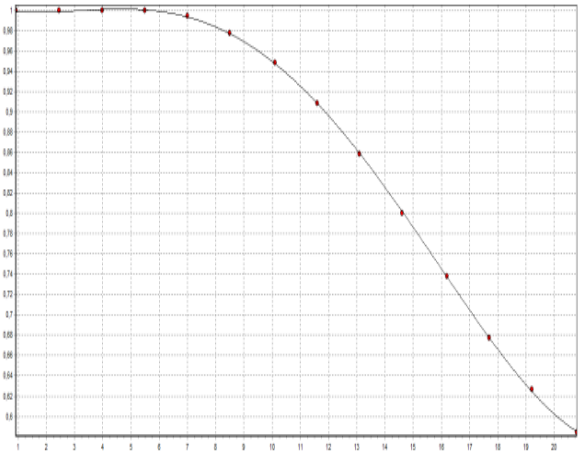
a)  b) 

Figura IV.7 - Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT normalizada com filtro 150 versus frequência, em MHz, para a **AMOSTRA T3**: a) Intervalo de frequência entre **0,9 a 22,3** MHz: 1,004156977 - 0,007715878·X + 0,003138028· X^2 -0,000394344·X^3 +0,00001032·X^4; b) Intervalo de frequência **22,4 a 50** MHz: 1,004156977 - 0,007715878·X + 0,003138028·X^2 -0,000394344·X^3 +0,00001032·X^4.

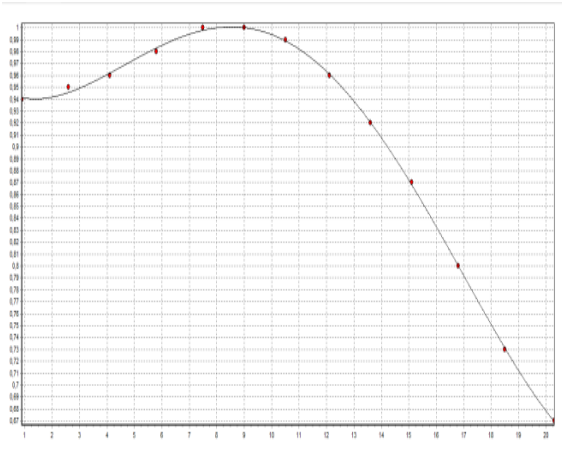
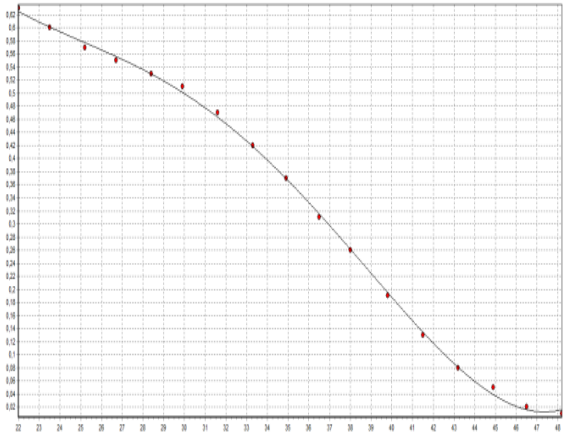
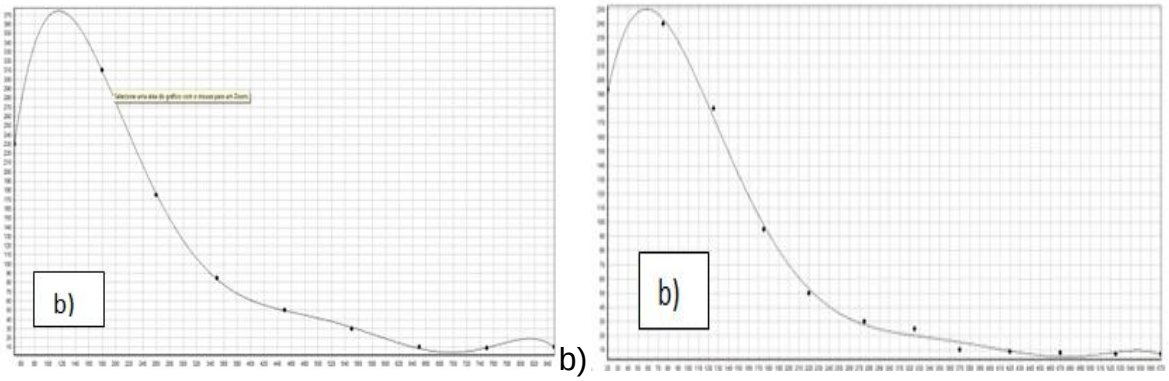
a)  b) 

Figura IV.8 - Ajuste polinomial de grau 4 por intervalos da curva da FFT normalizada com filtro 150 versus frequência, em MHz, para a **AMOSTRA T4**: a) Intervalo de frequência entre **0,9 a 21,9** MHz: 0,950241889 - 0,01521166·X + 0,006679502·X^2 -0,000613576·X^3 + 0,000014182·X^4; b) Intervalo de frequência 22**,0 a 50** MHz: 4,561412739-0,518401195·X+ 0,025655288·X^2 -0,000561339·X^3 + 0,00000439·X^4.

