

FREDERICO COSTA SOUZA

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA PARA
MONITORAMENTO ACÚSTICO DA ANÁLISE DE
COMPOSIÇÃO QUÍMICA EM CAMPO**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2018

FREDERICO COSTA SOUZA

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA PARA MONITORAMENTO
ACÚSTICO DA ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA EM CAMPO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientadora: Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia
Co-orientador: Prof. Dr. Elias Bitencourt Teodoro

UBERLÂNDIA – MG

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

S729d Souza, Frederico Costa, 1991-
2018 Desenvolvimento de um sistema para monitoramento acústico da
análise de composição química em campo [recurso eletrônico] /
Frederico Costa Souza. - 2018.

Orientadora: Rosenda Valdés Arencibia.

Coorientador: Elias Bitencourt Teodoro.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

Modo de acesso: Internet.

Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2018.1176>

Inclui bibliografia.

Inclui ilustrações.

1. Engenharia mecânica. 2. Análise espectral - Instrumentos -
Avaliação. 3. Instrumentos e aparelhos científicos. I. Valdés Arencibia,
Rosenda, (Orient.). II. Teodoro, Elias Bitencourt, 1955-, (Coorient.). III.
Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDU: 621

Maria Salete de Freitas Pinheiro - CRB6/1262



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA



ALUNO: Frederico Costa Souza

NÚMERO DE MATRÍCULA: 11622EMC007

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Materiais e Processos de Fabricação

LINHA DE PESQUISA: Processos de Fabricação (Usinagem e Soldagem)

PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA: NÍVEL MESTRADO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO:

“Desenvolvimento de um Sistema para Monitoramento Acústico da Análise de Composição Química em Campo”

ORIENTADORA: Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia

CO-ORIENTADOR: Prof. Dr. Elias Bitencourt Teodoro

A Dissertação foi **APROVADA** em reunião pública, realizada na Sala de Reuniões do LTAD do Bloco 5F, Campus Santa Mônica, em 11 de julho de 2018, às 08:00 horas, com a seguinte Banca Examinadora:

NOME	ASSINATURA
Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia	UFU
Prof. Dr. Elias Bitencourt Teodoro	UFU
Prof. Dr. Aldemir Aparecido Cavalini Júnior	UFU
Dr. Marcelo Torres Piza Paes	Petrobras

Uberlândia, 11 de julho de 2018

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por ter me concedido a dádiva da vida e a chance de desenvolver minha inteligência.

À Universidade Federal de Uberlândia e à Faculdade de Engenharia Mecânica pela oportunidade, e à FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais) pelo apoio financeiro.

À minha orientadora Profa. Rosenda Valdés Arencibia, pela excepcional orientação e pelos exemplos de disciplina, profissionalismo, ética e bom senso, além da compreensão e apoio dignos de uma “segunda mãe”.

Ao meu co-orientador Prof. Elias Bitencourt Teodoro, por contribuir efetivamente para a minha instrução com seu vasto conhecimento e experiência nas áreas de acústica e análise de sinais.

Aos professores Sinésio Domingues Franco e Vera Lúcia Franco, por me receberem no Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD) novamente de braços abertos e por sempre acreditarem em meu potencial.

Aos futuros engenheiros Luís Fratari e Ítalo Fernandes, e ao meu grande amigo Evandro Monteiro, cujas contribuições foram decisivas para o sucesso deste trabalho.

À minha mãe Maria do Rosário Costa, pelo “amor de mãe” e por estar sempre ao meu lado, mesmo nos momentos mais difíceis.

Ao meu pai Cláudio Vanderly, por sempre me apoiar, torcendo e contribuindo para o meu sucesso.

Ao meu irmão Cláudio Costa, por sempre me instruir na verdadeira sabedoria de vida.

À minha querida avó Iracy Ramos Costa, por nunca ter me desamparado, e que hoje brilha no céu, junto com as estrelas da noite.

Ao professor Paulo Irineu Barreto, por sempre acreditar em meu potencial, e pelo incentivo incessante.

Aos companheiros de estudos matemáticos Ana Paula Fernandes e Ricardo Catta Preta, que me propiciaram desenvolvimento nesta área e que me incentivaram a buscar cada vez mais conhecimento.

Aos engenheiros e técnicos do LTAD, que não mediram esforços em me ajudar a cumprir as tarefas das quais estava encarregado.

Aos funcionários do Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES) Francisco Francelino, Eduardo Latge e Dana, pelas contribuições que deram ao trabalho e pela boa vontade em auxiliar e fazer com que o projeto alcançasse o êxito.

Aos eternos e grandes amigos Rafael Novais e Rafael Monteiro, que considero como irmãos de pais diferentes.

Aos alunos de pós-graduação e colegas de trabalho diário Danilo Souza, Marcus Vinícius, José Eduardo Leal, Guilherme Antonelli, Edja Landeyara, Abigail Paula, Luiz Fernando Maia e Guilherme Melo, pela amizade e companheirismo, que tornaram minha rotina mais agradável e feliz.

Aos músicos parceiros de som Sandro Mayrink, Gabriel Schardong, Maurício Winckler, Alexandre Wendt, Sérgio Rosa, Rafael Nunes, Michelle Machado, Renato Barbosa, Jack Will e Beto Rosa, por me proporcionarem diversão, vivência e aprendizado no campo da música, que foi uma das maiores bênçãos que a vida me concedeu.

Aos companheiros de trabalho espírita Daniel Gervásio, Amaro Silvério, Rubens Rocha, Willer de Almeida, Sérgio Moreno, Dermes Gouvêia, Pedro Campos e Paulinho, pelos grandes exemplos de virtude e desprendimento, que muito acrescentaram à minha formação como ser humano.

SOUZA, F. C. **Desenvolvimento de um Sistema para Monitoramento Acústico da Análise de Composição Química em Campo**. 2018. 176 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi o projeto, fabricação e validação de um sistema de monitoramento acústico do processo de análise química, com o intuito de alertar o operador do equipamento portátil Belec Compact Port HLC[®] utilizado na análise de composição química em campo sobre a validade dos resultados. Para tanto, foi proposto um planejamento fatorial completo 3x8, com o objetivo de investigar o efeito dos fatores distância vertical e geometria da superfície avaliada, nos resultados das análises de composição química do aço API X65. O tratamento dos dados foi efetuado utilizando-se a técnica estatística de Análise de Variância (ANOVA), por meio do *software* Statistica 7.0. Foi projetado, construído e validado um sistema de baixo custo para monitoramento das frequências dos sinais de ruído emitidos durante as análises de composição química. Um programa em LabVIEW foi desenvolvido e validado para aquisição de sinais acústicos. Como resultados, verificou-se que os fatores investigados (distância vertical e geometria da superfície avaliada) e a interação entre estes produziram efeitos estatisticamente significativos nos valores da variável resposta (% em peso) do aço X65 para uma confiabilidade de 95,45 %. O sistema embarcado desenvolvido se mostrou eficiente no monitoramento dos sinais de ruído, apresentando faixa nominal de 11 Pa RMS e resolução de 0,04 Pa RMS. A incerteza de medição (U) de pressão sonora obtida, para as entradas de 1 Pa RMS e 10 Pa RMS, foi de $U = 0,02$ Pa RMS, para um fator de abrangência $k = 1,96$ e uma confiabilidade de 95,45 %. O custo de fabricação do sistema embarcado foi de R\$ 430 (USD 115,59, baseada na cotação do dia 14/06/2018). Com base nos resultados do trabalho foi definido um critério confiável de aceitação dos resultados da análise de composição química.

Palavras-chave: Análise de Composição Química. Acústica. Sistemas Embarcados. Instrumentação.

SOUZA, F. C. **Development of a System for Acoustic Monitoring of the Chemical Composition Analysis in Field**. 2016. 176 f. Dissertation, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

The objective of this work was the design, manufacture and validation of an acoustic monitoring system of the chemical analysis process, in order to alert the operator of the Belec Compact Port HLC[®] portable equipment used in the analysis of chemical composition in the field about the validity of the results. In order to investigate the effect of vertical distance and surface geometry factors in the results of the analysis of the chemical composition of API X65 steel a complete factorial design 3x8 was proposed. The Analysis of Variance (ANOVA) was applied, and it was concluded with a 95.45 % confidence level that the investigated factors (vertical distance and geometry of the evaluated surface) and the interaction between them produced statistically significant effects in the values of the response variable (% of weight) of the steel X65. A low cost acoustic measurement system was designed, built and validated to monitor the frequencies of the noise signals emitted during the chemical composition analyzes in situ. A program in LabVIEW[®] has been developed and validated for acquisition of acoustic signals. The developed embedded system was efficient in the monitoring of the noise signals, presenting nominal range of 11 Pa RMS and resolution of 0.04 Pa RMS. The sound pressure measurement uncertainty (U) obtained for the inputs of 1 Pa RMS and 10 Pa RMS was $U = 0.02$ Pa RMS for a coverage factor $k = 1.96$ and a coverage probability of 95.45%. The cost of the embedded system was R\$ 430 (USD 115.59, based on the quotation on 06/14/2018). Finally, a reliable criteria for the chemical composition analysis acceptance was defined.

Keywords: Chemical Composition Analysis. Acoustics. Embedded Systems. Instrumentation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Espectrômetro Belec Compact Port HLC®	2
Figura 2.1	Representação do sistema ótico de um espectrômetro de emissão ótica (OXFORD INSTRUMENTS, 2017).....	7
Figura 2.2	Representação das ondas sonoras propagando-se no espaço (Adaptado de EVEREST, 2001).....	8
Figura 2.3	Níveis de pressão sonora de situações cotidianas (EXPLICATORIUM, 2016).....	10
Figura 2.4	Níveis de pressão sonora em dB relacionados aos seus respectivos valores de pressão sonora em Pa (adaptado de EVEREST, 2001).....	10
Figura 2.5	Sequências resultantes da aplicação das DFTs direta e inversa (adaptado de SMITH, 1997).....	12
Figura 2.6	Plataforma de desenvolvimento de <i>software</i> “Arduino Software IDE®”	14
Figura 2.7	Placa Arduino Due® (ARDUINO, 2017b).....	15
Figura 3.1	Espectrômetro Belec Compact Port HLC® sendo utilizado em campo (BELEC SPEKTROMETRIE OPTO-ELEKTRONIK GMBH, 2010).....	27
Figura 3.2	Microfone PCB modelo 378B02 (PCB PIEZOTRONICS, 2018).....	28
Figura 3.3	Placa de aquisição de sinais NI 9233 (TZSUPPLIES, 2018).....	28
Figura 3.4	Diagrama representativo da montagem experimental: (a) computador com programa de aquisição de sinais acústicos; (b) placa de aquisição; (c) espectrômetro com interface para usuário; (d) sonda do espectrômetro; (e) microfone para aquisição de sinais acústicos; (f) suporte fixador com corpo de prova posicionado abaixo do bocal da sonda.....	29
Figura 3.5	Suporte fabricado para fixação da sonda de medição.....	29
Figura 3.6	Pilhas de folhas de papel de diferentes espessuras utilizadas para materializar as diferentes distâncias.....	30
Figura 3.7	Dispositivo de fixação com calços de aço e pilhas de folhas de papel: sonda do espectrômetro (a); dispositivo de fixação (b); microfone PCB	

	(c); pilhas de folhas de papel (d); bocal da sonda (e). Foto da direita retirada de (PROM PORTAL, 2018).....	30
Figura 3.8	Dutos compostos de aço X65 de 220 mm de diâmetro (a) e de 325 mm de diâmetro (b).....	33
Figura 3.9	Sonda (a) acoplada ao dispositivo de fixação (b). Microfone (c) afixado na base do suporte. As setas em vermelho indicam os graus de liberdade de movimentação do suporte da sonda.....	36
Figura 3.10	Imagem da tela do computador que acompanha o espectrômetro Belec Compact Port HLC [®] mostrando os valores de composição química obtidos durante um teste.....	37
Figura 3.11	Montagem experimental utilizada nos experimentos: (a) computador com programa de aquisição, (b) placa de aquisição de sinais NI 9233 (c) computador do espectrômetro Belec Compact Port HLC [®] , (d) sonda do espectrômetro acoplada ao dispositivo de fixação, em conjunto com microfone PCB modelo 378B02.....	38
Figura 3.12	Posicionamento do corpo de prova de superfície plana (a), superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro externo (b) e superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro externo (c).....	38
Figura 3.13	Circuito pré-amplificador transistorizado para microfone de eletreto (Adaptado de FEIRINHA DIGITAL, 2018).....	40
Figura 3.14	Circuito divisor de tensão (LEARNING ABOUT ELECTRONICS, 2018).....	41
Figura 3.15	Clip para bateria de 9 V (a); Chave Liga/Desliga (b); Bateria de 9 V (c); LEDs (d); e microfone de eletreto (e).....	42
Figura 3.16	Montagem experimental utilizada na verificação do sistema embarcado: (a) sistema embarcado; (b) Padrão de calibração Larson Davis CAL200; (c) Osciloscópio Tektronix TDS 2012 C.....	46
Figura 3.17	Aparato experimental utilizado na validação do sistema embarcado: computador para aquisição de dados do sistema embarcado (a); sistema embarcado (b); sonda do espectrômetro (c); LEDs indicadores (d).....	48
Figura 4.1	Resultados da análise de composição química em que os sinais acústicos foram adquiridos durante todo o tempo de queima gasto pelo espectrômetro.....	54
Figura 4.2	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de	

	superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0 mm.....	54
Figura 4.3	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,1 mm, 0,2 mm e 0,3 mm, respectivamente.....	55
Figura 4.4	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,4 mm, 0,5 mm e 0,6 mm, respectivamente.....	56
Figura 4.5	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,7 mm.....	57
Figura 4.6	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0, 0,1 mm e 0,2 mm, respectivamente.....	59
Figura 4.7	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,3 mm, 0,4 mm e 0,5 mm, respectivamente.....	60
Figura 4.8	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,6 a 0,7 mm, respectivamente.....	61
Figura 4.9	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0, 0,1 mm e 0,2 mm, respectivamente...	63
Figura 4.10	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,3 mm, 0,4 a 0,5 mm,	

	respectivamente.....	64
Figura 4.11	Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,6 a 0,7 mm, respectivamente.....	65
Figura 4.12	Espectro de frequência do sinal acústico adquirido durante a análise de composição química do corpo de prova de superfície plana, com uma distância de posicionamento vertical da sonda de 0,7 mm. A seta vermelha indica o pico de frequência em torno de 840 Hz.....	68
Figura 4.13	Valores de erro absoluto de composição química de carbono apresentados em conjunto com a magnitude da frequência em torno de 840 Hz.....	69
Figura 4.14	Valores de erro absoluto de composição química de Manganês apresentados em conjunto com a magnitude da frequência em torno de 840 Hz.....	70
Figura 4.15	Gráfico de probabilidade da distribuição normal dos resíduos da % de peso de Carbono.....	72
Figura 4.16	Esquema elétrico final do circuito do sistema embarcado: (a) circuitos pré-amplificador e de offset, (b) placa Arduino Due®, (c) bateria de 9 V, (d) microfone de eletreto, (e) chave liga-desliga, (f) LEDs indicadores.....	74
Figura 4.17	Sistema embarcado. Microfone de eletreto (a), chave liga-desliga (b), LEDs indicadores (c).....	74
Figura 4.18	Gráfico contendo a reta de regressão traçada.....	76
Figura III.1	Espectrômetro de emissão ótica GDS500A®.....	90
Figura III.2	Amostra padrão da liga de Níquel IN 100 ensaiada com o espectrômetro GDS500A®.....	91
Figura III.3	Erros sistemáticos obtidos durante a determinação da composição química do padrão de Liga de Níquel IN 100 no espectrômetro GDS500A®.....	93
Figura III.4	Valores de desvios padrão experimental e convencional, para cada elemento analisado.....	94
Figura IV.1	Amostras de aço X65 de 325 mm de diâmetro (a) e de 220 mm de diâmetro (b), em processo de medição no projetor de perfil PJ-A3000®.....	96
Figura IV.2	Composição química da mostra de aço API X65 retirada do duto de	

	220 mm de diâmetro. A barra de erros indica a incerteza expandida, com 95 % de probabilidade de abrangência.....	97
Figura IV.3	Composição química da mostra de aço API X65 retirada do duto de 325 mm de diâmetro. A barra de erros indica a incerteza expandida, com 95 % de probabilidade de abrangência.....	98
Figura V.1	Interface Homem Máquina do programa de aquisição de dados programado na plataforma LabVIEW®.....	99
Figura V.2	Tela do programa de aquisição na qual são mostrados os gráficos do sinal no domínio do tempo e no domínio da frequência.....	100
Figura V.3	Arquivo de texto em formato .txt exportado pelo programa de aquisição em LabVIEW®.....	101
Figura V.4	Seção do diagrama de blocos em que são adquiridos os sinais acústicos que são processados para construção dos gráficos no tempo e na frequência.....	102
Figura V.5	Seção do diagrama de blocos em que são organizados os dados obtidos do ensaio para exportação em arquivo .txt.....	102
Figura V.6	Interface de leitura de arquivo de dados, com janela que permite a escolha do arquivo a ser importado.....	103
Figura V.7	Seção do diagrama de blocos em que se implementa a função de leitura de arquivo de dados.....	104
Figura V.8	Código fonte do programa desenvolvido em linguagem MATLAB®.....	105
Figura V.9	Arquivo de texto contendo os dados de tempo em segundos (1ª coluna) e magnitude em Volts (2ª coluna) de um sinal com dez componentes senoidais, gerado no MATLAB®.....	107
Figura V.10	Gráficos no domínio do tempo e da frequência do sinal senoidal gerado em MATLAB®, para um tempo de amostragem de 5 (a), 8 (b) e 10 (c) s, respectivamente.....	108
Figura V.11	Gráficos no domínio do tempo e da frequência do sinal senoidal gerado com uma componente de frequência acima da frequência máxima da FFT. O pico de 7500 Hz está indicado com uma seta vermelha.....	109
Figura V.12	Montagem experimental usada na verificação do programa de aquisição: (a) gerador de sinais Agilent® 33220A, (b) placa de aquisição de dados NI9233 e (c) computador rodando o programa de aquisição.....	111

Figura V.13	Gráficos obtidos a partir do sinal proveniente do gerador de sinais, com Frequência = 40 Hz, Magnitude = 4,0 V (a); Frequência = 657 Hz, Magnitude = 2,5 V (b) e Frequência = 2300 Hz, Magnitude = 2,0 V (c), respectivamente.....	113
Figura V.14	Gráficos obtidos a partir do sinal proveniente do gerador de sinais, com Frequência = 350 Hz, Magnitude = 2,0 V (a); Frequência = 600 Hz, Magnitude = 2,0 V (b) e Frequência = 875 Hz, Magnitude = 2,0 V (c), respectivamente.....	115
Figura V.15	Montagem experimental utilizada na realização dos testes: microfone PCB (a); pedestal (b); peça de alumínio (c); e peça de aço 4140 (d).....	117
Figura V.16	Amostra de alumínio com respectivas regiões ensaiadas.....	118
Figura V.17	Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 8$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (a); com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (b) e com $\Delta f = 2$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (c), respectivamente.....	119
Figura V.18	Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 1$ Hz e frequência máxima de 4096 Hz (a) e com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (b), respectivamente.....	121
Figura V.19	Figura V.19 – Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (a); na região 2 com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (b) e na região 3 com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (c), respectivamente.....	122

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Características técnicas do Arduino DUE®	15
Tabela 2.2	Matriz de planejamento para um experimento 2^3	22
Tabela 2.3	Quadro de análise de variância.....	23
Tabela 3.1	Matriz de planejamento para o experimento fatorial completo 3×8	26
Tabela 3.2	Componentes do sistema embarcado.....	43
Tabela 3.3	Informações sobre as etapas do projeto do circuito pré-amplificador e da montagem do sistema embarcado para efeitos de cálculo de custos.....	43
Tabela 3.4	Planejamento de experimentos proposto para a validação do sistema embarcado	49
Tabela 4.1	Valores médios de espessura das pilhas de folhas de papel, e seus respectivos valores de incerteza expandida.....	50
Tabela 4.2	Valores de referência de composição química, para o aço API X65, em função das geometrias plana, e cilíndricas de diâmetro de 220 mm e de 325 mm.....	51
Tabela 4.3	Valores de desvio de planeza, de paralelismo e do parâmetro de rugosidade R_a dos corpos de prova de superfície plana com suas respectivas incertezas expandidas declaradas.....	52
Tabela 4.4	Valores de rugosidade R_a dos corpos de prova de superfície cilíndrica.....	53
Tabela 4.5	Valores de composição química obtidos para a análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0 mm a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.....	58
Tabela 4.6	Valores de composição química obtidos para a análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0 a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.....	62
Tabela 4.7	Valores de composição química obtidos para a análise química dos	

	corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0 a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.....	66
Tabela 4.8	Magnitudes das frequências componentes dos sinais de ruído adquiridos que mostraram maior sensibilidade à variação dos fatores distância vertical e geometria da superfície.....	67
Tabela 4.9	ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Carbono.....	71
Tabela 4.10	Erros relativos de composição química em % de peso de Carbono.....	75
Tabela 4.11	Cotação dos custos dos componentes usados na construção do sistema embarcado.....	76
Tabela 4.12	Valores de tensão obtidos na verificação do sistema embarcado.....	78
Tabela 4.13	Resultados do processo de validação do sistema embarcado.....	82
Tabela III.1	Composição química da liga de Níquel IN 100, em porcentagem de peso.....	91
Tabela III.2	Resultados de análise de composição química fornecidos pelo espectrômetro GDS500A [®] para o padrão de Liga de Níquel IN 100.....	92
Tabela V.1	Valores de magnitude e frequência para cada componente do sinal senoidal gerado em MATLAB [®]	106
Tabela V.2	Variáveis de entrada da FFT discreta, para cada sinal adquirido pela função de leitura de arquivo de dados.....	107
Tabela V.3	Características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais.....	110
Tabela V.4	Características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais na realização dos testes com número de pontos reduzido.....	112
Tabela V.5	Erros relativos calculados, com base nos sinais teóricos e os resultados de medição mostrados pelo programa de aquisição.....	112
Tabela V.6	Valores de Δf , tempo de amostragem, número de pontos e frequência máxima definidos para os testes, e características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais.....	114
Tabela V.7	Resultados de medição e erros relativos mostrados pelo programa de aquisição, para os sinais de frequência 350 Hz, 600 Hz e 875 Hz.	114

Tabela VI.1	Erros relativos de composição química em % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.....	124
Tabela VII.1	ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre e Vanádio.....	125
Tabela VII.2	ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Titânio e Nióbio.....	126

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AC	<i>Alternate current</i> – Corrente alternada
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i> – Análise de variância
API	<i>American Petrol Institute</i> – Instituto americano de petróleo
BIPM	Birô Internacional de Pesos e Medidas
BNC	<i>Bayonet Neill–Concelman</i> – Baioneta Neill–Concelman
CENPES	Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello – Petrobrás
DAC	<i>Digital-to-Analog Converter</i> – Conversor digital analógico
DFT	Discrete Fourier Transform – Transformada discreta de Fourier
FFT	Fast Fourier Transform – Transformada rápida de Fourier
GUM	<i>Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement</i> – Guia para a expressão da incerteza de medição
IDE	<i>Integrated Development Environment</i> – Ambiente de desenvolvimento integrado
IHM	Interface Homem-Máquina
ISO	<i>International Organization for Standardization</i> – Organização internacional para padronização
LED	<i>Light Emitting Diode</i> – Diodo emissor de luz
LTAD	Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste
NPS	Nível de pressão sonora
PC	<i>Personal Computer</i> – Computador pessoal
PWM	<i>Pulse Width Modulation</i> – Modulação por largura de pulso
RAM	<i>Random-Access Memory</i> – Memória de acesso aleatório
RMS	<i>Root Mean Square</i> – Raiz quadrática média
SRAM	<i>Static Random-Access Memory</i> – Memória estática de acesso aleatório
USB	<i>Universal Serial Bus</i> – Barramento serial universal

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Variável de entrada para avaliação da incerteza padrão do tipo B
A_i	Magnitude da componente senoidal de índice “i”
A_{ref}	Magnitude de referência
$c_i(x_i)$	Coeficiente de sensibilidade do mensurando em relação a cada variável de entrada x_i
C	Carbono
CP	Composição química em % de peso
CT	Custo total
$D_{PI(F)}$	Correção associada à incerteza do desvio de planeza da superfície de medição fixa
$D_{PI(M)}$	Correção associada à incerteza do desvio de planeza da superfície de medição móvel
D_{Pr}	Correção associada à incerteza do desvio de paralelismo entre as superfícies de medição
E	Espessura da folha de papel
F	Valor da estatística da distribuição F de Fisher
F_{obs}	Valor encontrado para a estatística F
$f(t)$	Sinal acústico em função do tempo
f_i	Frequência da componente senoidal de índice “i”
F_α	Valor da estatística F tabelado
$Fase[K]$	Fase em graus ou radianos, para $K = 0, 1, 2, \dots, K-1$;
HT_{Etapa}	Custos gastos para execução da cada etapa
K	Quantidade de amostras da sequência envolvida no cálculo da DFT
k	Fator de abrangência
\bar{L}	Variabilidade dos valores do mensurando
M	Valor do mensurando
Mag	Magnitude expressa pela FFT
$Mag[K]$	Magnitude em Pa, para $K = 0, 1, 2, \dots, K-1$;
Mn	Manganês
MP	Custos gastos com matéria prima

n	Número de observações ou tamanho amostral
i	Índice da sequência
$Im(X[K])$	Parte imaginária da sequência complexa $X[K]$
N	Número de variáveis de entrada
Nb	Nióbio
N_p	Número de pontos da DFT
n_j	Número de elementos do j -ésimo tratamento
P	Fósforo
p	Magnitude da pressão sonora instantânea
p_0	Magnitude da pressão de referência
P_{SE}	Magnitude da pressão sonora obtida pelo sistema embarcado
$\overline{P_{SE}}$	Média aritmética dos valores de pressão sonora indicados pelo sistema embarcado
q	Número de fatores do planejamento fatorial
QM_{entre}	Quadrado médio entre tratamentos
QMR	Quadrado médio dentro dos tratamentos
$r(x_i, x_j)$	Coefficiente de correlação entre as estimativas x_i e x_j .
R	Resolução do sistema de medição
R_1	Resistência 1
R_2	Resistência 2
Ra	Rugosidade média aritmética
$Re(X[K])$	Parte real da sequência complexa $X[K]$;
$\overline{R_A}$	Média aritmética dos valores indicados pelo interferômetro
s	Desvio-padrão amostral
S	Enxofre
SQ_{dentro}	Soma de quadrados dentro dos tratamentos
SQ_{entre}	Soma de quadrados entre tratamentos
SQT	Soma de quadrados total
t	Número de tratamentos
Ti	Titânio
U	Incerteza expandida
$U(Cal)$	Incerteza expandida expressa no certificado de calibração
$u(R)$	Incerteza padrão da resolução
$u(x)$	Incerteza-padrão da variável x
$u(x_i)$	Incerteza-padrão de cada variável de entrada x_i
$U(y)$	Incerteza expandida da variável de saída y

$u(y_i)$	Incerteza-padrão de cada variável de entrada na unidade do mensurando ou variável de saída
$u(\Delta IC)$	Incerteza padrão associada à calibração do espectrômetro
$u_c(y)$	Incerteza-padrão combinada da variável de saída y
V	Vanádio
ν_j	Graus de liberdade de cada variável de entrada
V_{in}	Tensão de entrada
V_{out}	Tensão de saída
x_i	Estimativa das variáveis de entrada de índice i
\bar{x}	Média das leituras
$X[K]$	Sequência complexa resultante do cálculo da DFT
y	Estimativa da variável de saída
\bar{y}_g	Média geral
\bar{y}	Valor médio da variável de saída
\bar{y}_j	Média do j -ésimo tratamento
y_{ji}	i -ésimo elemento do j -ésimo tratamento
α	Nível de significância
ΔI_A	Correção devido à incerteza padrão de apalpação da MMC
ΔI_{CMMC}	Correção devido à incerteza associada à calibração da MMC
ΔR_{MMC}	Correção devido à resolução da MMC
ΔI	Correção associada à incerteza da calibração do micrômetro
$\Delta I_{C_{Int}}$	Correção da incerteza associada à calibração do interferômetro
ΔIC	Correção associada à calibração do espectrômetro
ΔR_m	Correção associada à resolução do micrômetro
ΔR	Correção devido à resolução do espectrômetro
ΔR_{Int}	Correção associada à resolução do interferômetro
ΔR_{SE}	Correção associada à resolução do interferômetro, em Pa RMS;
$\Delta I_{C_{SE}}$	Correção da incerteza associada à calibração do sistema embarcado, em Pa RMS.
ν_{ef}	Grau de liberdade efetivo

SUMÁRIO

CAPÍTULO I – Introdução	1
1.1. Objetivo geral	2
1.2. Objetivos específicos.....	3
1.3. Justificativa.....	3
1.4. Organização do trabalho.....	4
CAPÍTULO II – Revisão Bibliográfica	5
2.1. Análise Química.....	5
2.1.1. <i>Espectrometria de emissão ótica de descarga luminescente</i>	5
2.2. Análise Acústica	7
2.2.1. <i>Ondas acústicas</i>	8
2.2.2. <i>Nível de pressão sonora</i>	9
2.2.3. <i>Instrumentação acústica</i>	11
2.2.4. <i>Transformada Rápida de Fourier (FFT)</i>	11
2.3. Sistemas embarcados	13
2.3.1. <i>Plataforma Arduino®</i>	14
2.4. Incerteza de medição.....	16
2.5. Planejamento de experimentos.....	21
2.5.1. <i>Planejamento fatorial</i>	22
2.5.2. <i>Análise de variância (ANOVA)</i>	22
CAPÍTULO III – Metodologia	25
3.1. Planejamento dos experimentos.....	25
3.2. Escolha do material para fabricação dos corpos de prova.....	31
3.3. Fabricação dos corpos de prova.....	32
3.3.1. <i>Controle dimensional e geométrico dos corpos de prova</i>	33
3.4. Obtenção dos valores de composição química de referência.....	35
3.5. Programação em LabVIEW para aquisição de sinais acústicos.....	35
3.6. Execução dos experimentos.....	35
3.6.1. <i>Posicionamento e fixação da sonda</i>	35

3.6.2. Realização dos ensaios propostos no planejamento de experimentos...	36
3.7. Desenvolvimento do sistema embarcado a ser acoplado no equipamento em campo.....	39
3.7.1. Circuito pré-amplificador.....	40
3.7.2. Circuito de Offset.....	40
3.7.3. Chave Liga/Desliga, LEDs e alimentação.....	41
3.7.4. Montagem e Design da caixa do sistema embarcado.....	42
3.7.5. Estimativa dos custos do sistema embarcado.....	42
3.8. Programação do hardware.....	44
3.8.1. Estrutura do programa de aquisição compilado no Arduino DUE®.....	44
3.8.1.1. Rotina de disparo (trigger) da aquisição de sinais acústicos pelo microfone.....	44
3.8.1.2. Função de temporizador.....	44
3.8.1.3. Correção da Frequência de Amostragem.....	45
3.8.1.4. Função de cálculo da FFT.....	45
3.8.1.5. Rotina de implementação dos critérios de aceitação e acendimento dos LEDs.....	45
3.9. Verificação do sistema embarcado.....	46
3.10. Definição dos critérios de aceitação.....	47
3.11. Validação do sistema embarcado.....	47
CAPÍTULO IV – Resultados e Discussões.....	50
4.1. Resultados do controle dimensional das pilhas de papel para elevação do suporte de acomodação da sonda.....	50
4.2. Resultados da verificação do espectrômetro GDS500A®.....	51
4.3. Valores de referência.....	51
4.4. Controle dimensional e geométrico dos corpos de prova.....	52
4.4.1. Resultados relativos à avaliação do acabamento superficial das amostras de aço X65 usadas na obtenção dos valores de referência.....	52
4.4.2. Resultados das medições dos desvios de planeza e paralelismo dos corpos de prova planos.....	52
4.5. Resultados da validação do programa em LabVIEW.....	53
4.6. Resultados dos ensaios de composição química realizados no CENPES-PETROBRÁS.....	53
4.6.1. Resultados da avaliação do perfil de ruído geral da medição.....	53
4.6.2. Resultados dos ensaios realizados com base no planejamento de	

<i>experimentos</i>	54
4.7. Sistema Embarcado.....	73
4.7.1. Resultados da verificação do sistema embarcado.....	76
4.7.2. Resultados da validação do sistema embarcado.....	77
CAPÍTULO V – Conclusões e Propostas para Trabalhos Futuros.....	79
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
APÊNDICES	
Apêndice I – Planificação dos dutos de aço X65 para torneamento.....	85
Apêndice II – Desenho dos corpos de prova fabricados a partir dos dutos de aço X65.....	87
Apêndice III – Verificação do espectrômetro GDS500A®	90
Apêndice IV – Verificação da homogeneidade da composição química das amostras.....	95
Apêndice V – Programação em LabVIEW para aquisição de sinais de ruído emitidos pelo espectrômetro portátil.....	99
Apêndice VI - Erros relativos calculados para a % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.....	124
Apêndice VII - Tabelas das ANOVAs para os elementos Manganês, Fósforo, Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.....	125
ANEXOS	
Anexo I - Desenho técnico do suporte projetado para fixação da sonda de medição.....	127
Anexo II - Certificado de calibração do Micrômetro para dimensões externa do Fabricante Mitutoyo.....	132
Anexo III - Certificado de calibração da máquina de medir por coordenadas do tipo Ponte Móvel, modelo BRM-443, manual, do fabricante Mitutoyo.....	135
Anexo IV - Certificado de calibração do Interferômetro TALYSURF CLI 2000 fabricado pela Taylor Hobson.....	140
Anexo V - Certificado de calibração da amostra padrão da liga de níquel IN 100.....	144

**Anexo VI - Certificado de calibração do projetor de perfil modelo PJ-A3000,
fabricado pela Mitutoyo..... 149**

CAPITULO I

INTRODUÇÃO

Na indústria de petróleo são utilizados diferentes materiais para as mais diversas aplicações. Para que estes possam ser utilizados de forma adequada, bem como para efeitos de manutenção e reparos é essencial que a natureza e as especificações dos mesmos sejam conhecidas. Muitas vezes, os dados a respeito dos materiais de interesse não estão disponíveis ou foram perdidos. Pode ocorrer ainda que a documentação disponível seja pouco confiável, imprecisa, ou que divirja de resultados experimentais.

Uma das formas de se obter essas especificações de forma rápida é por meio da análise da composição química, frequentemente realizada por espectrometria. Estas análises podem ser efetuadas com equipamentos de bancada em laboratórios e para tanto amostras devem ser fabricadas. Esta prática pode demandar muito tempo porque nem sempre os laboratórios se encontram perto das instalações onde devem ser efetuadas as análises. Uma alternativa consiste na realização em campo destas análises, dispensando a fabricação de corpos de prova e agilizando a obtenção de resultados. Ainda, por ser considerado um ensaio não destrutivo, os componentes mecânicos objeto de análise podem continuar em operação.

No Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES), situado no Rio de Janeiro, análises químicas são realizadas por meio da espectrometria de emissão óptica. Este procedimento é efetuado em campo com um equipamento portátil Belec Compact Port HLC[®], Fig. 1.1, cuja ação se dá pelo disparo de uma sonda de medição por um operador.

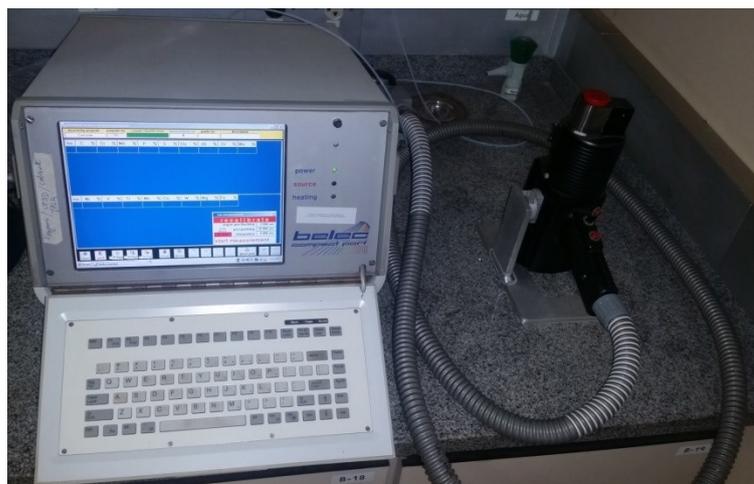


Figura 1.1 – Espectrômetro Belec Compact Port HLC®.

São diversos os fatores que podem contribuir para o aparecimento de erros durante a análise de composição química, quais sejam: rugosidade da superfície avaliada, forma geométrica da superfície, distância entre a sonda e a superfície objeto de análise e ângulo de posicionamento da sonda. Com o aparecimento de erros decorrentes dessa combinação de fatores, o equipamento emite ruídos característicos, cujas frequências emitidas estão diretamente relacionadas à qualidade dos resultados das análises químicas. Desta forma, verificou-se que o monitoramento destes ruídos é de importância ímpar para a obtenção de resultados de composição química válidos.

Não foram encontrados trabalhos abordando o desenvolvimento de sistemas para monitoramento dos parâmetros que caracterizam os sinais de ruído emitidos durante a realização de análises de composição química. Entretanto, pode-se estabelecer um paralelo entre estes processos e os de soldagem. Sobre este último foram encontrados dois trabalhos que foram utilizados como base para o desenvolvimento da presente pesquisa, um da autoria de Machado et al. (2011) e outro de Machado et al. (2013). O resumo destes trabalhos se encontra no Capítulo II deste trabalho.

1.1. Objetivo Geral

Desenvolver um sistema embarcado de baixo custo para monitoramento das frequências dos sinais de ruído emitidos pelo analisador de composição química portátil durante as medições realizadas em campo.

1.2. Objetivos Específicos

- 1) Garantir maior confiabilidade aos resultados das análises de composição química realizadas pelo espectrômetro Belec Compact Port HLC®;
- 2) Determinar as condições ideais para a realização de análises de composição química por meio do espectrômetro de campo Belec Compact Port HLC®, apontando possíveis fontes de erro;
- 3) Validar o sistema embarcado projetado, por meio de análises de composição química realizadas em laboratório.

1.3. Justificativa

A análise de composição química é uma alternativa viável para obtenção de informações sobre diferentes materiais. Para esta finalidade o CENPES utiliza um analisador de composição química portátil Belec Compact Port HLC® para efetuar as análises da composição química em campo. Entretanto, durante a realização dos testes em campo, os operadores deste equipamento observaram que os resultados apresentavam significativa variabilidade em função da geometria da superfície analisada (que pode ser plana ou cilíndrica) e da distância de posicionamento vertical (perpendicularidade) da sonda em relação à superfície avaliada. Em diversas situações estes fatores levaram ao aparecimento de resultados significativamente diferentes dos esperados, criando uma dúvida em relação à validade dos mesmos. Os operadores perceberam, ainda, que o ruído emitido pela descarga da sonda durante a análise química variava com a mudança da geometria, de plana para cilíndrica, e da distância vertical de posicionamento.

Isso posto, percebeu-se que seria possível caracterizar o sinal do ruído emitido pela sonda durante as medições para identificar os valores dos parâmetros que caracterizam estes sinais, visando a criação de critérios de aceitação que permitam identificar anomalias no processo de medição. Propôs-se então a construção de um sistema de monitoramento de baixo custo para detectar os sinais acústicos emitidos pelo equipamento, com o intuito de alertar o operador do equipamento sobre a validade dos resultados da análise de composição química realizada, com base nas variáveis de influência citadas (geometria da superfície e distância vertical). O sistema de monitoramento foi baseado num sistema embarcado disponível comercialmente, que foi o Arduino DUE®.

Para assegurar a validade das medições em campo, justificou-se então a construção e validação de um sistema para monitoramento e análise dos sinais de ruído para viabilizar a

obtenção das composições químicas de forma confiável. Com base nos resultados das análises químicas, os materiais analisados podem então ser adequadamente caracterizados, a partir das especificações das normas que definem a porcentagem de peso que cada tipo de material deve conter.

1.4. Organização do trabalho

Este trabalho foi dividido em cinco capítulos. Além da introdução exposta neste capítulo, no segundo capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica sobre análise química; análise acústica; sistemas embarcados; incerteza de medição e planejamento de experimentos.

No terceiro capítulo é apresentada a metodologia utilizada neste trabalho. Este capítulo foi dividido em planejamento dos experimentos; escolha do material para fabricação dos corpos de prova; fabricação dos corpos de prova; obtenção dos valores de composição química de referência; programação em LabVIEW® para aquisição de sinais acústicos; execução dos experimentos; desenvolvimento do sistema embarcado a ser acoplado no equipamento em campo; programação do hardware; verificação do sistema embarcado; definição dos critérios de aceitação; e validação.

