

“DETECÇÃO DE FALHAS INDUZIDAS PELO HIDROGÊNIO VIA EMISSÃO ACÚSTICA”

Kioshy Santos de Assis¹ (UFRJ-ANP/PRH 035), Oscar Rosa Mattos² (COPPE-UFRJ), João Marcos Alcoforado Rebelo³ (COPPE-UFRJ/LABOEND)

¹Caixa postal 68505, kioshy@metalmat.ufrj.br

²Caixa postal 68505, omattos@metalmat.ufrj.br

³Caixa postal 68505, jmarcos@metalmat.ufrj.br

O uso da técnica de Emissão Acústica (A.E) no monitoramento de estruturas metálicas ferrosas ou não ferrosas tornou-se eficiente no sentido de acompanhar a nucleação e os estágios de propagação dos defeitos no decorrer do tempo. Contudo, a identificação e caracterização dos defeitos através da técnica de E.A, utilizando a forma de onda (Wave Form) como uma “assinatura” do defeito, tornou-se uma linha de pesquisa atraente, principalmente para a indústria do petróleo e gás, que obrigatoriamente necessitam preservar a integridade estrutural de seus equipamentos durante a operação, evitar catástrofes ambientais e perdas humanas, minimizar o número de interrupções indesejadas da produção e aumentar a confiabilidade, a segurança e a produtividade.

É possível identificar e relacionar o tipo de defeito, em um determinado tipo de material metálico, com específicas microestrutura e propriedades mecânicas, e a forma de onda obtida através do monitoramento da estrutura e/ou componente metálico, desde que a análise do espectro seja feita cuidadosamente. Esta análise deverá ser feita criteriosamente por Hitz ou evento obtido e na taxa de amostragem que melhor represente o espectro. Estes cuidados se devem ao fato de determinados tipos de defeitos poderem ter parâmetros de Emissão Acústica semelhantes e determinadas taxas de aquisição não estarem adequadas a frequência de propagação do defeito.

Os objetivos deste trabalho são utilizar a técnica de Emissão Acústica no monitoramento e identificação de dois tipos de defeitos induzidos pelo hidrogênio (empolamento e trinca) em quatro tipos de aços (Inoxidáveis Martensítico e Supermartensítico 13-Cr, AISI 4340 temperado e ASTM A516 Gr 60 Ferrítico-Perlítico) correlacionando-os com a forma de onda de Emissão Acústica e especificar a taxa de amostragem que melhor representa um espectro de Emissão Acústica.

Palavras-chave: Emissão Acústica, Hidrogênio e Taxa de aquisição.

1. INTRODUÇÃO

Emissão acústica foi definida como um fenômeno onde ondas elásticas transientes são geradas por rápida liberação de energia mecânica a partir de fontes localizadas em um material ensaiado “ABNT (2004)”. Fontes de emissão acústica incluem os mecanismos de deformação e fratura, tais como: crescimento de trincas, movimento de discordâncias, maclação, deslocamento de contornos de grão, fratura e decoesão de inclusões “Miller (1987)”. Vazamentos oriundos de recipientes pressurizados tais como vasos de pressão e tanques de armazenamento também geram sinais detectados e classificados como emissão acústica.

O método de inspeção com a técnica de emissão acústica é capaz de detectar vazamentos em equipamentos submetidos à pressão interna e detectar prematuramente falhas em estruturas, devido a diversas formas de fragilização, permitindo um monitoramento constante de estruturas industriais. Em contraste com a maioria dos métodos complementares de ensaios não-destrutivos, os sinais detectados de emissão acústica são gerados pelo objeto em teste, mediante a aplicação de um estímulo, sendo assim possível a detecção da dinâmica do processo de degradação da integridade estrutural “Miller (1987)”.

Instabilidades locais são desenvolvidas nas estruturas antes do colapso. Estas instabilidades podem se manifestar na forma de deformação plástica, iniciação e/ou propagação de trincas, deslizamentos, etc. As tensões desenvolvidas nas regiões que contém descontinuidades podem assumir valores superiores às tensões limites de escoamento em função dos concentradores de tensão e/ou de possíveis propagações subcríticas de trinca. Nesta situação, a propagação das descontinuidades atua como uma fonte de sinais de emissão acústica.

Conforme apresentado no desenho esquemático da figura 1 a fonte de emissão acústica emite a onda mecânica em todas as direções, caracterizando o sinal de emissão acústica como uma frente de onda de características esféricas.