As Figuras IV.9 a 12 apresentam as funções polinomiais ajustadas aos pontos da distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão para as amostras T1 a T4 dos tamanhos de grãos máximos e mínimos, obtidos pelo método metalográfico e de análise computacional de imagem, através do programa de cálculo numérico VCN 5.1.

O programa VCN é um programa desenvolvido pelo Laboratório de Cálculo Numérico do Instituto de Ciências Exatas e Informática da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais para ensino de cálculo numérico, e é de uso livre. O programa possibilita soluções numéricas para interpolação, derivação, integração, equações diferenciais, sistemas lineares, cálculo de raízes, ajuste de curvas e otimização. O ajuste polinomial é realizado para um polinômio do tipo $Y=b_o+b_1 \cdot X+b_2 \cdot X^2+b_3 \cdot X^2+\cdots+b_p \cdot X^p$, onde b_o, b_1, b_2 , b_3,$\cdots$,b_p, são constantes e X representa a variável dependente, no caso deste trabalho a frequência. O grau do polinômio pode ser escolhido e os dados de entrada devem ser dispostos em uma tabela e o programa resolve o ajuste com uma matiz do tipo $X \cdot B=Y$.

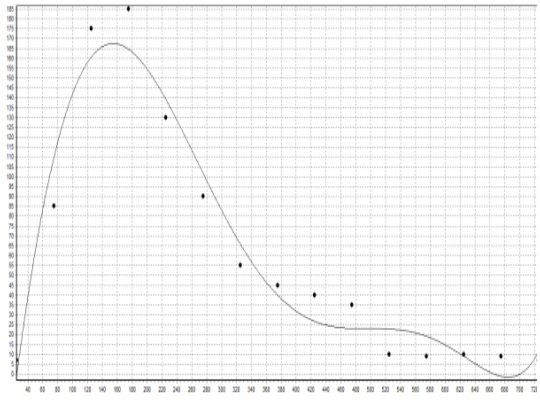
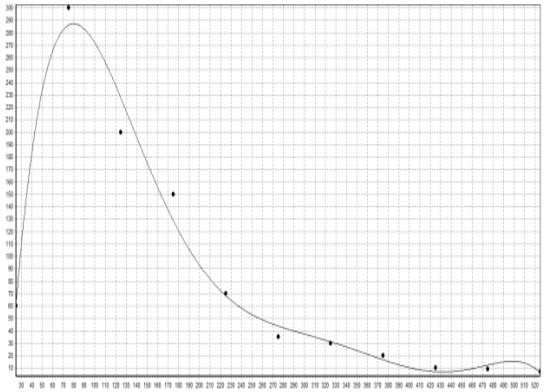


a) b)

a) A função polinômial é : -208,8457913574803 61 +13,0907462787712976*X -0,10178162343263270 5*X^2 +0,0003377183222896682 08*X^3 - 5,6547434985514898 4E-7*X^4 +4,6989765393810903 5E-10*X^5 -1,5401681187330424 6E-13*X^6

b). A função polinômial é : 95,4529682236226386 +6,4240916152039169 8*X -0,0870263052777795476*X^2 +0,0004438818382096230 11*X^3 - 1,1084273399469492 9E-6*X^4 +1,3598194139573709 9E-9*X^5 -6,5584306181642275 6E-13*X^6

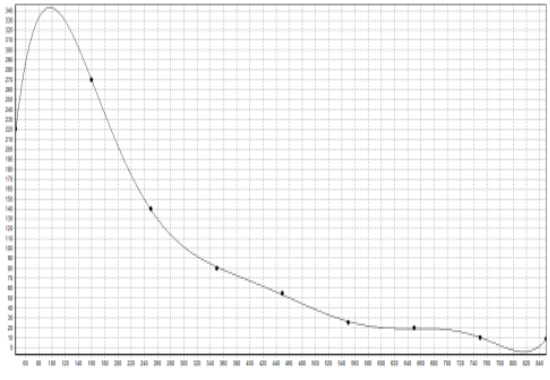
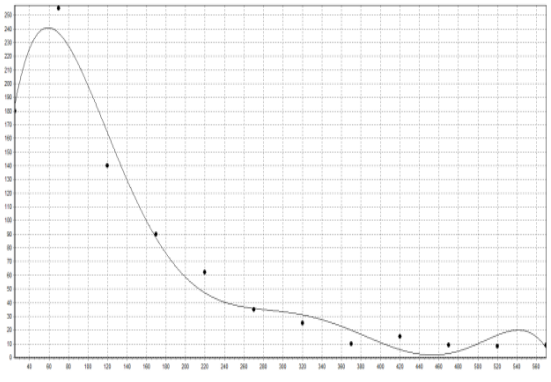
Figura IV.9 - Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão da **AMOSTRA T1** para os tamanhos de grãos: a) **MÁXIMOS** e b) **MÍNIMOS;** Ajuste polinômial com o programa de cálculo numérico VCN 5.1.