No quarto capítulo são apresentados os resultados dos experimentos, e as análises e discussões pertinentes aos mesmos são efetuadas. Por fim, o quinto capítulo encerra a dissertação com as conclusões e sugestões de trabalhos futuros.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, é apresentada uma revisão da literatura relacionada aos seguintes temas: análise química, análise acústica e sistemas embarcados. Por fim, são abordadas brevemente as técnicas de planejamento de experimentos e o método GUM (Guia para a Expressão da Incerteza de Medição) utilizado para avaliação da incerteza de medição.

2.1. Análise química

A química analítica é uma ciência que estuda e utiliza instrumentos e métodos para separar, identificar e quantificar a matéria. Existem basicamente dois métodos para efetuar a análise química, quais sejam o método qualitativo e o quantitativo. O método qualitativo estabelece a identidade química das espécies presentes em uma amostra. Já o quantitativo determina as quantidades relativas das espécies, ou analitos, em termos numéricos (SKOOG et al., 2014).

Dentre as técnicas analíticas quantitativas se destaca a espectrometria (ou espectroscopia) como uma das mais utilizadas.

2.1.1. *Espectrometria de emissão ótica de descarga luminescente*

Existem diferentes técnicas de espectrometria, dentre elas a espectrometria de massa, a espectrometria de emissão atômica e a espectrometria de emissão ótica. Esta última será utilizada neste trabalho.

A espectrometria de emissão ótica de descarga luminescente é uma técnica essencial para análise química direta de sólidos a granel, análise de superfície elementar e perfil de

profundidade de filmes finos (como filmes finos de ouro) de espessura da ordem de micrometros, e revestimentos industriais (NELIS; PAYLING, 2003).

Os espectrômetros de emissão óptica determinam a concentração do componente químico por meio de uma medida quantitativa da emissão óptica de átomos excitados. Estes átomos, excitados a altos níveis de energia, se deterioram na volta aos níveis mais baixos, através da emissão de luz. Uma vez que todos os átomos em uma amostra são excitados simultaneamente, eles podem ser detectados de forma simultânea usando um policromador com vários detectores (IEEE GLOBALSPEC, 2017).

Em comparação com outras técnicas analíticas, a espectrometria de emissão óptica apresenta diversas vantagens, como (OXFORD INSTRUMENTS, 2017):

- Rapidez e facilidade relativa de uso;
- Possibilita a medição de uma ampla gama de elementos e concentrações em diversos tipos de materiais, incluindo elementos importantes como carbono, enxofre, fósforo, boro e nitrogênio;
- É extremamente precisa ao medir baixos níveis de oligoelementos;
- Seu custo é significativamente inferior em comparação com outras técnicas.

Heikkilä et al. (2016) testaram a espectrometria de emissão óptica por descarga luminescente na caracterização de filmes superficiais de óxido em materiais em pó, especificamente, pó Astaloy CrM (Cromo/Molibdênio) e pó de aço inoxidável 316L. As vantagens ressaltadas pelos autores na utilização deste método de análise foram a diminuição do tempo gasto e o aumento da área analisada, em comparação com os métodos empregados usualmente. Os autores afirmaram que esta técnica tem potencial para se tornar uma ferramenta crucial na caracterização dos materiais em pó, mas que mais investigações devem ser conduzidas para consolidá-la como tal.

Para descrever o princípio de funcionamento dos espectrômetros de emissão óptica é importante destacar seus três componentes principais, quais sejam: uma fonte elétrica de excitação, um sistema ótico e um sistema computacional.

A fonte elétrica excita átomos dentro de uma amostra metálica para que eles emitam luz característica, ou linhas de emissão óptica, da seguinte forma: A diferença de potencial elétrico entre a amostra e o eletrodo produz uma descarga elétrica, que passa pela amostra, aquecendo e vaporizando o material na superfície e excitando os átomos do material, que em seguida emitem as linhas de emissão características de cada elemento (OXFORD INSTRUMENTS, 2017).

No sistema ótico, as múltiplas linhas de emissão óptica da amostra vaporizada passam para o interior do espectrômetro. Uma grade de difração separa a luz que entra em

comprimentos de onda específicos de cada elemento, e um detector mede a intensidade da luz para cada comprimento de onda, correspondente a cada elemento (OXFORD INSTRUMENTS, 2017). A Figura 2.1 mostra uma representação do sistema ótico.

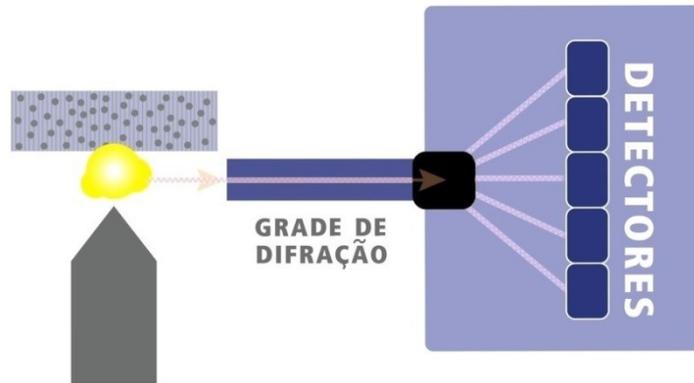


Figura 2.1 – Representação do sistema ótico de um espectrômetro de emissão ótica (OXFORD INSTRUMENTS, 2017).

O sistema computacional adquire então as intensidades medidas e processa as mesmas através de uma calibração predefinida, com o objetivo de definir as concentrações de cada elemento medido. A interface de usuário garante uma intervenção mínima do operador com resultados claramente exibidos, que podem ser impressos ou armazenados para referência futura (OXFORD INSTRUMENTS, 2017).

2.2. Análise acústica

A acústica pode ser definida como a geração, transmissão e recepção de energia na forma de ondas de vibração na matéria (KINSLER et al., 2000). O fenômeno acústico mais familiar está relacionado com a sensação sonora, em que flutuações de pressão em um meio compressível produzem esta sensação (GERGES, 2000).

Entretanto, nem todas as flutuações de pressão que atingem o ouvido humano produzem sensação sonora, uma vez que esta depende da frequência e da amplitude das flutuações. Amplitudes inferiores a certos valores não são audíveis, e amplitudes de altos níveis podem provocar sensação de dor. Quanto à frequência, a faixa de geração de sensação auditiva vai de 20 Hz a 20 kHz (GERGES, 2000).

2.2.1. Ondas acústicas

No fenômeno da transmissão do som, há transporte de matéria e energia. O transporte de matéria se verifica em distâncias próximas da fonte sonora, e à medida que a onda vai se propagando, o transporte passa a ser exclusivamente de energia (DELFINO, 2005).

A oscilação de pressão sonora pode ser representada graficamente, onde amplitudes de pressão sonora acima da pressão atmosférica representam compressão do ar, e amplitudes abaixo denotam rarefação. A Figura 2.2 ilustra esta situação.

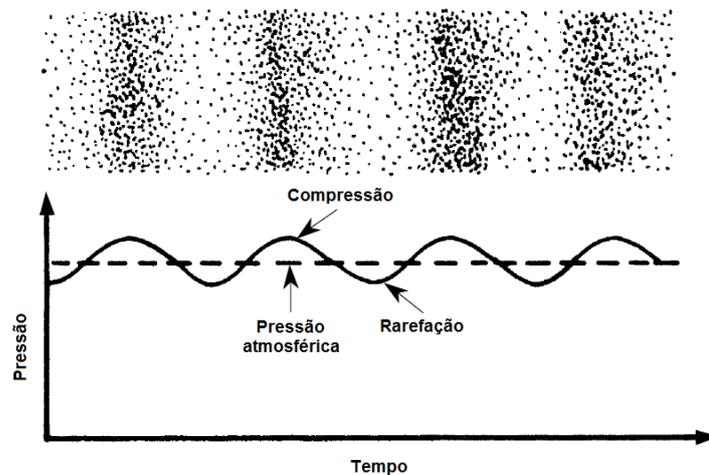


Figura 2.2 – Representação das ondas sonoras propagando-se no espaço (Adaptado de EVEREST, 2001).

As ondas sonoras, propagando-se ao ar livre, são (GERGES, 2000):

- Mecânicas, por necessitarem de um meio de propagação, não se propagando no vácuo.
- Longitudinais, provocando vibração ao longo da direção de propagação.
- Tridimensionais, propagando-se esfericamente através do espaço tridimensional.

Velocidade do som

A velocidade do som, supondo um modelo simplificado, depende exclusivamente da temperatura do meio (GERGES, 2000), e pode ser determinada pela Eq. (2.1).

$$c = 331,4 + 0,6 T \text{ [m/s]} \quad (2.1)$$

onde c é a velocidade do som no meio, em m/s, e T é a temperatura do meio, em °C. Para o ar a 25 °C, a velocidade do som corresponde a 346,6 m/s.

2.2.2. Nível de pressão sonora (NPS)

Em acústica, ao estudar-se fisicamente os sons, é imprescindível fazê-lo relacionado à percepção humana dos mesmos, pois é partir desta referência que são obtidos equacionamentos para grandezas físicas como pressão, potência e intensidade sonoras.

Os cientistas Gustav Fechner e Ernst Weber perceberam que a variação linear na percepção auditiva do ouvido se dá por meio de razões expressas logaritmicamente, processando-se essa variação de forma relativa, e não absoluta. A Lei de Weber-Fechner, enunciada em 1860, diz que a mínima variação de estímulo necessária para produzir uma variação de sensação perceptível, é proporcional ao estímulo já existente (DA COSTA, 2003). Desta forma, foi conveniente a criação de unidades de medida sonora baseadas em valores mínimos de referência, podendo ser estes de potência sonora, intensidade sonora, pressão sonora, entre outros.

O nível de pressão sonora (NPS), em decibéis, é expresso pela Eq. (2.2).

$$NPS = 20 \log_{10} \left(\frac{p}{p_0} \right) \text{ dB, com } p_0 = 20 \mu\text{Pa} \quad (2.2)$$

onde p é a pressão sonora instantânea e p_0 a pressão de referência. A relação entre pressões é adimensional, porém convencionou-se que seria expressa em decibéis (10^{-1} Bel). A unidade Bel foi assim nomeada em homenagem ao inventor do telefone, Alexander Graham Bell (EVEREST, 2001).

Outra vantagem de se expressar logaritmicamente as grandezas sonoras é que a faixa de valores obtida torna-se menor do que a faixa de valores absolutos, de modo que comprime-se uma grande faixa de valores numa faixa menor (DO VALLE, 2009).

A pressão p_0 de referência é de $20 \mu\text{Pa}$, e corresponde ao limiar médio da audibilidade humana. Dessa forma, 0 dB corresponde ao menor valor de NPS perceptível ao ouvido humano, e 130 dB ao limiar da dor, isto é, a partir deste nível de pressão sonora, os sons causam dor ao ouvinte. A Figura 2.3 fornece alguns valores típicos de NPS presentes em situações cotidianas, e a Figura 2.4 relaciona valores de NPS com seus respectivos valores de pressão sonora em Pa.

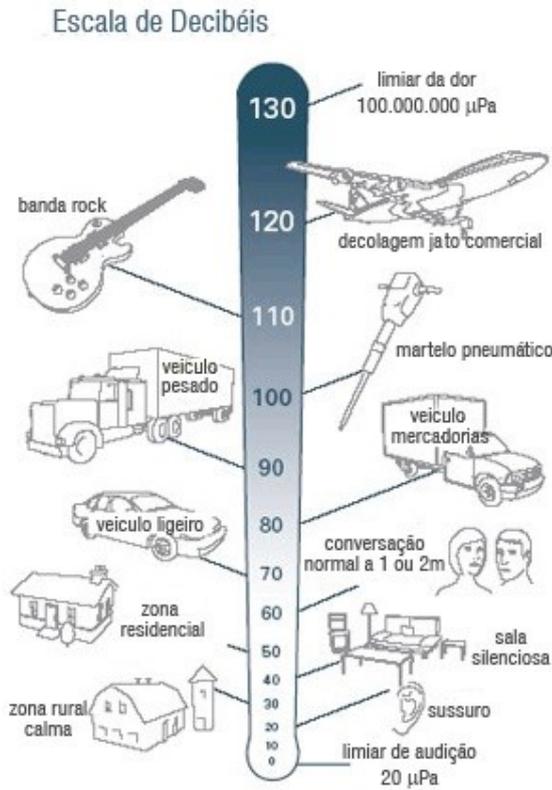


Figura 2.3 - Níveis de pressão sonora de situações cotidianas (EXPLICATORIUM, 2016).

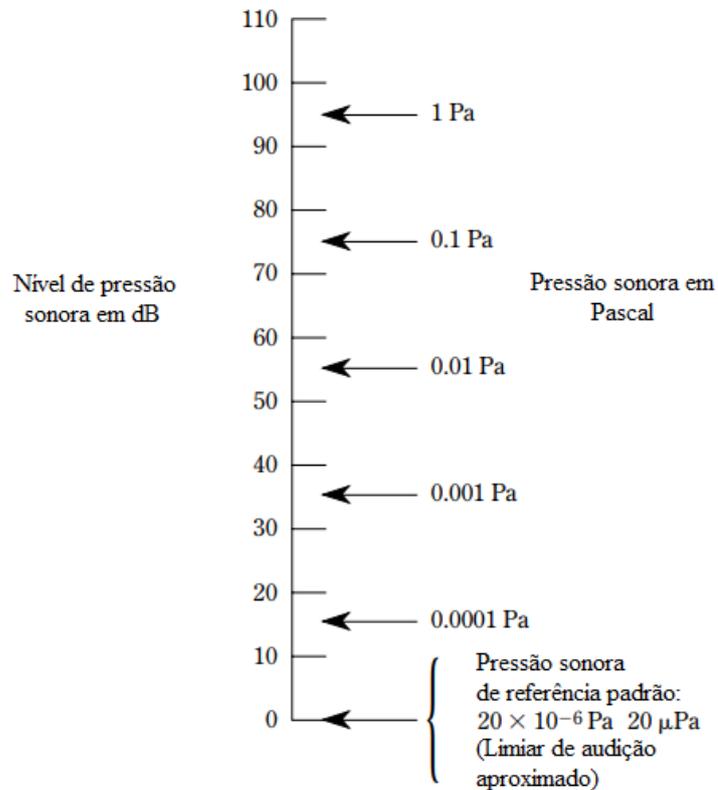


Figura 2.4 - Níveis de pressão sonora em dB relacionados aos seus respectivos valores de pressão sonora em Pa (adaptado de EVEREST, 2001).

2.2.3. Instrumentação acústica

As medições associadas a ruído e vibrações permitem quantificações e análises precisas de condições ambiente incômodas. Um sistema básico para medição de ruído consiste de um microfone de alta qualidade para converter a grandeza física pressão acústica em sinal elétrico. O sinal elétrico obtido pelo microfone geralmente é de pequena amplitude, o que requer o uso de um pré-amplificador, circuitos de compensação e/ou filtros (GERGES, 2000).

Machado et al. (2013) utilizaram dois tipos de microfone, o condensador de eletreto e o microfone modelo Brüel & Kjaer modelo 4957, para verificar a viabilidade do uso do monitoramento sonoro para a determinação da regularidade da transferência metálica em soldagens, onde não há instrumentação elétrica ou onde há maior simplicidade de uso de monitoramento sonoro. Para tanto, foram comparados os resultados obtidos pelo monitoramento sonoro com os resultados de monitoramento elétrico. As diferenças obtidas foram pequenas, o que confirma a viabilidade de aplicação de monitoramento acústico em procedimentos de soldagem.

Na análise dos sinais elétricos obtidos pelos sistemas de medição acústica, geralmente representa-se a amplitude dos mesmos no domínio da frequência, o que tem se mostrado de maior utilidade que a chamada análise estatística de sinais (GERGES, 2000).

A seguir é abordada a técnica de análise no domínio da frequência que foi utilizada neste trabalho, que é a Transformada Rápida de Fourier (*Fast Fourier Transform* - FFT).

2.2.4. Transformada Rápida de Fourier (FFT)

A Transformada de Fourier é uma ferramenta matemática largamente utilizada, que permite que a análise de sinais amostrados no tempo possa ser feita em termos das frequências componentes daquele sinal. Esta transformada pode ser feita tanto para sinais contínuos como para sinais discretos. A Transformada de Fourier para sinais discretos é denominada DFT (*Discrete Fourier Transform*). Essas transformadas são úteis porque revelam periodicidade nos dados de entrada, bem como as magnitudes relativas de quaisquer componentes periódicos. Em geral, a transformada discreta de Fourier de uma sequência real de números será uma sequência de números complexos do mesmo comprimento (WEISSTEIN, 2002).

A Figura 2.5 mostra um esquema que representa a transformação de uma sequência real em uma sequência de números complexos, a partir da aplicação da DFT direta. A DFT inversa permite a passagem da sequência complexa de volta para a sequência real original.

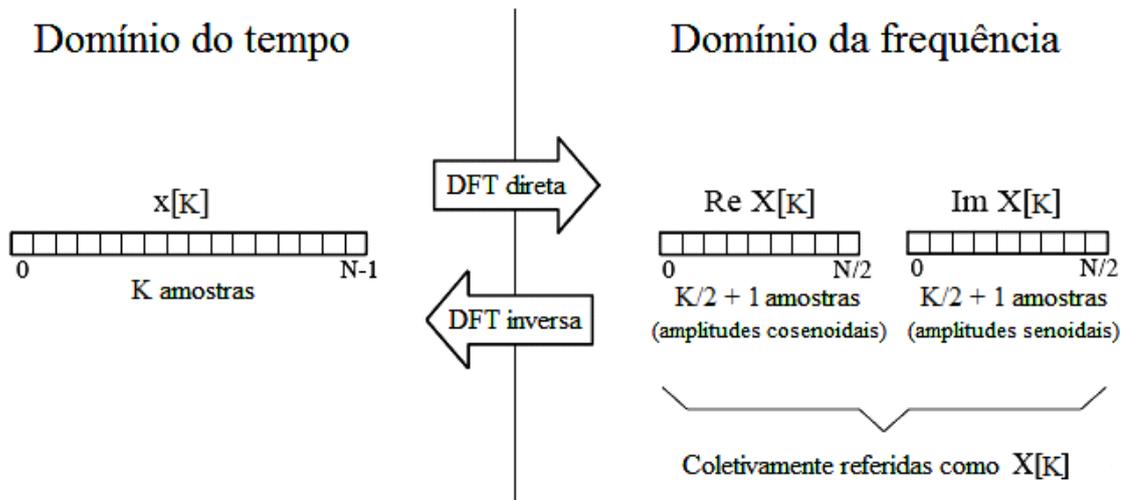


Figura 2.5 – Sequências resultantes da aplicação das DFTs direta e inversa (adaptado de SMITH, 1997).

Uma vez que a parte real e imaginária são obtidas pela aplicação da FFT, é possível obter a magnitude e a fase do sinal. As Equações 2.3 e 2.4 possibilitam a obtenção da magnitude e da fase do sinal em frequência, respectivamente (SMITH, 1997).

$$Mag[K] = \sqrt{Re(X[K])^2 + Im(X[K])^2} \quad (2.3)$$

$$Fase[K] = \arctg \left[\frac{Im(X[K])}{Re(X[K])} \right] \quad (2.4)$$

onde:

- $Mag[K]$ – magnitude em Pa, para $K = 0, 1, 2, \dots, K-1$;
- $Fase[K]$ – fase em graus ou radianos, para $K = 0, 1, 2, \dots, K-1$;
- $Re(X[K])$ – parte real da sequência complexa $X[K]$;
- $Im(X[K])$ – parte imaginária da sequência complexa $X[K]$.

A sequência das magnitudes irá revelar as frequências dos sinais cosenoidais componentes do sinal no tempo, com suas respectivas amplitudes. O deslocamento no tempo de determinado sinal componente do espectro de frequência irá promover um deslocamento em fase, mas não em magnitude. Portanto, para se avaliar as frequências componentes de um sinal, basta realizar a análise do espectro em magnitude (SMITH, 1997).

Um algoritmo muito eficiente, utilizado para o cálculo da DFT, bem como da transformada inversa, é o da Transformada Rápida de Fourier (*Fast Fourier Transform - FFT*). A vantagem principal deste método é a economia de tempo computacional, uma vez que os coeficientes da DFT podem ser calculados iterativamente, reduzindo significativamente o número de operações requeridas para a obtenção da transformada. Dentre os algoritmos mais utilizados para o cálculo da FFT, podemos citar o da decimação no tempo e da decimação em frequência (OPPENHEIM; SCHAFER; BUCK, 1999).

2.3. Sistemas embarcados

Sistemas embarcados são circuitos eletrônicos projetados para atender a uma tarefa específica, sendo, portanto dedicados aos outros sistemas aos quais estão atrelados. Diferentemente dos computadores pessoais (PCs), que são projetados visando atender a diferentes aplicações (sendo, portanto chamados de “propósito geral”), através da rápida alteração do *software* pelo usuário, os sistemas embarcados são aplicados em tarefas pré-definidas, com liberdade para escolha de determinadas funcionalidades, mais limitadas (HEATH, 2003).

Os sistemas embarcados encontram larga aplicação nos mais diversos setores da atividade humana. São encontrados compondo computadores de bordo automotivos, *smartphones*, sistemas de controle de acesso biométrico, controladores de temperatura de ar-condicionado, MP3 players, impressoras, equipamentos de rede, equipamentos portáteis de medição, sistemas de monitoramento médico, entre outras aplicações (EMBEDDED ARCHITECTS, 2017).

Atualmente, alguns sistemas computacionais que têm encontrado larga aplicação como sistemas embarcados, devido à sua portabilidade, baixo custo e robustez são o Raspberry Pi[®], o Beaglebone[®] e o Arduino[®].

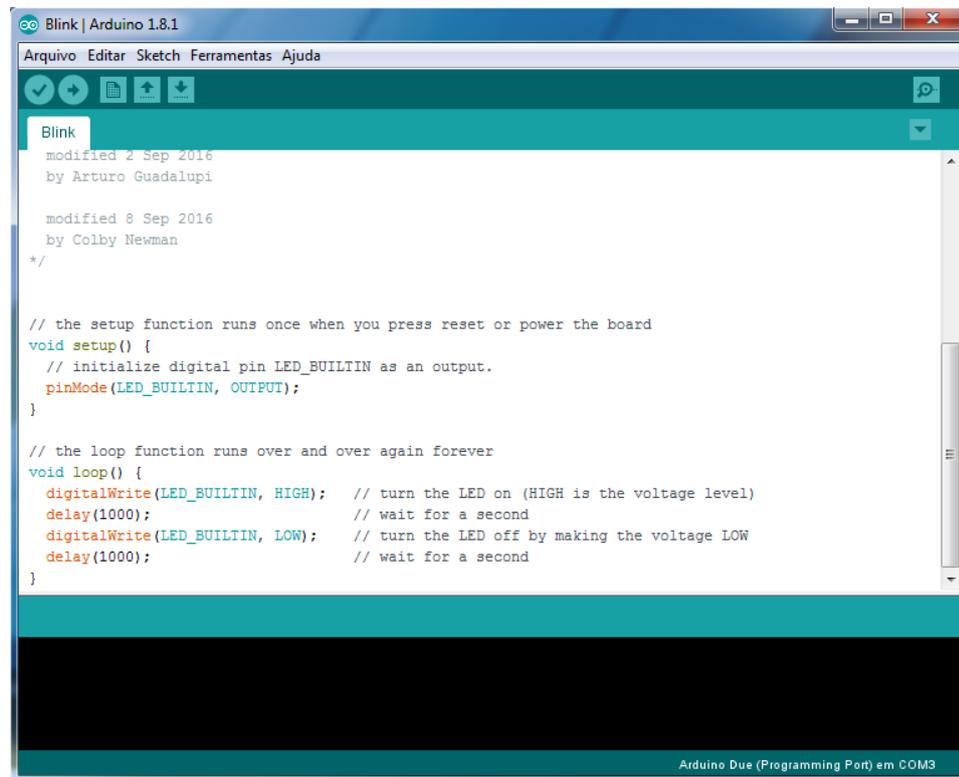
Machado et al. (2011) estudaram a possibilidade de aplicação de um sistema embarcado de monitoramento, sem fio, para o processo de soldagem a arco. O objetivo deste estudo foi conceber um sistema que apresentasse tecnologia própria, escalabilidade, portabilidade, autonomia, baixo custo e simplicidade de operação. Foi escolhido um transdutor de efeito Hall para medir corrente elétrica, e um *encoder* para medir a velocidade de alimentação. O microcontrolador utilizado no sistema embarcado foi o dsPIC33FJ256GP710, que apresenta como características básicas capacidade uma faixa de operação em tensão de 3,0 V a 3,6 V; 256 KB de memória *Flash* de programa; 30 KB de memória SRAM (*Static Random Access Memory*); dois conversores analógico-digitais de até

12 bits; 100 pinos, sendo destes até 85 programáveis como entradas e saídas digitais (MICROCHIP, 2009). Os autores afirmaram que o sistema proposto supriu todos os requisitos enumerados.

2.4.1. Plataforma Arduino®

Arduino® é uma plataforma eletrônica de código aberto baseada em *hardware* e *software* de uso simples. Foi criado com o objetivo de servir de ferramenta a estudantes com pouca experiência em eletrônica ou programação. Com o passar do tempo, sua popularidade cresceu e hoje é utilizada em projetos científicos (ARDUINO, 2017a).

O Arduino® possui um microcontrolador e entradas e saídas analógicas e digitais, permitindo programação e tratamento de I/O (*Input/Output*). Tipicamente, é utilizado em aplicações que requerem condicionamento de sinais de sensores e controle de processos. Sua programação é baseada em linguagem C/C++ e é feita através do Arduino *Software IDE*® (*Integrated Development Environment*). A Figura 2.6 mostra a interface do *software* citado.



```

Blink | Arduino 1.8.1
Arquivo Editar Sketch Ferramentas Ajuda
Blink
modified 2 Sep 2016
by Arturo Guadalupi
modified 8 Sep 2016
by Colby Newman
*/

// the setup function runs once when you press reset or power the board
void setup() {
  // initialize digital pin LED_BUILTIN as an output.
  pinMode(LED_BUILTIN, OUTPUT);
}

// the loop function runs over and over again forever
void loop() {
  digitalWrite(LED_BUILTIN, HIGH); // turn the LED on (HIGH is the voltage level)
  delay(1000); // wait for a second
  digitalWrite(LED_BUILTIN, LOW); // turn the LED off by making the voltage LOW
  delay(1000); // wait for a second
}

Arduino Due (Programming Port) em COM3

```

Figura 2.6 – Plataforma de desenvolvimento de *software* “Arduino Software IDE®”.

O Arduino DUE® é a primeira placa Arduino® baseada em um microcontrolador *ARM Core* de 32 bit. Possui como características principais 54 pinos de entrada e saída digitais,

das quais 12 podem ser usadas como saídas PWM (*Pulse Width Modulation*), 12 entradas analógicas, 2 entradas DAC (conversor digital-analógico), *Clock* de 84 MHz e conexão USB (*Universal Serial Bus*) (ARDUINO, 2017b). A Figura 2.7 mostra a placa citada.

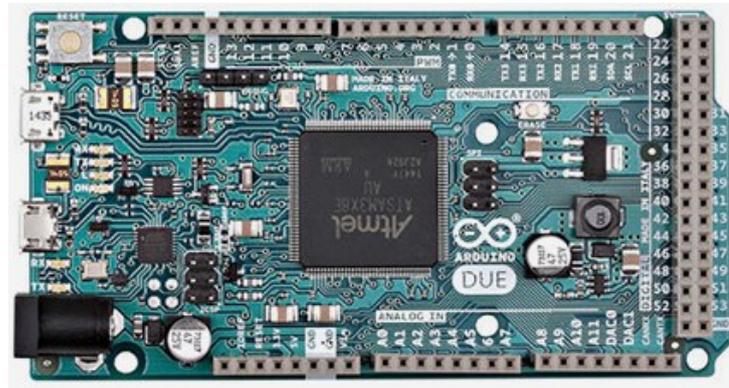


Figura 2.7 – Placa Arduino DUE® (ARDUINO, 2017b).

A Tabela 2.1 contém outras especificações importantes relacionadas à placa, como faixa de tensão de alimentação, tensão e corrente máximas suportadas nas entradas e saídas, memória RAM (*Random Access Memory*), entre outras.

Tabela 2.1 – Características técnicas do Arduino DUE®.

Microcontrolador	AT91SAM3X8E
Tensão de operação	3,3 V
Tensão de entrada (recomendada)	7 a 12 V
Tensão de entrada (limites)	6 a 16 V
Pinos de entradas e saídas digitais	54 (dos quais 12 fornecem saída PWM)
Pinos de entrada analógica	12
Pinos de saída analógica	2 (DAC)
Saída total de corrente contínua em todas as linhas de entrada e saída	130 mA
Corrente contínua para pinos de 3,3 V	800 mA
Corrente contínua para pinos de 5 V	800 mA
Memória <i>Flash</i>	512 kB, todos disponíveis para aplicações de usuário
Memória SRAM	96 kB (dois bancos: 64KB e 32KB)
Velocidade de <i>Clock</i>	84 MHz
Comprimento	101,52 mm
Largura	53,3 mm
Massa	36 g

Para escrever o programa na memória do Arduino®, este último deve estar conectado ao computador no qual se encontra em operação a IDE. Ao finalizar o programa, primeiramente é feita a compilação do mesmo. Se o programa estiver livre de erros, então a IDE faz a gravação do programa na memória da placa, que instantaneamente começa a executá-lo.

Bianchi e Queiroz (2013) avaliaram o comportamento da plataforma Arduino Duemilanove® na execução de algoritmos comuns de processamento digital de sinais no tocante às possibilidades e limitações da plataforma. Entre estes algoritmos de teste, foi utilizado um algoritmo que calcula a Transformada Rápida de Fourier (FFT). Os autores testaram o desempenho do Arduino Duemilanove® na execução deste algoritmo em relação aos tempos de processamento (em ms), em função do número de pontos da FFT. Os números de pontos testados foram 32, 64, 128, 256 e 512 pontos. Os autores ressaltaram que os experimentos realizados serviram de exemplo para mostrar o tipo de precaução que a implementação de processamento digital de áudio na plataforma Arduino® deve contemplar. Estas precauções estão relacionadas aos detalhes de implementação do código, como quantidade de variáveis utilizadas, número e tipo de operações matemáticas empregadas, e quantidade de loops iterativos presentes no código. Além disso, os autores apontaram que há limitações na complexidade das tarefas a serem executadas quando um processamento em tempo real é necessário.

2.4. Incerteza de Medição

Todo resultado de medição contém certa dúvida quanto à sua validade, por várias razões. Dentre elas, pode-se destacar o efeito de variáveis de influência sobre o processo de medição, efeitos estes que podem ser tanto sistemáticos quanto aleatórios. Os efeitos sistemáticos podem ser corrigidos através da aplicação de um fator de correção, já os efeitos aleatórios não podem ser corrigidos devido à sua natureza imprevisível. Desta forma, é preciso levantar o maior número possível de variáveis de influência, de forma que seus efeitos possam ser amenizados, ou eliminados.

Para poder estimar quantitativamente os efeitos citados, garantindo confiabilidade aos resultados de medição, foi criado o conceito de incerteza de medição. A incerteza é definida pelo (INMETRO, 2012) como um “parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas”.

Visando estipular um método padrão para a determinação da incerteza, a ISO (*International Organization for Standardization*), em conjunto com o BIPM (Birô Internacional

de Pesos e Medidas) e outras organizações, publicou em 1993 a primeira edição do *Guia para a Expressão da Incerteza de Medição* (ISO-GUM). A publicação deste documento foi um marco importante para a metrologia moderna, pois permitiu que resultados obtidos em laboratórios de diferentes países pudessem ser comparados. Ainda, este documento representou um grande passo rumo à padronização metrológica mundial.

A versão mais recente do ISO-GUM data de 2008, e nela é proposto o seguinte procedimento para avaliação da incerteza de medição (BIPM, 2008):

- a) Definição do mensurando ou variável de saída;
- b) Identificação das variáveis que podem afetar o resultado da medição (variáveis de entrada ou fontes de influência);
- c) Expressão do mensurando em função das variáveis de influência, através de um modelo matemático;
- d) Avaliação da incerteza-padrão das variáveis de entrada;
- e) Avaliação da incerteza-padrão combinada associada à variável de saída;
- f) Avaliação da incerteza expandida associada à variável de saída;
- g) Expressão do resultado de medição.

A seguir é apresentada uma breve explicação de cada uma das etapas mencionadas.

Definição do mensurando ou variável de saída e identificação das variáveis de influência: Para que o resultado de medição seja confiável, é preciso que o mensurando seja definido adequadamente. Esta definição deve incluir a declaração das condições ambientais, por exemplo, caso estas afetem o resultado da medição. Definido o mensurando, são então identificadas as variáveis de influência que afetam o resultado da medição (valor do mensurando). É importante ressaltar que os efeitos de supostas variáveis de influência podem não ser significativos, o que na verdade torna a estimativa da incerteza de tais grandezas de pouca ou nenhuma utilidade prática, podendo seus efeitos ser desprezados.

Expressão do modelo matemático: A variável de saída y (mensurando) deve ser escrita em função das variáveis de influência x_i por meio de um modelo matemático, como mostra a Eq. (2.5):

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (2.5)$$

Onde: y – estimativa da variável de saída em função das variáveis de entrada; x_i – estimativa das variáveis de entrada.

Avaliação das incertezas-padrão: Existem duas formas de se avaliar a incerteza-padrão, que foram denominadas de avaliação do tipo A e avaliação do tipo B da incerteza. A probabilidade de abrangência da incerteza-padrão é de 68,27%.

Avaliação do tipo A: Quando a variável em questão permite a aplicação de métodos estatísticos para avaliação da incerteza-padrão, então a avaliação será do tipo A. Ela é feita calculando-se o desvio-padrão da média das n observações, conforme a Eq. (2.6).

$$u(x) = \sqrt{\frac{s^2}{n}} \quad (2.6)$$

Onde: $u(x)$ - incerteza-padrão da variável x ; s - desvio-padrão experimental; n – tamanho da amostra.

Se o valor do número de observações for menor ou igual a trinta ($n \leq 30$), a distribuição de probabilidades que a série de observações do mensurando assume é a *t-student*. Caso contrário ($n > 30$), a distribuição assumida será a normal.

Avaliação do tipo B: Quando não é possível aplicar procedimentos estatísticos sobre a variável em questão, utiliza-se a avaliação do tipo B. Esta é baseada em informações relevantes obtidas em manuais, certificados de calibração, especificações de fabricantes, além da experiência do operador a respeito do procedimento de medição. Neste caso são usadas distribuições de probabilidade, como a retangular, a triangular, a normal e a *t-student* para avaliar quantitativamente a incerteza-padrão. A escolha da distribuição depende da quantidade de informação disponível sobre a variável e a forma como ela é apresentada.

Nos casos onde somente seja possível estimar extremos para a variável de entrada, de modo que a probabilidade da variável estar dentro do intervalo delimitado por estes extremos seja 1 (um) e fora seja 0 (zero); onde não há conhecimento específico sobre os possíveis valores que a variável de entrada possa assumir dentro do intervalo, utiliza-se a distribuição retangular para se estimar a incerteza-padrão. Nesta distribuição, que possui infinitos graus de liberdade, é igualmente provável que a variável de entrada esteja em qualquer lugar do intervalo considerado. A estimativa da incerteza-padrão é feita então ao dividir-se a estimativa da variável por raiz de três, conforme a Eq. (2.7):

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (2.7)$$

onde a é a variável do modelo matemático em avaliação. Quando o sistema de medição é digital, a incerteza-padrão deve ser calculada dividindo-se a estimativa da variável por duas vezes a raiz de três, conforme a Eq. (2.8):

$$u(x) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (2.8)$$

Em outras circunstâncias, é razoável esperar que a variável de entrada assuma valores mais próximos da média, e então se pode aplicar uma distribuição triangular, também com infinitos graus de liberdade. A incerteza-padrão nestas situações é calculada dividindo-se a estimativa da variável por raiz de seis, conforme mostra a Eq. (2.9):

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (2.9)$$

O uso das distribuições normal ou *t-student* se dá quando a fonte de incerteza é proveniente de um certificado de calibração. Neste documento estarão declaradas informações como a incerteza expandida associada à calibração e o fator de abrangência, como também a probabilidade de abrangência. Para se obter a incerteza-padrão da calibração, por exemplo, divide-se a incerteza expandida declarada por um fator de abrangência (k) (Eq. (2.10))

$$u(x_i) = \frac{U(\text{Cal})}{k} \quad (2.10)$$

Onde: $U(\text{Cal})$ - incerteza expandida expressa no certificado de calibração; k - fator de abrangência declarado no certificado de calibração do sistema de medição.

Avaliação da incerteza-padrão combinada: Para cálculo da incerteza-padrão, aplica-se a lei de propagação de incertezas no modelo matemático expresso pela Eq. (2.11). Desta forma, a Eq. (2.15) é obtida.

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} [u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j)] \quad (2.11)$$

Onde: $u_c(y)$ - incerteza-padrão combinada da variável de saída; $r(x_i, x_j)$ - coeficiente de correlação entre as estimativas x_i e x_j .

As derivadas parciais presentes na Eq. 2.15 representam os coeficientes de sensibilidade de cada variável de entrada x_i , e medem o quanto a variável de saída y é afetada por modificações nos valores das estimativas das variáveis de entrada x_i . Estes coeficientes podem, por vezes, ser determinados experimentalmente (BIPM, 2008).

O segundo termo da direita da Eq. (2.11), contendo $r(x_i, x_j)$, só irá aparecer se houver correlação entre as grandezas de entrada x_i e x_j . Caso não haja correlação, este termo pode ser desprezado, e a lei de propagação de incertezas assume a forma simplificada, expressa pela Eq. (2.12):

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (2.12)$$

Avaliação da incerteza expandida: A incerteza-padrão combinada possui probabilidade de abrangência de 68,27%, e pode ser usada universalmente para expressar a incerteza de um resultado de medição (BIPM, 2008). Porém, existem aplicações que requerem um nível maior de confiabilidade, como aplicações em medicina e engenharia. Para tais efeitos, multiplica-se a incerteza-padrão combinada por um fator de abrangência (k), de modo que o nível de confiança aumente de 68,27% para 95,45%. A incerteza com probabilidade de abrangência de 95,45% é denominada incerteza expandida (U), e é a mais adequada para se expressar resultados de medição a nível industrial. A incerteza expandida é então calculada conforme a Eq. (2.13):

$$U(y) = k \cdot u_c(y) \quad (2.13)$$

Cálculo dos graus de liberdade efetivos e determinação do fator de abrangência:

Para se determinar o fator de abrangência presente na Eq. (2.14) é preciso primeiramente calcular os graus de liberdade efetivos da medição, por meio da equação de Welch-Satterwaite, expressa pela Eq. (2.18):

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u^4(y_i)}{v_i}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{[u(x_i) \cdot c_i(x_i)]^4}{v_i}} \quad (2.14)$$

Onde: $u_c(y)$ - incerteza-padrão combinada da variável de saída; $u(x_i)$ - incerteza-padrão de cada variável de entrada; $c_i(x_i)$ - coeficiente de sensibilidade do mensurando em relação a cada variável de entrada x_i ; $u(y_i)$ - incerteza-padrão de cada variável de entrada na unidade do mensurando ou variável de saída; v_i - graus de liberdade de cada variável de entrada; N - número de variáveis de entrada.

Os graus de liberdade efetivos devem ser utilizados para determinar o fator de abrangência, através da utilização da tabela *t-student*. Esse fator estará situado geralmente entre 2 e 3, ampliando assim o intervalo de valores atribuídos à incerteza-padrão combinada.

Expressão do resultado de medição: a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005) recomenda que o resultado de medição que leva em conta a incerteza expandida deve ser expresso da forma $(\bar{y} \pm U(y))$, na qual \bar{y} configura o valor médio da variável de saída. É preciso declarar também o valor do fator de abrangência e a probabilidade de abrangência.

2.5. Planejamento de experimentos

O planejamento de experimentos designa uma área de estudos que desenvolve técnicas de realização de ensaios e análise estatística de resultados de experimentos (SANTOS, 2012). Por meio do planejamento, pode-se determinar quais das variáveis de processo influenciam significativamente sobre o desempenho do mesmo (MONTGOMERY; RUNGER, 2009).

Montgomery e Runger (2009) enumeraram algumas aplicações típicas de experimentos planejados em projetos de engenharia, que são:

- Avaliação e comparação de configurações básicas de projeto;
- Avaliação de materiais diferentes;
- Seleção de parâmetros de projeto, de modo que o produto trabalhe bem sob uma ampla variedade de condições de campo (ou de modo que o projeto seja robusto);
- Determinação dos parâmetros-chave do projeto que afetem o desempenho do produto.

Dentre as técnicas de planejamento de experimentos, destacam-se o planejamento fatorial e a análise de variância (ANOVA).

2.5.1. Planejamento fatorial

Quando os experimentos envolvem o estudo do efeito de dois ou mais fatores, é conveniente a utilização de um planejamento fatorial. Nestes casos, essa técnica mostra-se mais eficiente que os planejamentos que contemplam apenas um fator (CARPINETTI, 2009).