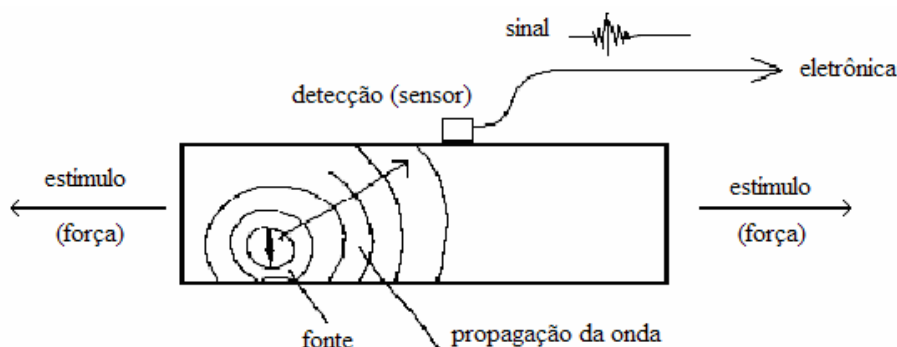


Figura 1. Características de um espectro de Emissão Acústica (Soares, 2001)

A determinação da correta posição da fonte de emissão acústica é totalmente dependente da velocidade de propagação da onda de emissão acústica. A velocidade de propagação é dependente do material inspecionado e de sua geometria, principalmente espessura. Estes fatores (velocidade de propagação e espessura) variam de teste para teste, conferindo mais uma característica única do ensaio de emissão acústica.

Os sensores utilizados industrialmente para a detecção de sinais de emissão acústica são do tipo piezoelétricos. Os sensores piezoelétricos são mais utilizados por apresentarem frequência de ressonância e banda larga em frequência. O fenômeno da piezoelectricidade que confere o nome ao tipo de sensor permite a geração cargas elétricas, resultantes de uma solicitação mecânica ocorrida no material e o efeito reverso. “Krautkrämer (1977)”

A resposta do sensor é determinada, primeiramente, pela forma e dimensão do cristal piezoelétrico e pelas constantes elásticas e piezoelétricas; em seguida pela forma com que o cristal é amortecido e montado dentro da caixa do sensor e, finalmente, pelo acoplamento e montagem do sensor na estrutura em teste, e pelas propriedades acústicas da estrutura em teste.

Estas propriedades do fenômeno da piezoelectricidade são indispensáveis para a aplicação da técnica no monitoramento in situ de estruturas e/ou componentes metálicos. Entretanto, não são únicas. O uso de pré-amplificadores, uma placa de aquisição (com uma taxa de amostragem adequada) e o desenvolvimento de um software específico para o processamento posterior dos sinais são requisitos essenciais para que um perfeito diagnóstico seja apresentado.

2. REVISÃO DA LITERATURA

A NBR-15181 - Ensaios não destrutivos - Emissão Acústica – estabelece a nomenclatura utilizada no Brasil para o ensaio de emissão acústica, conforme transcrito a seguir:

- acoplante: uma substância utilizada na interface estrutura sensor para melhorar a transmissão de energia de emissão acústica;
- amplitude de sinal de emissão acústica: o valor máximo de voltagem obtido pelo sinal de emissão acústica;
- área examinada: a região particular ou total de uma estrutura ou objeto de ensaio que é monitorada por emissão acústica;
- assinatura de emissão acústica: conjunto de atributos reprodutíveis de sinais de emissão acústica a um específico objeto ou processo, observado por um sistema de instrumentação sob condições específicas;
- canal de emissão acústica: uma montagem em linha contendo um sensor, pré-amplificador, filtros, amplificadores, outra instrumentação necessária, cabos de conexão e detectores ou processadores de sinais;
- contagem de emissão acústica: o número de vezes que o sinal de emissão acústica ultrapassa o limite de referência durante o ensaio;
- duração: intervalo de tempo em que o espectro mantém-se acima do limite de referência do ensaio;
- energia: é a envoltória do espectro obtido;
- Hitz: descrição qualitativa de emissão acústica relacionado a um sinal individual emitido por um material.

Existem outros parâmetros utilizados pela norma citada para descrever um sinal de E.A. Entretanto, para efeito de distinção dos defeitos reproduzidos nos ensaios laboratoriais, as citadas são suficientes para garantir confiabilidade ao projeto de pesquisa apresentado.

2.1 Emissão acústica aplicada a problemas de corrosão

Em estudos de corrosão, ondas de emissão acústica são produzidas em resposta as reações eletroquímicas desenvolvidas no meio exposto ao ambiente corrosivo.

Dutos de transporte de derivados de petróleo geralmente apresentam comprimentos superiores à 100 km, e geralmente encontram-se enterrados. Durante a operação destes dutos, a atividade de inspeção torna-se extremamente complicada pela impossibilidade de realizar a inspeção em 100% do comprimento do duto sem o auxílio de *pigs* instrumentados. Para a inspeção de pequenos trechos do duto, em torno de 1000 metros, a técnica de emissão acústica pode ser utilizada para a identificação de descontinuidades oriundas da operação do duto.