a)  b) 

a) A função polinômial é : -80,0756200787794623 +3,48713946673659952*X -0,012176652759567636 9*X^2 -1,63511470986047784E-5*X^3 +1,35784591569633877E-7*X^4 -2,16480749385015195E-10*X^5 +1,10464396284934239E-13*X^6

b) A função polinômial é : -301,573313972456204 +19,64375009506745 56*X -0,231136028709535754*X^2 +0,001198033689833252 71*X^3 - 3,1727376822316233E-6*X^4 +4,20076018096291118E-9*X^5 -2,20496732024189283E-12*X^6

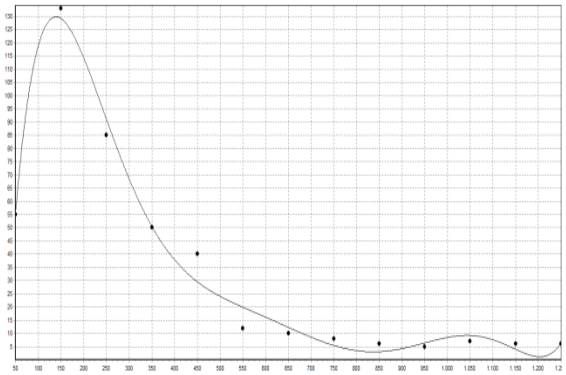
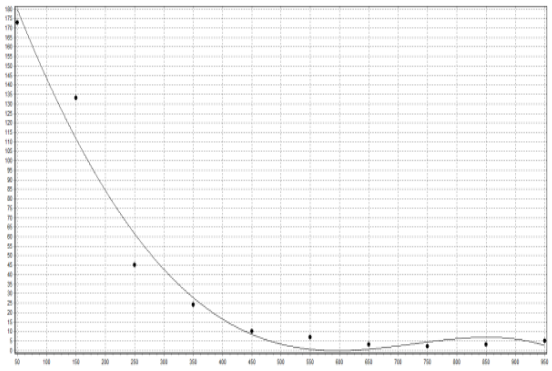
Figura IV.10 - Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão da **AMOSTRA T2** para os tamanhos de grãos: a) **MÁXIMOS** e b) **MÍNIMOS;** Ajuste polinômial com o programa de cálculo numérico VCN 5.1.

a)  b) 

a) A função polinômial é : -250,9891383812923 06 +16,48514991866585 49*X -0,163494770164509766*X^2 +0,000736856038929068005*X^3 - 1,79699346603955848E-6*X^4 +2,44652700527328311E-9*X^5 -1,74848320067257634E-12*X^6 +5,10938655012269015E-16*X^7

b) A função polinômial é : 32,0672907508543723 +8,78160461241958607*X -0,123080933994415444*X^2 +0,000680728849991284 58*X^3 - 1,8454951434020674E-6*X^4 +2,440061423910705E-9*X^5 -1,25710179110108522E-12*X^6

Figura IV.11 - Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão da **AMOSTRA T3** para os tamanhos de grãos: a) **MÁXIMOS** e b) **MÍNIMOS;** Ajuste polinômial com o programa de cálculo numérico VCN 5.1.

a)  b) 

a) A função polinômial é : -102,5119111251801924 +4,49027319886174804*X -0,030938062886968706 2*X^2 +9,6576056378072569E-5*X^3 - 1,62980937720368196E-7*X^4 +1,53375311753349028E-10*X^5 -7,56181200582617244E-14*X^6 +1,52065212056808917E-17*X^7

b) A função polinômial é : 124,950185069632339 +1,85263547127572165*X -0,021030430148637780 3*X^2 +7,605426864725070 55E-5*X^3 - 1,28420005340494659E-7*X^4 +1,03749999998803766E-10*X^5 -3,23611111107153316E-14*X^6

Figura IV.12 - Função de distribuição do n° de grãos versus tamanho de grão da **AMOSTRA T4** para os tamanhos de grãos: a) **MÁXIMOS** e b) **MÍNIMOS;** Ajuste polinômial com o programa de cálculo numérico VCN 5.1.