Para se executar um planejamento fatorial, seleciona-se um número fixo de níveis de cada uma das variáveis (fatores), e então se realizam os experimentos em todas as combinações possíveis. Os fatores podem ser quantitativos ou qualitativos. A título de exemplo, um fator quantitativo pode ser representado por duas temperaturas diferentes, e um fator qualitativo, pela presença ou ausência de algum composto (BOX; HUNTER; HUNTER, 2005).

Nos planejamentos fatoriais 2^k , q fatores são testados em 2 níveis, o que resulta em 2^q combinações. Por exemplo, em um experimento fatorial 2^3 , tem-se 3 fatores de controle em 2 níveis (codificados por +1 e -1), resultando em $2^3 = 8$ combinações. A Tabela 2.2 mostra uma matriz de planejamento para um planejamento 2^3 (CARPINETTI, 2009).

Tabela 2.2 - Matriz de planejamento para um experimento 2^3 .

Teste	Variáveis		
	X_1	X_2	X_3
1	-1	-1	-1
2	+1	-1	-1
3	-1	+1	-1
4	+1	+1	-1
5	-1	-1	+1
6	+1	-1	+1
7	-1	+1	+1
8	+1	+1	+1

2.5.2. Análise de variância (ANOVA)

A análise de variância (ANOVA) é uma técnica utilizada para aceitar ou rejeitar, estatisticamente, as hipóteses investigadas com os experimentos. O objetivo dessa técnica é analisar a variação média dos resultados dos testes e demonstrar quais são os fatores que realmente produzem efeitos (principais e de interação) significativos nas respostas de um sistema (GALDÁMEZ, 2002).

Nessa técnica são testadas hipóteses pela decomposição da variabilidade total dos dados em partes componentes, comparando-se posteriormente os elementos dessa

decomposição (MONTGOMERY; RUNGER, 2009). Para um caso de comparação de mais de dois tratamentos, com réplicas realizadas em cada tratamento, a soma de quadrados total é decomposta conforme a Eq. (2.15):

$$SQT = SQ_{dentro} + SQ_{entre} \quad (2.15)$$

Onde SQ_{entre} é a soma de quadrados entre tratamentos, SQ_{dentro} é a soma de quadrados dentro dos tratamentos e SQT é a soma de quadrados total.

Os resultados da ANOVA são apresentados em um quadro, como o mostrado na Tabela 2.3. Nesse quadro, são inseridos as somas de quadrados, os graus de liberdade e os quadrados médios avaliados entre tratamentos e dentro dos tratamentos, além da razão entre quadrados médios, que configura a estatística F (SANTOS, 2012). As Equações de 2.16 a 2.19 são usadas para se calcular as variáveis do quadro apresentado na Tab. 2.3.

Tabela 2.3 – Quadro de análise de variância.

Fonte de variação (FV)	Soma de quadrados (SQ)	Grau de liberdade (GL)	Quadrado médio (QM)	Razão entre QM (F)
Entre (Efeito)	SQ_{entre}	t-1	QM_{entre}	$F_{obs} = \frac{QM_{entre}}{QMR}$
Dentro (Resíduo)	SQ_{dentro}	N-t	QMR	
Total	SQT	N-1		

$$SQ_{entre} = \sum_{j=1}^t \sum_{i=1}^{n_j} (y_{ji} - \bar{y}_j)^2 \quad (2.16)$$

$$SQ_{dentro} = \sum_{j=1}^t n_j (\bar{y}_j - \bar{y}_g)^2 \quad (2.17)$$

$$QM_{entre} = \frac{SQ_{entre}}{t-1} \quad (2.18)$$

$$QMR = \frac{SQ_{dentro}}{N-t} \quad (2.19)$$

Onde:

- N é o número de experimentos,
- t é o número de tratamentos,
- QM_{entre} é o quadrado médio entre tratamentos,

- QMR é o quadrado médio dentro dos tratamentos,
- \bar{y}_g é a média geral,
- \bar{y}_j é a média do j-ésimo tratamento,
- n_j é o número de elementos do j-ésimo tratamento,
- y_{ji} é o i-ésimo elemento do j-ésimo tratamento,
- F_{obs} é o valor encontrado para a estatística F.

Para determinar se existe diferença significativa entre as médias dos tratamentos, utiliza-se a razão entre quadrados médios e os graus de liberdade entre e dentro dos tratamentos para se determinar a estatística F, com um nível de significância α usualmente aceito. O valor encontrado para a estatística (F_{obs}) é então comparado ao valor de F tabelado (F_α). Caso $F_{obs} > F_\alpha$, considera-se que há diferença significativa entre as médias (CARPINETTI, 2009).

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Este capítulo expõe a metodologia proposta para se atingir o objetivo principal deste trabalho, que é desenvolver um sistema embarcado de baixo custo para monitoramento das frequências dos sinais de ruído emitidos pelo analisador de composição química portátil durante as medições realizadas em campo. Para tanto, esta metodologia foi dividida nas seguintes etapas: planejamento dos experimentos, escolha do material para fabricação dos corpos de prova, fabricação dos corpos de prova, obtenção dos valores de composição química de referência, desenvolvimento de um programa em LabVIEW® para aquisição de sinais acústicos, execução dos experimentos, desenvolvimento do sistema embarcado a ser acoplado no equipamento em campo, programação do *hardware*, verificação do sistema embarcado, definição dos critérios de aceitação, e validação.

3.1. Planejamento dos experimentos

Com o objetivo de avaliar o efeito dos fatores geometria da superfície da amostra e distância de posicionamento vertical nos valores de composição química fornecidos por um espectrômetro portátil utilizado para fazer a análise da composição química em campo foi proposto um planejamento fatorial completo 3x8.

O fator geometria da superfície foi avaliado em três níveis, quais sejam: plana (-1); cilíndrica de 8,66 polegadas (220 mm) de diâmetro (0), e de 12,80 polegadas (325 mm) de diâmetro (+1). Enquanto que a distância de posicionamento vertical foi avaliada em oito níveis: 0 mm (-4), 0,1 mm (-3), 0,2 mm (-2), 0,3 mm (-1), 0,4 mm (+1), 0,5 mm (+2), 0,6 mm (+3) e 0,7 mm (+4). A Tabela 3.1 mostra a matriz do planejamento fatorial completo proposto.

Tabela 3.1 - Matriz de planejamento para o experimento fatorial completo 3x8.

Experimento	Fator 1: Geometria da superfície	Fator 2: Distância (mm)
1	-1 (Plana)	-4 (0 mm)
2	0 (Cilíndrica 1)	-4 (0 mm)
3	+1 (Cilíndrica 2)	-4 (0 mm)
4	-1 (Plana)	-3 (0,1 mm)
5	0 (Cilíndrica 1)	-3 (0,1 mm)
6	+1 (Cilíndrica 2)	-3 (0,1 mm)
7	-1 (Plana)	-2 (0,2 mm)
8	0 (Cilíndrica 1)	-2 (0,2 mm)
9	+1 (Cilíndrica 2)	-2 (0,2 mm)
10	-1 (Plana)	-1 (0,3 mm)
11	0 (Cilíndrica 1)	-1 (0,3 mm)
12	+1 (Cilíndrica 2)	-1 (0,3 mm)
13	-1 (Plana)	+1 (0,4 mm)
14	0 (Cilíndrica 1)	+1 (0,4 mm)
15	+1 (Cilíndrica 2)	+1 (0,4 mm)
16	-1 (Plana)	+2 (0,5 mm)
17	0 (Cilíndrica 1)	+2 (0,5 mm)
18	+1 (Cilíndrica 2)	+2 (0,5 mm)
19	-1 (Plana)	+3 (0,6 mm)
20	0 (Cilíndrica 1)	+3 (0,6 mm)
21	+1 (Cilíndrica 2)	+3 (0,6 mm)
22	-1 (Plana)	+4 (0,7 mm)
23	0 (Cilíndrica 1)	+4 (0,7 mm)
24	+1 (Cilíndrica 2)	+4 (0,7 mm)

De acordo com a Tab. 3.1, foram executados 24 experimentos, sendo que cada um deles foi efetuado três vezes, totalizando 72 experimentos. O tratamento dos dados foi efetuado utilizando-se a técnica estatística de Análise de Variância (ANOVA), por meio do *software* Statistica 7.0.

As análises de composição química foram realizadas por meio do espectrômetro portátil Belec Compact Port HLC[®], Fig. 3.1. Completa o sistema um computador com o *software* Belec Win 21[®] dedicado, para operação adequada do sistema e exibição dos resultados das análises, podendo ser operado por *touch screen*. Além disso, o *software* calcula parâmetros estatísticos básicos como média e desvio padrão dos resultados.

Este espectrômetro funciona de acordo com o princípio de emissão ótica, possibilitando a detecção da presença de até 70 elementos químicos em uma amostra. As descargas elétricas envolvidas na análise química são efetuadas quando o operador aciona a sonda de medição. A Figura 3.1 mostra o espectrômetro citado sendo utilizado em campo.



Figura 3.1 – Espectrômetro Belec Compact Port HLC[®] sendo utilizado em campo (BELEC SPEKTROMETRIE OPTO-ELEKTRONIK GMBH, 2010).

Para realizar o monitoramento das frequências dos sinais de ruído emitidos pelo espectrômetro, foi utilizado um sistema de medição incluindo um microfone e uma placa de aquisição de dados. O microfone utilizado (Fig. 3.2), que apresenta princípio de funcionamento capacitivo, é do modelo 378B02 de diâmetro de meia polegada, fabricado pela PCB Piezotronics, que apresenta resolução de 50 mV/Pa, uma faixa nominal de 146 dB e uma resposta em frequência de 3,15 Hz a 20 000 Hz. Este modelo já apresenta um pré-amplificador embutido, modelo 426E01, e possui um comprimento total de 91,9 mm.



Figura 3.2 – Microfone PCB modelo 378B02 (PCB PIEZOTRONICS, 2018).

A placa de aquisição de dados utilizada no monitoramento das frequências dos sinais de ruído é do modelo NI 9233, fabricado pela National Instruments (Fig. 3.3). Esta placa apresenta resolução de 24 bits, quatro canais BNC (*Bayonet Neill-Concelman*) que suportam ± 5 V de entrada. A placa ainda apresenta um módulo de saída USB, para conexão direta com um computador.



Figura 3.3 – Placa de aquisição de sinais NI 9233 (TZSUPPLIES, 2018).

A montagem experimental utilizada nos experimentos propostos está esquematizada na Fig. 3.4. O microfone PCB foi acoplado próximo à interface entre o bocal da sonda e a superfície analisada, e foi conectado diretamente em um dos terminais BNC de entrada da placa NI 9233. Esta por sua vez, foi conectada diretamente a um computador para transferência dos dados adquiridos, por interface USB.

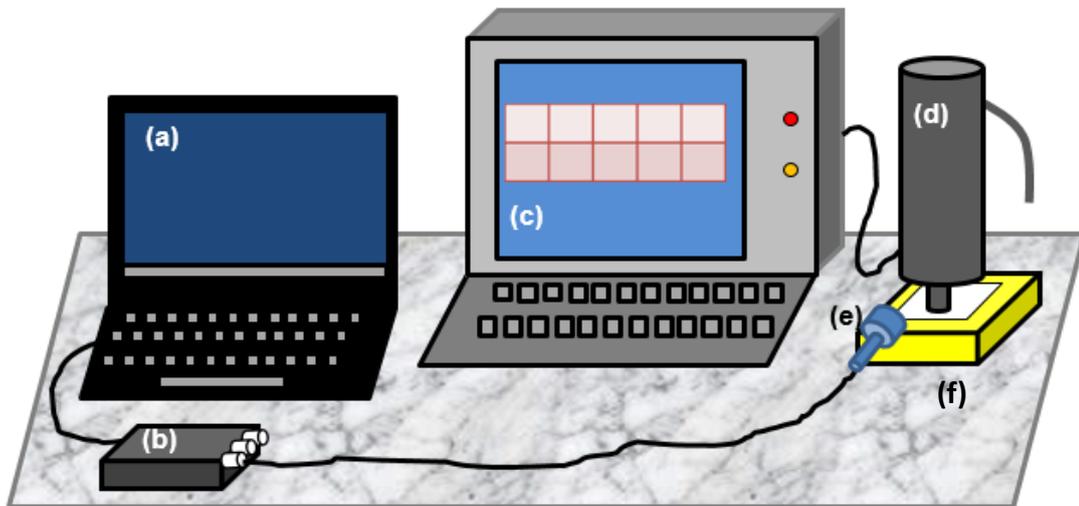


Figura 3.4 – Diagrama representativo da montagem experimental: (a) computador com programa de aquisição de sinais acústicos; (b) placa de aquisição; (c) espectrômetro com interface para usuário; (d) sonda do espectrômetro; (e) microfone para aquisição de sinais acústicos; (f) suporte fixador com corpo de prova posicionado abaixo do bocal da sonda.

Para fixação da sonda foi utilizado o suporte projetado e fabricado para esta finalidade (Fig. 3.5). Este suporte foi fabricado em alumínio. O desenho técnico do projeto do suporte se encontra no Anexo I. Os graus de liberdade de movimentação do suporte são mostrados na Fig. 3.9.



Figura 3.5 – Suporte fabricado para fixação da sonda de medição.

O suporte permitiu a fixação da sonda em uma posição em que o bocal da mesma estivesse encostado à superfície do corpo de prova a ser analisado, de modo que o eixo da

sonda ficasse perpendicular à essa mesma superfície. Três calços de aço foram fabricados para elevar o suporte de forma que os corpos de prova pudessem ser posicionados abaixo da sonda.

Para materializar os diferentes valores de distâncias verticais contempladas no planeamento, foram utilizadas pilhas de folhas de papel de 0,1 mm de espessura, aproximadamente. Estas folhas foram empilhadas (Fig. 3.6) visando materializar as dimensões (0,1 mm; 0,2 mm; 0,3 mm; 0,4 mm; 0,5 mm; 0,6 mm; e 0,7 mm) e posicionadas sob as bases dos calços do dispositivo (Fig. 3.7). Durante a realização dos experimentos, a temperatura das pilhas equivaleu à temperatura ambiente, que foi de 20 °C, e a umidade relativa do ar não foi avaliada, de modo que foi desprezado o efeito da umidade relativa na espessura das pilhas de folhas de papel.

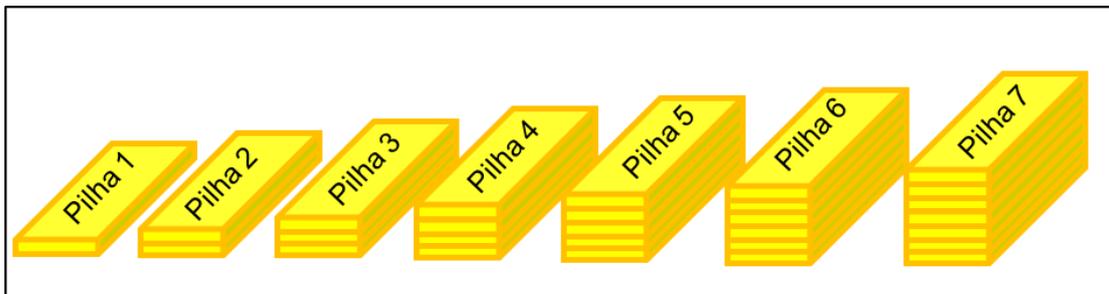


Figura 3.6 – Pilhas de folhas de papel de diferentes espessuras utilizadas para materializar as diferentes distâncias.

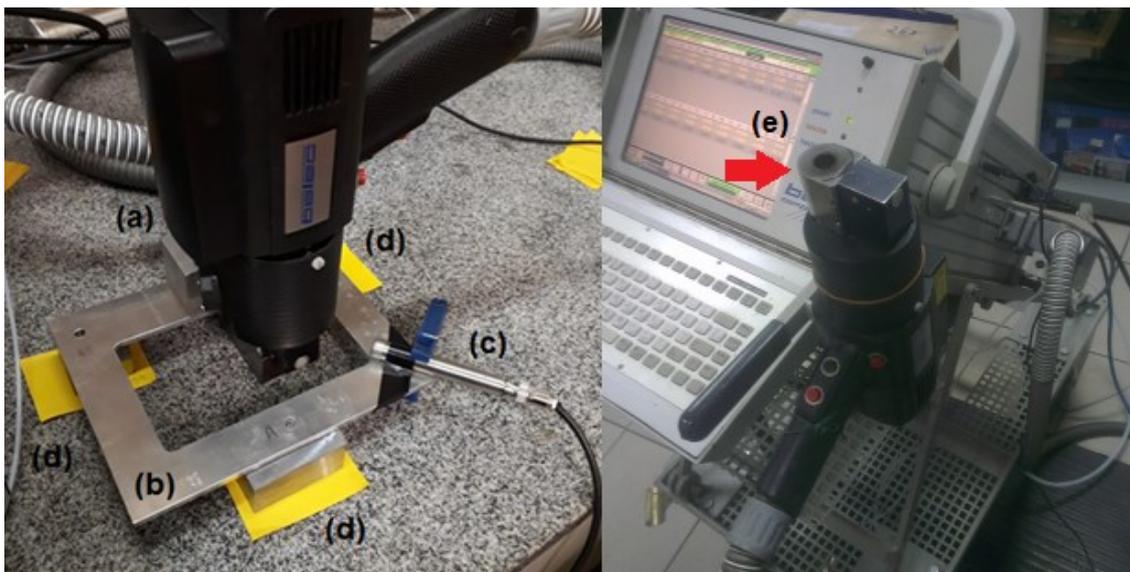


Figura 3.7 – Dispositivo de fixação com calços de aço e pilhas de folhas de papel: sonda do espectrômetro (a); dispositivo de fixação (b); microfone PCB (c); pilhas de folhas de papel (d); bocal da sonda (e). Foto da direita retirada de (PROM PORTAL, 2018).

Cada uma das pilhas de folhas de papel utilizadas (21 no total) passaram por um controle dimensional, em que a sua espessura foi medida utilizando um micrômetro para dimensões externas com resolução de 0,001 mm e faixa nominal de 25 mm, do fabricante Mitutoyo. No certificado de calibração desse micrômetro, de número 02099/13 (Anexo II), a incerteza expandida declarada para a calibração é de 2 μm , para um fator de abrangência k de 2,08 com probabilidade de abrangência de 95 %. Além disso, é declarada uma incerteza associada aos desvios de planeza das superfícies de medição fixa e móvel igual a 2 μm ; e uma incerteza associada ao desvio de paralelismo entre as superfícies de medição no valor de 3 μm , todas com fator de abrangência k de 2,00 e probabilidade de abrangência de 95 %. A espessura de cada pilha foi medida cinco vezes a temperatura ambiente de $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$. A incerteza associada à medição da espessura foi avaliada utilizando o método GUM proposto no “Guia para a Expressão da Incerteza de Medição” (INMETRO, 2012). A Equação (3.1) mostra o modelo matemático utilizado nesta avaliação:

$$E = \bar{x} + \Delta R_m + \Delta I + \Delta D_{PI(F)} + \Delta D_{PI(M)} + \Delta D_{Pr} \quad (3.1)$$

Onde:

- E é a espessura da pilha de folhas de papel, em mm;
- \bar{x} é a média dos cinco valores indicados pelo micrômetro, em mm;
- ΔR_m é a correção associada à resolução do micrômetro, em mm;
- ΔI é a correção associada à incerteza da calibração do micrômetro, em mm;
- $D_{PI(F)}$ é a correção associada à incerteza do desvio de planeza da superfície de medição fixa, em mm;
- $D_{PI(M)}$ é a correção associada à incerteza do desvio de planeza da superfície de medição móvel, em mm;
- D_{Pr} é a correção associada à incerteza do desvio de paralelismo entre as superfícies de medição, em mm.

3.2. Escolha do material para fabricação dos corpos de prova

Nesta etapa foi escolhido o material para a fabricação dos corpos de prova para realização dos experimentos, bem como para obtenção de valores de composição química de referência. Propôs-se a utilização de um dos aços contemplados na norma API 5L (*Instituto Americano de Petróleo*) para realização das análises químicas, devido a seu uso amplo na fabricação de tubos para a indústria de petróleo e gás. O aço API X65 foi

selecionado para fabricação de todos os corpos de prova em função da disponibilidade deste material.

3.3. Fabricação dos corpos de prova

Os corpos de prova para realização dos ensaios foram fabricados a partir de amostras removidas de dutos de aço API X65 (Fig. 3.8), por meio de processos de usinagem convencional, em três geometrias diferentes, a saber: plana, cilíndrica de 220 mm de diâmetro e cilíndrica de 325 mm de diâmetro. Os corpos de prova de superfície plana foram removidos dos dutos de diâmetro de 220 mm, de forma que a seção transversal do duto foi considerada como sendo a superfície plana. Para os corpos de prova com forma plana foi estipulada uma tolerância de 100 μm para limitar o desvio de planeza da superfície a ser analisada e o desvio de paralelismo entre ela e a base do corpo de prova. Para as amostras com formato cilíndrico uma tolerância de cilindridade de 100 μm foi indicada. Estas tolerâncias foram estipuladas para que as imperfeições geométricas das superfícies dos corpos de prova não afetassem significativamente os resultados das análises de composição química.

Foram retirados dos dutos três corpos de prova de cada geometria de superfície definida no planejamento de experimentos, segundo os desenhos que encontram-se no Apêndice I. Os corpos de prova de superfície plana foram identificados pelas letras A, B e C, e como os dois lados do corpo de prova foram utilizados nas análises, cada lado recebeu a numeração I ou II, de modo que as superfícies receberam a identificação AI, AII, BI, BII, CI e CII. Os corpos de prova de superfície cilíndrica de diâmetro de 220 mm receberam a nomenclatura D, E e F, e os de superfície cilíndrica de diâmetro de 325 mm receberam a nomenclatura G, H e I.



Figura 3.8 – Dutos compostos de aço X65 de 220 mm de diâmetro (a) e de 325 mm de diâmetro (b).

Para que o acabamento superficial não se tornasse uma variável de influência significativa nos resultados, foi estipulada uma tolerância para a rugosidade R_a no valor de $0,8 \mu\text{m}$, que é um valor de rugosidade normalmente obtido no processo de torneamento cilíndrico externo. Os cilindros dos quais os corpos de prova foram removidos foram torneados por uma empresa terceirizada, e os corpos de prova foram removidos dos mesmos por processos de usinagem realizados no LTAD. As folhas de planificação dos dutos, usadas para a contratação do serviço de usinagem, encontram-se no Apêndice II.

3.3.1. Controle dimensional e geométrico dos corpos de prova

A medição dos desvios de planeza e de paralelismo dos corpos de prova planos foi efetuada utilizando uma máquina de medir por coordenadas (MMC) do tipo Ponte Móvel, modelo BRM-443[®], manual, do fabricante Mitutoyo[®]. Esta máquina tem resolução de $1 \mu\text{m}$ e volume de trabalho de $400 \times 400 \times 300 \text{ mm}$ para os eixos X, Y e Z, respectivamente. Durante a medição foi utilizada uma ponta única com esfera de rubi com 2 mm de diâmetro. O certificado de calibração da mesma, de número 07081/13 (Anexo III), declara uma incerteza expandida associada ao eixo X de $(0,8 + L/1500) \mu\text{m}$ com $k = 2,03$, para o eixo Y de $(0,8 + L/3000) \mu\text{m}$ com $k = 2,08$, e para o eixo Z de $(0,9 + L/2900) \mu\text{m}$ com $k = 2,11$, em que L representa o valor da coordenada correspondente. O erro de apalpação é igual a

$(1,9 \pm 1,2) \mu\text{m}$, com $k = 2,00$. A probabilidade de abrangência para todas as incertezas citadas é de 95 %.

Para a medição do desvio de planeza foram apalpados trinta pontos na superfície de interesse, com três repetições para cada superfície. O desvio de paralelismo foi avaliado tomando-se como referência o desempenho da própria MMC, também trinta pontos foram apalpados para cada superfície, e três repetições foram executadas. Os desvios de cilindricidade não foram verificados porque o programa da MMC não foi capaz de reconhecer a geometria cilíndrica das superfícies.

A incerteza associada à medição dos desvios de planeza e de paralelismo foi calculada utilizando o modelo matemático dado na Eq. (3.2), onde M é o valor do mensurando.

$$M = \bar{L} + \Delta R_{MMC} + \Delta I_A + \Delta I_{CMMC} \quad (3.2)$$

Nesta equação, \bar{L} é a média dos valores do mensurando; ΔR_{MMC} é a correção devido à resolução da MMC; ΔI_A é a correção devido à incerteza padrão de apalpação da MMC; e ΔI_{CMMC} é a correção devido à incerteza associada à calibração da MMC.

A medição da rugosidade (parâmetro R_a) dos corpos de prova foi efetuada com o interferômetro modelo TALYSURF CLI 2000[®] fabricado pela Taylor Hobson[®] (certificado de calibração número 030/16, Anexo IV). O gerenciamento das medições e a obtenção dos dados foram efetuadas por intermédio do programa computacional Talysurf CLI 2000[®]. O certificado de calibração citado declara uma incerteza expandida associada à calibração do interferômetro de $\pm 0,30 \mu\text{m}$ para $R_a = 6,00 \mu\text{m}$ k igual a 2,00 e probabilidade de abrangência de 95 %. Esta incerteza representa em porcentagem 5 % do valor medido.

Durante a medição foi utilizada a luz branca (CLA Gauge), que possibilita a realização de medições com resolução de $0,01 \mu\text{m}$. Foram efetuados cinco ciclos de medição utilizando comprimento de amostragem de $0,8 \text{ mm}$ e comprimento de avaliação de 4 mm . No perfil bruto foi aplicado o filtro de Gauss.

Para avaliação da incerteza associada à medição do Parâmetro R_a foi utilizado o modelo matemático mostrado na Eq. (3.3).

$$R_A = \overline{R_A} + \Delta R_{Int} + \Delta I_{C_{Int}} \quad (3.3)$$

Onde:

- $\overline{R_A}$ é a média aritmética dos valores indicados pelo interferômetro, em μm ;
- ΔR_{Int} é a correção associada à resolução do interferômetro, em μm ;

- Δ/C_{Int} é a correção da incerteza associada à calibração do interferômetro, em μm .

3.4 Obtenção dos valores de composição química de referência

Os valores de composição química de referência foram obtidos a partir da análise de composição química de três corpos de prova utilizando o espectrômetro de bancada GDS 500A, do fabricante LECO. O procedimento de verificação do espectrômetro, bem como a verificação da homogeneidade de composição química ao longo da espessura das amostras usadas para determinação dos valores de referência, são descritos nos Apêndices III e IV, respectivamente.

3.5. Programação em LabVIEW para aquisição de sinais de ruído emitidos pelo espectrômetro portátil

A programação em LabVIEW para aquisição de sinais de ruído emitidos pelo espectrômetro portátil foi desenvolvida em várias etapas, que são descritas em detalhes no Apêndice V.

3.6. Execução dos Experimentos

Para realização dos testes com o espectrômetro Belec Compact Port HLC[®] foram executadas as seguintes etapas.

3.6.1 Posicionamento e fixação da sonda

Inicialmente a sonda do espectrômetro foi fixada no suporte. Para a realização dos ensaios propostos, os corpos de prova foram posicionados na parte inferior vazada do suporte, e o bocal da sonda foi posicionado de encontro à superfície dos mesmos. Por sua vez, o microfone PCB 378B02 utilizado na captação dos sinais de ruído foi afixado na base do suporte, próximo do contato entre a sonda e a superfície do corpo de prova. A Figura 3.9 mostra a configuração utilizada nos testes.

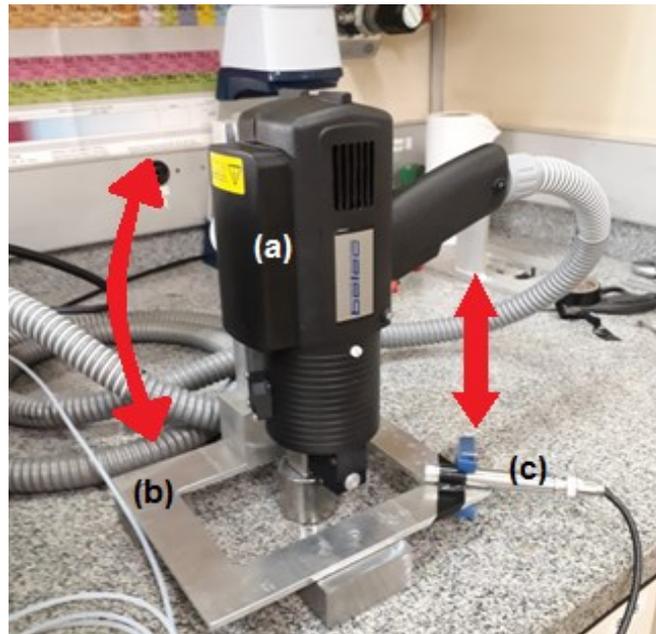


Fig 3.9 – Sonda (a) acoplada ao dispositivo de fixação (b). Microfone (c) afixado na base do suporte. As setas em vermelho indicam os graus de liberdade de movimentação do suporte da sonda.

O programa Belec Win 21[®] do espectrômetro Belec Compact Port HLC[®] requer a realização de uma rotina de calibração, utilizando um procedimento recomendado pelo próprio fabricante. Neste procedimento, foram analisadas amostras padrão, visando ajustar a resposta das análises de cada elemento químico medido pelo espectrômetro.

3.6.2 Realização dos ensaios propostos no planejamento de experimentos

Os experimentos definidos por meio do planejamento fatorial foram conduzidos no Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES - Petrobrás) utilizando o espectrômetro portátil Belec Compact Port HLC[®] e o programa Belec Win 21[®]. Paralelamente à execução da análise química, foi efetuado o monitoramento do ruído emitido pelo espectrômetro portátil, utilizando a placa de aquisição de sinais NI 9233 e o microfone PCB 378B02.

O espectrômetro apresenta diferentes configurações para ensaiar materiais diversos, como aços de baixa liga, aços de alta liga, aços rápidos e outros. Para analisar quimicamente os corpos de prova de aço X65, foi selecionada a opção de análise de aços de baixa liga (*Low Alloyed Steel*).

O programa Belec Win 21[®] permite o armazenamento dos valores de composição química obtidos no disco rígido do computador que acompanha o espectrômetro. Além disso, este computador mostra os valores de composição química obtidos nas medições em

tempo real. A Figura 3.10 mostra a tela do computador apresentando valores de composição química obtidos em uma análise de aço de baixa liga em % de peso para até 14 elementos químicos.

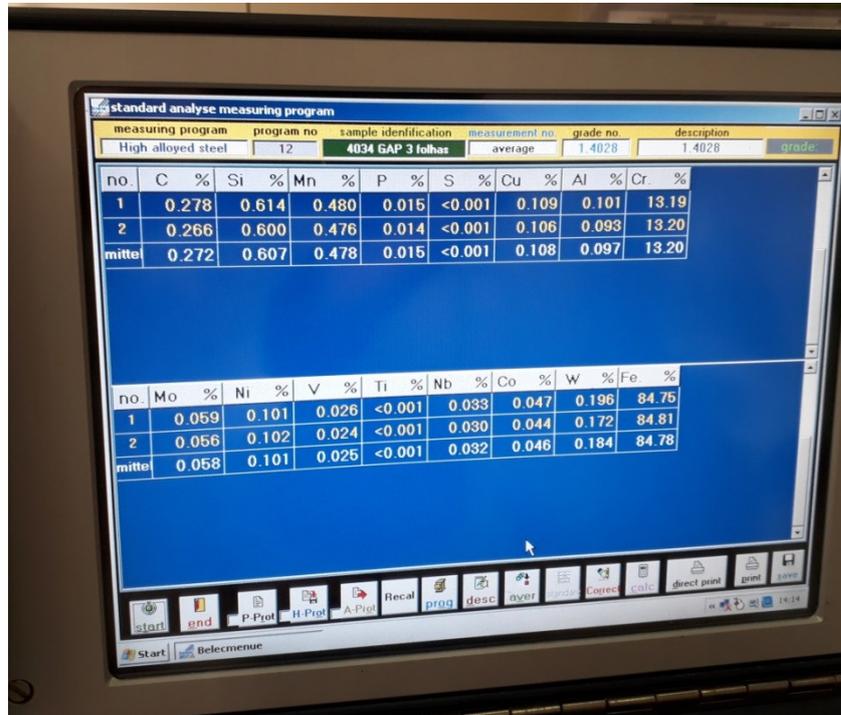


Figura 3.10 – Imagem da tela do computador que acompanha o espectrômetro Belec Compact Port HLC[®] mostrando os valores de composição química obtidos durante um teste.

Durante a realização dos testes, o espectro do nível de pressão sonora foi obtido por meio de um sistema de medição de ruído composto por um microfone modelo 378B02 fabricado pela PCB Piezotronics, uma placa de aquisição de dados da National Instruments, modelo NI 9233 e um computador executando o programa em LabVIEW[®] de aquisição de sinais de ruído. O microfone PCB foi fixado na lateral da base do suporte de fixação, visando manter a uniformidade dos resultados das análises, uma vez que ao se alterar a posição entre o microfone e a fonte sonora, os sinais captados pelo microfone variam em amplitude, o que não é desejável. A Figura 3.11 mostra a montagem experimental utilizada nos testes.



Figura 3.11 – Montagem experimental utilizada nos experimentos: (a) computador com programa de aquisição, (b) placa de aquisição de sinais NI 9233 (c) computador do espectrômetro Belec Compact Port HLC[®], (d) sonda do espectrômetro acoplada ao dispositivo de fixação, em conjunto com microfone PCB modelo 378B02.

A queima realizada pela sonda possui três fases distintas: a fase de preparação (*argon flushing*), que dura 2 segundos, a pré-queima, que dura 9 segundos e a fase de integração, que dura 5 segundos, totalizando 16 segundos para a realização de um ensaio completo. Somente as fases de pré-queima e integração apresentam sinal de ruído. Portanto, a aquisição de sinais pelo programa de aquisição se deu nessas duas fases da queima. Três réplicas para cada condição de ensaio foram realizadas, conforme o planejamento de experimentos proposto. A Figura 3.12 mostra o posicionamento de diferentes corpos de prova durante a realização dos testes.

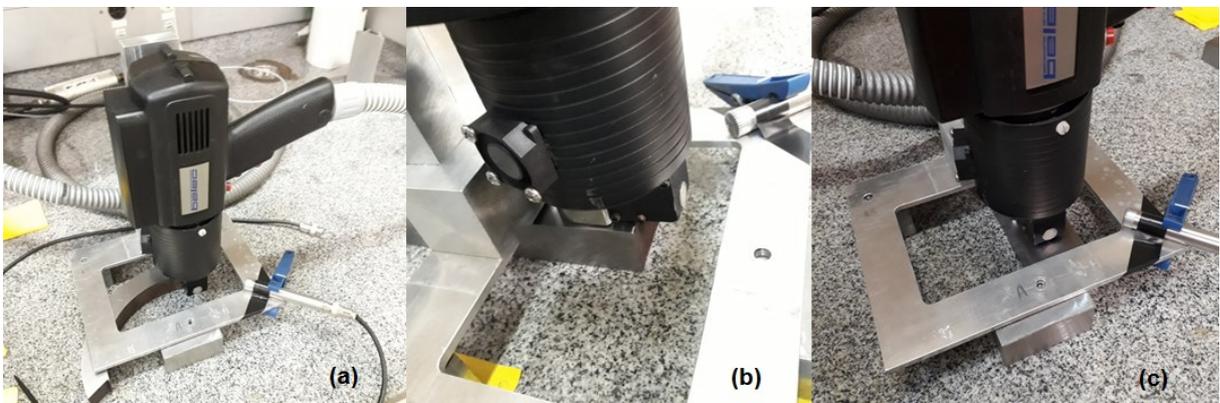


Figura 3.12 – Posicionamento do corpo de prova de superfície plana (a), de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro externo (b) e de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro externo (c).

Os resultados das análises de composição química foram armazenados na memória do computador que acompanha o espectrômetro e foram posteriormente transferidos para análise de dados em outros computadores. Já os resultados das análises de ruído foram salvos por meio da função de exportar arquivos de dados do programa de aquisição.

Os elementos químicos que caracterizam o aço X65 são o Carbono (C), Manganês (Mn), Fósforo (P), Enxofre (S), Vanádio (V), Titânio (T) e Nióbio (Nb). Desta forma, para cada um destes elementos foi estimado o erro relativo, como mostra a Eq. (3.4). Em seguida, foi avaliada a repetibilidade dos resultados considerando uma confiabilidade de 95,45 %.

$$\text{Erro Relativo} = \left| \frac{\text{Valor Teórico} - \text{Valor Experimental}}{\text{Valor Teórico}} \right| \cdot 100 \text{ [\%]} \quad (3.4)$$

Vale ressaltar que na Eq. (3.4) o valor teórico é o valor de referência obtido no espectrômetro GDS500A[®].

De posse dos valores de erro relativo, foram construídos gráficos relacionando os valores médios de composição químicas dos diferentes elementos encontrados para cada condição e os valores de magnitude da frequência encontrada que predomina no sinal de ruído. A partir destes gráficos foi possível identificar as distâncias entre a sonda e a superfície avaliada que possibilitaram a obtenção de valores de composição química adequados.

A incerteza associada aos valores resultantes das análises químicas foi determinada utilizando o modelo matemático proposto na Eq. (3.4). Após a realização dos testes, com base nos seus resultados, foi possível partir para a construção e programação do sistema embarcado.

3.7. Desenvolvimento do sistema embarcado a ser acoplado no equipamento em campo

O sistema embarcado cuja construção foi proposta, além de conter um exemplar da plataforma Arduino DUE[®], contou com um microfone de eletreto e um circuito pré-amplificador e de *offset*. Além disso, um sistema de LEDs (diodo emissor de luz) foi utilizado para indicar se a medição realizada atende aos critérios de aceitação estabelecidos

ou não. Estes componentes foram reunidos no interior de uma pequena caixa, que pôde ser acoplada à sonda do espectrômetro Belec Compact Port HLC®.

3.7.1 Circuito pré-amplificador

Os sinais de tensão emitidos pelo microfone de eletreto são de baixa intensidade, na ordem dos miliVolts. O condicionamento deste sinal torna-se então necessário, de forma a aumentar a sensibilidade deste sensor, e aumentar a resposta em tensão do mesmo. Um circuito pré-amplificador foi fabricado, para adequar a resposta de tensão do microfone à entrada analógica da placa Arduino DUE®. A Figura 3.13 mostra o circuito pré-amplificador transistorizado para microfone de eletreto utilizado.

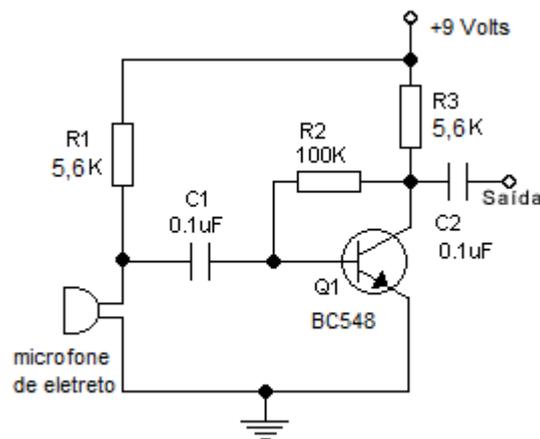


Figura 3.13 – Circuito pré-amplificador transistorizado para microfone de eletreto (Adaptado de FEIRINHA DIGITAL, 2018).

3.7.2 Circuito de Offset

A placa Arduino DUE® não consegue ler sinais de tensão negativos em suas entradas. Um procedimento comumente adotado para evitar este problema é o de somar um valor de tensão fixo (*offset*) aos valores originais de tensão do sinal, para compensar os valores negativos de tensão.

Para este trabalho, foi utilizado um circuito divisor de tensão simples para se obter um ganho de *offset* de 0,975 V. Para se calcular a tensão de *offset*, utilizou-se a Eq. (3.5):

$$V_{out} = V_{in} \left(\frac{R_2}{R_1 + R_2} \right) \quad (3.5)$$

onde:

- V_{out} é a tensão de saída, em V;
- V_{in} é a tensão de entrada do circuito, em V;
- R_1 é o valor da resistência 1, em Ω ;
- R_2 é o valor da resistência 2, em Ω .

A Fig. 3.14, que mostra o diagrama esquemático do circuito divisor de tensão utilizado no projeto.

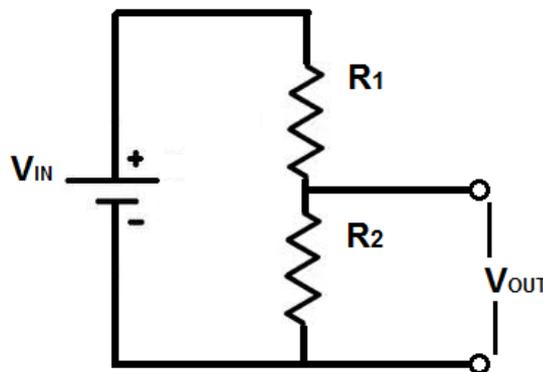


Figura 3.14 – Circuito divisor de tensão (LEARNING ABOUT ELECTRONICS, 2018).