Os ensaios de emissão acústica têm sido cada vez mais utilizados na inspeção de tanques de armazenamento. Em função da grande utilização, as empresas Shell e Dow estudaram os resultados obtidos com o emprego de emissão acústica e publicaram em 1998, na 7ª Conferência Européia de Ensaios Não Destrutivos, um resumo de um breve estudo da confiabilidade da inspeção de fundo de tanque com E.A.

2.2 Emissão acústica aplicada à detecção de descontinuidades em equipamentos submetidos à carregamentos com pressão interna

Uma das aplicações do método de inspeção com a técnica de emissão acústica, talvez a maior, consiste na inspeção de recipientes que contenham fluidos pressurizados, por exemplo, vasos de pressão.

Cilindros de armazenamento de gás podem ser inspecionados, no Brasil, utilizando-se os requisitos descritos na norma ABNT NBR 13199. O método de falha previsto para estes cilindros consiste no vazamento antes da ruptura, pois a profundidade do tamanho crítico do defeito é maior que a espessura da parede do cilindro. O ensaio de emissão acústica foi utilizado durante o monitoramento de carregamento cíclico de um cilindro com pressões internas na faixa de 0 a 300 Bar, com seis ciclos por minuto, para determinar a antecedência de detecção da falha.

Vê-se precisamente, na revisão da literatura, que o uso da técnica para a identificação da presença de irregularidades não leva em consideração a forma de onda do espectro. O parâmetro comumente utilizado para constatar a presença de descontinuidades, sem discerni-las, é o somatório de contagens. Este serve para representar a severidade, intensidade, com que o equipamento é degradado e não os tipos possíveis de defeitos responsáveis pela degradação, sendo este o principal foco desta linha de pesquisa.

3. METODOLOGIA

Os aços utilizados foram: os Inoxidáveis Martensítico e Supermartensítico 13-Cr, o AISI 4340 temperado e o ASTM A516 Gr 60 Ferrítico-Perlítico.



Figura 2. Aço inoxidável martensítico 13 Cr – Aumento de 500X. Ataque químico: Reativo de Vilella.

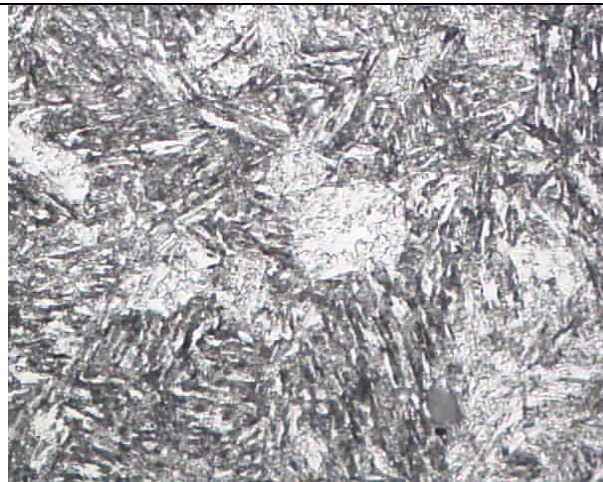


Figura 3. Aço inoxidável supermartensítico 13 Cr – Aumento de 500X. Ataque eletrolítico: ácido oxálico.

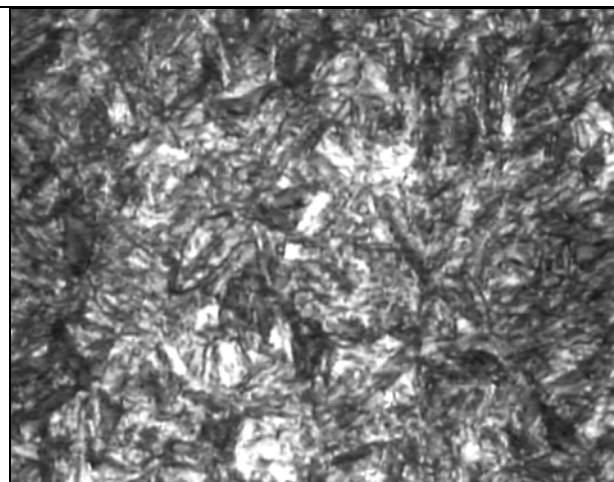


Figura 4. Aço AISI 4340 temperado. Microestrutura martensítica – Aumento de 500X. Ataque químico: nital 2%.