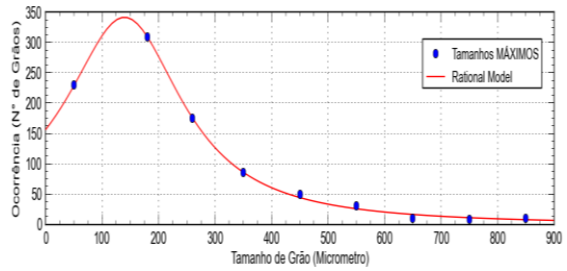
Um novo ajuste da função aos pontos da distribuição de tamanhos mínimos e máximos dos grãos, obtidos pelo método metalográfico e de analise de imagem, foi utilizado o programa Curve Expert Profissional (Versão 2.0.3), através da regressão não linear, com o objetivo de encontrar uma função, além da polinomial, que também represente a distribuição de tamanhos de grãos e que produza um erro menor. Dentre os 64 modelos de regressão que o programa calcula o que obteve melhor resultado em termos de classificação em função do resíduo foi a função racional do tipo $(a + b \cdot X)/(1 + c \cdot X + d \cdot X^2)$.

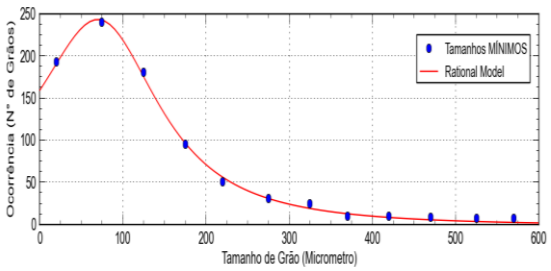
O programa Curve Expert Professional, versão 2.0, é uma solução multi-plataforma (windows, Linux ou Mac) para ajuste de curvas e análise de dados. Os dados podem ser modelados usando uma caixa de ferramentas de modelos lineares de regressão, modelos de regressão não-lineares e métodos de nivelamento. São disponíveis diversos modelos de regressão, que também podem ser definidos pelo usuário. O processo de encontrar o melhor ajuste pode ser automatizado, permitindo que o programa compare seus dados para cada modelo e escolha a melhor curva através de uma classificação.

Os problemas de mínimos quadrados têm como objetivo encontrar o melhor ajuste para um conjunto de dados de tal modo que a soma dos quadrados das distâncias (tomadas na vertical) entre o modelo (curva ajustada) e cada um dos pontos dados seja a menor possível. Essas diferenças entre a curva ajustada e cada um dos dados são denominadas de resíduos. Existem diversas maneiras de se resolver o problema de mínimos quadrados não-lineares, e o programa usa o método o de Levenberg-Marquardt (LM). O método LM consiste em um

aperfeiçoamento do método de Gauss-Newton, que por sua vez, é uma variante do método de Newton, assim como estes métodos o LM é iterativo.

O ajuste pelafunção racional concorda com a afirmativa de Nicolleti (1997) de que existem diversas classes de funções, além da log-normal e da lei inversa de potência, que possam representar a distribuição de tamanhos de grãos. As Figuras IV.13 a 16 apresentam as função ajustadas aos pontos de distribuição n° de grãos em função do tamanho de grão, para os tamanhos máximos e mínimos, das amostras T1 a T4, através de regressão não linear com o modelo racional.



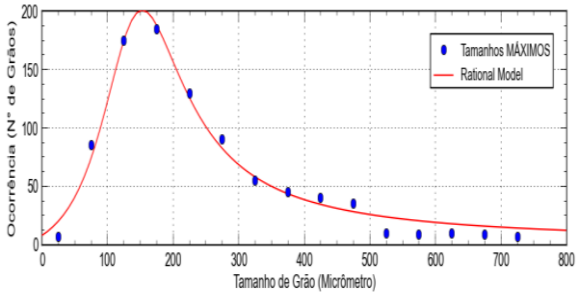


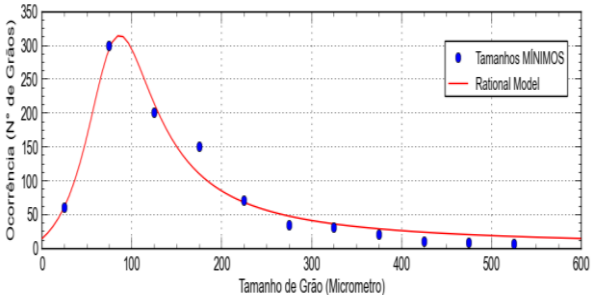
Equation : (a+b*x)/(1 + c*x + d*x^2)

a) a = 1.574799798123274E+02
b = -4.036247072873661E-02
c = -7.884688879986878E-03
d = 2.790938613818341E-05

b) a = 1.597905102157614E+02
b = -1.912038784204269E-01
c = -1.068092972498179E-02
d = 7.108786331861991E-05

Figura IV.13 - Função ajustada de distribuição n° de grãos em função do tamanho de grão da **AMOSTRA T1** para os tamanhos MÁXIMOS e MÍNIMOS através de regressão não linear com o modelo racional do programa Curve Expert Professional versão 2.0.3.