3.7.3 Chave Liga/Desliga, LEDs, alimentação e microfone de eletreto

Outros elementos importantes que constituíram o sistema embarcado foram uma chave Liga/Desliga, além de quatro LEDs de cores diferentes. Um LED azul foi usado para indicar que o sistema se encontra ligado, e que é acionado quando a chave Liga/Desliga assume a posição “Ligado”. A alimentação deste LED vem diretamente de uma saída de 5 V da placa Arduino DUE[®], indicando que a mesma está operando corretamente. Um LED amarelo foi utilizado para indicar que o sistema está processando os sinais adquiridos pelo microfone de eletreto, um LED vermelho usado para indicar que a análise química mostrou-se inadequada e um LED verde foi usado para indicar que a análise é adequada e pode ser aproveitada. A alimentação do circuito como um todo se deu por meio de uma bateria de 9 V comercial, ligada a um conector apropriado a este tipo de bateria.

O microfone utilizado no sistema embarcado foi um condensador eletreto, fornecido pelo fabricante SG. Apresenta resolução de 1 V/Pa à frequência de 1 kHz; tensão típica de operação de 3 V, faixa nominal de resposta em frequência de 100 a 10 000 Hz. A Figura 3.15 mostra os componentes citados.

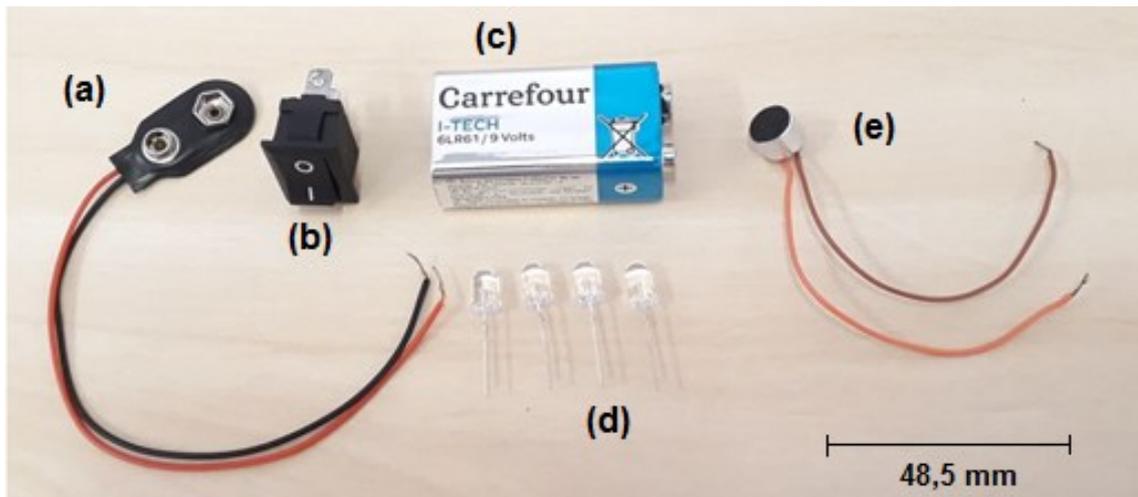


Figura 3.15 – *Clip* para bateria de 9 V (a); Chave Liga/Desliga (b); Bateria de 9 V (c); LEDs (d); e microfone de eletreto (e).

3.7.4 Montagem e Design da caixa do sistema embarcado

A caixa utilizada para acomodar o sistema embarcado é um modelo comercial, do fabricante Patola. Ela foi furada em alguns pontos, visando o posicionamento dos LEDs, do microfone de eletreto e da chave Liga/Desliga. Foram utilizados parafusos de fixação para prender tanto as placas de circuito no interior da caixa, como para fixação da tampa da caixa.

3.7.5 Estimativa dos custos do sistema embarcado

A estimativa de custos do sistema embarcado desenvolvido neste projeto foi efetuada considerando três variáveis principais, quais sejam: custos dos componentes usados na construção, projeto do circuito pré-amplificador e montagem. A Tabela 3.2 lista os componentes do sistema embarcado.

Tabela 3.2 - Componentes do sistema embarcado.

Caixa de plástico (Patola [®])	1 Transistor NPN BC548
Plataforma Arduino DUE [®]	Placa Fenolite pré-furada 10x5 cm
Led Vermelho 5 mm	2 Capacitores cerâmicos de 10 nF
Led Verde 5 mm	Capacitor eletrolítico de 1 μ F
Led Amarelo 5 mm	1 resistor 56,0 k Ω
Led Azul 5 mm	1 resistor 6,8 k Ω
Chave Liga/Desliga	2 resistores 5,6 k Ω
Estanho para solda	1 resistor 100,0 k Ω
Cabo manga 6 vias 1 m	Cabos de ligação (Jumpers) para Arduino [®]
Clip para Bateria 9 V	Barra de pinos 40 vias
Bateria 9 V	Borne com 2 polos
Microfone de Eletreto	Borne com 3 polos
parafusos de fixação	Soquete para Transistor
Plug P4 para alimentação do Arduino [®]	2 Abraçadeiras
4 resistores de 150 Ω	Fita Isolante

Em seguida foram identificados os tempos gastos na execução das etapas referentes ao fabricaço do circuito pré-amplificador e da montagem do sistema embarcado (Tab. 3.3). Ainda nesta tabela são apresentados a qualificaço mínima exigida para o operador que executa a tarefa e uma estimativa do custo por hora de trabalho.

Tabela 3.3 - Informaço es sobre as etapas do projeto do circuito pré-amplificador e da montagem do sistema embarcado para efeitos de cálculo de custos.

Etapa	Qualificaço	Custo por hora
Seleço dos componentes e montagem manual do circuito	Técnic	R\$ 45,00
Serviços de soldagem	Técnic	R\$ 45,00
Confecço da caixa e montagem do sistema embarcado	Técnic	R\$ 45,00

Por fim, o custo total (CT) foi calculado por meio da soma dos custos gastos com matéria prima (MP) e aqueles gastos para execuço da cada etapa (HT_{Etapa}), como mostra a Eq. (3.6).

$$CT = MP + HT_{Etapa} \quad (3.6)$$

3.8. Programação do *hardware*

A implementação prática dos critérios de aceitação estabelecidos para as análises de composição química realizados em campo se deu pela programação da plataforma Arduino DUE[®], a partir dos resultados das análises de frequência. O sistema embarcado deverá operar em campo, à temperatura ambiente de até 50 °C.

A programação, baseada em linguagem C/C++ contemplou funções de entrada e saída de dados, bem como de processamento dos sinais acústicos. Caso os sinais captados, durante uma medição, atendam aos critérios de aceitação estabelecidos, o sistema embarcado irá avisar ao operador do equipamento que a medição está aprovada, por meio do acendimento de um LED de cor verde. Caso contrário, será aceso um LED de cor vermelha. Durante a medição, um LED de cor amarela indica que a mesma está sendo efetuada, uma vez que são necessários alguns segundos para que os sinais acústicos sejam captados e processados.

3.8.1 Estrutura do programa de aquisição compilado no Arduino DUE[®]

O programa implementado no Arduino DUE[®] contou com várias funções de processamento, cujo funcionamento é descrito a seguir.

3.8.1.1 Rotina de disparo (*trigger*) da aquisição de sinais de ruído pelo microfone

A primeira função desempenhada pelo programa é a de disparo (*trigger*), ou seja, de inicialização do processo de aquisição caso algum critério seja atendido. Para isto, adquire-se continuamente a saída em tensão do microfone de eletreto, na entrada analógica A0. No caso, quando o microfone de eletreto capta um sinal acústico que proporcione uma saída em Volts de 1,1 V no circuito pré-amplificador, o programa de monitoramento entende que a análise química já se iniciou, e então inicia-se o processo de coleta de dados para posterior avaliação da FFT.

3.8.1.2 Função de temporizador

A aplicação correta da FFT depende de uma amostragem em tempo real dos sinais. Isto significa que cada amostra do sinal deve obrigatoriamente ser adquirida em um tempo fixo. Este tempo é chamado de Δt (delta t), que é justamente o tempo entre a aquisição de um valor de tensão e outro. Para realizar este intento, tornou-se necessária a utilização de uma biblioteca de temporizador no código, denominada “DueTimer”. Esta biblioteca permite que se adicionem instruções a uma função de temporizador, fazendo com que todas estas

funções sejam executadas em tempo real. Isto garante que a frequência de amostragem estabelecida como entrada da FFT será atendida.

3.8.1.3 Correção da Frequência de Amostragem

Mesmo com a utilização da biblioteca de temporizador, existe uma pequena variação na frequência de amostragem definida como entrada do código, relacionada a limitações do próprio *hardware*. Este fato faz com que a frequência de amostragem real se mostre um pouco menor do que o esperado.

Para corrigir este problema, fez-se necessário o monitoramento da frequência de amostragem real. Um algoritmo de avaliação do tempo gasto entre a amostragem de um sinal e outro foi usado para determinar a frequência de amostragem real. De posse desses dados, foi possível fazer a correção deste erro sistemático no próprio programa de monitoramento, aumentando-se ligeiramente o valor da frequência de amostragem definida pelo usuário. Este aumento foi suficiente para compensar o erro encontrado.

3.8.1.4 Função de cálculo da FFT

Com o sinal no tempo devidamente amostrado, o programa parte para o cálculo da FFT. O algoritmo utilizado para o cálculo da FFT é o de decimação no tempo, também chamado de Algoritmo de Cooley-Tukey. Neste programa, a FFT teve como parâmetros de entrada 1024 pontos e uma frequência de amostragem de 8192 Hz, delimitando uma frequência máxima de 4096 Hz, de acordo com o Critério de Nyquist.

Durante esta etapa do programa, o sistema embarcado acende um LED amarelo, para indicar ao operador do espectrômetro que neste intervalo de tempo, o sistema está processando a FFT.

3.8.1.5 Rotina de implementação dos critérios de aceitação e acendimento dos LEDs

O objetivo da amostragem e do cálculo da FFT do sinal é o de mostrar ao operador do espectrômetro se a análise química está adequada ou não, baseada exclusivamente no sinal de ruído emitido pela sonda. Definiu-se no código que uma das frequências do sinal amostrado seria utilizada como critério para avaliar a adequação da medição. Caso a magnitude desta frequência ultrapasse o valor estabelecido como limite, este fato indica que é preciso rejeitar o resultado da medição, promovendo o acendimento de um LED vermelho. Caso a magnitude da mesma frequência esteja abaixo do valor limite, um LED verde é aceso, indicando que a análise química pode prosseguir.

3.9 Verificação do sistema embarcado

O sistema embarcado construído foi verificado para que a resposta em tensão do mesmo fosse relacionada ao nível de pressão sonora captado pelo microfone de eletreto. Para tanto foi utilizado um padrão de calibração modelo CAL250 do fabricante Larson Davis, que fornece os níveis de pressão sonora de 94 dB e 114 dB, para uma frequência de 1000 Hz. A Figura 3.16 mostra a montagem experimental utilizada na verificação.

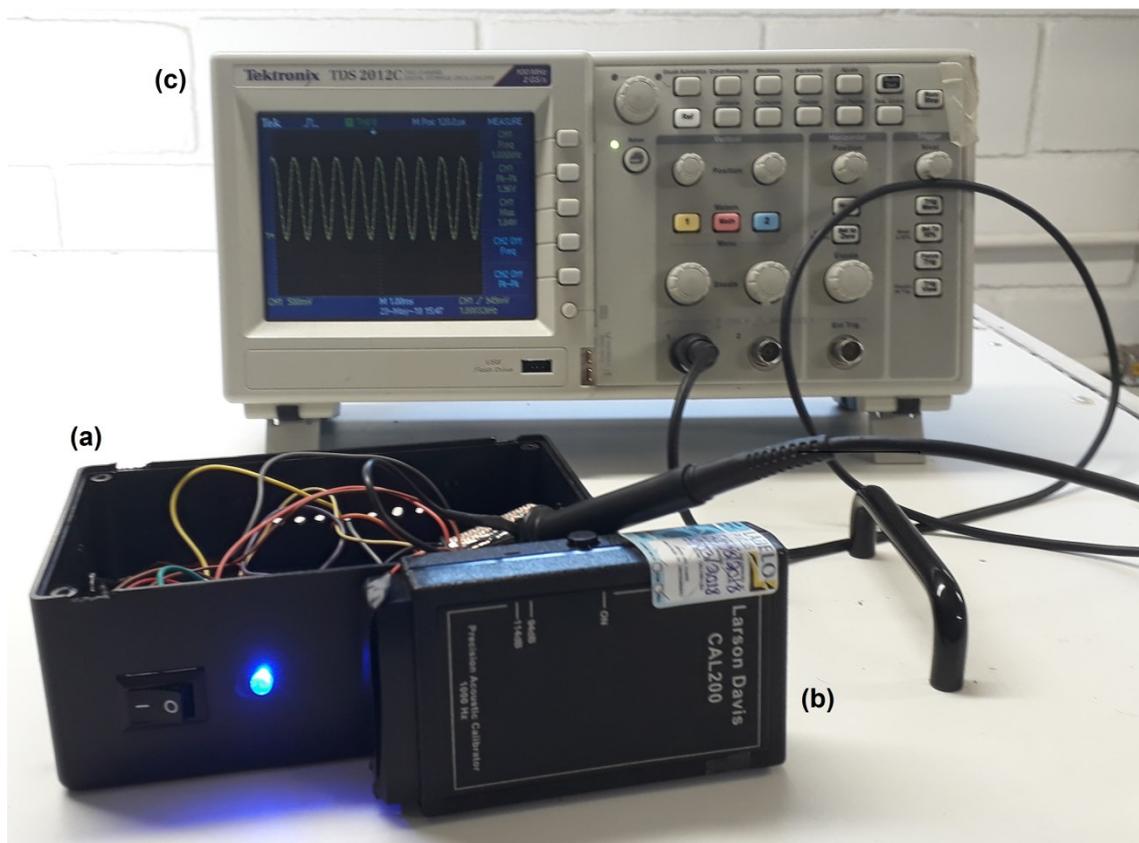


Figura 3.16 – Montagem experimental utilizada na verificação do sistema embarcado: (a) sistema embarcado; (b) Padrão de calibração Larson Davis CAL200; (c) Osciloscópio Tektronix TDS 2012 C.

O microfone de eletreto foi fixado na saída da fonte emissora do dispositivo calibrador para garantir que a distância entre a fonte e a superfície de captação sonora do microfone fosse a menor possível. A saída em tensão AC do sistema embarcado, composta pelo sinal captado pelo microfone, processado pela pré-amplificação e pelo o ganho de *offset*, foi monitorada por um osciloscópio digital do modelo TDS 2012C fabricado pela Tektronix. Este equipamento apresenta resolução em tensão de 2 mV, resolução em tempo de 5 ns e faixa nominal de 300 V RMS (*Root Mean Square*). Foram realizados três testes para as entradas

de 94 dB e de 114 dB, nos quais grandezas relativas à onda de tensão AC medida, como tensão máxima, mínima e valor de pico a pico foram calculadas pelo equipamento e registradas.

Após o cálculo da média e do desvio padrão associados às medições efetuadas, foi traçada uma reta de regressão, visando encontrar uma lei de formação que associe a resposta em tensão do sistema embarcado com a pressão sonora fornecida ao microfone, em Pa.

3.10. Definição dos critérios de aceitação

Os ensaios realizados no CENPES permitiram a obtenção da resposta em frequência do ruído emitido pelo equipamento em função das distâncias propostas no planejamento de experimentos. Para cada ensaio, foi obtido o espectro de frequência e a composição química do corpo de prova analisado. A partir destes resultados, foi possível avaliar graficamente a relação entre o erro relativo da composição química e a magnitude da frequência predominante no espectro de frequência. Desta forma, estabeleceu-se um critério de aceitação para definir os valores de distância para os quais o sistema embarcado indicaria que a análise química estaria adequada, por meio do acendimento de um LED verde.

3.11. Validação do sistema embarcado

Para realizar o procedimento de validação, o sistema embarcado foi acoplado à sonda por meio de duas abraçadeiras, de modo que a distância do microfone de eletreto se mantivesse numa posição constante, em relação à fonte sonora. O sistema foi conectado a um computador por um cabo USB, de forma que o programa compilado no Arduino DUE[®] pudesse fornecer informações relativas ao ensaio por meio do monitor serial presente na Arduino IDE[®]. Assim foi possível monitorar o valor da magnitude da frequência de 840 ± 1 Hz, detectada pelo sistema embarcado, no decorrer dos ensaios. A Figura 3.17 mostra a configuração utilizada nos testes de validação.

Os ensaios realizados em laboratório mostraram que o ruído emitido pelo equipamento de análise química apresentava variação significativa em intensidade, ao se alterar a distância entre a superfície a ser medida e o bocal da sonda. Ao se adquirir estes sinais com o microfone PCB e a placa de aquisição NI 9233, percebeu-se que um pico de

frequência de 840 ± 1 Hz era bastante sensível à variação das distâncias verticais e geometrias de superfície avaliadas. Portanto, definiu-se que esta frequência seria monitorada pelo programa do sistema embarcado, de modo a sinalizar ao operador do equipamento se a análise química realizada seria adequada ou não.

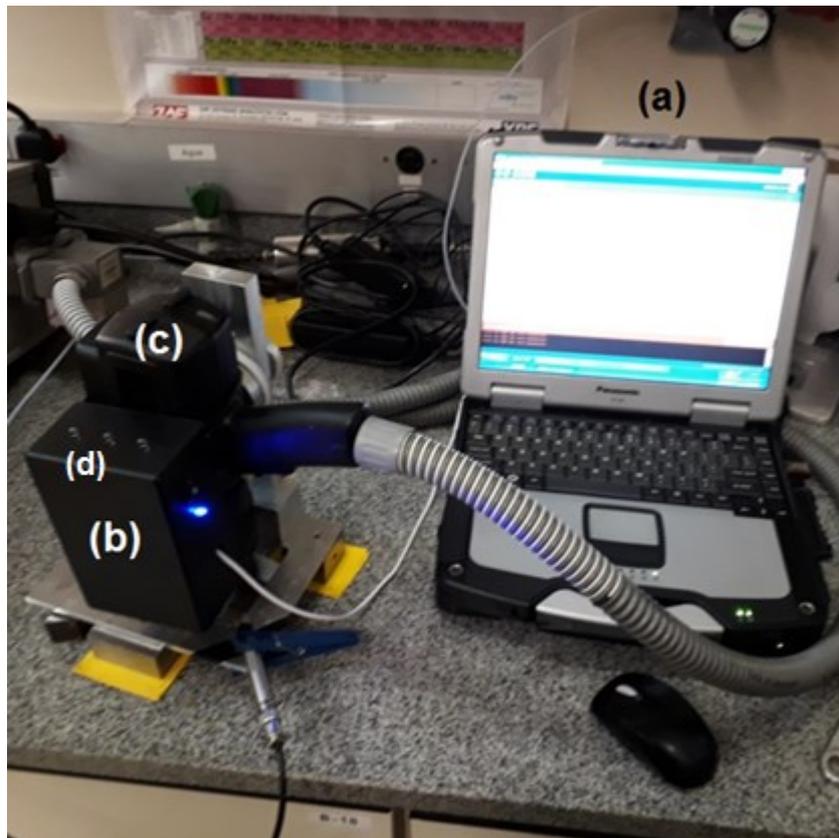


Figura 3.17 – Aparato experimental utilizado na validação do sistema embarcado: computador para aquisição de dados do sistema embarcado (a); sistema embarcado (b); sonda do espectrômetro (c); LEDs indicadores (d).

Com a sonda devidamente fixada no suporte, foram alteradas as distâncias do bocal em relação à superfície das amostras de acordo com as distâncias verticais definidas na Tabela 3.1. Entretanto o planejamento foi reduzido, restando as condições indicadas na Tabela 3.4. Para cada condição foram realizados três testes, totalizando 33 testes.

Tabela 3.4 - Planejamento de experimentos proposto para a validação do sistema embarcado.

Geometria	Distâncias
Plana	0,3 mm
	0,4 mm
	0,5 mm
	0,6 mm
Cilíndrica de 220 mm de diâmetro externo	0 mm
	0,1 mm
Cilíndrica de 325 mm de diâmetro externo	0 mm
	0,1 mm
	0,2 mm
	0,3 mm
	0,4 mm

Considerando os valores de distância críticos para condição foi possível avaliar se o sistema embarcado seria capaz de identificar e indicar por meio dos LEDs a validade dos resultados das análises de composição química.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados obtidos neste trabalho, bem como discussões pertinentes associadas aos mesmos.

4.1. Resultados do controle dimensional das pilhas de papel para elevação do suporte de acomodação da sonda

A Tabela 4.1 apresenta os valores médios de espessura das pilhas de folhas de papel utilizadas para cada um dos calços do suporte da sonda (Calços A, B e C). São apresentados ainda a incerteza expandida para uma confiabilidade de 95 % e o fator de abrangência.

Tabela 4.1 – Valores médios de espessura das pilhas de folhas de papel, e seus respectivos valores de incerteza expandida.

Calço A		Pilha 1	Pilha 2	Pilha 3	Pilha 4	Pilha 5	Pilha 6	Pilha 7
	Média	0,102	0,199	0,298	0,400	0,499	0,595	0,705
k	3,36	2,78	2,78	2,78	2,78	2,78	2,57	
U	0,003	0,011	0,010	0,007	0,006	0,007	0,005	
Calço B		Pilha 1	Pilha 2	Pilha 3	Pilha 4	Pilha 5	Pilha 6	Pilha 7
	Média	0,095	0,198	0,298	0,397	0,496	0,598	0,702
	k	2,57	2,78	2,57	2,78	2,78	2,78	2,78
	U	0,005	0,007	0,005	0,011	0,012	0,007	0,006
Calço C		Pilha 1	Pilha 2	Pilha 3	Pilha 4	Pilha 5	Pilha 6	Pilha 7
	Média	0,096	0,197	0,294	0,397	0,493	0,595	0,691
	k	2,57	2,78	2,78	2,78	2,78	2,57	2,78
	U	0,005	0,008	0,011	0,007	0,013	0,005	0,011

De acordo com os resultados evidenciados pela Tabela 4.1, é possível concluir que as folhas de papel tem em média uma espessura de 0,100 mm. Pode ser atribuída uma boa repetibilidade aos valores de espessura obtidos, com incerteza expandida associada menor ou igual a 0,013 mm.

4.2. Resultados da verificação do espectrômetro GDS500A®

Os resultados das análises de composição química do padrão de liga de Níquel IN 100, por meio do espectrômetro de bancada GDS500A® são apresentados no Apêndice III.

4.3. Valores de referência

Percebeu-se que não houve variação significativa de composição química ao longo da espessura das amostras utilizadas para obtenção dos valores de referência (Apêndice IV). Portanto, o material pode ser considerado homogêneo. Isso posto, foi possível considerar os resultados dessas medições, usadas para avaliar a homogeneidade do material, como valores de referência de composição química. Os valores de referência foram então obtidos ao se obter a média da % de peso de todas as medições, para cada amostra. A Tabela 4.2 mostra os valores de referência obtidos, para os elementos químicos C, Mn, P, S, V, Ti e Nb.

Tabela 4.2 – Valores de referência de composição química, para o aço API X65, em função das geometrias plana, e cilíndricas de diâmetro de 220 mm e de 325 mm.

Amostra/Elem.	C	Mn	P	S	V	Ti	Nb
Plana	0,085	1,410	0,012	0,001	0,037	0,003	0,023
220 mm	0,085	1,410	0,012	0,001	0,037	0,003	0,023
325 mm	0,101	1,480	0,011	0,001	0,038	0,003	0,022

Os valores de referência obtidos para o duto de 220 mm são os mesmos a serem comparados com os resultados dos testes sobre os corpos de prova de superfície plana, uma vez que esses corpos de prova também foram retirados do duto de 220 mm de diâmetro, de forma que a seção transversal do mesmo foi utilizada como superfície plana.

4.4. Controle dimensional e geométrico dos corpos de prova

4.4.1. Resultados relativos à avaliação do acabamento superficial das amostras de aço X65 usadas na obtenção dos valores de referência

Os valores médios obtidos para o parâmetro Ra foram $0,50 \mu\text{m}$ para a amostra retirada do duto de 220 mm de diâmetro, com um desvio padrão de $0,13 \mu\text{m}$; e $0,42 \mu\text{m}$ para a amostra retirada do duto de 325 mm de diâmetro, com um desvio padrão de $0,10 \mu\text{m}$. Como consequência, foi estabelecido um valor de Ra de $0,80 \mu\text{m}$ a ser atingido na fabricação dos corpos de prova, a serem utilizados nos testes experimentais com o espectrômetro Belec Compact Port HLC[®].

4.4.2. Resultados das medições dos desvios de planeza e paralelismo dos corpos de prova planos

A Tabela 4.3 mostra os valores desvio de planeza, de paralelismo e de rugosidade Ra dos corpos de prova de superfície plana. Os valores obtidos estão acompanhados dos respectivos valores de incerteza expandida (95 %) e o fator de abrangência (k) correspondente.

Tabela 4.3 – Valores de desvio de planeza, de paralelismo e do parâmetro de rugosidade Ra dos corpos de prova de superfície plana com suas respectivas incertezas expandidas declaradas.

Corpo de prova	AI	AII	BI	BII	CI	CII
Desv. Planeza [mm]	0,078	0,081	0,091	0,078	0,039	0,098
k	4,30	4,30	4,30	4,30	4,30	4,30
U	0,06	0,04	0,04	0,08	0,02	0,04
Desv. Paralel. [mm]	0,039	0,034	0,034	0,025	0,060	0,030
k	2,78	4,30	4,30	2,31	4,30	3,18
U	0,005	0,011	0,017	0,003	0,037	0,006
$Ra [\mu\text{m}]$	0,56	0,42	0,30	0,46	0,49	0,42
k	2,78	2,78	2,78	2,78	2,78	2,78
U	0,18	0,14	0,09	0,17	0,14	0,15

A partir dos valores mostrados na Tab. 4.3, foi possível verificar que os valores de desvio de planeza obtidos atenderam à tolerância especificada de $100 \mu\text{m}$, com exceção do desvio avaliado para a superfície CII. Todos os valores de desvio de paralelismo atenderam à tolerância de $100 \mu\text{m}$. Por sua vez, o parâmetro Ra das superfícies avaliadas dos corpos de prova A, B e C mostrou-se homogêneo e menor do que a tolerância especificada de $0,8 \mu\text{m}$.

A Tabela 4.4 mostra os valores médios de rugosidade Ra obtidos para os corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro e para os corpos de prova de 325 mm de diâmetro. Também são apresentados os valores de incerteza expandida (95 %) e o fator de abrangência (k) correspondente.

Tabela 4.4 - Valores de rugosidade Ra dos corpos de prova de superfície cilíndrica.

	Corpo de prova					
	D	E	F	G	H	I
Ra [μm]	0,47	0,58	0,47	0,45	0,48	0,61
k	2,57	2,78	2,18	2,78	2,78	2,78
U	0,08	0,28	0,04	0,22	0,20	0,17

Os valores mostrados na Tabela 4.9 indicam que a tolerância de rugosidade (valor de Ra médio mais o valor da incerteza expandida U) de 0,8 μm foi atendida, exceto para o corpo de prova E.

4.5. Resultados da validação do programa em LabVIEW

Os resultados da validação do programa em LabVIEW estão descritos em detalhes no Apêndice V.

4.6. Resultados dos Ensaios de composição química realizados no CENPES-PETROBRÁS

4.6.1 Resultados da avaliação do perfil de ruído geral da medição

Para definir qual seria a estratégia de aquisição de dados, foi realizada uma análise química visando adquirir os sinais acústicos durante todo o tempo gasto na realização da análise química, abrangendo as já citadas três fases do ensaio de análise química (“argon flushing”, pré-queima e integração) (Fig. 4.1).

Como pode ser visualizado no gráfico do sinal acústico no tempo mostrado na Fig. 4.1, existem três fases bem distintas do processo de análise química. Na primeira etapa, não há emissão de ruído significativa. Na segunda, que é a pré-queima, é a fase na qual os sinais acústicos apresentam as maiores amplitudes. Na última fase, que é a integração, os sinais emitidos são de amplitudes menores.

Verificou-se que já na fase de pré-queima, é possível detectar quando o ensaio sofre influência da distância de posicionamento da sonda, uma vez que a variação de amplitude já nesta fase pode ser brusca. Desta forma, concluiu-se que bastaria ao sistema embarcado detectar o sinal acústico desta fase para rejeitar ou aceitar a medição. Assim sendo, foi

suficiente adquirir somente os sinais acústicos apenas desta etapa, para posterior implementação no sistema embarcado.

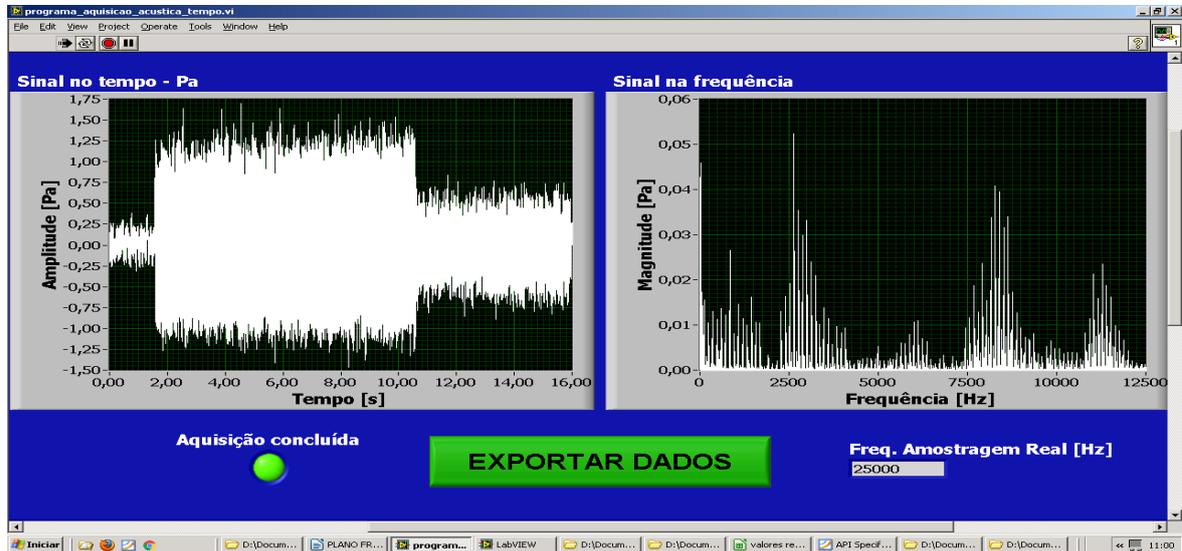


Figura 4.1 – Resultados da análise de composição química em que os sinais acústicos foram adquiridos durante todo o tempo de queima gasto pelo espectrômetro.

4.6.2 Resultados dos ensaios realizados com base no planejamento de experimentos

As Figuras. 4.2 a 4.5 mostram os gráficos obtidos para o primeiro perfil de ruído adquirido durante as análises químicas, das três repetições, efetuadas para os corpos de prova de superfície plana. A Tabela 4.5 mostra os respectivos valores médios de composição química obtidos para estes ensaios.

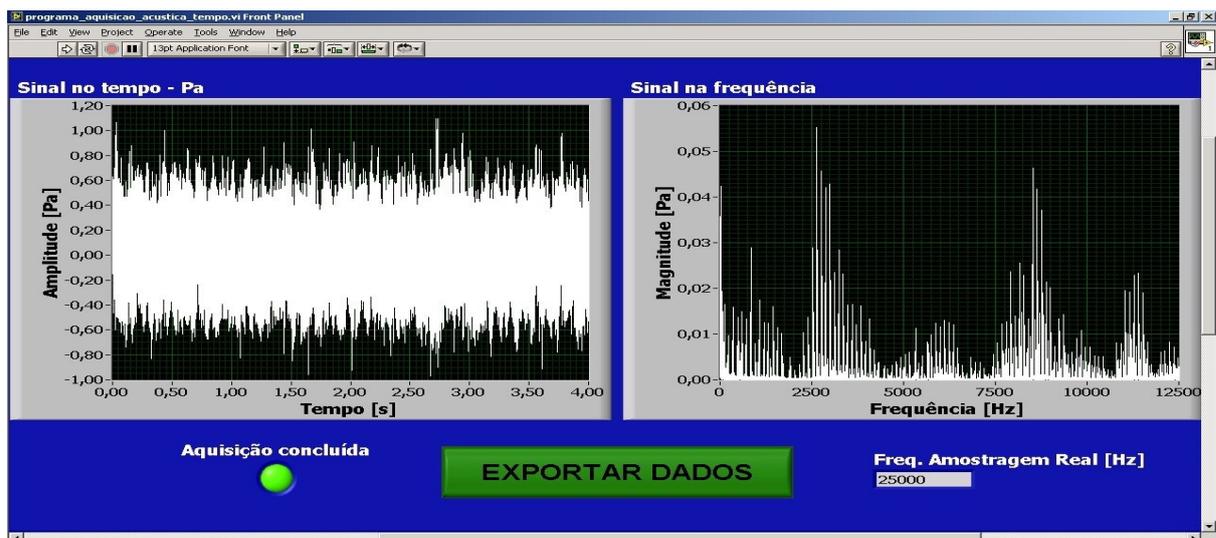


Figura 4.2 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0 mm.

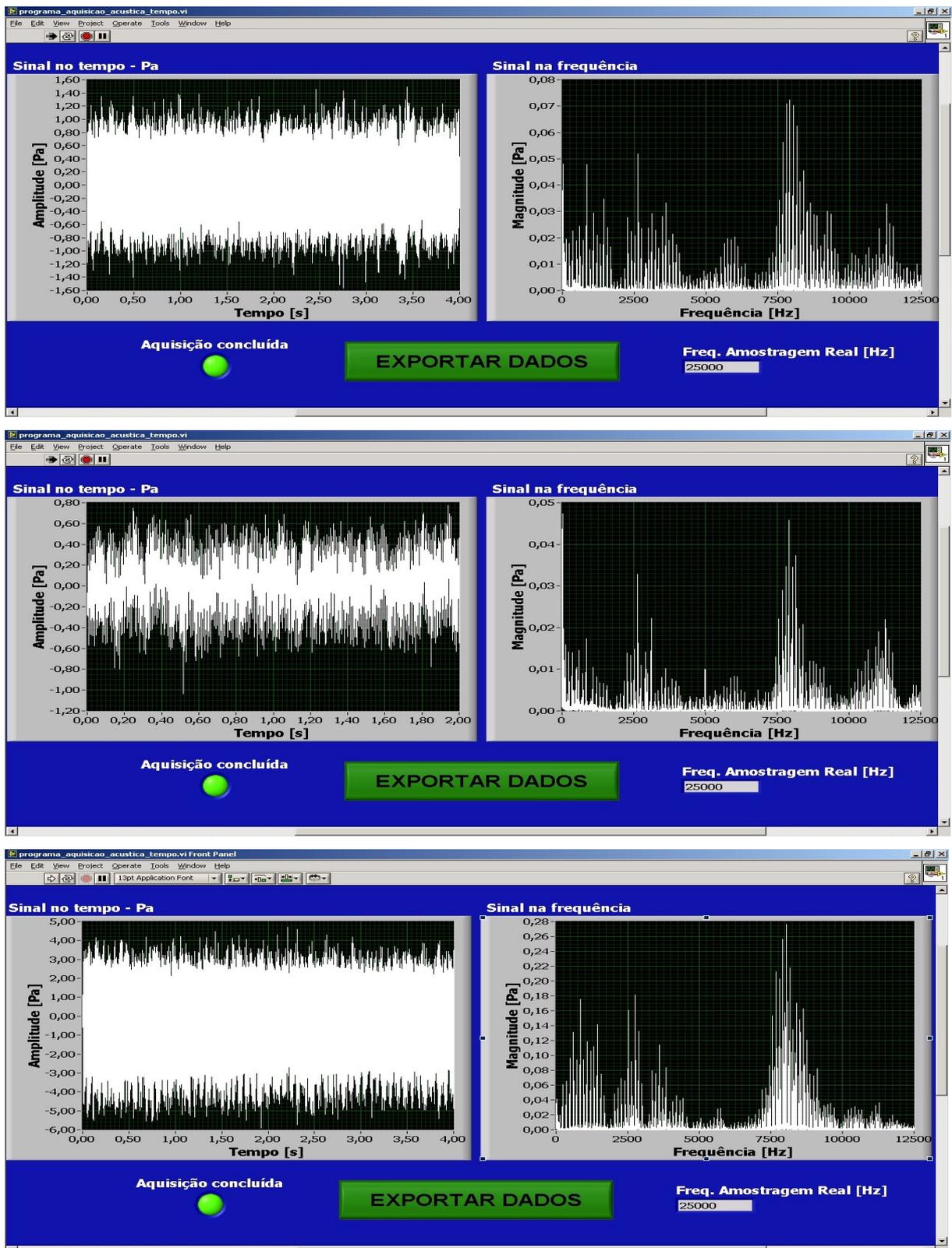


Figura 4.3 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,1 mm, 0,2 mm e 0,3 mm, respectivamente.

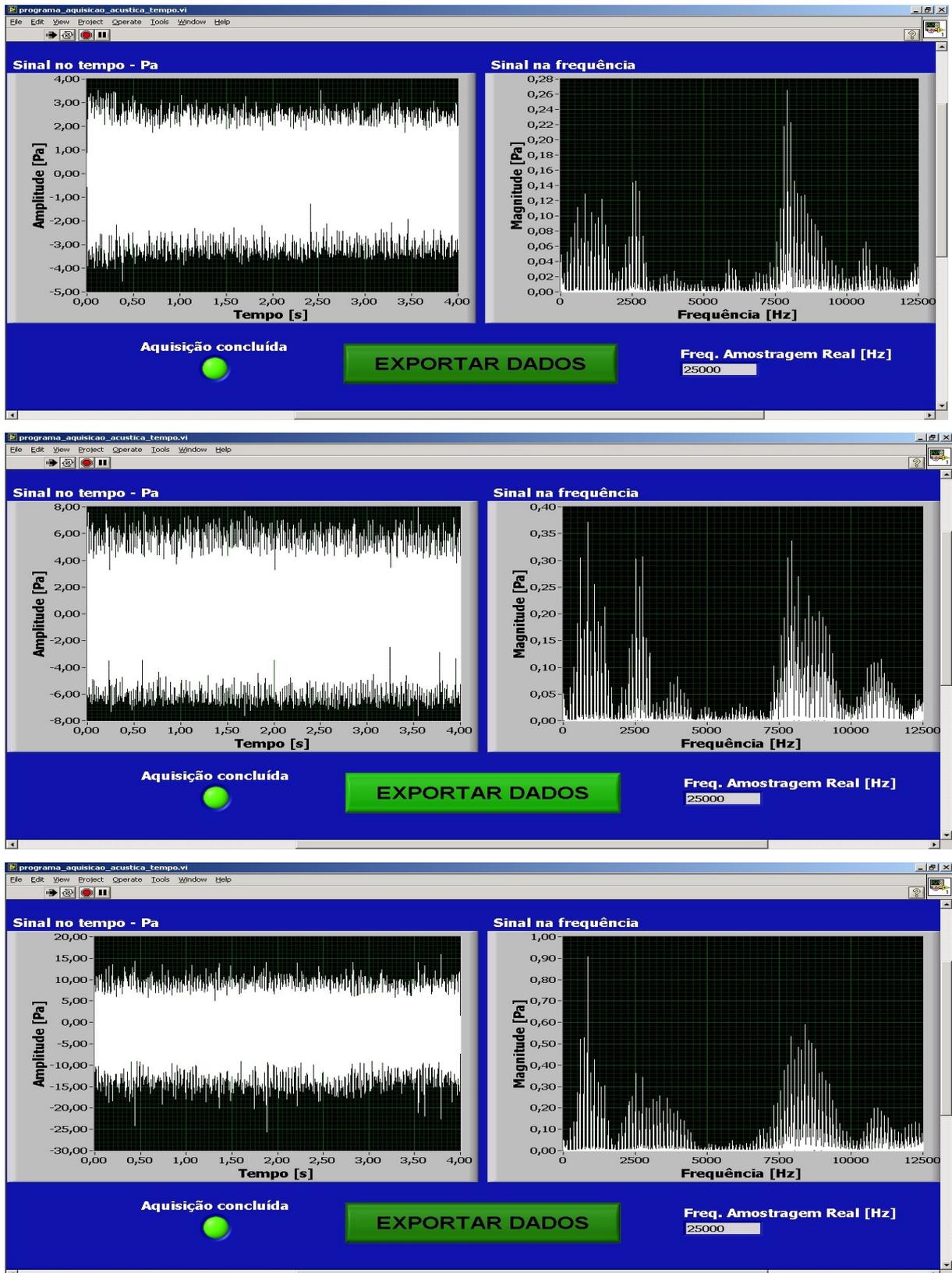


Figura 4.4 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,4 mm, 0,5 mm e 0,6 mm, respectivamente.