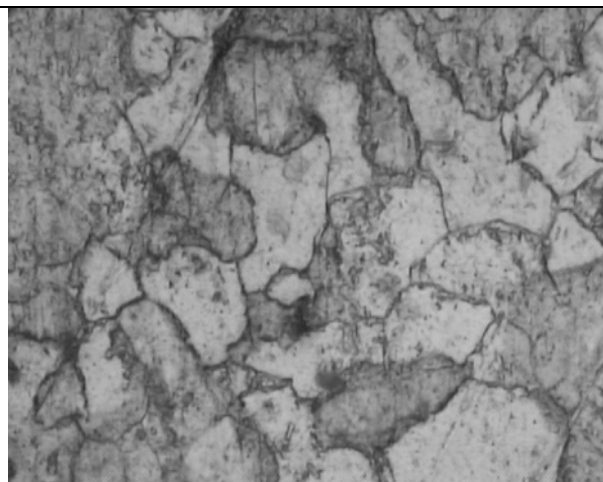


Figura 5. Aço ASTM A516 Gr 60. Microestrutura ferrítica-perlítica – Aumento de 200X. Ataque químico: nital 2%.

Elemento	ASTM A516	AISI 4340
C	0,42	0,15
Mn	1,03	0,46
Si	0,34	0,28
P	0,027	0,009
S	0,017	0,001
Al	0,032	0,031
Ti	0,001	0
V	0,001	0
Cu	0,01	0,19
N	0,042	0,005
Ni	0,03	1,74
Cr	0,03	0,89
Mo	0,01	0,21
O	0	0,001
Nb	0,003	0

Tabela 1: Composições químicas dos aços AISI 4340 temperado e do aço ASTM A516 Gr 60 (% em peso).

Elemento	Inox Martensítico	Inox Supermartensítico
C	0,008	0,008
Mn	1,9	1,9
P	0,02	0,02
S	0,001	0,001
Si	0,18	0,18
Cu	0,48	0,48
Ni	4,8	1,2
Cr	11,8	13,0
Mo	1,5	0,8
N	0,009	0,009

Tabela 2: Composições químicas dos aços inoxidáveis martensítico e supermartensítico 13 Cr (% em peso).

As amostras foram hidrogenadas via polarização catódica galvanostática, usando um potenciostato MOD. PG-05 da marca OMNIMETRA-INSTRUMENTS, com densidade de corrente entre 1.5 mA/cm² e 5.0 mA/cm², em recipiente contendo solução de NaOH 0,1M + 1mg/l de As₂O₃. Todos os ensaios foram realizados em temperatura ambiente, tendo em vista a forte influência da temperatura no coeficiente de difusão do hidrogênio, ou seja, o aumento de temperatura provoca o aumento do processo de transporte do hidrogênio através do reticulado cristalino do material dificultando a reprodutibilidade dos defeitos.

As densidades de correntes foram determinadas após uma grande quantidade de testes laboratoriais realizados e análises microscópicas (via Microscopia óptica e/ou Microscopia Eletrônica de Varredura) constatando o tipo de defeito reproduzido.

Observou-se que em densidades de corrente muito alta o hidrogênio atômico não possui tempo suficiente para se adsorver, absorver, se difundir através da rede cristalina do metal, recombinar-se e formar o hidrogênio molecular em sítios ativos, sítios preferenciais para o acúmulo de hidrogênio no interior do reticulado. Todo o processo ocorre próximo à superfície. Com isto a diminuição da energia interna do material devido a presença do hidrogênio ocorre com a formação de empolamentos superficiais.

Em densidades de corrente relativamente baixas o hidrogênio tem tempo suficiente realizar todas as etapas descritas anteriormente, se difundir pelo reticulado do material e se acumular em regiões com elevadas concentrações de tensões (inclusões de Ferro, Manganês e Enxofre, Interstícios, Lacunas, Contornos de Grão, etc.), promovendo a ocorrência de trincas induzidas pelo hidrogênio.

Densidades de corrente muito alta são suficientes para a geração combinada dos dois tipos de defeitos e densidades de correntes muito baixas inviabilizam a polarização devido a influência da reação anódica no processo de polarização.

A aquisição dos dados foi realizada com uma placa de aquisição da NATIONAL INSTRUMENTS com taxa de amostragem de 10MHz. Esta taxa de amostragem foi definida após a comparação de um mesmo espectro de Emissão Acústica em diferentes frequências de aquisição: 1.25 MHz, 2.50 MHz, 5.00 MHz, 10.0 MHz e 20MHz. Comparativamente observou-se que haviam diferenças nos espectros obtidos em 1.25, 2.50, 5.00, e 10.00MHz. As placas com taxas de amostragem inferiores a 10.0MHz não delineavam um sinal provido de todas as informações possíveis, podendo levar a incorreções nas análises realizadas após os experimentos, como pode ser visto na figura 6. Estas incorreções estão relacionadas aos parâmetros de Emissão Acústica utilizados para discriminar os defeitos. A energia e a duração calculadas em taxas de aquisições inferiores a especificada como sendo a apropriada para os experimentos não permitiam a correta associação aos defeitos.