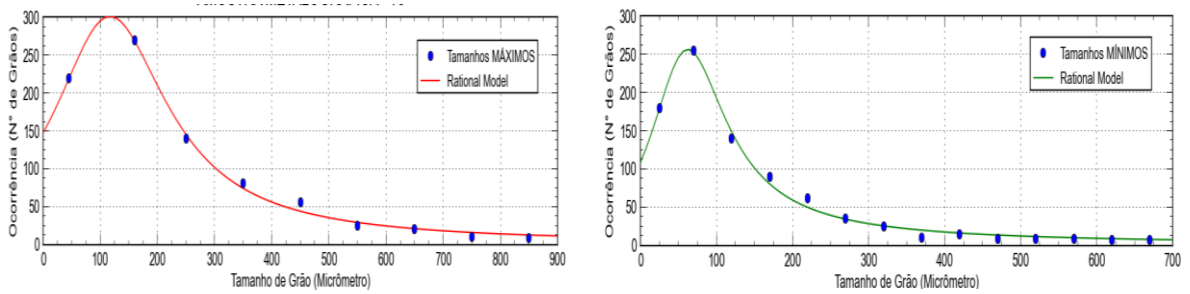


Equation : (a+b*x)/(1 + c*x + d*x^2)

a) a = 8.560473289270558E+00
b = 2.838109962929055E-01
c = -1.115594331956000E-02
d = 4.121430887186945E-05

b) a = 1.562773788320534E+01
b = 8.924792775021528E-01
c = -1.922560387488412E-02
d = 1.278973620248367E-04

Figura IV.14 - Função ajustada de distribuição n° de grãos em função do tamanho de grão da **AMOSTRA T2** para os tamanhos MÁXIMOS e MÍNIMOS através de regressão não linear através com o modelo racional do programa Curve Expert Professional versão 2.0.3.

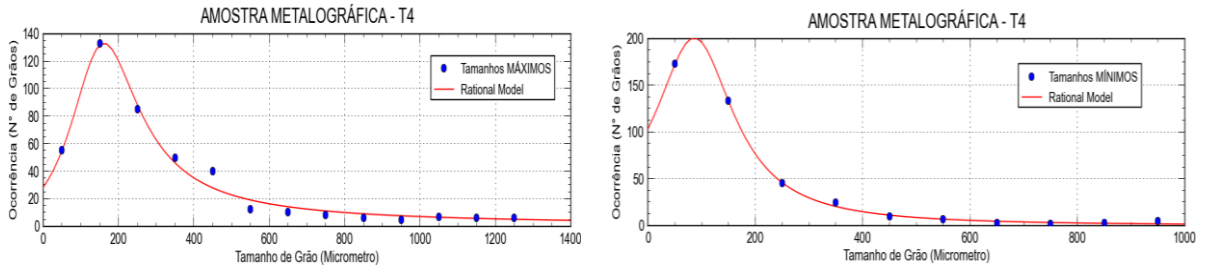


Equation : (a+b*x)/(1 + c*x + d*x^2)

a)
a = 1.488057458567323E+02
b = 1.518242859156573E-01
c = -8.208989767226482E-03
d = 3.739762038894162E-05

b)
a = 1.101094071444695E+02
b = 5.586966486630070E-01
c = -1.630897155873925E-02
d = 1.493277811053015E-04

Figura IV.15 - Função ajustada de distribuição n° de grãos em função do tamanho de grão da **AMOSTRA T3** para os tamanhos MÁXIMOS e MÍNIMOS através de regressão não linear com o modelo racional do programa Curve Expert Professional versão 2.0.3.



Equation : (a+b*x)/(1 + c*x + d*x^2)

a)
a = 2.882434625739806E+01
b = 1.363934568626723E-01
c = -8.728235492010397E-03
d = 3.031814120135064E-05

b)
a = 1.041865663568492E+02
b = 2.270407734528954E-03
c = -1.120254113209638E-02
d = 6.519084387695282E-05

Figura IV.16 - Função ajustada de distribuição n° de grãos em função do tamanho de grão da **AMOSTRA T4** para os tamanhos MÁXIMOS e MÍNIMOS através de regressão não linear através com o modelo racional do programa Curve Expert Professional versão 2.0.3.

V – Conclusões

A metodologia ultrassônica proposta neste trabalho mostra uma associação entre os valores dos tamanhos de grãos mínimos e máximos, e a média destes, adicionados a uma determinada fração do DP, com pontos da derivada segunda da FFT normalizada próximos ao

ponto de transição dos regimes de atenuação Rayleigh para estocástico da V(f), com um desvio aceitável.

Os resultados obtidos mostram que é possível reconhecer os tamanhos mínimos, máximos dos grãos, bem com sua média, após o tratamento térmico do aço, através da técnica ultrassônica descrita e da análise espectral apresentada.

Esta abordagem pode facilitar a utilização de métodos automatizados de inspeção, uma vez que não é preciso selecionar diversos picos amplitude, basta que seja analisado um só intervalo contínuo do sinal da amplitude de tensão versus tempo.