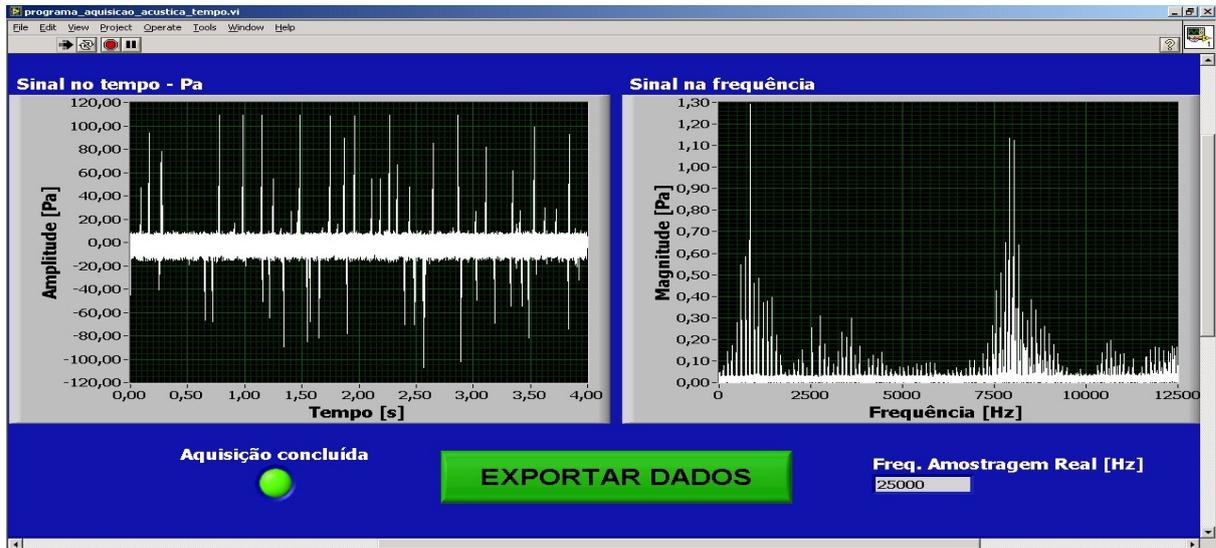


Figura 4.5 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0,7 mm.

Tabela 4.5 – Valores de composição química obtidos para a análise química dos corpos de prova de superfície plana, para uma distância vertical de posicionamento de 0 mm a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.

		Elemento	C	Mn	P	S	V	Ti	Nb
		Distância Vertical de Posicionamento	0 mm	Comp. Quím. % Peso	0,097	1,409	0,012	0,007	0,031
<i>k</i>	4,30			4,30	2,45	2,04	2,36	1,96	3,18
<i>U</i>	0,027			0,019	0,002	0,001	0,002	0,001	0,004
0,1 mm	Comp. Quím. % Peso		0,103	1,390	0,009	0,003	0,033	0,002	0,025
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,36	3,18	4,30	1,96	4,30
	<i>U</i>		0,070	0,045	0,002	0,004	0,010	0,001	0,008
0,2 mm	Comp. Quím. % Peso		0,095	1,410	0,009	0,002	0,030	0,002	0,026
	<i>k</i>		4,30	4,30	1,96	2,36	3,18	1,96	4,30
	<i>U</i>		0,052	0,052	0,001	0,002	0,004	0,001	0,008
0,3 mm	Comp. Quím. % Peso		0,132	1,379	0,006	0,001	0,023	0,002	0,015
	<i>k</i>		4,30	4,30	3,18	1,96	2,45	1,96	2,36
	<i>U</i>		0,081	0,100	0,004	0,001	0,002	0,001	0,002
0,4 mm	Comp. Quím. % Peso		0,095	1,383	0,009	0,006	0,028	0,002	0,022
	<i>k</i>		4,30	4,30	3,18	2,36	2,36	1,96	2,36
	<i>U</i>		0,047	0,020	0,004	0,002	0,002	0,001	0,002
0,5 mm	Comp. Quím. % Peso		1,542	1,075	0,001	0,001	0,497	0,085	6,715
	<i>k</i>		4,30	4,30	1,96	1,96	4,30	3,18	4,30
	<i>U</i>		0,563	0,805	0,001	0,001	0,036	0,004	1,426
0,6 mm	Comp. Quím. % Peso		2,405	2,594	0,001	0,001	0,484	0,080	4,215
	<i>k</i>		4,30	4,30	1,96	1,96	4,30	4,30	4,30
	<i>U</i>		0,165	3,242	0,001	0,001	0,059	0,010	1,393
0,7 mm	Comp. Quím. % Peso		0,181	0,586	0,001	0,001	0,404	0,087	5,641
	<i>k</i>		4,30	4,30	1,96	1,96	4,30	4,30	4,30
	<i>U</i>		0,769	0,252	0,001	0,001	0,071	0,016	0,426

As Figuras 4.6 a 4.8 mostram os gráficos obtidos para o primeiro perfil de ruído adquirido durante as análises químicas, das três repetições, efetuadas para os corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro. A Tabela 4.6 mostra os respectivos valores médios de composição química obtidos para estes ensaios.

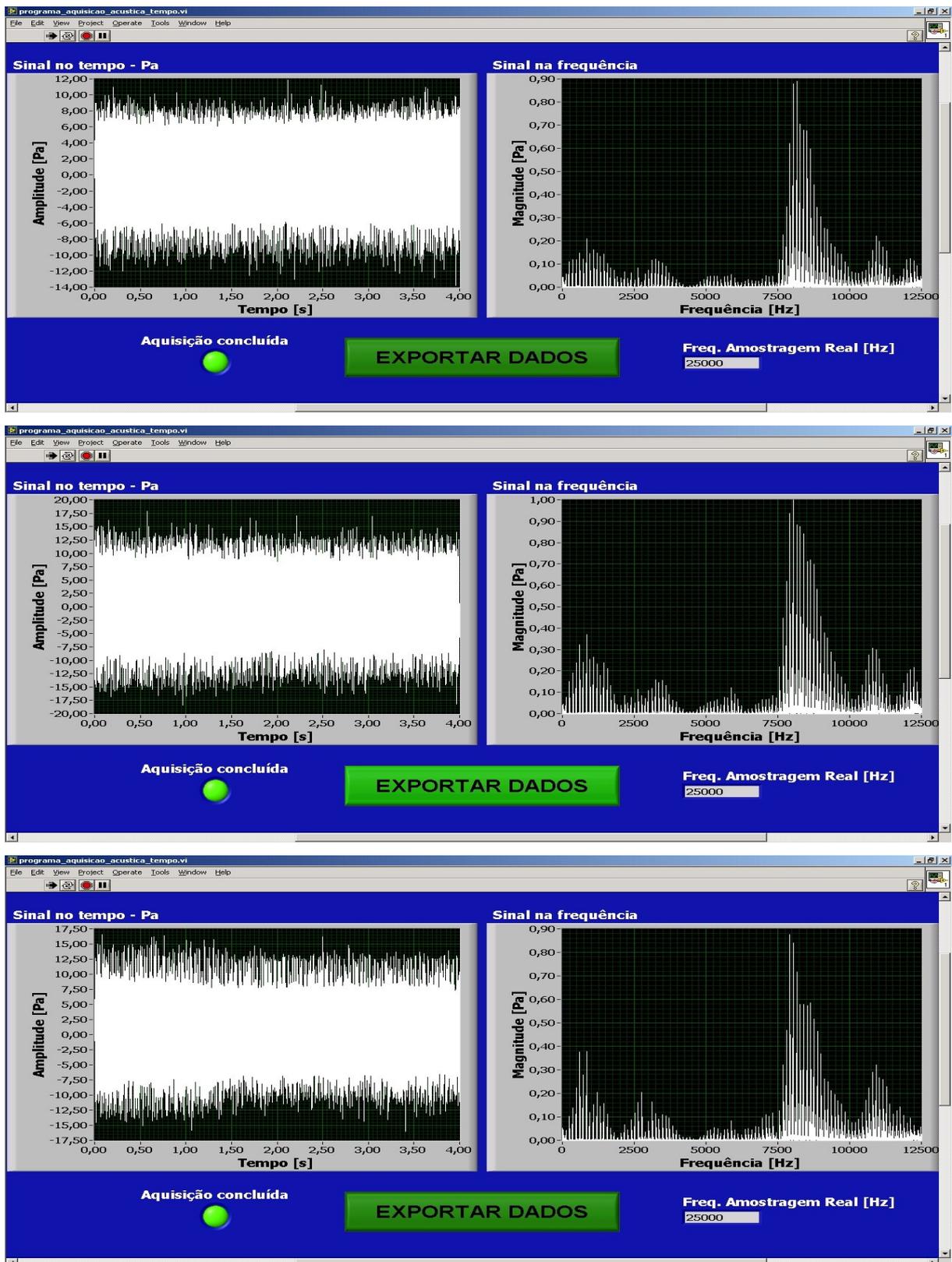


Figura 4.6 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0, 0,1 mm e 0,2 mm, respectivamente.

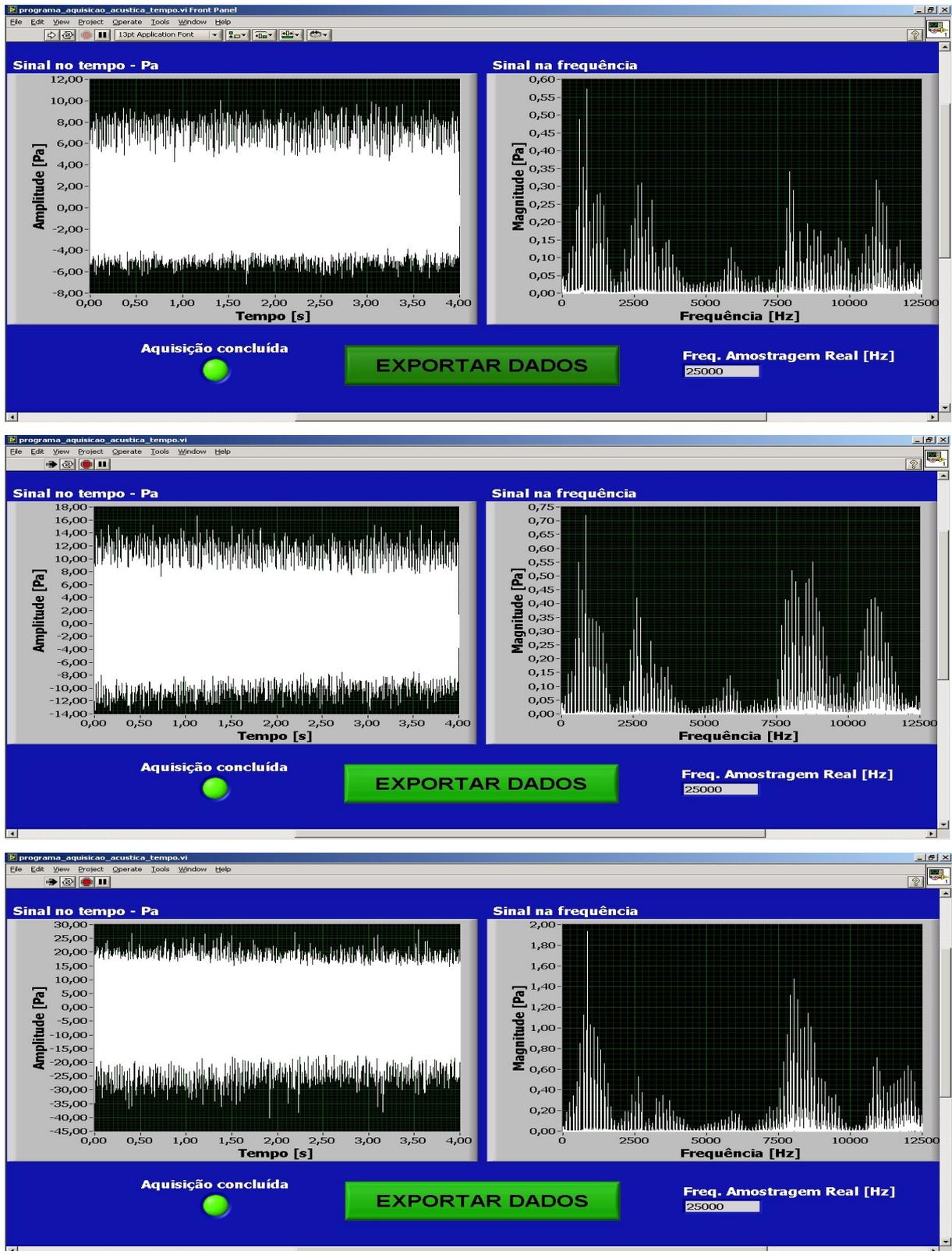


Figura 4.7 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,3 mm, 0,4 mm e 0,5 mm, respectivamente.

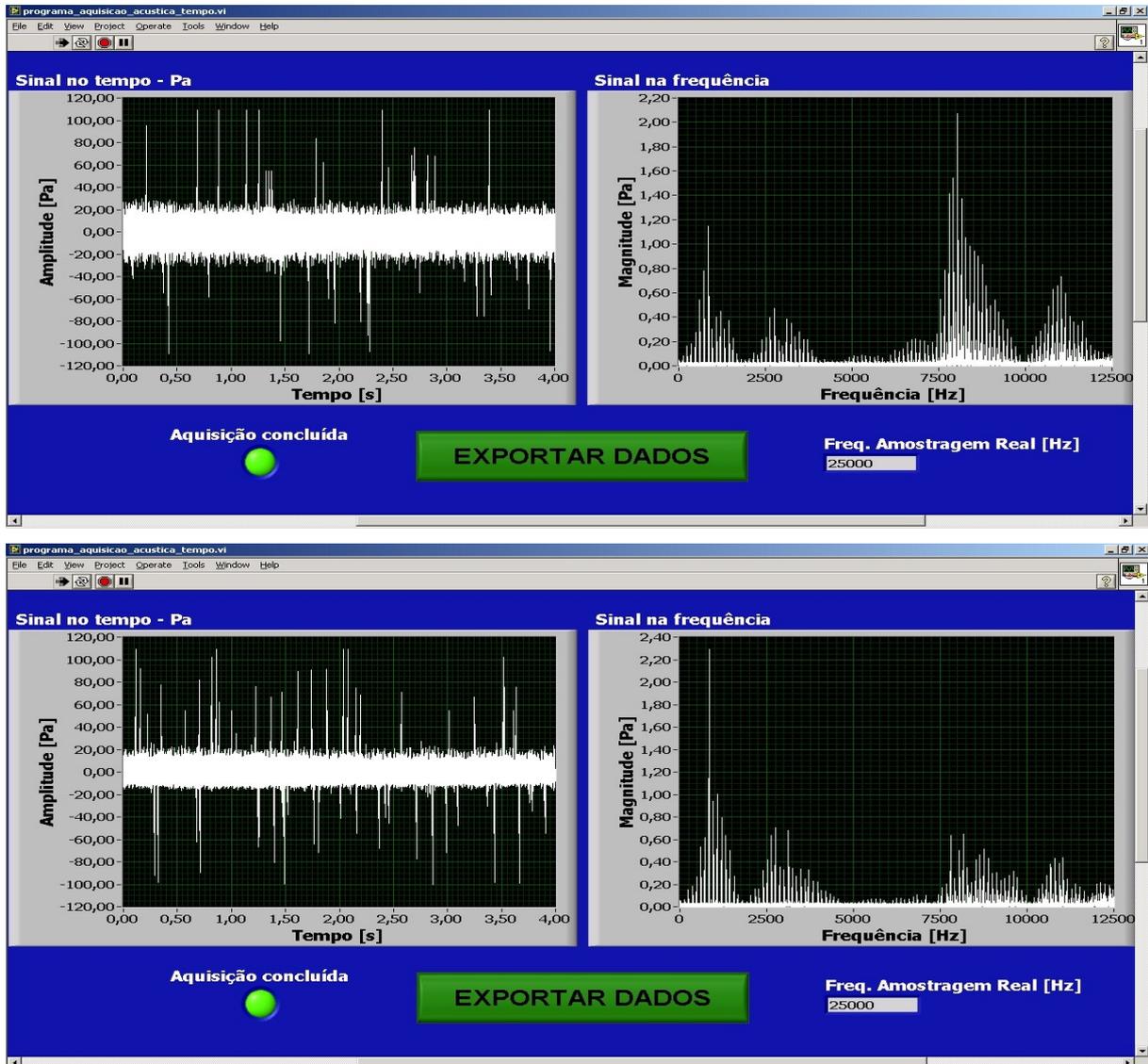


Figura 4.8 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,6 a 0,7 mm, respectivamente.

Tabela 4.6 – Valores de composição química obtidos para a análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 220 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0 a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.

		Elemento	C	Mn	P	S	V	Ti	Nb
		Comp. Quím. % Peso							
Distância Vertical de Posicionamento	0 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,45	2,04	2,36	1,96	3,18
		<i>U</i>	0,027	0,019	0,002	0,001	0,002	0,001	0,004
		Comp. Quím. % Peso	0,097	1,409	0,012	0,007	0,031	0,002	0,025
	0,1 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,45	2,04	3,18	1,96	4,30
		<i>U</i>	0,050	0,053	0,002	0,001	0,004	0,001	0,007
		Comp. Quím. % Peso	0,097	1,379	0,013	0,006	0,033	0,002	0,026
	0,2 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,04	2,04	2,78	1,96	3,18
		<i>U</i>	0,054	0,025	0,001	0,001	0,003	0,001	0,004
		Comp. Quím. % Peso	0,108	1,388	0,011	0,006	0,031	0,002	0,025
	0,3 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	1,96	1,96	4,30	4,30	4,30
		<i>U</i>	1,673	0,962	0,001	0,001	0,116	0,024	0,488
		Comp. Quím. % Peso	0,806	1,994	0,001	0,001	0,074	0,014	0,236
	0,4 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,36	2,45	4,30	1,96	2,45
		<i>U</i>	0,083	0,033	0,002	0,002	0,007	0,001	0,002
		Comp. Quím. % Peso	0,148	1,379	0,010	0,004	0,032	0,002	0,027
	0,5 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	3,18	1,96	2,36	1,96	2,78
		<i>U</i>	0,076	0,061	0,004	0,001	0,002	0,001	0,003
		Comp. Quím. % Peso	0,146	1,382	0,008	0,001	0,031	0,002	0,031
	0,6 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,45	1,96	2,04	1,96	2,78
		<i>U</i>	0,049	0,044	0,002	0,001	0,001	0,001	0,003
		Comp. Quím. % Peso	0,133	1,383	0,009	0,001	0,032	0,002	0,034
	0,7 mm	<i>k</i>	4,30	4,30	2,36	1,96	2,36	1,96	2,45
		<i>U</i>	0,113	0,060	0,002	0,001	0,002	0,001	0,002
		Comp. Quím. % Peso	0,167	1,372	0,008	0,001	0,037	0,002	0,041

As Figuras 4.9 a 4.11 mostram os gráficos obtidos para o primeiro perfil de ruído adquirido durante as análises químicas, das três repetições, efetuadas para os corpos de prova de superfície cilíndrica de diâmetro de 325 mm. A Tabela 4.7 mostra os respectivos valores médios de composição química obtidos para estes ensaios.

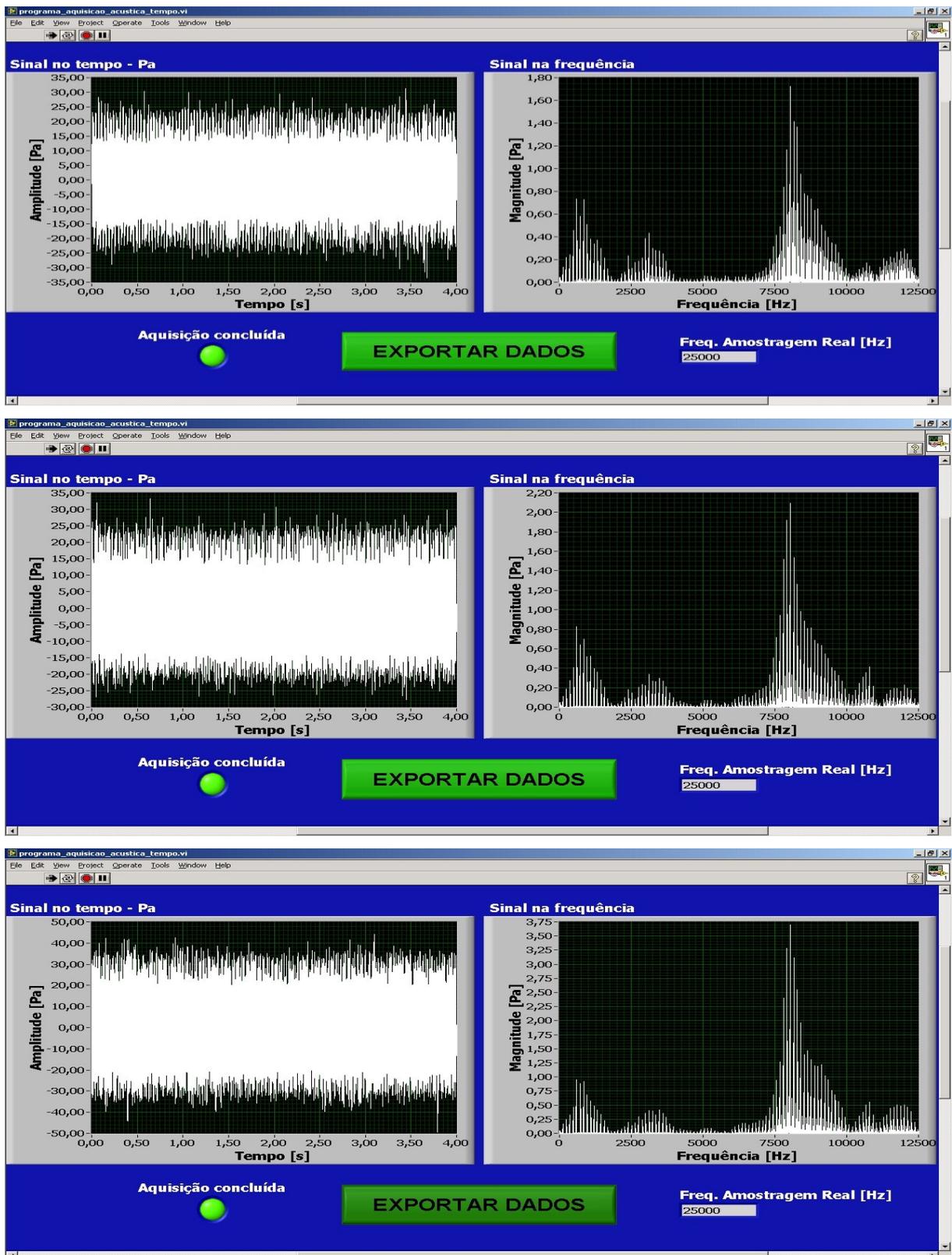


Figura 4.9 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0, 0,1 mm e 0,2 mm, respectivamente.

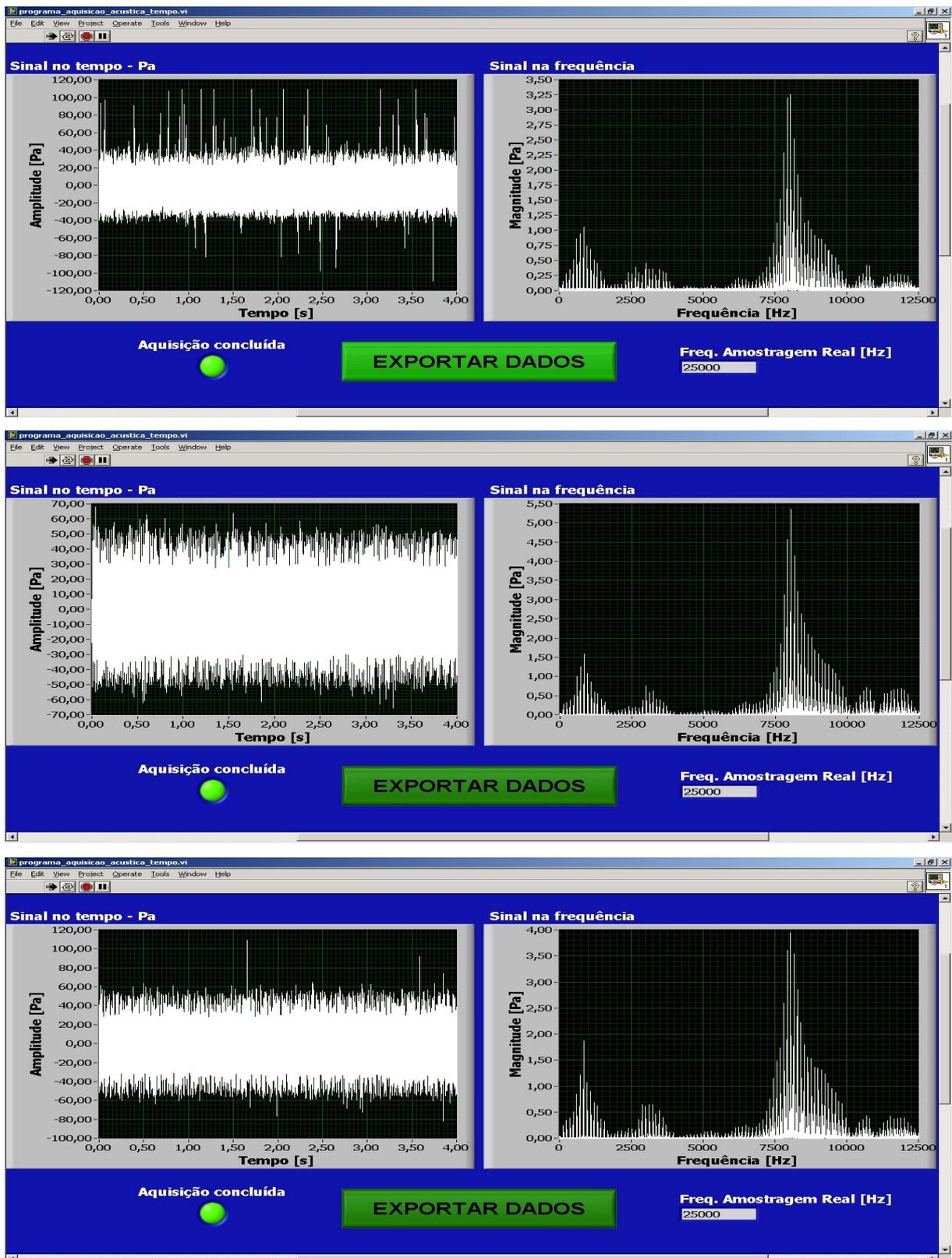


Figura 4.10 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,3 mm, 0,4 a 0,5 mm, respectivamente.

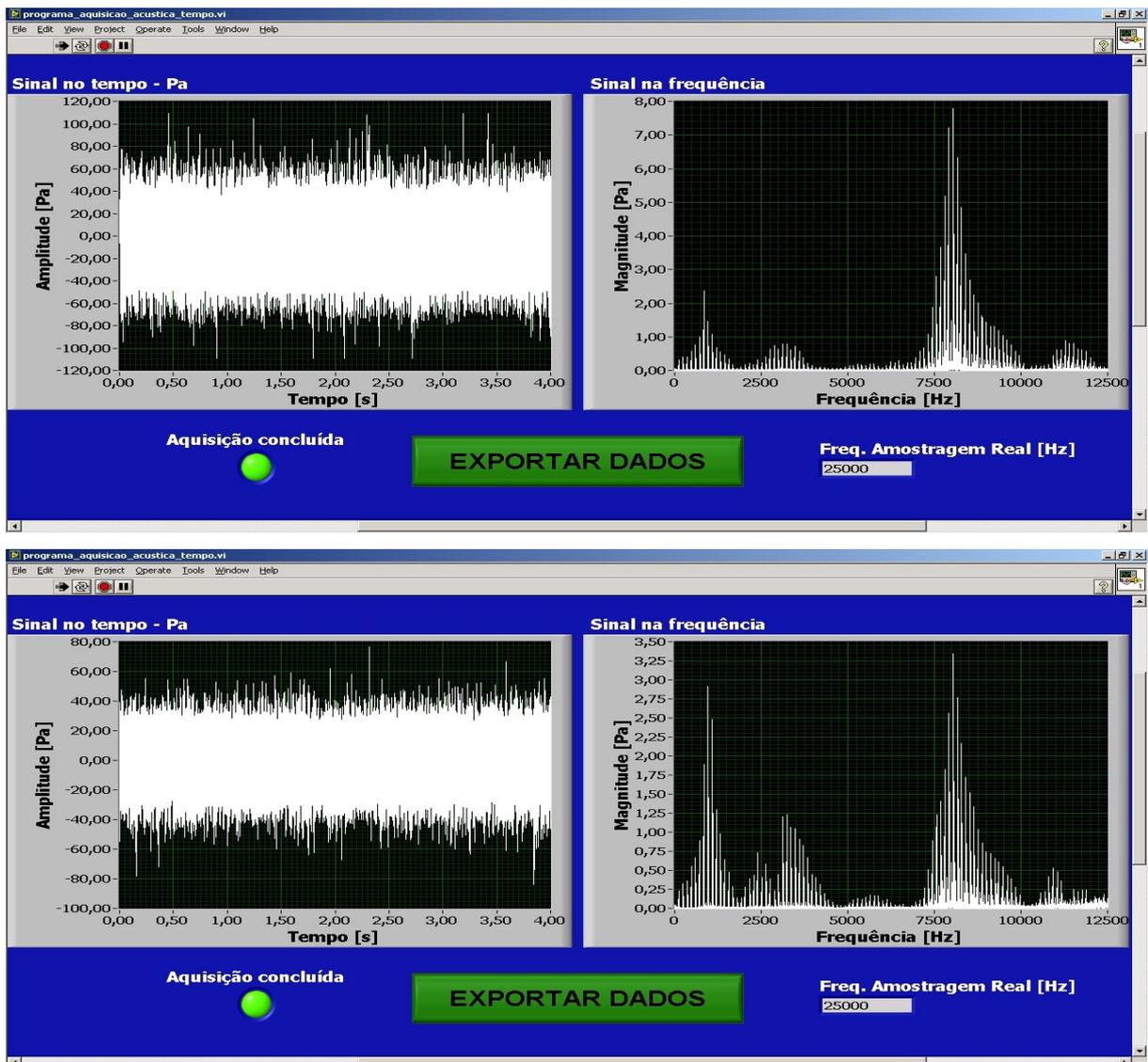


Figura 4.11 – Gráficos dos sinais acústicos no tempo e na frequência, obtidos para a fase de pré-queima da análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0,6 a 0,7 mm, respectivamente.

Tabela 4.7 – Valores de composição química obtidos para a análise química dos corpos de prova de superfície cilíndrica de 325 mm de diâmetro, para uma distância vertical de posicionamento de 0 a 0,7 mm, com uma diferença de 0,1 mm de uma distância a outra.

		Elemento	C	Mn	P	S	V	Ti	Nb
		Distância Vertical de Posicionamento	0 mm	Comp. Quím. % Peso	0,114	1,414	0,011	0,003	0,033
<i>k</i>	4,30			4,30	2,04	2,36	2,78	1,96	2,36
<i>U</i>	0,037			0,030	0,001	0,002	0,003	0,001	0,002
0,1 mm	Comp. Quím. % Peso		0,138	1,409	0,010	0,002	0,033	0,002	0,029
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,04	2,04	2,78	1,96	1,96
	<i>U</i>		0,071	0,047	0,001	0,001	0,003	0,001	0,001
0,2 mm	Comp. Quím. % Peso		0,145	1,403	0,008	0,001	0,030	0,002	0,030
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,04	1,96	2,04	1,96	2,04
	<i>U</i>		0,081	0,055	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
0,3 mm	Comp. Quím. % Peso		0,160	1,402	0,009	0,001	0,037	0,002	0,037
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,36	1,96	4,30	1,96	4,30
	<i>U</i>		0,098	0,036	0,002	0,001	0,009	0,001	0,011
0,4 mm	Comp. Quím. % Peso		0,152	1,387	0,008	0,001	0,033	0,002	0,033
	<i>k</i>		4,30	4,30	1,96	1,96	4,30	1,96	4,30
	<i>U</i>		0,070	0,038	0,001	0,001	0,008	0,001	0,010
0,5 mm	Comp. Quím. % Peso		0,153	1,399	0,006	0,001	0,036	0,002	0,038
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,04	1,96	2,04	1,96	3,18
	<i>U</i>		0,042	0,032	0,001	0,001	0,001	0,001	0,004
0,6 mm	Comp. Quím. % Peso		0,184	1,399	0,008	0,001	0,044	0,003	0,046
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,04	1,96	4,30	2,04	4,30
	<i>U</i>		0,074	0,048	0,001	0,001	0,012	0,001	0,015
0,7 mm	Comp. Quím. % Peso		0,827	1,789	0,001	0,001	0,363	0,050	0,525
	<i>k</i>		4,30	4,30	2,04	1,96	4,30	4,30	4,30
	<i>U</i>		0,424	0,420	0,001	0,001	0,061	0,013	0,125

A partir dos gráficos do domínio da frequência mostrados nas Figs. 4.9 a 4.11, e a partir dos arquivos de dados obtidos pelo programa de aquisição, foram elencadas as frequências que mostraram-se mais sensíveis à alteração das variáveis distância de posicionamento e geometria de superfície, e que também atingiram magnitudes maiores, em Pa. A Tabela 4.8 mostra os valores de frequência escolhidos para análise, com suas respectivas amplitudes médias em Pa, obtidas para os ensaios realizados.

Tabela 4.8 – Magnitudes das frequências componentes dos sinais de ruído adquiridos que mostraram maior sensibilidade à variação dos fatores distância vertical e geometria da superfície.

	Frequência			
	Magnitude 840 ± 1 Hz [Pa]	Magnitude 7920,5 ± 7 Hz [Pa]	Magnitude 8040,5 ± 7 Hz [Pa]	
Distância vertical e geometria	0 mm plana	0,024001	0,020728	0,020595
	0,1 mm plana	0,046914	0,060319	0,051186
	0,2 mm plana	0,090787	0,223644	0,157308
	0,3 mm plana	0,170697	0,313276	0,311524
	0,4 mm plana	0,133161	0,234778	0,193484
	0,5 mm plana	0,374507	0,297703	0,217085
	0,6 mm plana	0,844191	0,533147	0,459913
	0,7 mm plana	1,224064	0,840462	0,795646
	0 mm cilíndrica 1	0,205899	0,560826	0,836270
	0,1 mm cilíndrica 1	0,352682	0,852680	0,976840
	0,2 mm cilíndrica 1	0,320686	0,817463	0,836842
	0,3 mm cilíndrica 1	0,610508	0,300855	0,325748
	0,4 mm cilíndrica 1	0,676687	0,529718	0,544891
	0,5 mm cilíndrica 1	2,034609	1,120012	1,432194
	0,6 mm cilíndrica 1	1,020462	1,595616	2,007323
	0,7 mm cilíndrica 1	2,274360	0,329832	0,530879
	0 mm cilíndrica 2	0,610281	1,481878	1,903775
	0,1 mm cilíndrica 2	0,645410	1,931321	2,216259
	0,2 mm cilíndrica 2	0,882338	2,928822	3,178826
	0,3 mm cilíndrica 2	1,167023	3,659230	3,688114
	0,4 mm cilíndrica 2	1,559888	4,482655	5,154315
0,5 mm cilíndrica 2	1,957262	4,080644	4,507387	
0,6 mm cilíndrica 2	2,438903	6,415331	6,484635	
0,7 mm cilíndrica 2	2,008111	2,588588	3,420561	

A partir dos dados mostrados na Tab. 4.8, concluiu-se que a magnitude da frequência de 840 ± 1 Hz mostrou-se mais sensível à alteração dos valores dos fatores distância e geometria avaliados, para as geometrias plana e cilíndrica 1, uma vez que a diferença entre os valores máximo e mínimo de magnitude obtidos para esta frequência mostrou-se maior, para cada geometria. Para a geometria de 325 mm, a frequência que apresentou maior sensibilidade foi a de 7920,5 ± 7 Hz. Deste modo, definiu-se a frequência de 840 ± 1 Hz como sendo aquela que seria monitorada pelo sistema embarcado, com o objetivo de aplicar os critérios de aceitação definidos para a composição química obtida nas análises realizadas com o espectrômetro Belec Compact Port HLC®.

A Figura 4.12 mostra um gráfico no domínio da frequência em que as magnitudes são expressas em escala dB, numa escala logarítmica ($20 \log_{10} Mag$, onde Mag é a magnitude em Pa). Esta representação visa facilitar na identificação visual dos picos mais proeminentes do espectro. Nesta figura, a frequência em torno de 840 Hz é destacada.

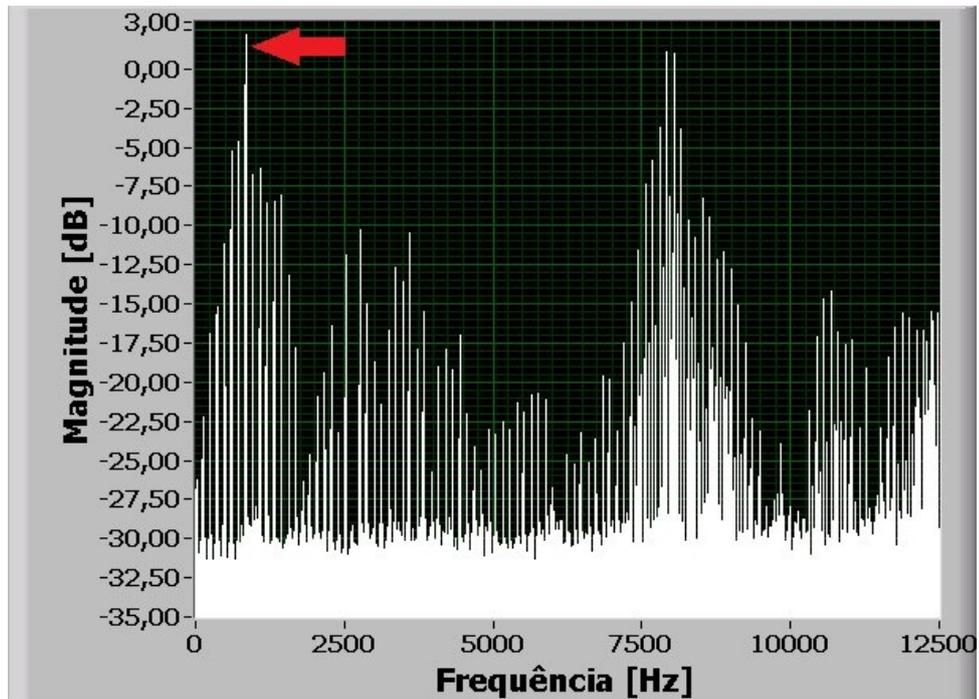


Figura 4.12 – Espectro de frequência do sinal acústico adquirido durante a análise de composição química do corpo de prova de superfície plana, com uma distância de posicionamento vertical da sonda de 0,7 mm. A seta vermelha indica o pico de frequência em torno de 840 Hz.

Foram construídos gráficos para efeitos de comparação e análise de valores de erro absoluto de composição química do carbono e do manganês com a magnitude da frequência de 840 Hz. Os resultados são mostrados nas Figs. 4.13 e 4.14.