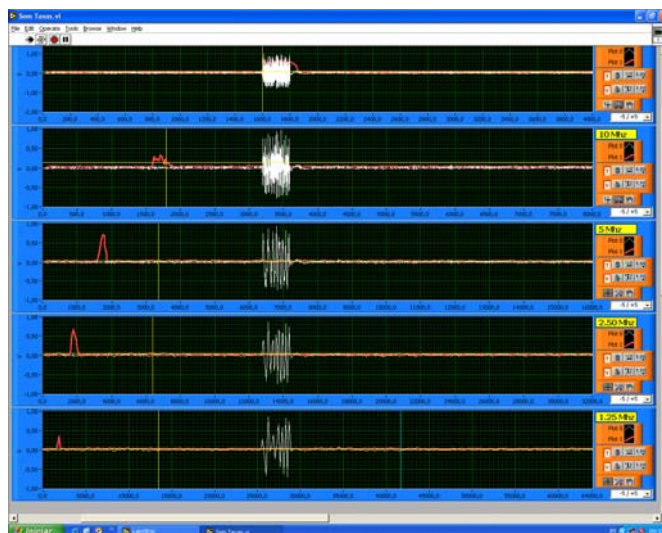


Figura 6. Quadro comparativo das taxas de aquisições.

O sensor de piezoelétrico utilizado possui frequência de ressonância de 941,41 kHz, da marca S9220 DA PHYSICAL ACOUSTICS CORPORATION. O mesmo foi conectado a um pré-amplificador do tipo 1220A PREAMPLIFIER com ganhos de 40 dB e 60 dB da PHYSICAL ACOUSTICS CORPORATION.

O pré-amplificador foi alimentado com 28 Volts por uma fonte de corrente contínua da marca SUPLITEC FA 505.

3.1 Aparato Experimental

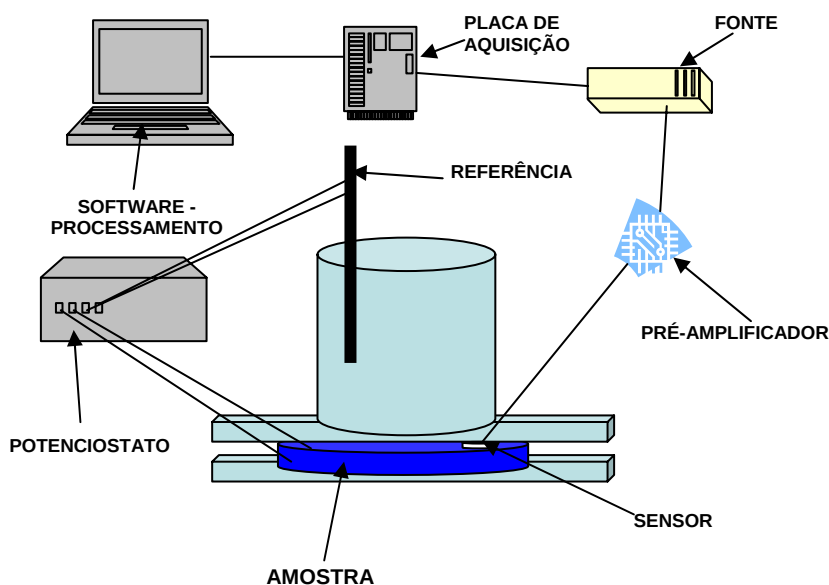


Figura 7. Aparato experimental.

4. RESULTADOS

Após a realização de uma série de experimentos visando garantir a reprodutibilidade dos defeitos estudados e a conseqüente associação com os espectros obtidos, podemos afirmar ser possível a distinção dos defeitos, desde que a interpretação dos sinais de emissão acústica seja feita de maneira correta. Ou seja, utilizando a taxa de aquisição de 10 MHz e uma interpretação por Hitz.

As duas observações estão amparadas pelos resultados obtidos. Uma taxa de aquisição inferior àquela necessária para que o espectro contenha todas as características suficientemente expostas será responsável pela incoerência da análise.

Uma análise realizada levando em consideração o sinal acústico como um todo, com todos os Hitz contidos, incitará a confusão na diferenciação dos defeitos. Pois, um empolamento severo poderá ter a mesma energia e duração que uma trinca pequena.