Os polinômios de quarto grau ajustados aos pontos da FFT normalizada de cada amostra mostraram as diferentes contribuições do espalhamento Rayleigh e estocástico mesmo após o uso de filtro linear de suavização.

A função racional obtida por regressão não linear ajustou-se bem a distribuição de tamanho de grãos, tanto para os tamanhos mínimos e máximos, o que corrobora para a tese de que há várias classes de funções que representam as distribuições de grãos de materiais policristalinos.

Visto que a teoria da mudança de regime de atenuação aplica-se a metais e materiais cerâmicos a metodologia proposta pode ser teoricamente aplicada a outros materiais além do aço IF.

Sugestão de trabalhos futuros

(1) O uso do ajuste polinômial aos pontos da FFT normalizada para delimitar a região ocupada pelas 20 aquisições de cada amostra pode contribuir para tentar diferenciá-las quanto a sua região de abrangência. Isto implicará em utilizar outros métodos de diferenciação para reconhecimento, tal como teoria de conjuntos ou redes neurais artificiais;

(2) O uso de redes neurais artificiais diretamente no conjunto de pontos no domínio tempo, e/ou no domínio frequência, pode ser eficiente para encontrar padrões de reconhecimento entre as amostras e possibilitar reconhecer os diferentes tratamentos térmicos;

(3) Usar a função racional para tentar relacionar a influência dos parâmetros (tempo de permanência, temperatura de encharque e taxa de resfriamento) do tratamento térmico com a função de distribuição dos tamanhos de grãos;

(4) Usar a função racional para tentar encontrar o número de grãos versus tamanho de grãos através da transformada inversa de Fourier;

(5) Usar a metodologia de análise proposta com o método do laser ultrassônico em amostras com temperatura acima da ambiente para tentar viabilizar o método de controle de tamanho de grão ainda na linha de produção.

Referências Bibliográficas

AHMED, Salahuddin, THOMPSOM, R. Bruce “Propagation of elastic waves in equiaxed stainless-steel polycrystals with aligned [001] axes”, *The Journal of the Acoustical Society of America*, v. 99, n. 4, pt. 1, pp. 2086-2096, Jan. 1996.

ANDREUCCI, Ricardo “*Ensaio por ultrassom”,* ABENDI, Jan. 2011. Disponível em: www.abendi.org.br. Acesso em: Dez. 2013.

ASTM E 112 – 96 “Standard test methods for determining average grain size”, *ASTM International*, 1996.

ASTM E 494 – 95 “Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials”, *ASTM International*, 1995.

ASTM E 1382 – 97 “Standard test methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis”, *ASTM International*, 1997.

BEECHAM, D. “Ultrasonic scatter in metals its properties and its application to grain size determination”, *Ultrasonics*, v. 4, n. 2, pp 67-76, Apr. 1966.

BERGNER, F., POOP, K. “Mechanisms of ultrasonic attenuation in a bainitic low-alloy steel”, *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 24, n. 7, pp. 1357-1362, Jul. 1990.

BETTAYEB, F. “Ultrasound NDT Signal Analysis with Matter Microstructure Data display”, *6° NDT in Progress*, International Workshop of NDT Experts, Prague, Oct. 2011. Disponível em: <http://www.ndt.net/article/ndtp2011/papers/26_Bettayeb.pdf>.

BEWLAY, Bernard P. et. al. “Titanium processing methods for ultrasonic noise reduction”. Patent US 6387197 B1, 2002. Disponível em: http://www.google.nl/patents/US6387197.

BOTVINA, L. R., FRADKIN, L. J., BRIDGE, B., “A new method for assessing the mean size of polycrystalline materials using ultrasonic NDE”, *Journal of Materials Science*, v. 35, n. 18, pp. 4673-4683, Set. 2000.

BOUTEILE, P., WALASZEK, H., DUPOIRON, F. “Cast Steel Valves an US Method for Checking the Heat Treatment Quality”. COFREND, 2011. Disponível em: < http://www.ndt.net/article/cofrend2011/papers/225.pdf>.

CALLISTER, William. D., *Materials Science and Engineering: An Introduction;* York, 7th ed., Ed. John Wiley & Sons, Inc; 2007, p. 64;

CROOK M. J., JORDAN, G. R. “Ultrasonic Determination of Grain Size Variations Around Weldments”, *NDT International*, v. 23, n. 4, Aug. 1990.

EVERITT, B. S., SKRONDAL, A. *The Cambridge Dictionary of Statistics.* Cambridge University, Fourth Edition, p. 282, 2002; Disponível em: http://www.tex.tuiasi.ro/biblioteca/carti/CARTI/Matematica/Statistica/THE%20CAMBRIDGE%20DICTIONARY%20OF%20STATISTICS.pdf.

FARIAS, C. T. T. et al. “Estudo da propagação das ondas de Lamb em chapas de alumínio com furos de diferentes profundidades”, *5th Pan American Conference for NDT*, Oct. 2011. Disponível em: < http://www.ndt.net/article/panndt2011/papers/57_Farias_Rev2.pdf>.