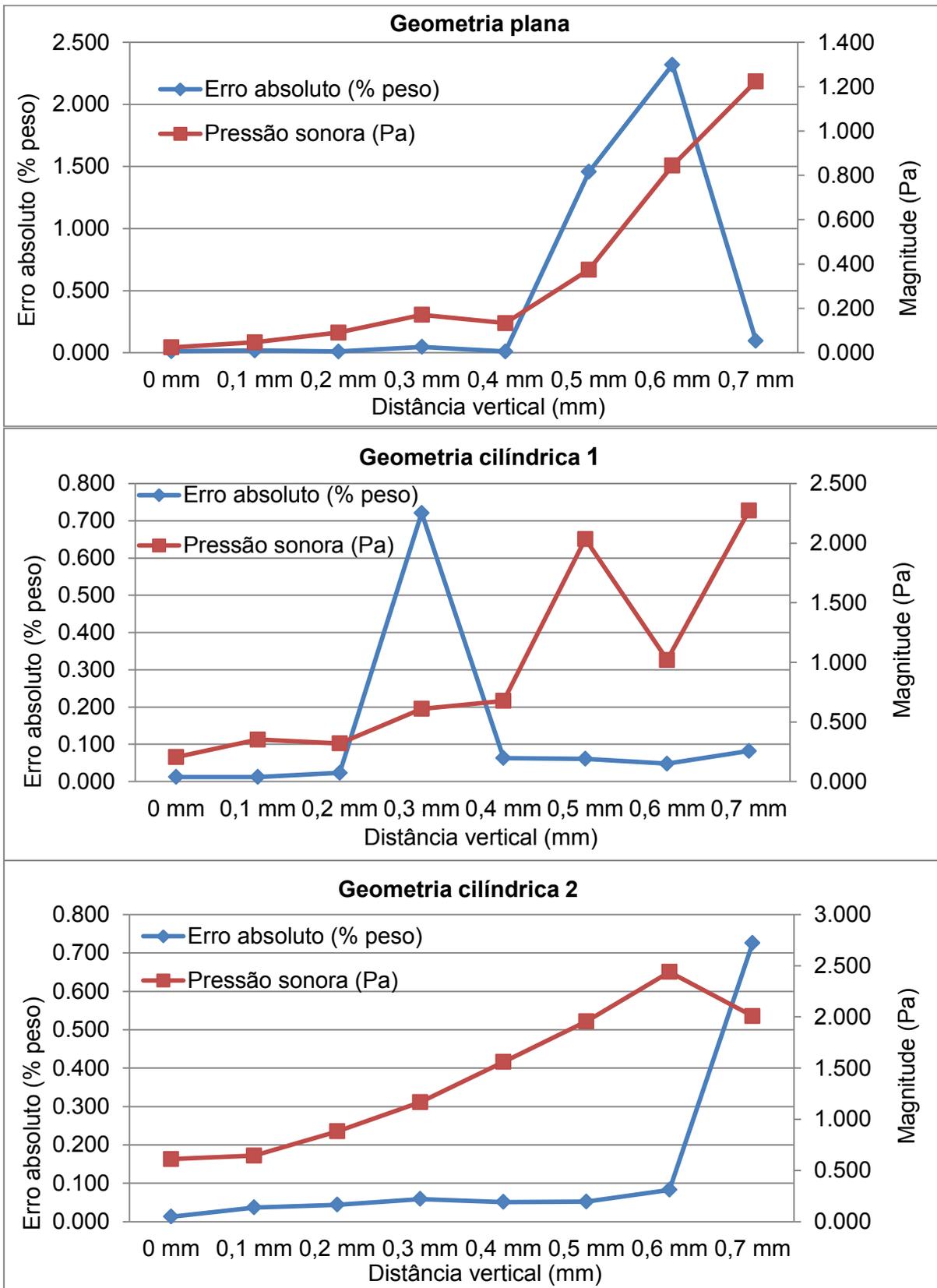


Figura 4.13 - Valores de erro absoluto de composição química de carbono apresentados em conjunto com a magnitude da frequência em torno de 840 Hz.

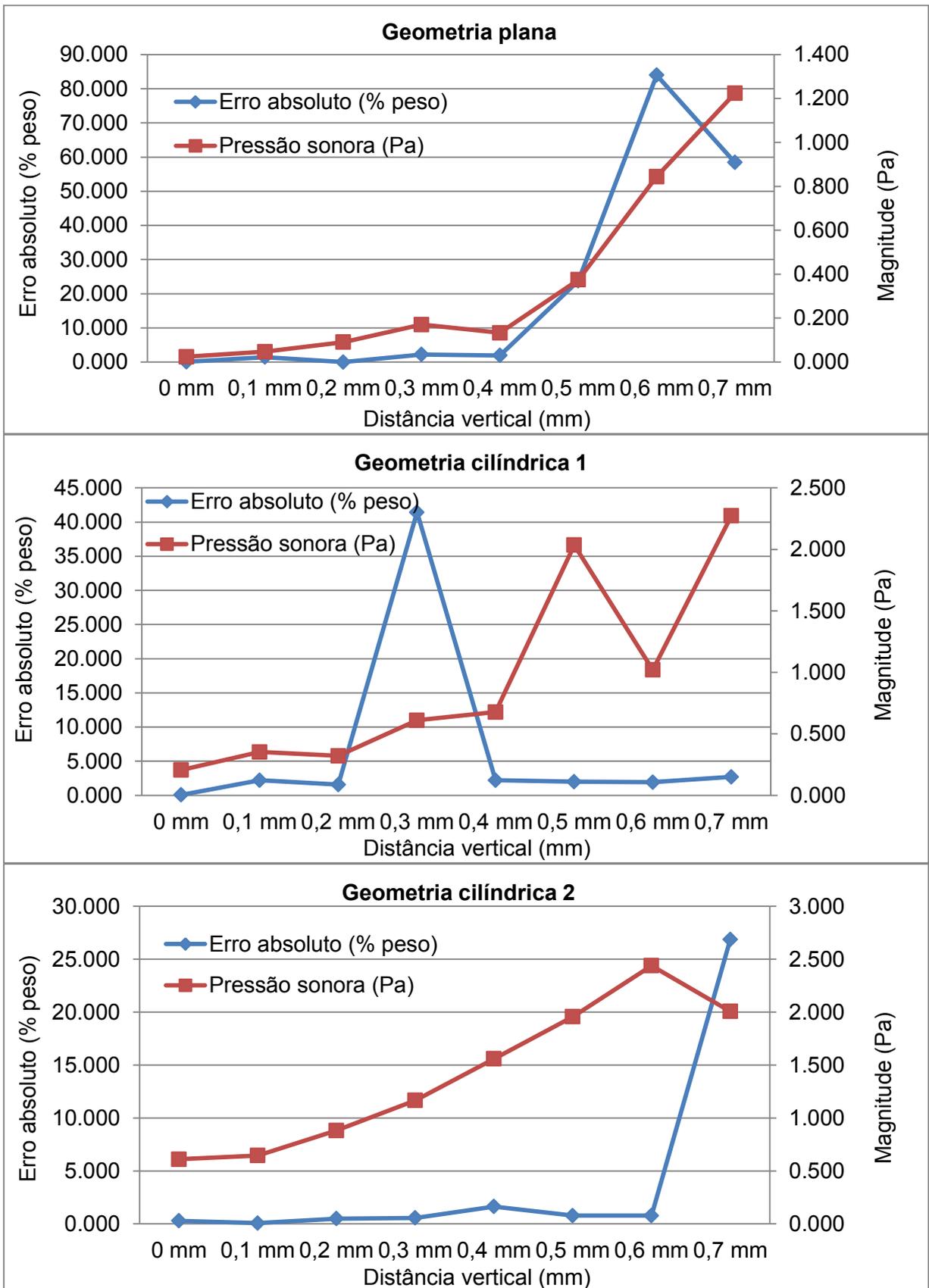


Figura 4.14 - Valores de erro absoluto de composição química de Manganês apresentados em conjunto com a magnitude da frequência em torno de 840 Hz.

A partir das Figs. 4.13 e 4.14 se conclui que à medida que a distância vertical aumenta o erro absoluto aumentou atingindo valores muito elevados e a magnitude das frequências em torno de 840 Hz também aumentaram de forma significativa. Estes resultados são evidenciados por meio da ANOVA, Tabela 4.9.

Em alguns resultados, como nas medições realizadas com os corpos de prova de geometria cilíndrica 1, houve variações bruscas dos erros absolutos obtidos, como na avaliação com distâncias verticais de posicionamento de 0,2 mm a 0,4 mm. Este efeito pode estar relacionado à pequenas irregularidades geométricas na cadeia de montagem que envolveu o suporte e a sonda, uma vez que pequenas alterações dimensionais no conjunto composto pelo suporte, pela sonda e pelo corpo de prova, da ordem de 0,1 mm, mostraram-se suficientes para provocar uma alteração significativa nos resultados dos experimentos.

Tabela 4.9 – ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Carbono.

Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	2,02106	2	1,010528	37,3858	0
Distância vertical	5,43174	7	0,775962	28,7078	0
Geometria x Distância	13,69990	14	0,978564	36,2033	0
Erro	1,29743	48	0,027030		

A partir da Tabela 4.9 se conclui que, para uma confiabilidade de 95,45 %, os fatores geometria da superfície e distância vertical do corpo de prova à sonda e a interação entre os dois fatores citados introduziram efeitos estatisticamente significativos nos valores da variável resposta (% em peso de Carbono).

A ANOVA também foi efetuada para os outros componentes químicos que caracterizam o aço API X65 (Mn, P, S, V, Nb, e Ti). As Tabelas contendo os resultados são expostas no Apêndice VI.

Para os resultados de medição da % em peso de Carbono foi construído um gráfico de probabilidade normal, visando avaliar a não normalidade dos resíduos obtidos. A Figura 4.15 mostra o gráfico construído.

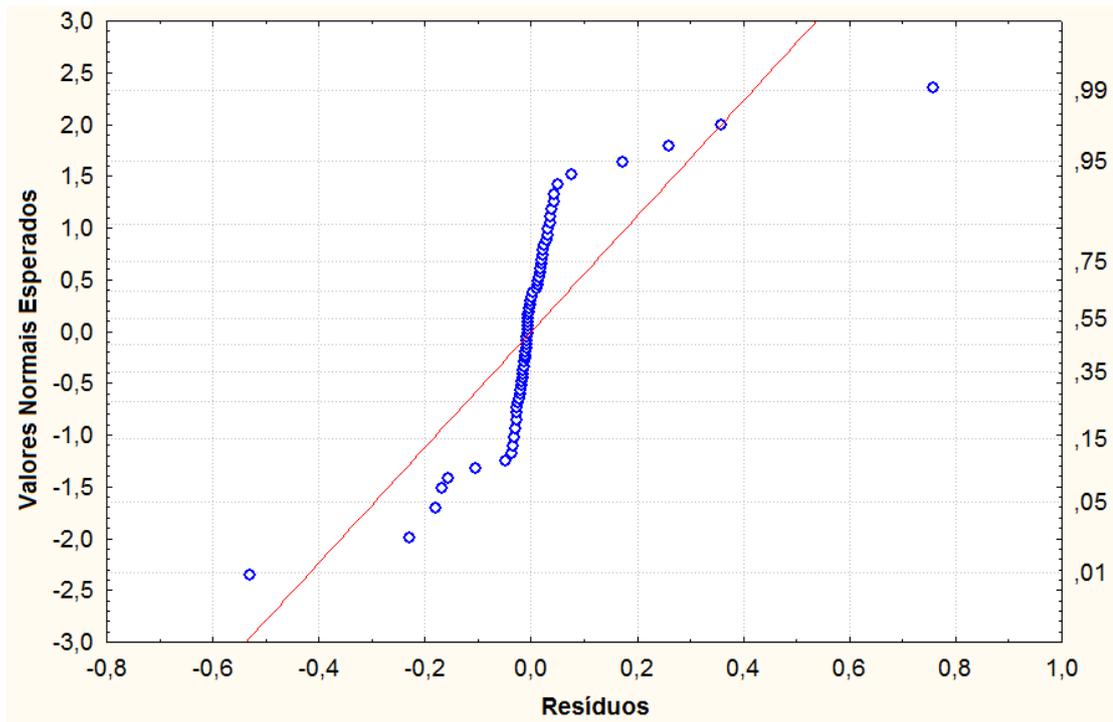


Figura 4.15 – Gráfico de probabilidade da distribuição normal dos resíduos da % de peso de Carbono.

Pelo gráfico mostrado na Fig. 4.15, verifica-se que os resíduos obtidos apresentam ausência de normalidade.

Uma possível explicação para os efeitos negativos gerados pela abertura de frestas entre o bocal da sonda e a superfície avaliada é a invasão de gás oxigênio na atmosfera que deve ser predominantemente constituída de argônio. O fluxo de corrente de ar existente no local da análise faz com que a atmosfera de proteção gerada pelo gás argônio não cumpra sua função adequadamente, fazendo com que óxidos surjam como impurezas nos resultados das análises. Uma forma de se evitar este efeito é utilizar uma proteção lateral, de modo a obstruir as frestas geradas, e também utilizar adaptadores cilíndricos para o bocal da sonda, de forma que o mesmo possa se encaixar adequadamente em superfícies cilíndricas, sem que haja o surgimento de frestas.

Com o intuito de estabelecer um critério de aceitação para os resultados de análise de composição química foi estimado o erro relativo dos valores de composição química em % de peso para todos os elementos. A Tabela 4.10 mostra os resultados obtidos para o Carbono. Os erros relativos para os outros elementos característicos do aço X65 estão inseridos no Apêndice VII.

Tabela 4.10 – Erros relativos de composição química em % de peso de Carbono.

Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	7,06	21,18	11,76	10,59	10,59	1714,12	2732,94	110,59
Cilíndrica 1	14,12	14,12	27,06	848,24	75,29	71,76	71,76	96,47
Cilíndrica 2	16,83	10,89	43,56	58,42	50,5	51,49	51,49	718,81

A partir da Tabela 4.10, é possível verificar que os erros apresentaram uma tendência crescente à medida que as distâncias foram aumentadas. Para a amostra plana os erros foram menores ou iguais a 21 % até uma distância de 0,4 mm. A partir desta distância o erro relativo ultrapassou 1000 %, indicando a obtenção de resultados completamente inválidos. Para as amostras cilíndricas os valores de erros seguiram a tendência dominante até a distância de 0,1 mm. Indicando a dificuldade de obter resultados de composição química válidos para este tipo de geometria.

A partir do anteriormente exposto foi definido como critério de aceitação para os resultados de análise de composição química um erro relativo dos valores de composição química de 15 %.

4.7 - Sistema embarcado

A Figura 4.39 mostra o sistema embarcado. O qual consta de: uma placa Arduino DUE[®]; um circuito pré-amplificador; um circuito de *offset*; cabos de ligação e uma bateria de 9 V; um microfone de eletreto; uma chave liga-desliga e os LEDs indicadores. Estes componentes foram acomodados no interior de uma caixa de plástico, Fig. 4.16.

Para afixar os LEDs, o microfone de eletreto e a chave liga/desliga, foram efetuados furos na caixa na medida de cada componente, de modo que os mesmos ficassem acoplados por ajuste interferente. A Figura 4.17 mostra uma foto do sistema embarcado.

A Tabela 4.10 apresenta os valores de custo estimado para cada componente usado na fabricação do sistema embarcado.

O custo de mão de obra foi avaliado pela Eq. (3.10). Considerando que para a seleção dos componentes se gasta tem torno de uma hora de trabalho, a soldagem gasta em torno de duas horas e a montagem do sistema embarcado cerca de três horas, o custo total foi dado pela Eq. (4.1).

$$1 \cdot R\$ 45 + 2 \cdot R\$ 45 + 3 \cdot R\$ 45 = R\$ 270 \quad (4.1)$$

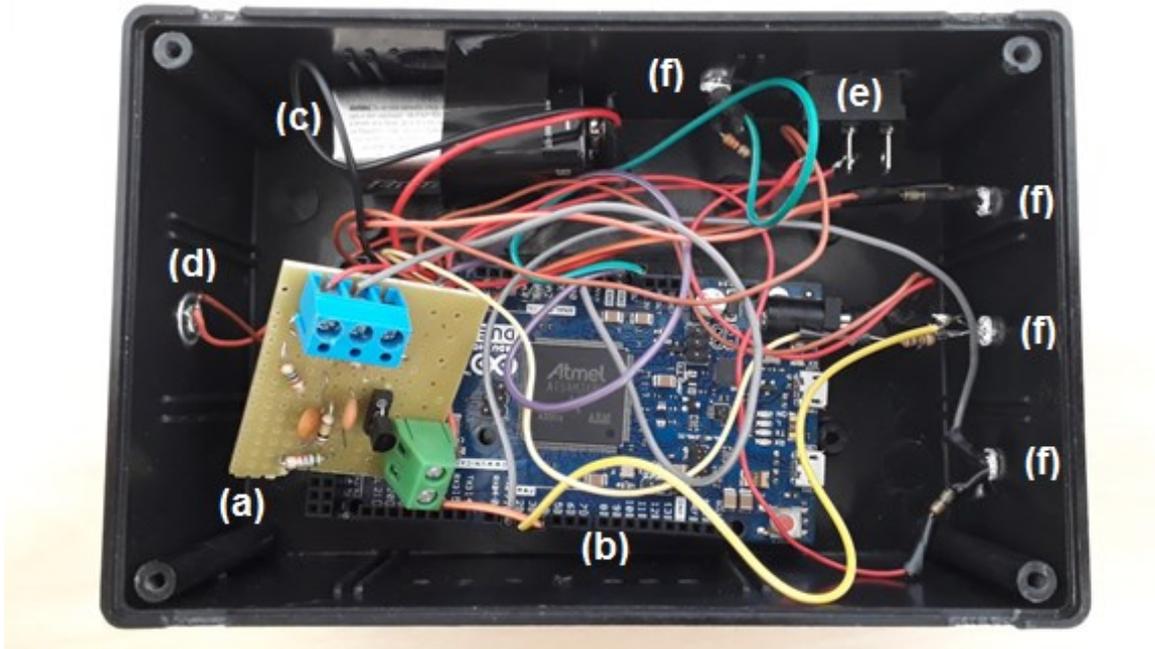


Figura 4.16 – Esquema elétrico final do circuito do sistema embarcado: (a) circuitos pré-amplificador e de offset, (b) placa Arduino DUE®, (c) bateria de 9 V, (d) microfone de eletreto, (e) chave liga-desliga, (f) LEDs indicadores.



Figura 4.17 – Sistema embarcado. Microfone de eletreto (a), chave liga-desliga (b), LEDs indicadores (c).

Somando este valor com o custo total mostrado na Tab. 4.11, tem-se um custo final de cerca de 430 reais (USD 115,59, baseada na cotação do dia 14/06/2018), o que prova que este sistema apresenta baixo custo. Além disso, outra vantagem a se citar é a que os componentes usados na construção deste sistema são todos facilmente encontráveis no

mercado, de forma que este sistema pode ser facilmente aplicado a vários espectrômetros de princípio de funcionamento semelhante ao do espectrômetro Belec Compact Port HLC®.

Tabela 4.11 – Cotação dos custos dos componentes usados na construção do sistema embarcado.

Item	Custo estimado (R\$)
Caixa de plástico (Patola®)	16,00
Plataforma Arduino DUE®	100,00
LED Vermelho 5 mm	0,25
LED Verde 5 mm	0,25
LED Amarelo 5 mm	0,25
LED Azul 5 mm	0,25
Chave Liga/Desliga	1,50
Estanho para solda	7,00
Cabo manga 6 vias 1 m	2,00
Clip para bateria 9 V	2,60
Bateria 9 V	6,00
Microfone de Eletreto	0,60
Parafusos de fixação	1,00
Plug P4 para alimentação do Arduino®	1,00
4 Resistores de 150 Ohms	0,50
1 Transistor NPN BC548	0,20
Placa Fenolite pré-furada 10x5 cm	3,00
2 Capacitores cerâmicos de 10 nF	0,20
Capacitor eletrolítico 1µF	0,15
1 resistor 56,0 kΩ	0,10
1 resistor 6,8 kΩ	0,10
2 resistores 5,6 kΩ	0,20
1 resistor 100,0 kΩ	0,10
Cabos de ligação (<i>Jumpers</i>) para Arduino®	10,00
Barra de pinos de 40 vias	0,70
Borne com 2 polos	0,70
Borne com 3 polos	1,00
Soquete para Transistor	0,80
2 Abraçadeiras	1,50
Fita isolante	2,00
Total	159,95

4.7.1 – Resultados da verificação do sistema embarcado

A Tabela 4.12 mostra os resultados da verificação do sistema embarcado, contemplando os valores máximo e mínimo, e o valor de pico, em Volts.

Tabela 4.12 – Valores de tensão obtidos na verificação do sistema embarcado.

Magnitude	94 dB (1 Pa RMS)	114 dB (10 Pa RMS)
Leitura 1 (V)	1,14	1,92
Leitura 2 (V)	1,12	1,94
Leitura 3 (V)	1,12	1,86
Média (V)	1,13	1,91
Desvio (V)	0,01	0,04

De posse destes dados, levantou-se uma reta de regressão, visando encontrar uma relação entre a pressão sonora de entrada e a tensão de saída do circuito condicionador de sinais. A Figura 4.18 mostra o gráfico da reta traçada. Foram utilizados os valores máximos de tensão obtidos na saída do circuito de condicionamento de sinais para realizar a regressão, ao submeter o microfone de eletreto aos níveis de pressão sonora de 94 dB e 114 dB. Para converter estes valores em dB para valor de pico em Pa, foi utilizada a Eq. 2.2, que mostrou que as pressões sonoras valem aproximadamente 1 Pa RMS (1,414 Pa de pico) e 10 Pa RMS (14,142 Pa de pico) respectivamente.

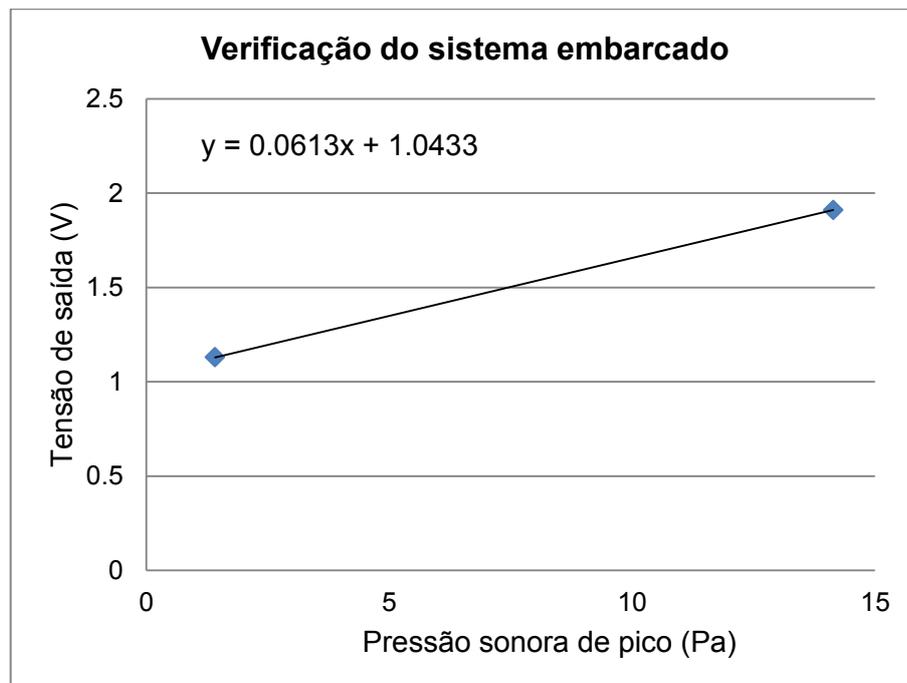


Figura 4.18 – Gráfico contendo a reta de regressão traçada.

A equação da reta de regressão obtida é dada pela Eq. 4.1, onde V_{out} é a tensão de saída do circuito de condicionamento de sinais, e P_{pico} é o valor de pressão sonora de pico.

$$V_{out} = 0,0613 \cdot P_{pico} + 1,0433 \quad (4.2)$$

A equação obtida pela aplicação do modelo de regressão linear (Eq. (4.2)) permitiu que se obtivesse uma relação entre a variável de entrada (pressão sonora de pico em Pa) e a variável de saída (tensão em V), permitindo que assim qualquer valor de tensão lida na saída do circuito condicionador possa ser convertido em pressão sonora de pico (Pa). A reta de regressão foi traçada com base na pressão sonora de pico pois a partir da mesma é possível encontrar a magnitude das frequências detectadas pela FFT em Pa, para um determinado sinal acústico de entrada submetido ao sistema embarcado.

O valor do coeficiente linear da reta representa a tensão de offset (1,043 V), que está próximo do valor teórico da tensão de offset calculada (0,975 V). Esta tensão indica que o microfone de eletreto não está captando nenhum sinal em sua entrada. Este microfone só é excitado a partir do momento em que uma combinação de intensidade de pressão sonora e distância da fonte sonora ao sensor é alcançada. Quanto maior a pressão sonora emitida pela fonte, menor deve ser a distância para que o microfone consiga captar algum som.

A faixa nominal deste sistema de medição é de aproximadamente 11 Pa RMS, e a resolução é de aproximadamente 0,035 Pa RMS, baseado na verificação realizada. A incerteza de medição de pressão sonora obtida, para as entradas de 1 Pa RMS e 10 Pa RMS, foi de $U = 0,02$ Pa RMS, para um fator de abrangência $k = 1,96$ e uma confiabilidade de 95,45 %. A magnitude da frequência de 840 Hz é monitorada, e o acionamento dos LEDs se dá quando esta magnitude ultrapassa a magnitude máxima definida como critério de aceitação do ensaio.

4.7.2 – Resultados da validação do sistema embarcado

Os resultados da validação do sistema embarcado estão evidenciados na Tab. 4.13. Os valores da magnitude da frequência de 840 Hz foram expressos em Pa, após conversão dos valores de tensão com auxílio da Eq. (4.2), descartando o valor de *offset* obtido na equação de reta.

Tabela 4.13 – Resultados do processo de validação do sistema embarcado.

Geometria	Distância (mm)	Magnitude (Pa)	Desvio Padrão (Pa)
Plana	0,3	0,078	0,016
	0,4	0,104	0,019
	0,5	0,177	0,047
	0,6	0,310	0,026
Cilíndrica 1	0	0,524	0,039
	0,1	0,762	0,064
Cilíndrica 2	0	0,058	0,028
	0,1	0,056	0,026
	0,2	0,077	0,026
	0,3	0,194	0,038
	0,4	1,004	0,051

Considerando o valor limite de magnitude como 0,150 Pa, o sistema embarcado apresentou respostas condizentes com este valor, uma vez que o LED verde foi acionado quando a magnitude obtida se encontrou abaixo deste valor, e acima dele, o LED acionado foi o vermelho. Quando o LED verde é acionado, isto indica que as medições obtidas pelo espectrômetro podem ser aceitas, e quando o LED vermelho é acionado, as medições de composição química devem ser descartadas.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES E PROPOSTAS PARA TRABALHO FUTUROS

Ao final deste trabalho, podem ser apresentadas as seguintes conclusões:

- a) Os fatores geometria da superfície e distância vertical do corpo de prova à sonda e a interação entre os dois fatores citados produziram efeitos estatisticamente significativos nos valores da variável resposta (% em peso) do aço X65 para uma confiabilidade de 95,45 %,
- b) A variação dos valores de distância vertical aumentou significativamente os valores de erro para as três geometrias investigadas, levando à invalidação dos resultados da análise de composição química. Para a amostra plana os erros foram menores ou iguais a 21 % até uma distância de 0,4 mm. A partir desta distância o erro relativo ultrapassou 1000 %. Para as amostras cilíndricas os valores de erros exibiram valores adequados somente para a distância menor ou igual a 0,1 mm, indicando a dificuldade de obter resultados de composição química válidos para este tipo de geometria.
- c) Como critério de aceitação foi definido 15 % de erro relativo em % peso de composição química, resultando em valores de distância vertical entre sonda e superfície plana de 0,4 mm e para as superfícies cilíndricas de 220 mm e de 325 mm de diâmetro externo de 0,1 mm de distância vertical entre sonda e superfície cilíndrica.
- d) A frequência em torno de 840 Hz \pm 1 Hz se mostrou adequada para avaliar a variação dos sinais de ruído emitidos durante a realização das análises de composição química do aço X65 em campo uma vez que sua magnitude é sensível à variação da distância vertical entre corpo de prova e sonda.
- e) O sistema embarcado desenvolvido apresenta faixa nominal de 11 Pa RMS com resolução de 0,04 Pa RMS. A magnitude na frequência de 840 Hz é monitorada, e o

acionamento do LED vermelho se dá quando esta magnitude ultrapassa a magnitude máxima definida como critério de aceitação do ensaio. E se não ultrapassar acende o LED verde.

- f) O sistema embarcado desenvolvido possui um custo total de R\$ 430 reais. Todos os componentes usados na construção deste sistema são facilmente encontrados no mercado nacional, de forma que este sistema pode ser facilmente reproduzido e aplicado para validação de testes de composição química com vários espectrômetros de princípio de funcionamento semelhante ao do espectrômetro Belec Compact Port HLC[®].
- g) Considerando o valor limite de magnitude como 0,150 Pa, o sistema embarcado apresentou respostas condizentes com este valor, uma vez que o LED verde foi acionado quando a magnitude obtida se encontrou abaixo deste valor, e acima dele, o LED acionado foi o vermelho.

São sugeridas as seguintes propostas para trabalhos futuros, tendo em vista os resultados obtidos nesta dissertação:

- a) Otimização do programa compilado no Arduino DUE[®], com o objetivo de diminuir o gasto de processamento e memória desta plataforma durante a execução do programa.
- b) Desenvolvimento de um sistema embarcado de dimensões menores e menor custo pela utilização de uma plataforma de proporções menores, como o Arduino UNO[®] e Arduino Nano[®].
- c) Estudo e implementação de uma forma alternativa de alimentar o circuito do sistema embarcado, em que a tensão de alimentação se mantenha constante durante um tempo prolongado.
- d) Avaliação do efeito da temperatura da superfície analisada, nos resultados das análises de composição química.
- e) Avaliação do efeito da geometria e da distância de posicionamento vertical da sonda em análises de aços com teor de Carbono mais elevados (por exemplo, 0,4 %), aços de baixa liga (Cromo, Molibdênio e Níquel) e aços patenteados (arames), nos resultados das análises de composição química.
- f) Avaliação do efeito da geometria e da distância de posicionamento vertical da sonda em análises de aços inoxidáveis série 300 tipo L (com teor de Carbono menor que

0,03 %) e de tipo convencional (teor de Carbono maior ou igual a 0,08), nos resultados das análises de composição química.

- g) Desenvolvimento e fabricação de adaptadores para enclausramento da região de queima.
- h) Avaliação do efeito do ângulo de posicionamento da sonda em relação à superfície analisada, nos resultados das análises de composição química.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT. ABNT NBR ISO/IEC 17025. 2005.

ARDUINO. **Arduino Due.** Disponível em: <<https://www.arduino.cc/en/Main/arduinoBoardDue>>. Acesso em: 13 jun. 2017.

ARDUINO. **Introduction: What Is Arduino?** Disponível em: <<https://www.arduino.cc/en/Guide/Introduction>>. Acesso em: 13 jun. 2017.

BELEC SPEKTROMETRIE OPTO-ELEKTRONIK GMBH. **Belec Compact Port HLC - Applications.** Disponível em: <<https://www.belec.de/en/products/belec-compact-port-hlc/sample-applications/>>. Acesso em: 13 jun. 2017.

BIPM. **GUM 2008 - Guia para a expressão de incerteza de medição.** 1. ed. Rio de Janeiro: INMETRO, 2012.

BIANCHI, André Jucovsky; QUEIROZ, Marcelo, Real time digital audio processing using Arduino, **Sound and Music Computing Conference**, p. 538–545, 2013.

BOX, George E. P.; HUNTER, J. Stuart; HUNTER, William G. **Statistics for Experimenters: Design, Innovation, and Discovery.** 2ª. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2005.

CARPINETTI, Luiz C. R. **Planejamento e Análise de Experimentos.** 1ª. São Carlos: EESC-USP, 2009.

COSTA, Ennio Cruz Da. **Acústica Técnica.** 1ª. São Paulo: Edgard Blücher Ltda., 2003.

DELFINO, Leandro César. **Controle Ativo de Ruído em Dutos Utilizando Processadores Digitais de Sinais.** Universidade Federal de Uberlândia, 2005.

EMBEDDED ARCHITECTS. **O que é um sistema embarcado.** Disponível em: <<http://www.embarc.com.br/p1600.aspx>>. Acesso em: 13 jun. 2017.

EVEREST, F. Alton. **Master Handbook of Acoustics.** 4th. ed. New York: McGraw-Hill, 2001.

EXPLICATORIUM. Figura. 2016. Disponível em: <<http://www.explicatorium.com/cfq-8/nivel-sonoro.html>>.

FEIRINHA DIGITAL. **Pré-amplificador para microfone de eletreto**. Disponível em: <<http://www.feirinhadigital.com.br/projetos-usuarios/pre-amp-mic/preamp.html>>. Acesso em: 15 jun. 2018.

GALDÁMEZ, Edwin Vladimir Cardoza. **Aplicação das Técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos na Melhoria da Qualidade de um Processo de Fabricação de Produtos Plásticos**. Universidade de São Paulo, 2002.

GERGES, Samir N. Y. **Ruído - Fundamentos e Controle**. 2. ed. Florianópolis: NR Editora, 2000.

HEATH, Steve. **Embedded Systems Design**. 2nd. ed. Newnes, 2003.

HEIKKILÄ, I., EGGERTSON, C., RANDELIUS, M., CADDEO-JOHANSSON, S., & CHASOGLOU, D. First experiences on characterization of surface oxide films in powder particles by Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GD-OES). *Metal Powder Report*, 71(4), 261–264., 2016. <https://doi.org/10.1016/j.mprp.2016.03.005>

IEEE GLOBALSPEC. **Atomic Emission and Optical Emission Spectrometers Information**. Disponível em: <http://www.globalspec.com/learnmore/labware_scientific_instruments/spectrometers_analytical_photometers/atomic_optical_emission_spectrometers>. Acesso em: 12 jun. 2017.

INMETRO. Vocabulário Internacional de Metrologia. n. 1ª Edição, p. 93, 2012.

KINSLER, Lawrence E., FREY, Austin R., COPPENS, Alan B., SANDERS, James V. **Fundamentals of Acoustics**. 4 ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2000.

LEARNING ABOUT ELECTRONICS. Disponível em: <<http://www.learningaboutelectronics.com/Artigos/Calculadora-divisor-de-tensao.php>>. Acesso em 15 de junho de 2018.

MACHADO, Marcus V. R., MOTA, Carolina P., FINZI Neto, Roberto M., VILARINHO, Louriel O. Determinação Do Índice De Regularidade Da Transferência Metálica Por Curto-circuito Via Monitoramento Sonoro. **7º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**, 2013.

MACHADO, Marcus V. R., MOTA, Carolina P., FINZI Neto, Roberto M., VILARINHO, Louriel O. Estudo De Um Sistema Embarcado Sem Fio Para Monitoramento E Análise De Sinais Em Soldagem a Arco. **6º Congresso Brasileiro de Engenharia da Fabricação**, v. 17, p. 147–157, 2011.

MICROCHIP. **dsPIC33FJXXXGPX06/X08/X10 Data Sheet - High-Performance, 16-Bit Digital Signal Controllers**. USA, 2009.

MONTGOMERY, Douglas C.; RUNGER, George C. **Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros**. 4ª. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2009.

NELIS, Thomas; PAYLING, Richard. **Optical Emission Glow Discharge Spectroscopy: A Practical Guide**. 1ª ed. New Delhi: The Royal Society of Chemistry, 2003.

NICOLOSI, E. R. **AVALIAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS VIA ENSAIO DE MACROINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**. Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2015.

OPPENHEIM, Alan V. SCHAFFER, Ronald W. BUCK, John R. **Discrete-Time Signal Processing**. 2a. ed. New Jersey: Prentice Hall, 1999.

OXFORD INSTRUMENTS. **What is Optical Emission Spectroscopy (OES)?** Disponível em: <<http://www.the-experts.com/optical-emission-spectroscopy-oes-explained>>. Acesso em: 12 jun. 2017.

PCB PIEZOTRONICS. **Model: 378B02**. Disponível em: <<http://www.pcb.com/Products.aspx?m=378B02> >. Acesso em: 15 jun. 2018.

PROM PORTAL. **Espectrômetro móvel Belec Compact Port**. Disponível em: <<http://omsk.promportal.su/goods/2413046/mobilniy-spektrometr-belec-compact-port.htm>>. Acesso em 26 jul. 2018.

SANTOS, Angela Maria Nogueira dos. **Efeitos Dinâmicos na Medição: Problemas em Metrologia Dinâmica e Medição por Coordenadas**. Universidade de Brasília, 2012.

SMITH, Steven W. **The Scientist & Engineer's Guide to Digital Signal Processing**. 1a. ed. California: California Technical Pub, 1997.

SKOOG, Douglas A., WEST, Donald M., HOLLER F. J., CROUCH, Stanley R. **Fundamentals of Analytical Chemistry**. 9ª. Belmont: CENGAGE Learning, 2014.

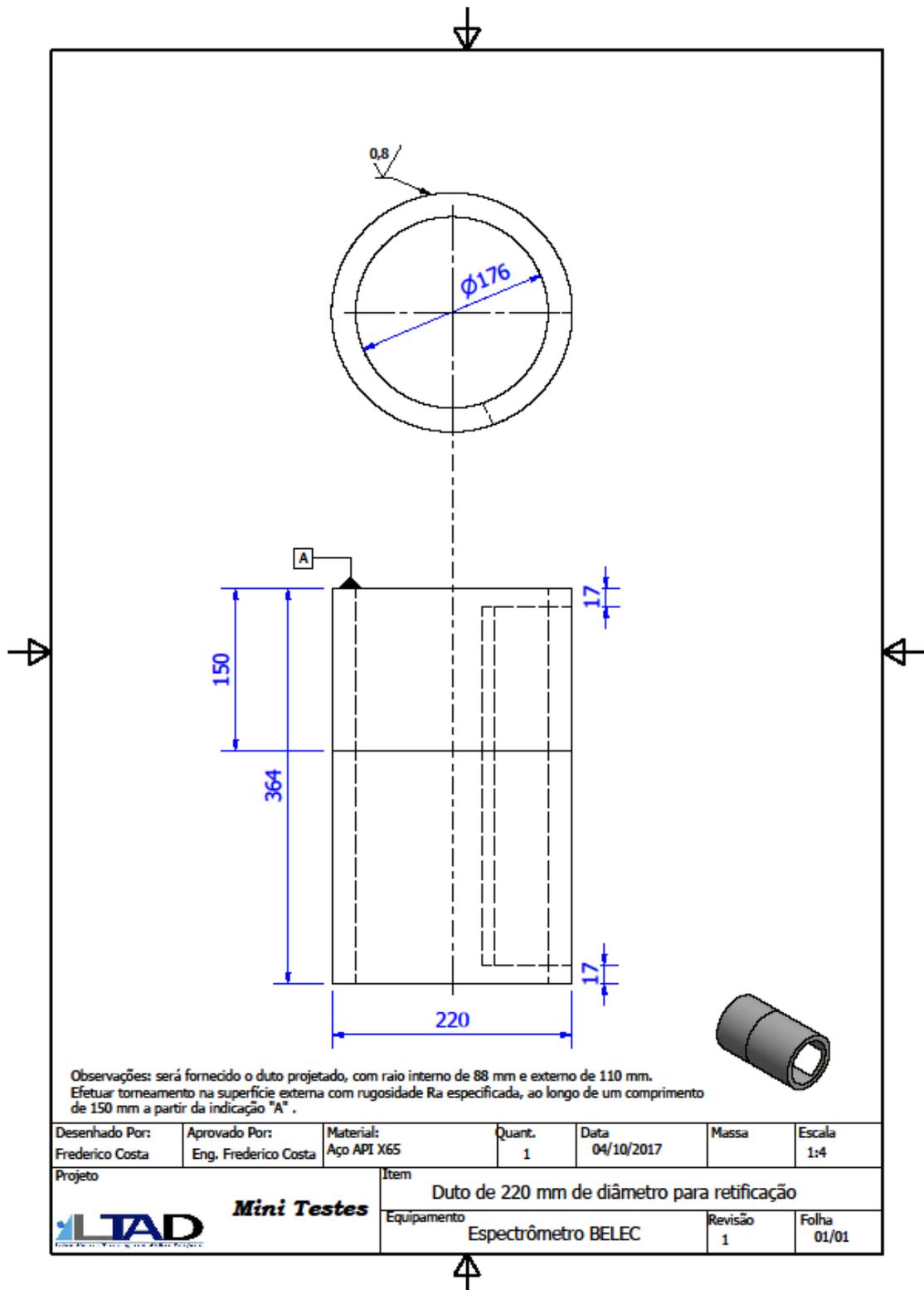
TZSUPPLIES, ***tested* National Instruments Ni Usb-9233 4-ch**. Disponível em: <<http://www.tzsupplies.com/tested-national-instruments-ni-usb-9233-i4145061/>>. Acesso em 15 de jun. 2018.