Estes são requisitos básicos para a correta interpretação dos resultados e aumentar a confiabilidade nesta técnica no aperfeiçoamento do monitoramento constante de estruturas e/ou componentes metálicos, principalmente na indústria do petróleo e gás.

Os testes mostraram que um sinal de empolamento é um sinal abrupto, figura 9, com curta duração e uma energia inferior, quando comparado com um sinal de uma trinca, que caracteriza-se como um sinal contínuo, figura 8, com duração e energia maiores. Estes sinais estão representados nas figuras 17 e 18, da maneira como aquisitado pela placa de aquisição, mostrando as diferenças entre os dois tipos de espectros.

Em seguida, foram realizadas análises metalográficas através de microscopia óptica para observação e constatação dos defeitos, figuras 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16 e 17.

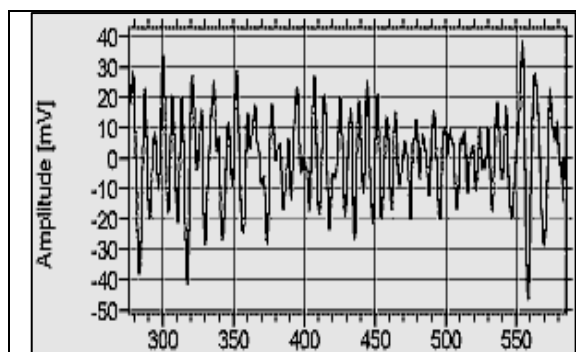


Figura 8. Sinal contínuo de emissão acústica.

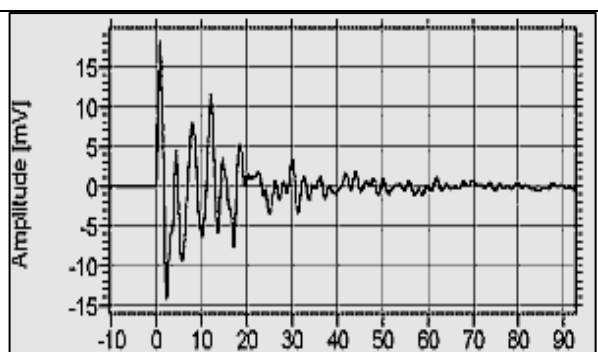
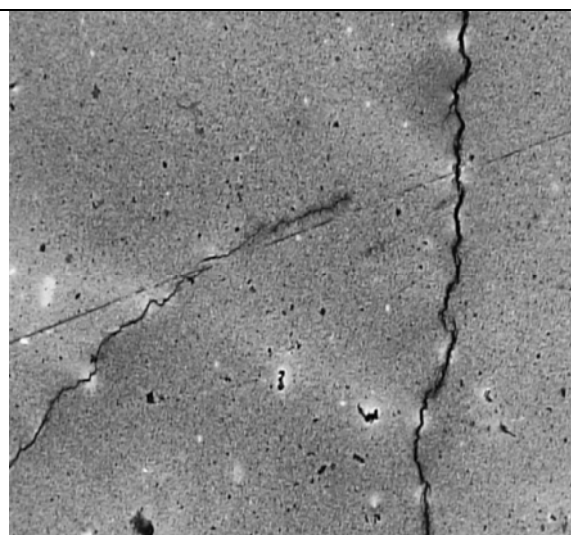