FERREIRA T., et al. “Determinação das velocidades de propagação longitudinal e transversal do sinal ultrassônico em diferentes tipos de aço”. *Anais do V Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação - CONNEPI*, 2010. Disponível em: < http://connepi.ifal.edu.br/ocs/index.php/connepi/CONNEPI2010/paper/viewFile/1383/934>.

FERNANDES R. C. O. “Efeito da temperatura de encharque no recozimento contínuo e da deformação na laminação de encruamento sobre as propriedades mecânicas de um aço microligado

laminado a frio". Dissertação Mestrado, UFMG, Minas Gerais, MG, Brasil, 2007. Disponível em: <http://www.ppgem.eng.ufmg.br/defesas/1146M.PDF>.

FEUILLY N., et al. "Relation Between Ultrasonic Backscattering and Microstructure for Polycrystalline Materials". COFREND, 2008. Disponível em < http://www.ndt.net/article/cofrend2008/papers/067.pdf>.

FILHO, E. B. et al. *Conformação plástica dos metais*. 6ª Edição, São Paulo, USP, Escola Politécnica, 2011. Disponível em: < http://www.ocw.unicamp.br/fileadmin/user_upload/cursos/EM730/CONFORMACAOPLASTICADOSMETAIS_comficha.pdf>.

GOEBBELS K. "Method quantitatively determining the grain size of substances". Patent USA 4026157, May 1977. Disponível em: http://www.google.com.br/patents/US4026157.

GRAFF, K. F. *A history of ultrasonics*, In: MASON, W. P., THURSTON, R. N, Physical Acoustics, v. XV, Academics Press, New York, 1981.

HAAK, A. "Evaluation of the accuracy and precision of US attenuation slope estimates". Thesis for the degree of master of Science in Eletrical and Computer Engineering; Graduate College of the University of Illinois, Urbana-Champaign, USA, 2010. Disponível em: < https://www.ideals.illinois.edu/bitstream/handle/2142/16179/Haak_Alexander.pdf?sequence=11>.

HIRSEKORN, S. "Ultrasonic scattering in textured polycrystals". *Traitement du Signal*, V. 2, n° 1, pp. 259-262, 1985. Disponivel em: < http://www.google.com.br/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=5&ved=0CEsQFjAE&url=http%3A%2F%2Fdownloads.hindawi.com%2Farchive%2F1990%2F759491.pdf&ei=RrctU-DqFumW0AGn9oHwDQ&usg=AFQjCNFHapP4VP72-rF8DGFZUx-QElcjWg&bvm=bv.63556303,d.dmQ>

HUNTINGTON, H. B. "On Ultrasonic Scattering by Polycrystals". *The Journal of the Acoustical Society of America, v.* 22, p. 362, 1950. Disponível em: <http://scitation.aip.org/content/asa/journal/jasa/22/3/10.1121/1.1906613>

IVANOVA, Y. P., PARTALIN, T. A., TABAKOVA, B. M. "Evaluation of material degradation in steam pipelines". *18 th World Conference on Nondestructive Testing*, pp. 16-20, 2012; Disponível em < http://www.ndt.net/article/wcndt2012/papers/153_Tabakova.pdf>.

LOPEZ, B. "Weld Inspection with EMAT Using Guided Waves". *The e-Journal of Nondestructive Testing*, May 2008; http://www.ndt.net/article/ v13n06/lopez.pdf.

KOPEC, B. "Ultrasonic inspection of grain size in the materials for railway wheel sets". *Ultrasonics*, Nov. 1975, pp. 267-274;

KRUGER S. E., et al. "Method and System for Determining Material Proprierties Using Ultrasonic Attenuation". Patent USA 7353709 B2, Apr. 2008, National Research Council of Canada; Disponível em <https://www.google.com/patents/US7353709>.

KOLKOORI, S. R. "Quantitative Evaluation of Ultrasonic Wave Propagation in Inhomogeneous Anisotropic Austenitic Welds using 3D Ray Tracing Method: Numerical and Experimental Validation", Dr. Ing. Thesis, BAM Bundesanstalt für Materialforschung, Berlin, 2013. Disponível em: < http://www.bam.de/de/service/publikationen/publikationen_medien/dissertationen/diss_112_vt.pdf>.

KUMAR, A., et al. "Influence of Grain Size on Ultrasonic Spectral Parameters in AISI Type 316 Stainless Steel". *Scripta Materialia*, Vol. 40, N° 3, pp. 333-340, 1999.

MONCHALIN, J.P., BUSSIÈRE, J. F. “Infrared technique for measuring ultrasonic absorption in polycrystalline metals”. *Physique*, Vol. 46, C10, pp. 775-778, 1985.

MASON, W. P., McSKIMIN, H. J., “Energy Losses of Sound Waves in Metals Due to Scattering and Diffusion”. *Journal of Applied Physics*, V. 19, pp. 940-946, 1948.