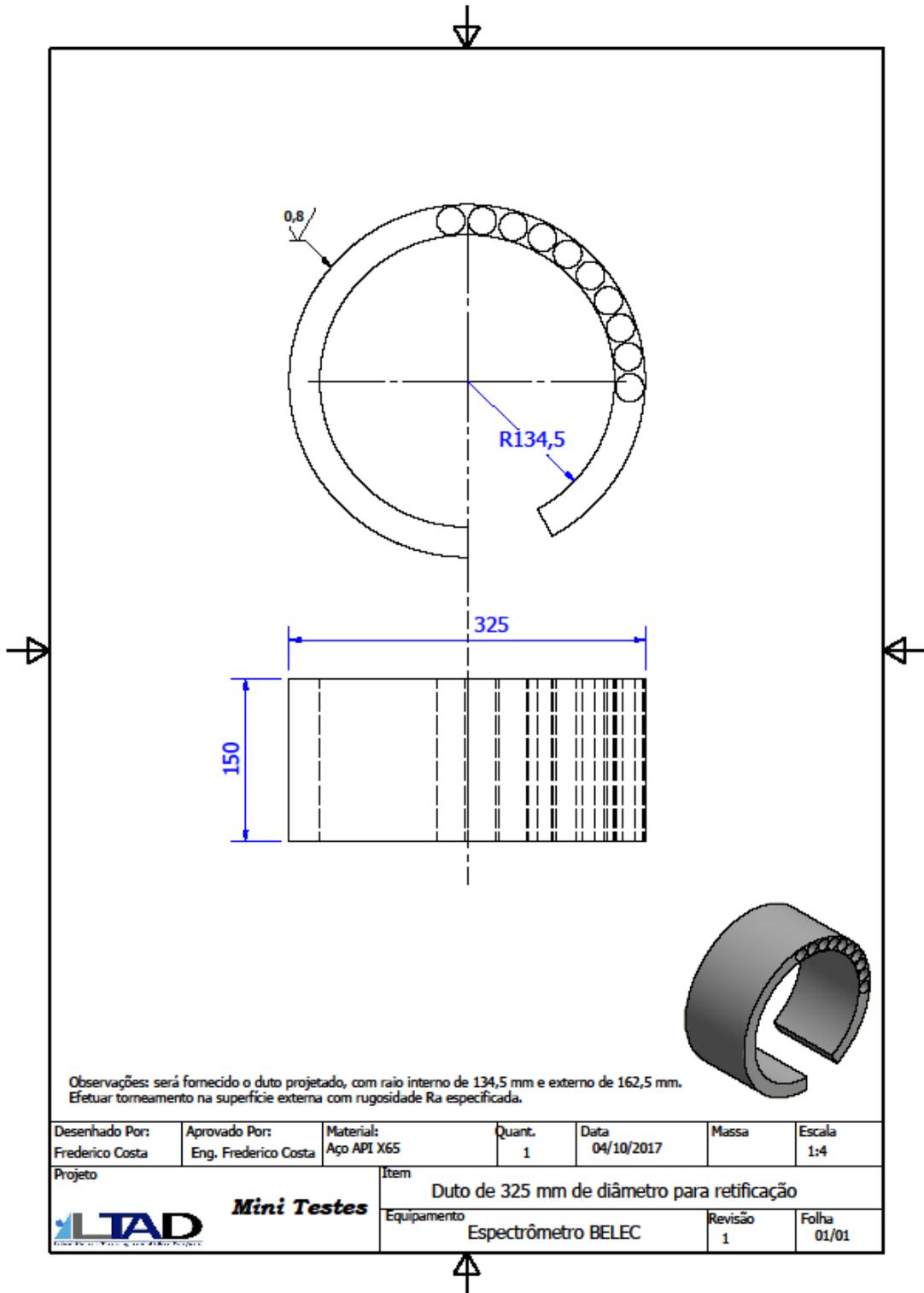
VALLE, Sólón do. **Manual Prático de Acústica**. 3ª. Rio de Janeiro: Editora Música e Tecnologia, 2009.

WEISSTEIN, Eric W. **Discrete Fourier Transform - From Wolfram Mathworld**. Disponível em: <<http://mathworld.wolfram.com/DiscreteFourierTransform.html>>. Acesso em: 24 jul. 2017.

APÊNDICE I

Planificação dos dutos de aço X65 para torneamento

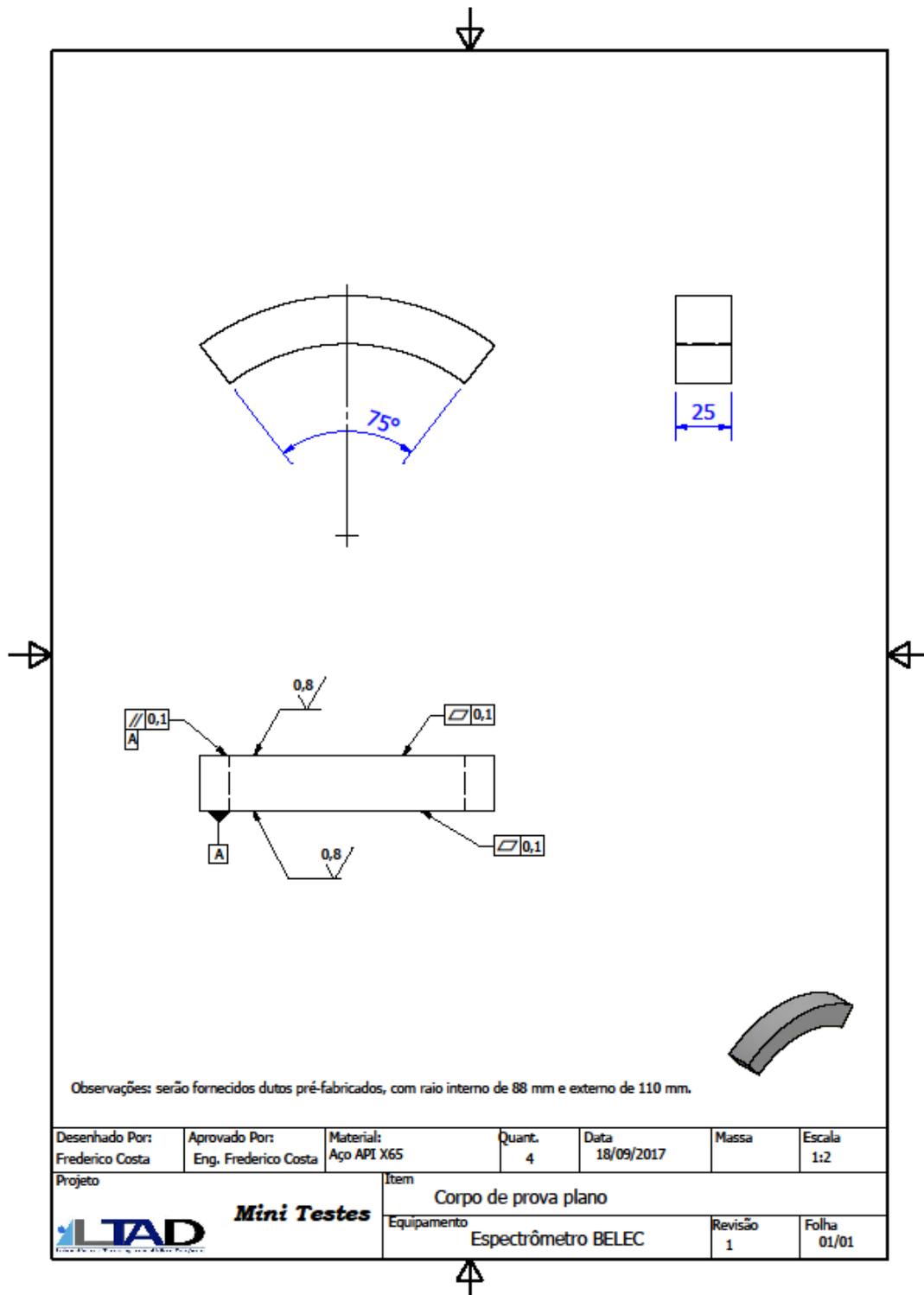


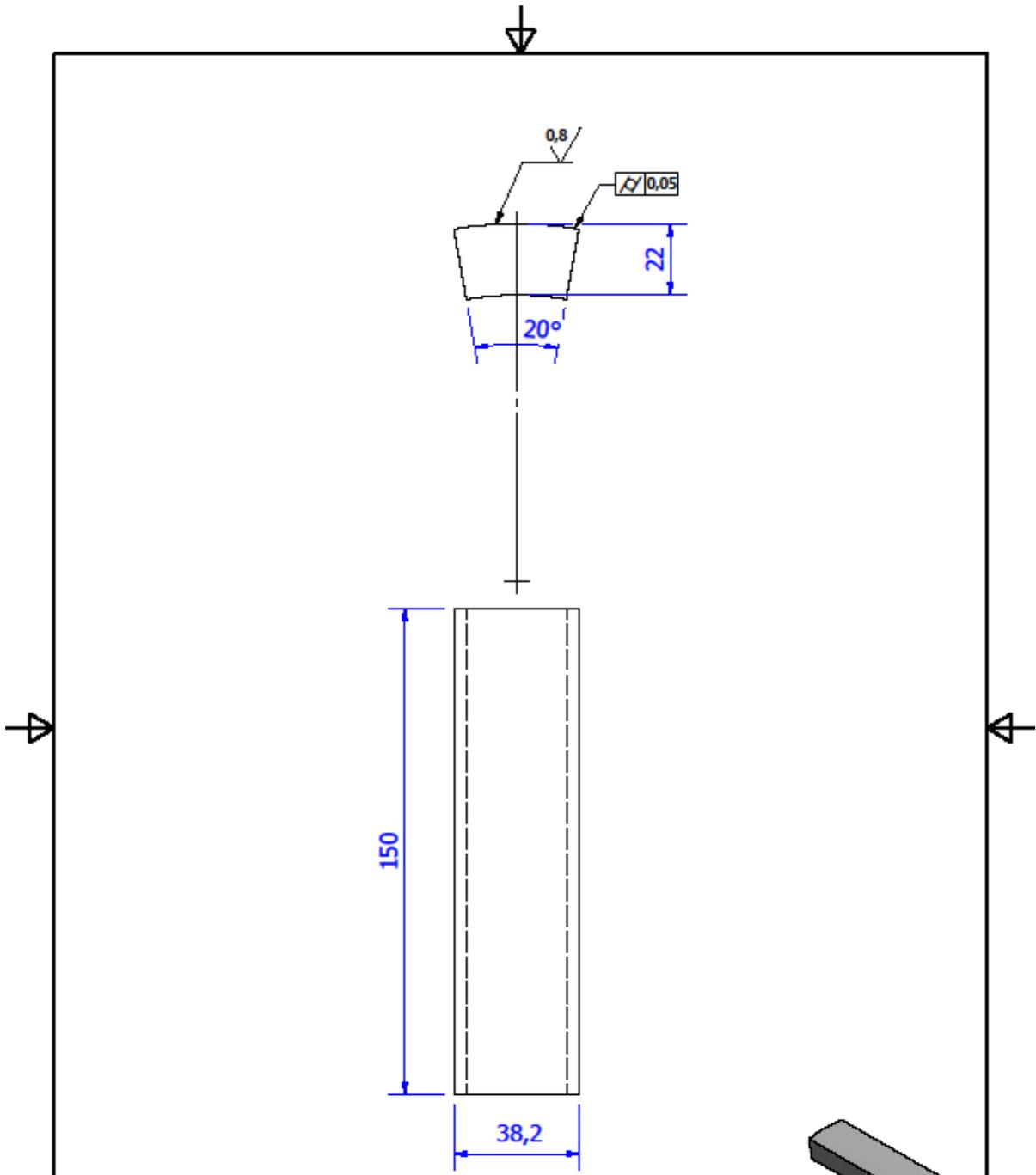


APÊNDICE II

Desenho dos corpos de prova fabricados a partir dos dutos de aço

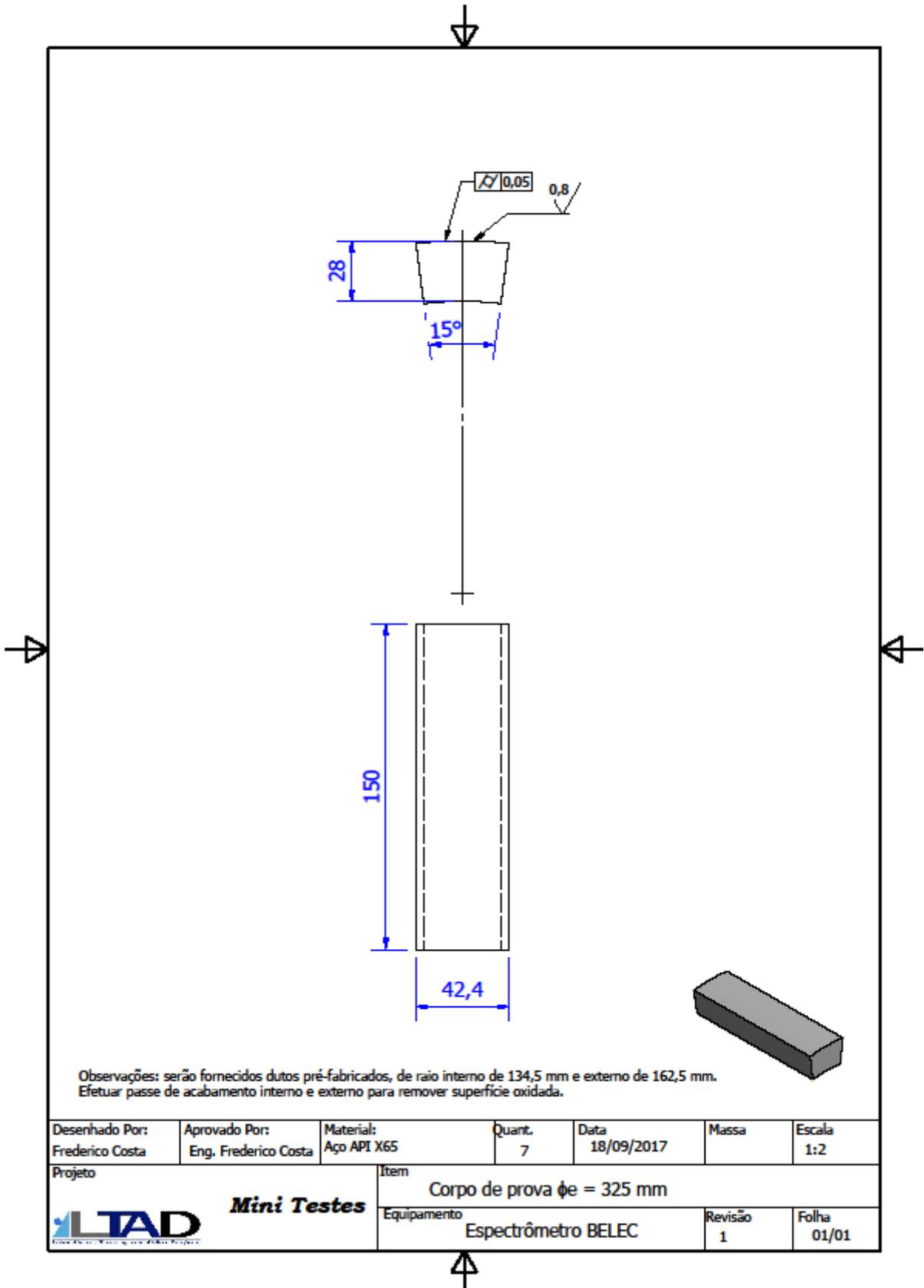
X65





Observações: serão fornecidos dutos pré-fabricados, com raio interno de 88 mm e externo de 110 mm.

Desenhado Por: Frederico Costa	Aprovado Por: Eng. Frederico Costa	Material: Aço API X65	Quant. 7	Data 18/09/2017	Massa	Escala 2:3
Projeto		Item				
 Mini Testes		Corpo de prova $\phi e = 220$ mm			Revisão	Folha
		Equipamento Espectrômetro BELEC			1	01/01



Observações: serão fornecidos dutos pré-fabricados, de raio interno de 134,5 mm e externo de 162,5 mm. Efetuar passe de acabamento interno e externo para remover superfície oxidada.

Desenhado Por: Frederico Costa	Aprovado Por: Eng. Frederico Costa	Material: Aço API X65	Quant. 7	Data 18/09/2017	Massa	Escala 1:2
Projeto		Item Corpo de prova $\phi_e = 325$ mm				
 Mini Testes		Equipamento Espectrômetro BELEC			Revisão 1	Folha 01/01

APÊNDICE III

Verificação do espectrômetro GDS500A®

Os valores de composição química de referência foram obtidos a partir da análise de composição química de três corpos de prova utilizando o espectrômetro de bancada GDS 500A®, do fabricante LECO®. Este sistema de medição atua pelo princípio da descarga luminescente (*Glow Discharge*), permitindo obter a composição química de uma amostra em porcentagem de peso de seus elementos. Para garantir a obtenção de resultados confiáveis o espectrômetro de bancada GDS 500A® passou por uma verificação.

O espectrômetro GDS500A® é um espectrômetro de emissão ótica por descarga luminescente, fornecido pelo fabricante LECO®, Fig. III.1. Este espectrômetro possibilita somente realizar medições em superfícies planas, devendo ser assegurado o paralelismo entre a face da amostra a ser avaliada e a face oposta a esta.



Figura III.1 – Espectrômetro de emissão ótica GDS500A®.

O espectrômetro GDS500A® apresenta como parâmetros metrológicos básicos uma faixa nominal de 165 nm a 460 nm, e três resoluções, a saber:

- 0,085 nm, na faixa de 165 nm a 310 nm
- 0,070 nm, na faixa de 310 nm a 460 nm
- 0,1%, 0,01% e 0,001% em porcentagem de peso.

A verificação do espectrômetro GDS500A[®] foi realizada por meio de medições diretas da composição química de uma amostra padrão. Essa amostra, da liga de Níquel IN 100, apresenta os valores de composição química mostrados na Tab. III.1 que foram então assumidos como Valores Convencionais. O certificado de calibração desta amostra padrão foi emitido pelo *Bureau Of Analysed samples LTD* e encontra-se no Anexo V deste trabalho.

Tabela III.1 – Composição química da liga de Níquel IN 100, em porcentagem de peso.

C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti	V	Zr
0,153	9,95	3,01	5,58	0,019	14,71	4,74	1	0,044

Foram realizados dois ensaios de espectrometria, com três medições em cada ensaio, totalizando seis medições. Após a estimativa da média e do desvio padrão dos resultados, permitiu-se então o levantamento dos erros de medição. A Figura III.2 mostra o padrão utilizado.



Figura III.2 – Amostra padrão da liga de Níquel IN 100 ensaiada com o espectrômetro GDS500A[®].

A incerteza associada às medições de composição química foi determinada utilizando o modelo matemático proposto na Eq. (III.1).

$$P = \bar{x} + \Delta R + \Delta IC \quad (III.1)$$

Onde:

- P representa a composição química em % de peso,

- \bar{x} representa a média das leituras, em % de peso;
- ΔR a correção devido à resolução, em % de peso;
- $\Delta I/C$ a correção associada à calibração do espectrômetro, em % de peso.

III.1 Resultados da verificação do espectrômetro GDS500A®

Os resultados das análises de composição química do padrão de liga de Níquel IN 100, por meio do espectrômetro de bancada GDS500A® estão apresentados na Tabela III.2. Esta tabela mostra também os valores de desvio padrão declarados no certificado de calibração deste padrão (desvios convencionais), bem como os valores de erro relativo e de erro sistemático calculados.

O número de algarismos significativos dos resultados é diferente porque o espectrômetro GDS500A® possui três resoluções, a saber: 0,1 % do peso, 0,01 % do peso ou 0,001 % do peso.

Tabela III.2 – Resultados de análise de composição química fornecidos pelo espectrômetro GDS500A® para o padrão de Liga de Níquel IN 100.

Medição de % do peso	Cr	Mo	Ti	Al	Co	C	B	V
1	10,4	3,166	5,11	5,608	14,710	0,162	0,016	1,01
2	10,4	3,133	4,95	5,614	14,769	0,159	0,017	1,00
3	10,3	3,176	4,96	5,640	14,760	0,159	0,017	1,01
4	10,3	3,109	4,94	5,552	14,729	0,160	0,017	1,01
5	10,2	3,143	4,92	5,560	14,940	0,159	0,017	1,01
6	10,3	3,141	4,92	5,622	14,698	0,160	0,017	1,01
Média	10,3	3,145	4,97	5,599	14,768	0,160	0,017	1,01
Desvio Padrão	0,1	0,024	0,07	0,035	0,089	0,001	0,000	0,00
Valor Convencional	10,0	3,010	4,74	5,58	14,710	0,153	0,019	1,00
Desvio Padrão Convencional	0,1	0,060	0,04	0,07	0,050	0,007	0,002	0,04
Erro Relativo (%)	3,6	4,3	3,7	0,3	0,4	4,3	-12,9	0,8
Erro Sistemático	0,3	0,135	0,23	0,019	0,058	0,007	-0,002	0,01
Repetibilidade	0,0	-0,036	0,03	-0,035	0,039	-0,006	-0,002	-0,04
U (95 %)	0,22	0,025	0,07	0,037	0,093	0,002	0,002	0,03

Observa-se na Tabela III.2, que os valores de erro relativo não excederam 5 % do Valor Convencional, exceto para o elemento Boro, que apresentou um erro relativo da

ordem de -12,9 % de peso. Este erro pode ser considerado adequado uma vez que este elemento exibiu a menor porcentagem de peso (0,017 % de peso).

O erro sistemático assumiu valores positivos para todos os elementos exceto para o Boro, indicando que o espectrômetro GDS500A[®] tem a tendência de fornecer valores maiores que o Valor Convencional. Para um melhor entendimento os valores de erro sistemático são apresentados na Fig. III.3 juntamente com o desvio padrão, para uma confiabilidade de 68,27 %.

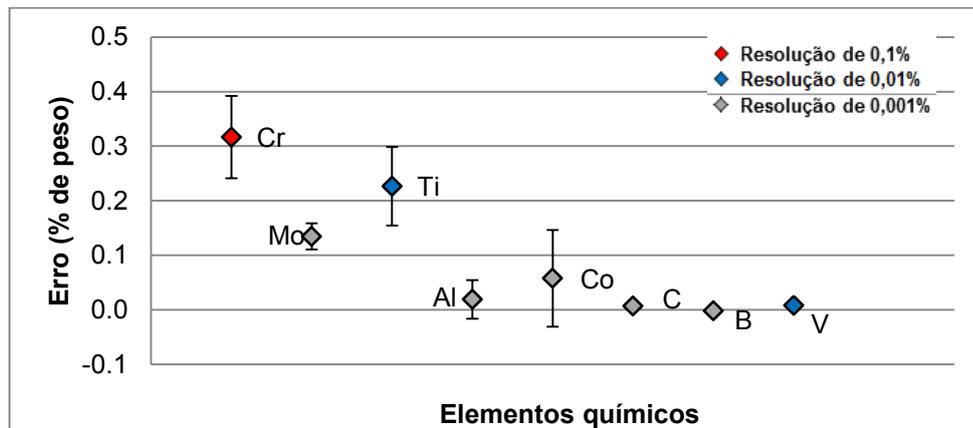


Figura III.3 – Erros sistemáticos obtidos durante a determinação da composição química do padrão de Liga de Níquel IN 100 no espectrômetro GDS500A[®].

Na Figura III.3 se observa que os erros maiores foram obtidos para os componentes cuja composição química foi determinada com as resoluções de 0,1 % de peso e 0,01 % de peso. A variabilidade dos erros também mostrou-se em geral maior para os componentes medidos com resoluções maiores.

Os valores de incerteza expandida, Tabela III.2, seguem a tendência do desvio padrão associado às indicações do espectrômetro para cada elemento químico. A repetibilidade das medições também foi avaliada, ao comparar-se os desvios padrão experimentais com aqueles declarados no certificado de calibração, para cada elemento, como mostra a Fig. III.4.

Observa-se na Fig. III.4 que a repetibilidade dos valores de composição química fornecidos pelo espectrômetro avaliado é superior àqueles apresentados no certificado de calibração, excetuando-se o Titânio e o Cobalto.

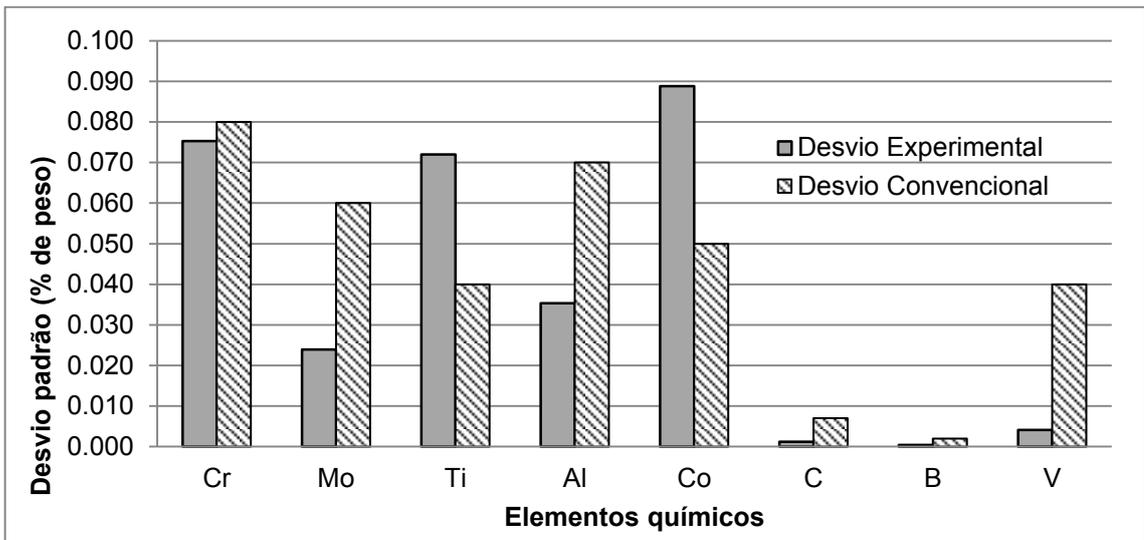


Figura III.4 – Valores de desvios padrão experimental e convencional, para cada elemento analisado.

APÊNDICE IV

Verificação da homogeneidade da composição química das amostras

Também foi investigada a existência de variação significativa (não homogeneidade) de composição química ao longo da espessura dos dutos. Para tanto foram retirados duas amostras, de dutos de 220 mm de diâmetro e de 325 mm de diâmetro respectivamente (Fig 1), de faces planas e paralelas, para análise no espectrômetro GDS500A[®]. Os tubos foram cortados com uma esmerilhadeira de bancada, em uma operação com utilização de fluido de corte para refrigeração.

Posteriormente, as amostras foram lixadas com uma lixa de granulometria 220 mesh, em uma máquina de lixamento à água. As análises de composição química destas amostras foram realizadas ao longo da espessura das amostras (Fig. IV.1).

Para a amostra de diâmetro de 220 mm, realizaram-se três ensaios, em pontos escolhidos ao longo da espessura da mesma, e para a amostra proveniente do duto de diâmetro de 325 mm, foram realizados quatro ensaios. A distância entre os pontos ensaiados foi medida cinco vezes com o projetor de perfil PJ-A3000[®], fabricado pela Mitutoyo[®], com resolução de 0,001 mm para as medições lineares e faixa nominal definida pela capacidade dos eixos X e Y da base de medição do equipamento, sendo de 50 mm, respectivamente. Durante a medição foi utilizada uma lente de 10 X.

O projetor de perfil possui certificado de calibração N.12137/12 (Anexo VI), que declara uma incerteza expandida para a indicação do eixo X e do eixo Y de 0,002 mm, para k igual a 2,03 e uma probabilidade de abrangência de 95 %. A incerteza expandida associada à ampliação da lente de 10 X utilizada é de 0,01 % para um k igual a 2,00 e uma probabilidade de abrangência de 95 %. A Figura 1 mostra imagens ampliadas das amostras mencionadas na tela de projeção do projetor.

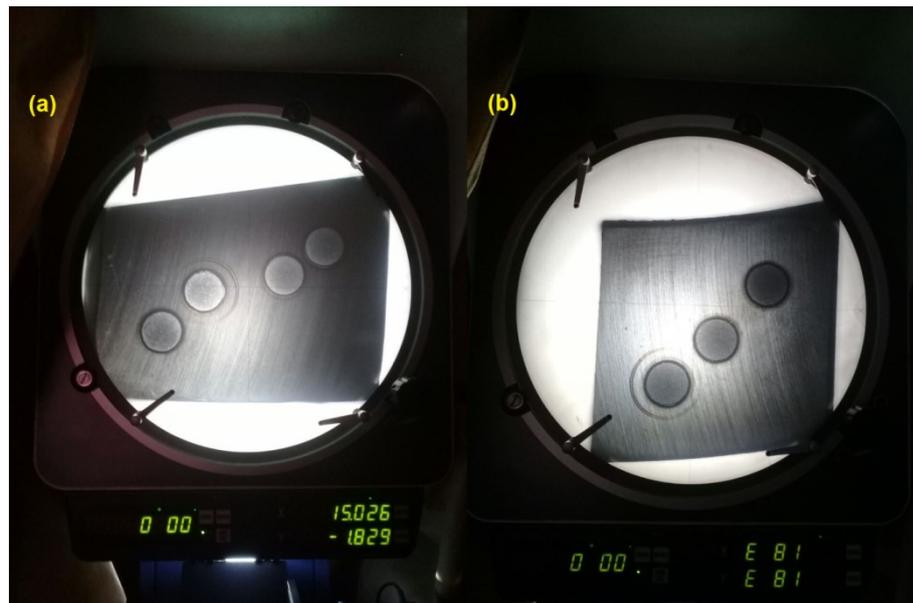


Figura IV.1 – Amostras de aço X65 de 325 mm de diâmetro (a) e de 220 mm de diâmetro (b), em processo de medição no projetor de perfil PJ–A3000®.

Para cada amostra, foram calculados a média e o desvio padrão dos valores de composição química dos elementos mais relevantes para a caracterização do material, que no caso foram o Carbono (C), o Manganês (Mn), o silício (Si), o Fósforo (P) e o Enxofre (S).

A rugosidade das amostras usadas para obtenção dos valores de referência também foi avaliada com o interferômetro modelo TALYSURF CLI 2000® fabricado pela Taylor Hobson® descrito anteriormente. Para cada corpo de prova, foram obtidos cinco valores de R_a e foi utilizado um *cut-off* de 0,8 mm, sendo que cinco comprimentos de amostragem foram considerados resultando em um comprimento de avaliação 4,0 mm. O filtro Gaussiano foi aplicado para obtenção do perfil efetivo de rugosidade.

IV.1 Resultados da verificação da homogeneidade da composição química das amostras

As Figuras IV.2 e IV.3 mostram a composição química obtida para as duas amostras, uma de cada duto, com cada elemento químico mais representativo sendo apresentado num gráfico separadamente.

Percebeu-se que não houve variação significativa de composição química ao longo da espessura da seção transversal dos dutos. Portanto, o material pode ser considerado homogêneo. Isso posto, foi possível considerar os resultados dessas medições, usadas para avaliar a homogeneidade do material, como valores de referência de composição química.

Os valores de referência foram então obtidos ao se obter a média da % de peso de todas as medições, para cada amostra.

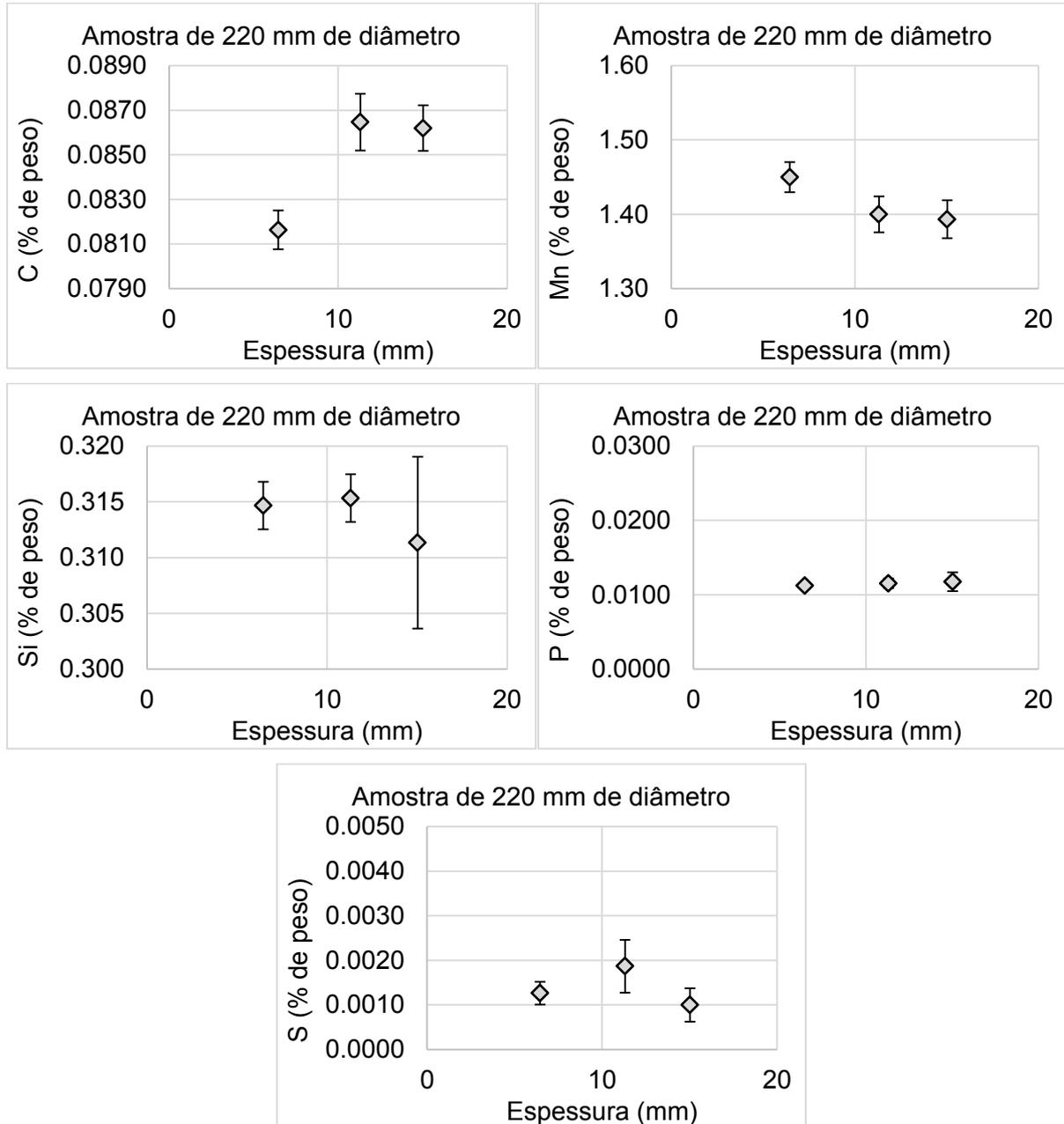


Figura IV.2 – Composição química da mostra de aço API X65 retirada do duto de 220 mm de diâmetro. A barra de erros indica a incerteza expandida, com 95 % de probabilidade de abrangência.

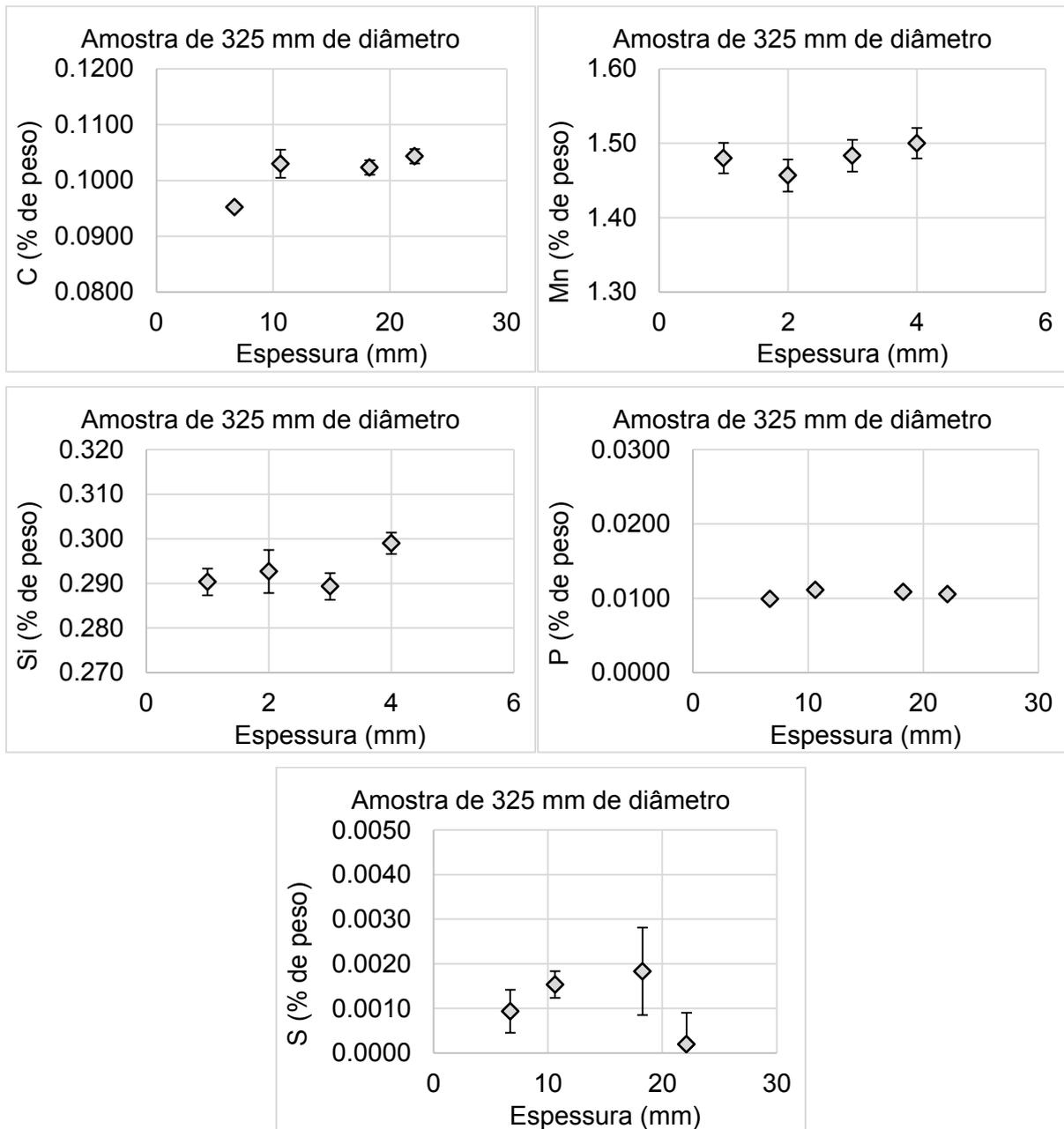


Figura IV.3 – Composição química da mostra de aço API X65 retirada do duto de 325 mm de diâmetro. A barra de erros indica a incerteza expandida, com 95 % de probabilidade de abrangência.

APÊNDICE V

Programação em LabVIEW® para aquisição de sinais de ruído emitidos pelo espectrômetro portátil

Visando permitir a aquisição dos sinais de pressão sonora e mostrá-los graficamente ao operador, foi desenvolvido um programa na plataforma LabVIEW®, o que foi utilizado nos ensaios envolvendo o espectrômetro Belec Compact Port HLC®. Este programa possui uma interface homem-máquina (IHM) amigável (Fig. V.1), que permite o fácil estabelecimento dos valores das variáveis de entrada do processo de aquisição, por parte do operador do sistema de medição. Além disso, essa interface mostra os gráficos do sinal de pressão sonora no tempo e no domínio da frequência, sendo este último gráfico obtido a partir da aplicação da Transformada Rápida de Fourier (FFT).



Figura V.1 – Interface Homem Máquina do programa de aquisição de dados programado na plataforma LabVIEW®.

Como é possível observar na IHM do programa em questão, as variáveis de entrada são o número de pontos e a frequência máxima. O número de pontos determina a resolução da FFT, isto é, define a menor variação no eixo das frequências que causa variação perceptível na indicação correspondente. Já a frequência máxima determina o limite

superior de frequências da FFT, de modo que o algoritmo irá calcular a contribuição das componentes de frequência do sinal até este limite.

Inseridos os valores destas variáveis de entrada, o programa determina os valores das outras variáveis da FFT, que são o tempo de amostragem, a frequência de amostragem, o tempo de aquisição e o Δf (delta f). O tempo de amostragem indica o tempo gasto entre a aquisição de um valor de pressão sonora no tempo e o seu subsequente, em segundos. A frequência de amostragem indica quantos valores são adquiridos em um intervalo de um segundo. Por sua vez, o tempo de aquisição se refere ao tempo máximo gasto na aquisição dos dados, para avaliação da FFT. O Δf é a resolução do eixo de frequências do espectro de frequência, dado em Hz.

Inseridos os devidos valores dos parâmetros de entrada, é possível iniciar a aquisição dos dados e a construção dos gráficos ao se clicar no botão “INICIAR AQUISIÇÃO”. Feito isto, o programa mostra outra tela ao usuário (Fig. V.2).