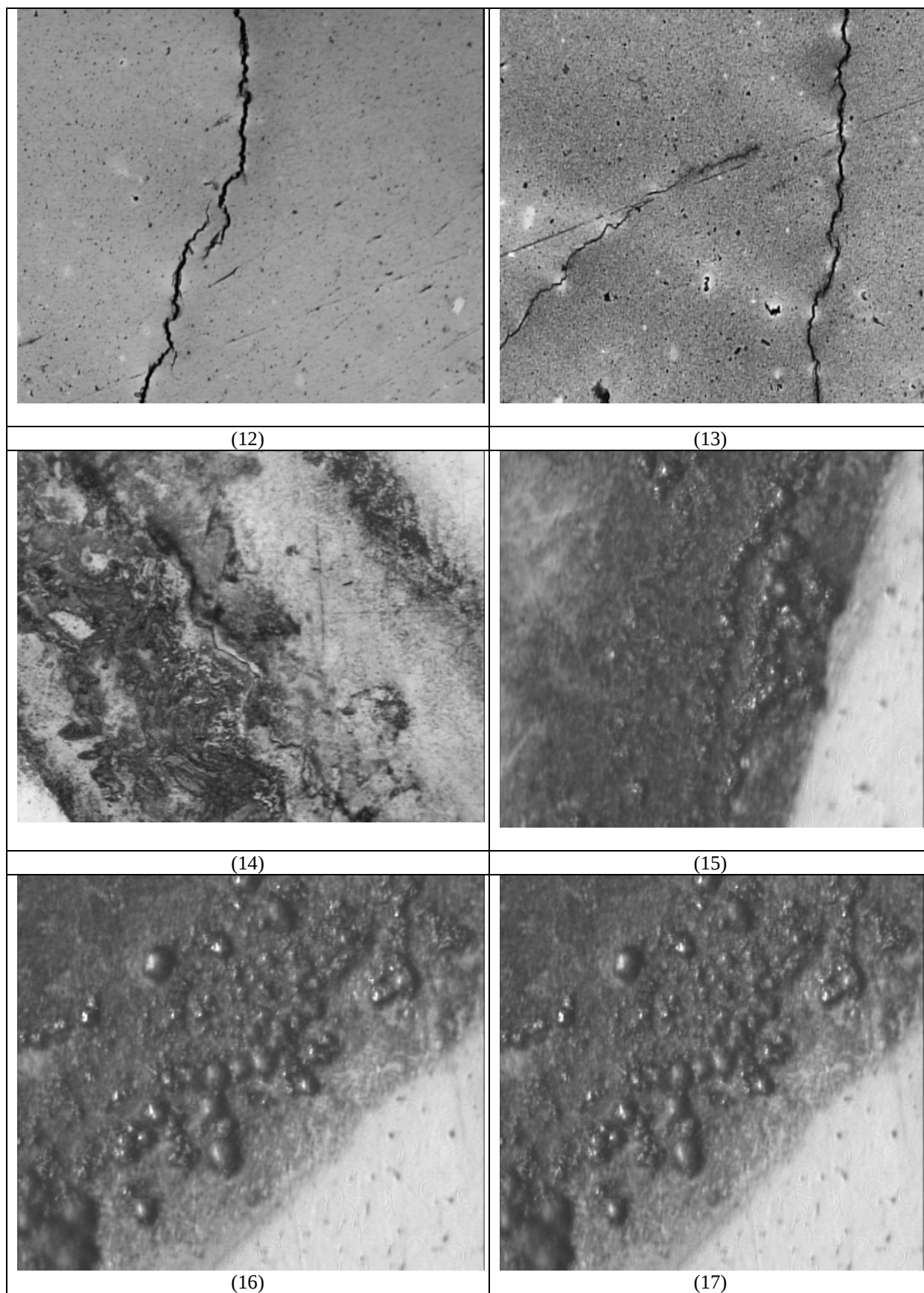
Figura 9. Sinal abrupto de emissão acústica.



(10)



(11)



Figuras 10. Empolamento no aço inoxidável Martensítico. Figuras 11,12 e 13. Trincas superficiais no aço AISI 4340 temperado. Figura 14. Trinca superficial no aço inoxidável supermartensítico. Figuras 15, 16 e 17. Empolamento superficial no aço ASTM A516 Gr 60.

Outro aspecto interessante, muito citado na literatura, é que após o processo de fragilização a dureza do material aumenta. Isto foi observado nos resultados experimentais, onde amostras foram submetidas a testes de dureza ROCKWELL C (HRC) antes e depois da exposição, tabela 3. Também foi constatado que aços com maior ductilidade são mais susceptíveis ao fenômeno do empolamento superficial, figuras 15, 16 e 17.

Tempo (horas)	Antes do teste (HRC)	Após o teste (HRC)
24	57	58
48	57	60
96	58	62

Tabela 3. Aumento da dureza após a hidrogenação, para o aço AISI 4340.

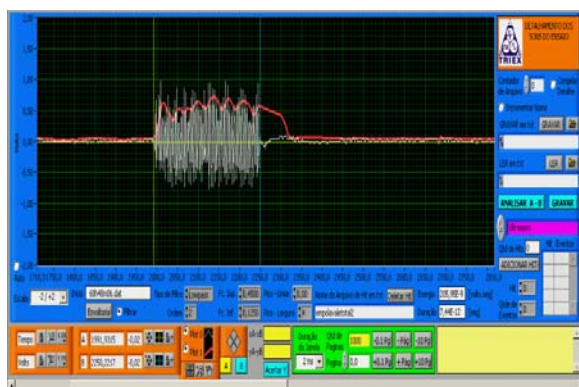


Figura 17. Espectro de uma trinca

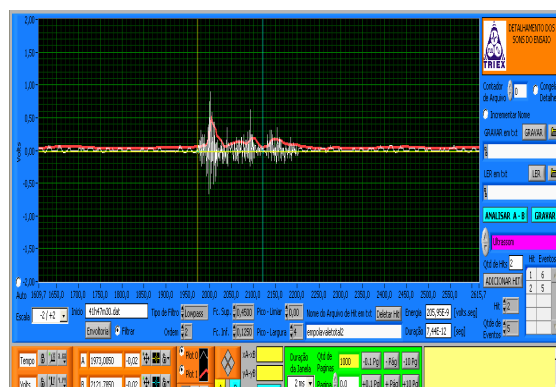


Figura 18. Espectro de um empolamento

Após observação dos defeitos, aquisição e tratamento dos dados foram realizados tratamentos estatísticos para se obter uma média dos valores de energia e duração característicos de cada defeito, tabelas 4 e 5.