MOTTA, M. S. “Estudo de metodologia para determinação do tamanho de grão em materiais metálicos por ultrassom”. Tese de Doutorado, UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2000.

NANEKAR, P. P., SHAH, B. K., “Characterization of material proprerties by ultrasonics”. *Barc Newsletter*, Issue N° 249, pp. 25-38, 2003; Disponível em <http://www.barc.gov.in/publications/nl/2004/200410-4.pdf>.

NICOLLETI, D.; “Power-law relationships between the dependence of Ultrasonic attenuation on wavelength and the grain size distribution”. *Acoust. Soc. Am.* 91 (6), pp. 3278-3284, June, 1992.

NICOLLETI, D.; “Determination of Grain Size Distribuition form ultrasonic Attenuation Transformation e Inversion”. *Acoust. Soc. Am.* 101 (2), pp. 686-3284, 1997.

NICOLLETI, D., KASPER, D. “Ultrasonic attenuation based on the Roney generalized theory and multiple power law grain-size distributions”. *IEEE Transactions on ultrasonic, ferroeletrics, and frequency control*, Vol. 41, N° 1, pp. 144-149, Jan, 1994.

NOWACKI, K. “Possibility of determining steel grain size using ultrasonic waves”. *Metalurgija* 48 (2), pp. 113-115, 2009”. Disponível em http://public.carnet.hr/metalurg/Metalurgija/2009_vol_48/No_2/Met_2009_2_EN.html.

OLIVEIRA, M. A., et al. “Estudo do conteúdo espectral e perfil do feixe ultrassônico em aço inoxidável 316L submetido a diferentes ciclos exotérmicos”. *Conaend e IEV*, 2009, pp. 34-47; Disponível em: <gpend.ifba.edu.br/Model/Pdf/CONAEND2010Moises.pdf>.

PANDEY, D. K., PANDEY, S. “Cap. 18: Ultrasonics: A technique of material characterization” In *Acoustic waves*, ISBN 978-953-307-111-4; pp. 466, 2010; Disponível em < http://cdn.intechopen.com/pdfs-wm/12029.pdf>.

PAPADAKIS, E. P. “Ultrasonic Attenuation in SAE 3240 e 4150 Steel”. *The Journal of the Acoustical Society of America*, Vol. 32, N° 12, pp. 1628-1639, Dec. 1960;

PAPADAKIS, E. P. “Grain Size Distribution in Metals and Its Influence on Ultrasonic Attenuation Measurements”. *The Journal of the Acustical Society of America*, Vol. 33, n° 11, Nov. 1961;

PEKERIS, C. L. “Note on the scattering of radiation in an inhomogeneous medium”. *Phys. Rev.* 71, pp. 268-269, 1947.

RAYLEIGH, B. *The theory of sound II*. Macmillan and Co., Ltd., New York, 1896.

REZENDE, S. M. “Materiais e dispositivos eletrônicos”. Ed. Livraria da Física, 2ª Ed., pp. 476-478, 2004;

RONEY, R. K. “The Influence of metal grain structure on the attenuation of an ultrasonic acoustic wave”., Doctor Philosophy Thesis, California Institute of Tecnology, Pasadena, California, USA, 1950.

RYAN, T. *Estatística Moderna para Engenharia*. Elsevier Editora Ltda, p. 60, 2009.

SANIIE J. “Analysis of Homomorphic Processing for Ultrasonic Grain Signal Characterization”. *IEEE Transactions on Ultrasonic, Ferroelectrics, and Frequency Control*, Vol. 36, N° 3, pp. 365-375, May 1989;

SILVA, R. H. *“Síntese de fibras cerâmicas de PZT através da técnica de electrospinning e avaliação da correlação entre fluxo e tensão aplicada com as características das fibras produzidas”*. Dissertação de Mestrado, UFRGS, Porto Alegre, Brasil, 2013.

TAKAFUJI, H., SEKIGUCHI, S. “Method of determining grain size using ultrasonic waves”. United States Patent n° 4539848, Nippon Steel Corporation, Set. 1985;

TAVARES, L. N., OLIVEIRA, R. G. V., GAMA, J.L. L.; “Estudo da cinética de crescimento de grão em metal”. II Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica João Pessoa – PB, 2007. Disponível em: <http://www.redenet.edu.br/publicacoes/arquivos/20080107_092812_INDU-040.pdf>

UPPUTURI V., et al. “Spectral approach to grain size determination in austenitic stainless steel”. Dec. 2009; Disponível em <http://www.redenet.edu.br/publicacoes/arquivos/20080107_092812_INDU-040.pdf>.

WANG, T., SANIIE, J., JIN, X., “Analysis of Low Order Autoregressive Models for Ultrasonic Grain Signal Characterization”. *IEEE Transactions on Ultrasonic, Ferroelectrics, and Frequency Control*, Vol. 38, N° 2, pp. 116-375, Mar 1991;