	Energia (Volt.s) - Trinca	Energia (Volt.s) - Empolamento
	2,54E-06	1,76E-06
	1,84E-06	4,07E-06
	2,00E-06	1,75E-08
	1,75E-06	1,06E-07
	2,72E-06	1,75E-08
	2,76E-06	7,53E-09
	2,51E-06	1,06E-08
	4,14E-06	7,53E-09
	8,63E-06	3,17E-08
	4,75E-05	2,06E-07
Média	7,64E-06	6,23E-07

Tabela 4. Energias de sinais obtidos.

	Duração (seg) - Trinca	Duração (seg) - Empolamento
	1,51E-10	3,67E-11
	1,61E-11	2,10E-12
	1,77E-12	5,90E-12
	5,90E-10	1,60E-12
	8,05E-10	2,38E-12
	8,46E-11	2,15E-12
	2,28E-10	1,82E-11
	4,61E-11	9,88E-12
	6,96E-11	4,27E-11
	3,17E-10	5,06E-11

Média	2,31E-10	1,72E-11
-------	----------	----------

Tabela 5. Duração de sinais obtidos.

5. CONCLUSÃO

Diante dos resultados apresentados, podemos concluir que:

- os sinais de emissão acústica devem ser analisados por Hitz;
- aços de mais alta resistência são mais susceptíveis a fragilização pelo hidrogênio;
- a dureza do material aumenta após a fragilização;
- a taxa de amostragem deve ser de no mínimo 10 MHz;
- as energia e duração dos espectros dos empolamentos são menores que às referentes às trincas superficiais de, pelo menos, uma ordem de grandeza;
- o aperfeiçoamento da aplicação in situ da técnica se faz necessário, para aumentar a confiabilidade e segurança desta linha de pesquisa.

6. AGRADECIMENTOS

Ao PIBIC, CNPq, UFRJ e ANP pelo apoio financeiro. Aos meus professores orientadores pela contribuição intelectual e aos amigos dos laboratórios de Corrosão Manuel de Castro e de Ensaios não Destrutivos.

7. REFERÊNCIAS

Drew Troyer, "Establishing Moisture Contamination Targets for Hydraulic Systems". *Machinery Lubrication Magazine*. January 2004

E. Lunarska, Y. Ososkov and Y. Jagodzinsky, "Correlation Between Critical Hydrogen Concentration and Hydrogen Damage of Pipeline Steel, Int. J. Hydrogen Energy, Vol. 22, n. 2/3, pp. 279-284, 1997.

G. M. Pressouyre and F. M. Faure, "Quantitative Analysis of Critical Concentrations for Hydrogen Induced Cracking", in *Hydrogen Embrittlement: Prevention and Control*, Louis Raymond (ed.) pp. 353-371, STP 962, ASTM, Philadelphia, USA, 1988.

W. Dietzel and M. Puff, "The Effect of Deformation Rates on Hydrogen Embrittlement", *Hydrogen Effects in Materials*, A. W. Thompson and N. R. Moody (eds.), The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 303-311, 1996.

R. K. Miller and E. V. K. Hill, "Nondestructive Testing Handbook", *Acoustic Emission Testing*, American Society for Nondestructive Testing, third edition, Volume 6.

M. Wevers, "Modern NDT and its applications", "Acoustic Emission: the sound of materials", *Res Metallica*, 22nd of November 2005.

Dieter. George E., "Metalurgia Mecânica", 2ª Edição, Editora Guanabara Koogan S.A., pp. 444-445.

A. R. Troiano, ASTM, Vol. 52, pp. 54-80, 1960. I. M. Bernstein e A. W. Thompson. Eds., "Hydrogen in Metals", ASTM, Metals park, Ohio, 1974.

S.I. Rokhlin, J.Y. Kim, "Assessment of Acoustic Emission from Cracking in HIC Damage A-516 Grade 70 steel", Final reporter, Nondestructive Evaluation Program the Ohio State University, Columbus, OH.

PAPER TITLE

"DETECTION OF HYDROGEN INDUCED DAMAGE BY ACOSUTIC EMISSION"
Acoustic Emission, Hydrogen Induced Damage, Embrittlement and Cracking.