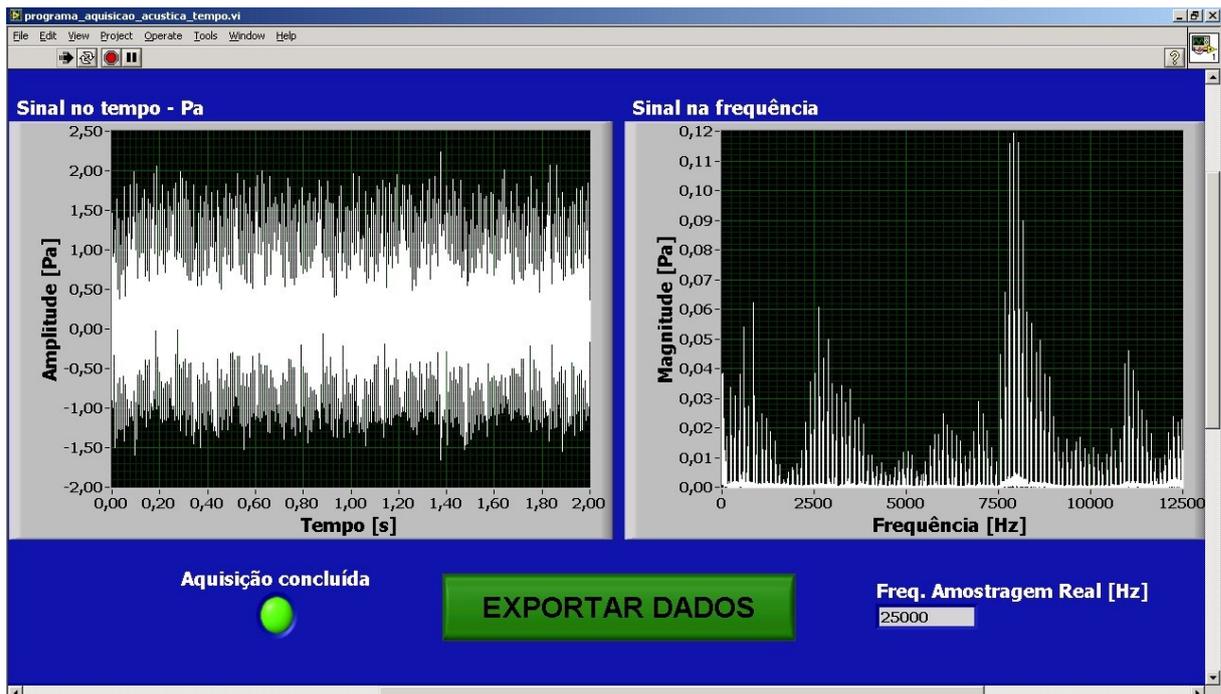


Figura V.2 – Tela do programa de aquisição na qual são mostrados os gráficos do sinal no domínio do tempo e no domínio da frequência.

A Figura V.2 evidencia os sinais adquiridos no domínio do tempo (gráfico à esquerda) e no domínio da frequência (gráfico à direita). Quando a aquisição é concluída, o LED virtual de nome “Aquisição concluída” acende. Ao final da aquisição, é possível exportar os Parâmetros de entrada e os dados adquiridos, no domínio do tempo e da frequência, ao clicar-se no botão “EXPORTAR DADOS”. O programa em LabVIEW® irá

gerar então um arquivo de texto em formato .txt com as variáveis de entrada já citadas, e os valores adquiridos de pressão sonora no domínio do tempo, em conjunto com os valores do eixo de frequências, além da magnitude e a fase, e as partes real e imaginária obtidas por meio da FFT (Fig. V.3).

Np	dt [s]	df [Hz]	Fmax [Hz]	Ts [s]	Freq [Hz]	Mag [dB]	Fase [rad]	Rea [Pa]	Imag [Pa]	Tempo [s]	Amp [Pa]
4096,000000	0,500000	2,034505	4096,000000	0,000122	0,000000	83,120846	0,000000	0,286465	0,000000	0,000122	0,101410
					2,000000	80,955639	-0,035350	-0,223121	0,007891	0,000244	-0,023299
					4,000000	64,671628	-0,254883	0,033140	-0,008635	0,000366	0,361397
					6,000000	56,456635	-0,179870	-0,013086	0,002379	0,000488	-0,027103
					8,000000	56,513033	1,395236	0,002338	0,013181	0,000610	0,073998
					10,000000	57,844516	1,354399	-0,003351	-0,015241	0,000732	0,333856
					12,000000	50,235675	-0,147262	-0,006428	0,000954	0,000854	-0,083939
					14,000000	58,410484	0,516170	0,014485	0,008220	0,000977	0,208420
					16,000000	56,977630	0,901836	-0,008758	-0,011079	0,001099	0,287032
					18,000000	48,068488	1,210646	0,001784	0,004739	0,001221	-0,067474
					20,000000	45,801567	0,498061	0,003427	0,001863	0,001343	0,350360
					22,000000	51,283044	0,261349	-0,007082	-0,001894	0,001465	0,213523
					24,000000	51,886408	-0,145215	0,007776	-0,001137	0,001587	0,004437
					26,000000	49,209665	-0,892782	-0,003622	0,004497	0,001709	0,429751
					28,000000	47,228003	1,182293	-0,001741	-0,004254	0,001831	0,103708
					30,000000	43,490580	0,316771	0,002841	0,000931	0,001953	0,086893
					32,000000	43,860158	-0,514164	-0,002716	0,001534	0,002075	0,410974
					34,000000	42,617427	-0,599706	0,002232	-0,001526	0,002197	-0,014170
					36,000000	41,258686	-1,132054	-0,000982	0,002093	0,002319	0,172477
					38,000000	42,037379	-0,901438	0,001569	-0,001983	0,002441	0,332207
					40,000000	36,087712	-0,637964	-0,001024	0,000759	0,002563	-0,086250
					42,000000	47,717798	-0,092148	0,004843	-0,000447	0,002686	0,262178
					44,000000	56,064135	-0,122996	-0,012617	0,001560	0,002808	0,222820
					46,000000	51,640496	-0,463358	0,006834	-0,003414	0,002930	-0,075914
					48,000000	45,704426	0,992455	0,002108	0,003230	0,003052	0,352204

Figura V.3 – Arquivo de texto em formato .txt exportado pelo programa de aquisição em LabVIEW®.

V.1 Diagrama de blocos

O diagrama de blocos implementado na programação apresenta duas funções principais: realizar a aquisição dos dados e ler arquivo de dados. Na rotina de aquisição de dados, inicialmente são reinicializadas as variáveis do programa, para evitar o surgimento de erros ao longo da execução do mesmo. Em seguida, são disponibilizados ao operador janelas para definição dos valores das variáveis de entrada, que são número de pontos e frequência máxima. O programa então aguarda este preenchimento e a tomada de decisão, ao apertar o botão “INICIAR AQUISIÇÃO”, como visto na Fig. V.1.

Após o botão mencionado ser pressionado, o programa executa uma rotina que faz a aquisição dos sinais provenientes de um microfone. A função “*Data Aquisition*” obtém os valores e a partir destes, o programa exhibe os gráficos no domínio do tempo e da frequência. Este último gráfico é formado após o processamento dos dados adquiridos pela função “FFT”, que calcula a FFT dos dados. Após este cálculo, os valores de parte real e imaginária são obtidos em RMS. Estes valores são então multiplicados pela raiz de dois e

também são obtidos o módulo e a fase. A Figura V.4 mostra a seção do diagrama de blocos em que são adquiridos os sinais de ruído que são processados para construção dos gráficos no tempo e na frequência.

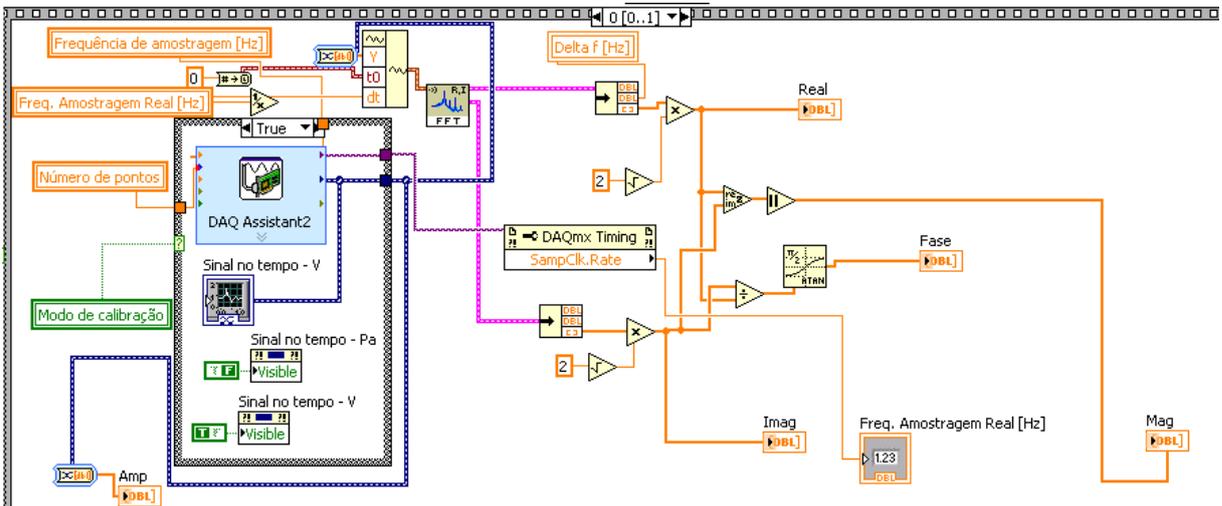


Figura V.4 – Seção do diagrama de blocos em que são adquiridos os sinais acústicos que são processados para construção dos gráficos no tempo e na frequência.

Em seguida, uma seção do código realiza a exportação dos dados em arquivo de dados, caso o operador selecione a opção “EXPORTAR ARQUIVO DE DADOS”. A Figura V.5 mostra o diagrama de blocos contendo esta funcionalidade.

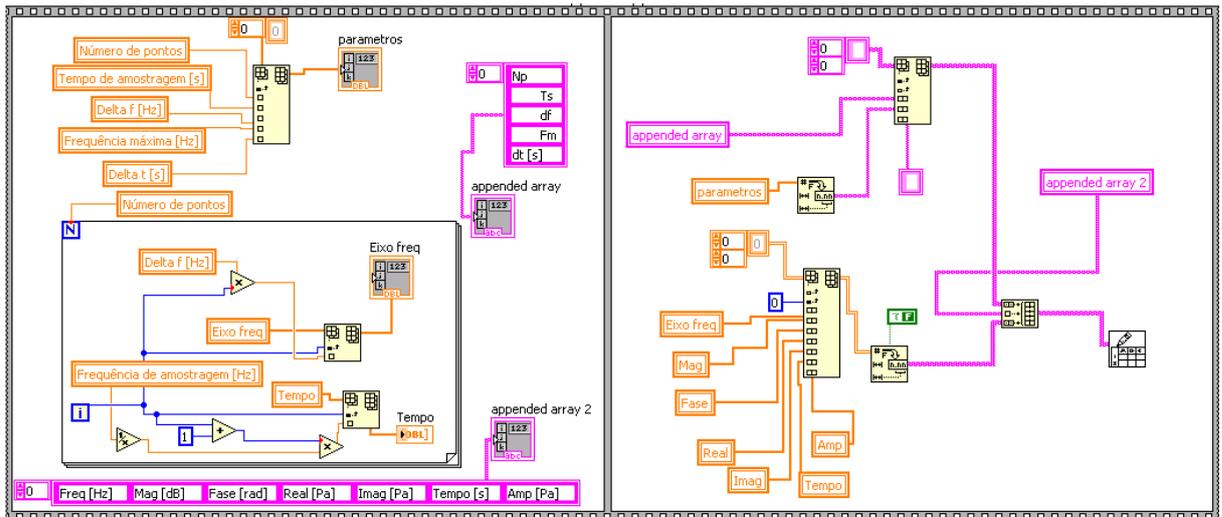


Figura V.5 – Seção do diagrama de blocos em que são organizados os dados obtidos do ensaio para exportação em arquivo .txt.

V.2 Leitura de arquivo de dados

Uma importante funcionalidade que o programa de aquisição dos sinais de ruído deve contemplar é a de importação de arquivos de dados, contendo informações de tempo e amplitude de um determinado sinal. Para esta finalidade foi implementada, no programa de aquisição em LabVIEW®, uma função que executa esta tarefa, lendo um arquivo em formato .txt. Este arquivo deve conter duas colunas com as informações de tempo em segundos e as de amplitude em Volts. Com estes dados, após o cálculo da FFT, o programa constrói e mostra os gráficos no domínio do tempo e da frequência. O programa detecta automaticamente as variáveis de entrada da FFT, quais sejam o número de pontos e o Δf .

Ao se pressionar o botão “LER ARQUIVO DE DADOS” da interface mostrada na Fig. 3.12, uma janela para escolha do arquivo a ser importado é apresentada ao usuário, como evidenciado pela Fig. V.6.

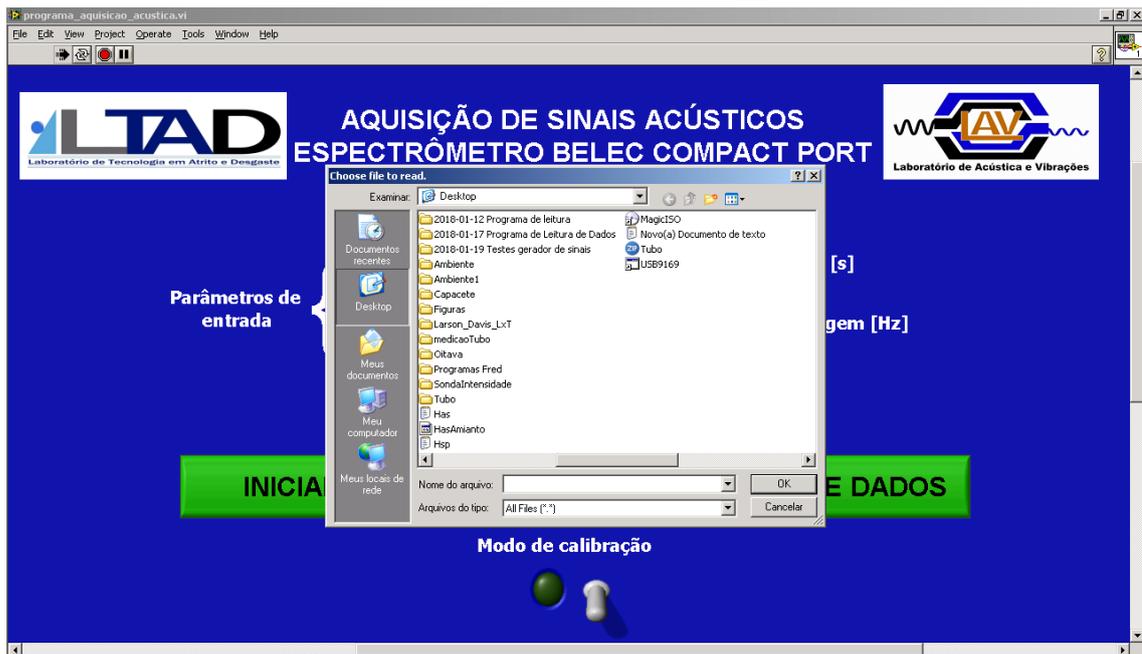


Figura V.6 – Interface de leitura de arquivo de dados, com janela que permite a escolha do arquivo a ser importado.

A Figura 7 mostra o diagrama de blocos contendo a implementação da interface de leitura de arquivo de dados em questão.

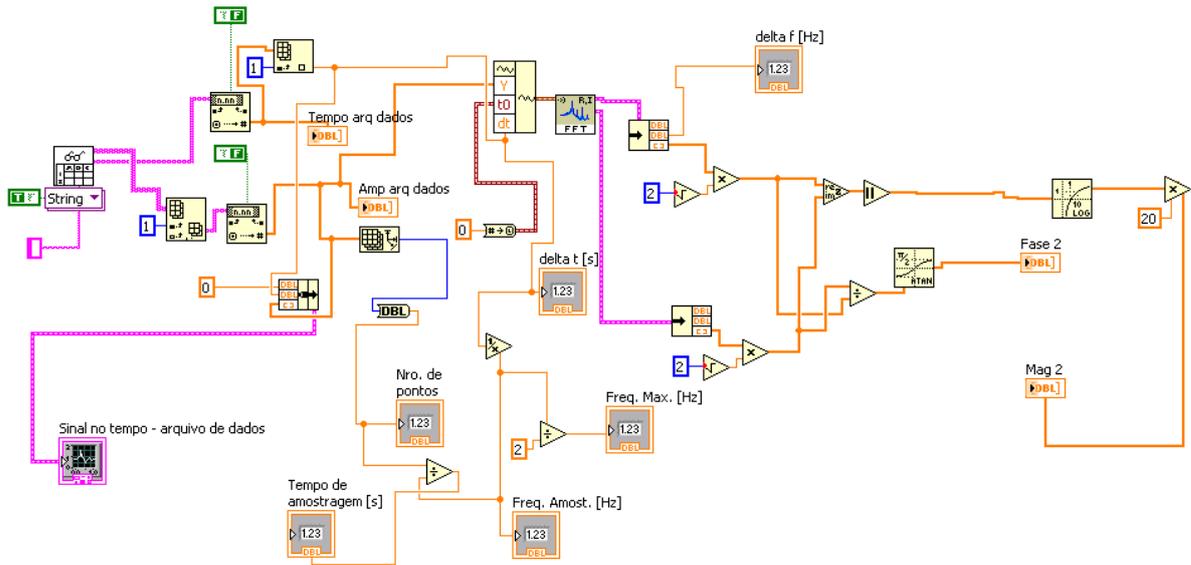
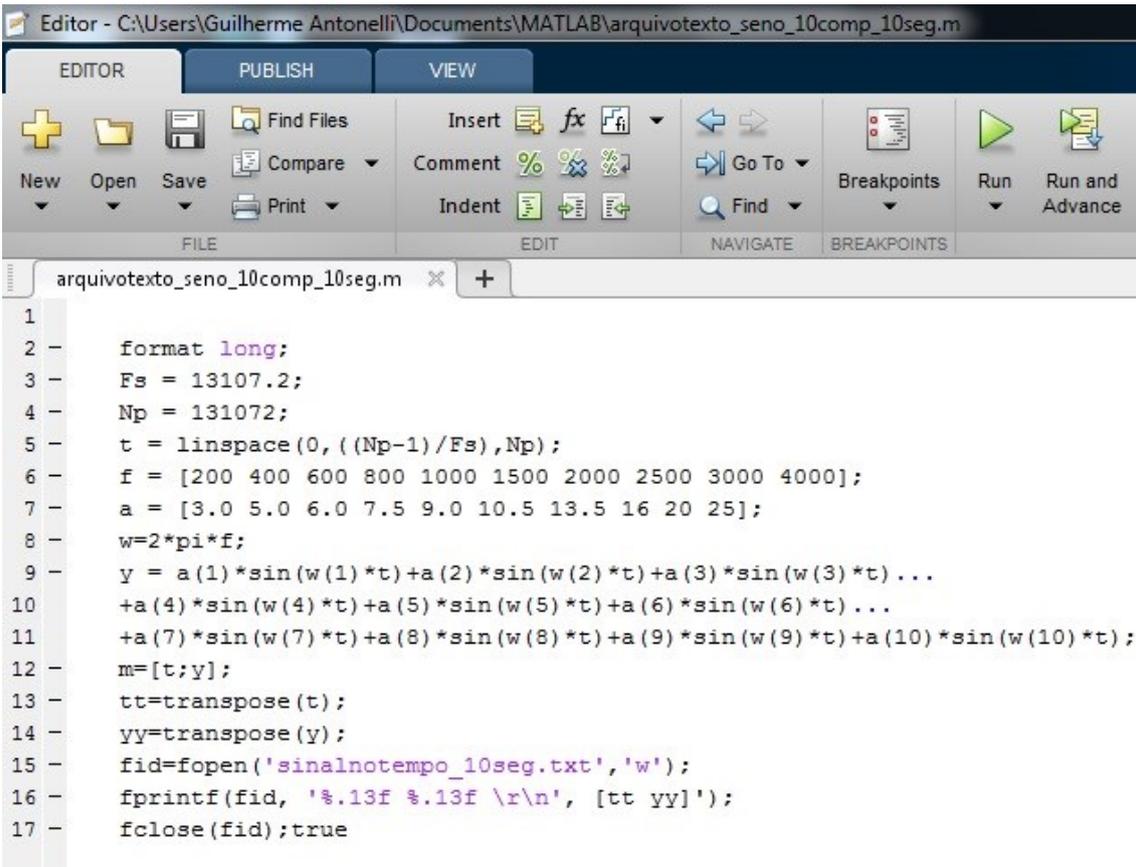


Figura V.7 – Seção do diagrama de blocos em que se implementa a função de leitura de arquivo de dados.

Para avaliar o funcionamento do recurso de leitura de arquivo de dados e simultaneamente, iniciar a validação do programa de aquisição foram gerados sinais pré-estabelecidos no programa MATLAB®, contendo várias componentes de onda senoidal, em que se variaram o multiplicador de amplitude e a frequência de cada componente. O programa em MATLAB® criado para este propósito gerou os sinais em questão e os exportou em formato “.txt”, conforme mencionado. A Figura V.8 mostra o código fonte do programa desenvolvido em MATLAB®.



```

1
2 -   format long;
3 -   Fs = 13107.2;
4 -   Np = 131072;
5 -   t = linspace(0, ((Np-1)/Fs), Np);
6 -   f = [200 400 600 800 1000 1500 2000 2500 3000 4000];
7 -   a = [3.0 5.0 6.0 7.5 9.0 10.5 13.5 16 20 25];
8 -   w=2*pi*f;
9 -   y = a(1)*sin(w(1)*t)+a(2)*sin(w(2)*t)+a(3)*sin(w(3)*t)...
10 -  +a(4)*sin(w(4)*t)+a(5)*sin(w(5)*t)+a(6)*sin(w(6)*t)...
11 -  +a(7)*sin(w(7)*t)+a(8)*sin(w(8)*t)+a(9)*sin(w(9)*t)+a(10)*sin(w(10)*t);
12 -   m=[t;y];
13 -   tt=transpose(t);
14 -   yy=transpose(y);
15 -   fid=fopen('sinalnotempo_10seg.txt','w');
16 -   fprintf(fid, '%.13f %.13f \r\n', [tt yy]');
17 -   fclose(fid);true

```

Figura V.8 – Código fonte do programa desenvolvido em linguagem MATLAB®.

No programa mostrado na Fig. V.8, foi gerado um sinal senoidal representado pela Eq. (V.1):

$$f(t) = \sum_{i=1}^{10} A_i \text{sen}(2\pi f_i t) \quad (\text{V.1})$$

Onde:

- $f(t)$ – sinal acústico no tempo, em s;
- A_i – Amplitude da componente senoidal de índice “i”, em V;
- f_i – Frequência da componente senoidal de índice “i”, em Hz.

Os valores de A_i e f_i escolhidos para cada onda senoidal componente do sinal são mostrados na Tab. V.1. Os valores de amplitude em Pa foram obtidos em dB, após o cálculo da FFT, conforme a Eq. (V.2):

$$\text{Mag} = 20 \log_{10} \left(\frac{A_i}{A_{\text{ref}}} \right) \quad (\text{V.2})$$

Onde:

- Mag – magnitude expressa pela FFT em dB;
- A_i – Amplitude da componente senoidal de índice “i” em V;
- A_{ref} – Amplitude de referência, no caso, 1 V.

Tabela V.1 – Valores de amplitude e frequência para cada componente do sinal senoidal gerado em MATLAB®.

Índice (i)	Frequência [Hz]	Amplitude [Pa]	Magnitude [dB]
1	200	3,0	9,542
2	400	5,0	13,979
3	600	6,0	15,563
4	800	7,5	17,501
5	1000	9,0	19,085
6	1500	10,5	20,424
7	2000	13,5	22,607
8	2500	16,0	24,082
9	3000	20,0	26,021
10	4000	25,0	27,959

A Figura V.9 mostra um exemplo de arquivo de texto contendo sinais gerados em MATLAB®.

Em seguida, foi implementada no programa de aquisição a função de leitura de arquivo de dados, como referido. A partir do arquivo de dados selecionado, o programa de aquisição mostra os gráficos no domínio do tempo e da frequência, bem como, o número de pontos, a frequência de amostragem, a frequência máxima, o Δf , o Δt e o tempo de amostragem, concernentes à aplicação da FFT.

Após a leitura do sinal com dez componentes senoidais, o programa em MATLAB® foi modificado para gerar sinais com tempos de amostragem de 5, 8 e 10 segundos. As frequências máximas adotadas foram de 6553,6 Hz, 4096,0 Hz, e 6553,6 Hz, respectivamente, e o número de pontos adotado foi de 65 536 para os sinais de 5 e 8 segundos, e de 131 072 para o sinal de dez segundos. Estes sinais foram também importados pelo programa de aquisição pela função de leitura de arquivo de dados.

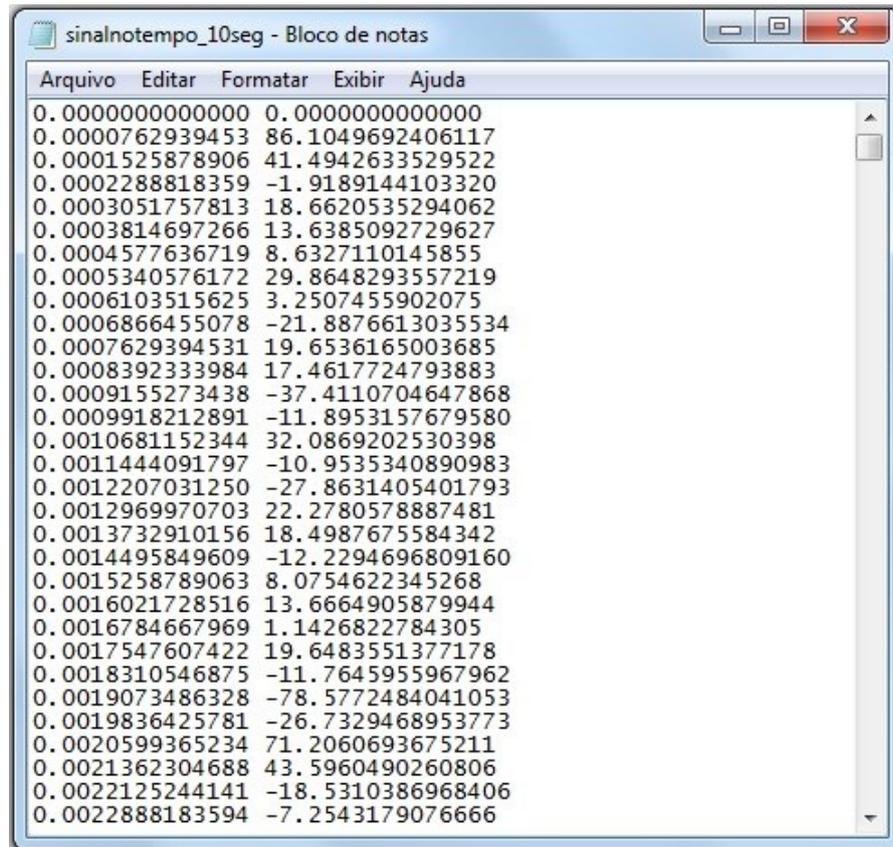


Figura V.9 – Arquivo de texto contendo os dados de tempo (1ª coluna) e amplitude (2ª coluna) de um sinal com dez componentes senoidais, gerado no MATLAB®.

V.2.1 Resultados da leitura de arquivo de dados

Para verificar o funcionamento da função de leitura de arquivo de dados, foram gerados em MATLAB® sinais para leitura com tempos de amostragem de 5, 8 e 10 segundos. A Tabela V.2 mostra os valores das variáveis de entrada da FFT, para cada sinal adquirido. A Figura V.10 ilustra os gráficos obtidos.

Tabela V.2 – Variáveis de entrada da FFT discreta, para cada sinal adquirido pela função de leitura de arquivo de dados.

Tempo de amostragem (s)	Frequência máxima (Hz)	Número de pontos	Δf (Hz)
5	6553,6	65536	0,200
8	4096	65536	0,125
10	6553,6	131072	0,100

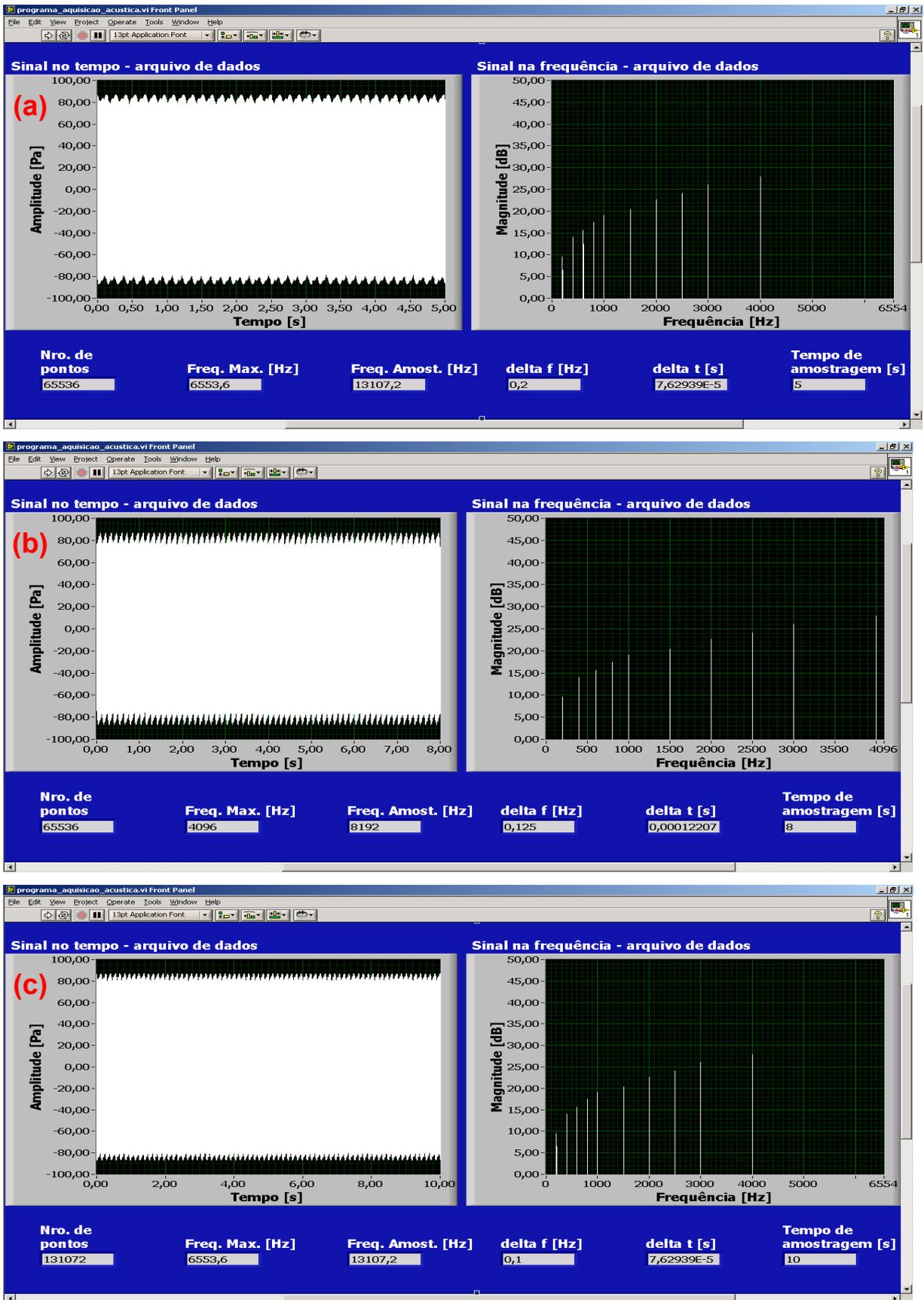


Figura V.10 – Gráficos no domínio do tempo e da frequência do sinal senoidal gerado em MATLAB®, para um tempo de amostragem de 5 (a), 8 (b) e 10 (c) s, respectivamente.

Na Figura V.10, observa-se que o comportamento dos espectros de frequência obtidos nas três condições foi similar, o que mostra a eficácia do programa em fornecer resultados adequados, independentemente do tempo de amostragem utilizado. A escolha dos valores de Δf , de forma que as frequências geradas pudessem ser detectadas com exatidão, também contribuiu para que os resultados se mostrassem similares nas três condições.

V.3 Verificação do efeito de espelhamento

Quando a FFT é calculada a partir de uma amostra de números reais, ocorre o fenômeno do espelhamento, isto é, as frequências detectadas pela FFT se repetem simetricamente em torno da frequência máxima. As frequências que surgem após a frequência máxima não possuem significado físico, ou seja, não representam componentes do sinal real.

Para verificar o aparecimento do efeito mencionado, foi gerado um sinal com componentes senoidais de frequência de 8000, 9000 e 12 500 Hz. Este sinal foi processado por uma FFT de frequência máxima de 10 000 Hz considerando 200 000 pontos, o que resultou num valor de Δf de 0,1 Hz.

V.3.1 Resultados da verificação do efeito de espelhamento

A Figura V.11 mostra os gráficos obtidos a partir do teste para verificação do efeito de espelhamento.

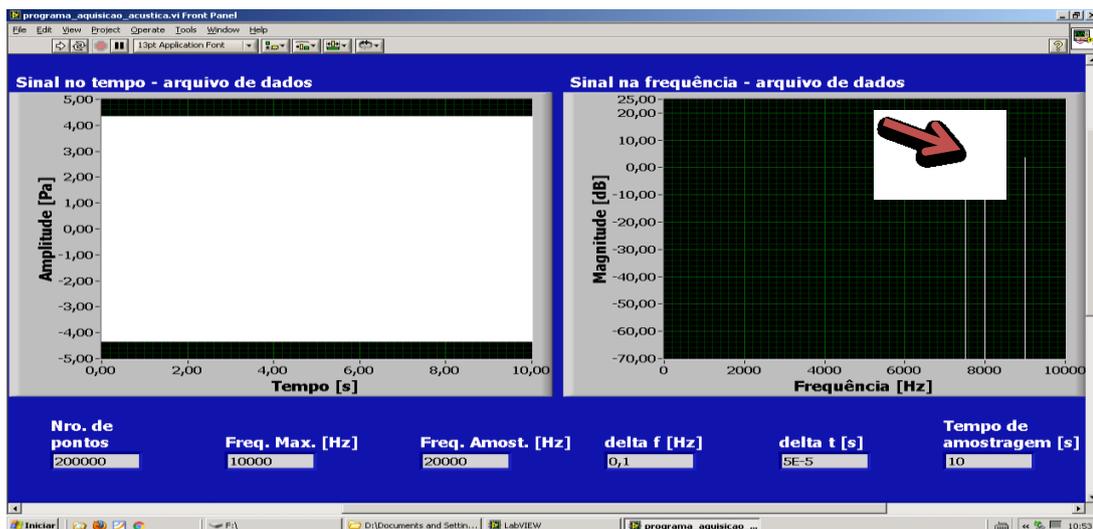


Figura V.11 – Gráficos no domínio do tempo e da frequência do sinal senoidal gerado com uma componente de frequência acima da frequência máxima da FFT. O pico de 7500 Hz está indicado com uma seta vermelha.

Como pode ser visualizado no gráfico do sinal em frequência da Fig. V.11, surgiram picos indicando as frequências de 8000 e 9000 Hz, e um pico em 7500 Hz. Este último representa um sinal espúrio, decorrente do efeito de espelhamento relacionado à frequência de 12 500 Hz. Este fato é confirmado porque as distâncias no eixo em frequências entre 12 500 Hz e 10 000 Hz (frequência máxima), e entre 7500 Hz e 10 000 Hz (frequência máxima) são iguais a 2500 Hz.

V.4 Validação do programa de aquisição com gerador de sinais

Uma forma bastante eficaz de se verificar o correto funcionamento da aquisição de sinais de ruído pelo programa é submetê-lo a um sinal de características previamente conhecidas, e analisar a sua resposta. Para tal, foi utilizado um gerador de sinais modelo 33220A, do fabricante Agilent®. As características definidas para os sinais senoidais gerados são mostradas na Tab. V.3. As magnitudes em dB foram calculadas a partir da Eq. (3.2).

Tabela V.3 – Características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais.

Frequência [Hz]	Magnitude [V]	Magnitude [dB]
40	4,0	12,04
650	2,5	7,96
2300	2,0	6,02

O gerador de sinais foi conectado diretamente a um dos terminais de leitura da placa de aquisição, por meio de um cabo BNC. É possível verificar o correto funcionamento do programa dessa forma, porque o sinal acústico obtido pela placa de aquisição é um sinal elétrico, proveniente de um microfone. Portanto, avaliar um sinal obtido por um gerador de sinais é semelhante a obtê-lo de um microfone.

Os sinais mostrados na Tab. V.3 foram emitidos pelo gerador de sinais e adquiridos pela placa de aquisição. A mesma apresenta limitações relativas à frequência de amostragem fornecida, uma vez que a frequência de amostragem real difere daquela definida no programa, pelo usuário. Verificou-se, por exemplo, que ao se definir uma frequência de amostragem de 6000 Hz, a placa fornece 6250 Hz. Portanto, o valor de 6250 Hz é que deve ser utilizado para se calcular as raias espectrais do eixo de frequências da FFT, delimitadas pelo Δf . Para isso, deve-se alterar o número de pontos de modo a contemplar um valor de Δf que seja múltiplo da frequência do sinal senoidal que se deseja avaliar. Para uma frequência de amostragem real de F_s igual a 6250 Hz, um tempo de

amostragem T_s igual a 10 s, e um sinal de frequência F de 40 Hz, pode-se avaliar o Δf com a Eq. (3):

$$\Delta f = \frac{1}{T_s} = \frac{1}{10} = 0,1 \text{ Hz} \quad (\text{V.3})$$

O valor de 0,1 Hz possibilita a obtenção de uma raia espectral de exatamente 40 Hz, e também raias com os valores de 650 Hz e 2300 Hz. O número de pontos N_p utilizado nos testes foi obtido pela Eq. (4).

$$N_p = F_s \cdot T_s = 6250 \cdot 10 = 62\,500 \text{ pontos} \quad (\text{V.4})$$

Portanto, foram utilizados um tempo de amostragem de 10 segundos, para 62 500 pontos, e uma frequência máxima teórica de 3000 Hz (na prática, pode-se obter até 3125 Hz). A Figura 12 mostra a montagem experimental utilizada nestes testes.

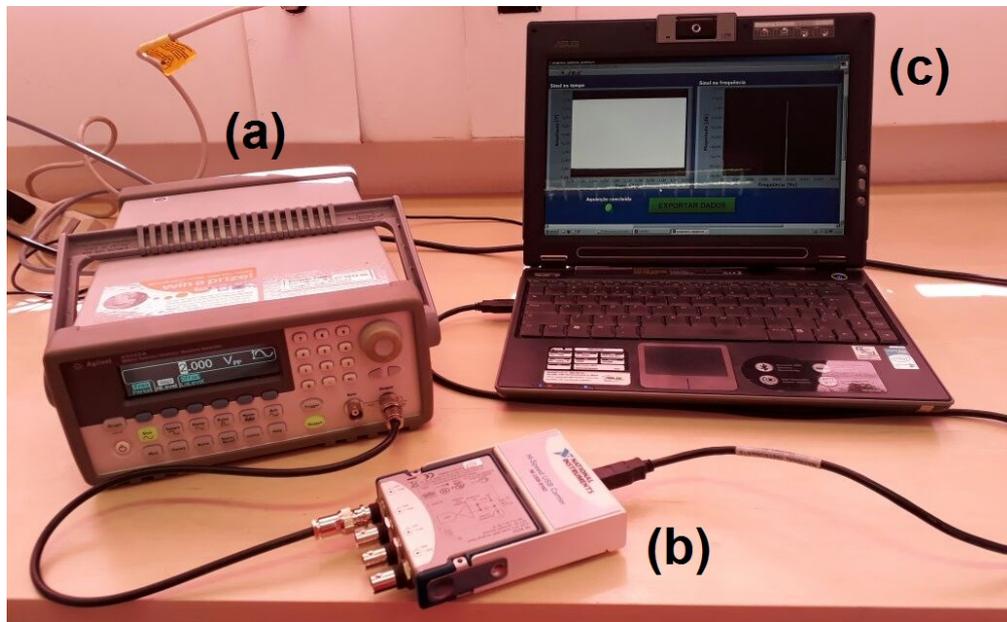


Figura V.12 – Montagem experimental usada na verificação do programa de aquisição: (a) gerador de sinais Agilent® 33220A, (b) placa de aquisição de dados NI9233 e (c) computador rodando o programa de aquisição.

Após a realização dos testes com os sinais mostrados na Tab. 3.5, propôs-se a realização de novos testes com o gerador de sinais, com o número de pontos da FFT reduzido, e tempos de amostragem próximos de 5, 8 e 10 s. Por meio da Eq. (5), é possível

determinar a frequência máxima correspondente à utilização destes novos parâmetros de entrada, obedecendo ao Critério de Nyquist. A Tab. V.4 mostra as características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais na realização dos testes com número de pontos reduzido.

$$F_{max} = \frac{F_s}{2} \quad (V.5)$$

Onde:

- F_{max} – Frequência máxima do espectro de acordo com o Critério de Nyquist, em Hz;
- F_s – Frequência de amostragem em Hz;

Tabela V.4 – Características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais na realização dos testes com número de pontos reduzido.

Frequência do sinal [Hz]	Amplitude [V]	Magnitude [dB]
350	2,0	6,02
600	2,0	6,02
875	2,0	6,02

V.4.1 Resultados da validação do programa de aquisição com gerador de sinais

Para realizar a validação do programa de aquisição, foram gerados gráficos obtidos a partir de sinais provenientes de um gerador de sinais, de frequência = 40 Hz, magnitude = 4,0 V; frequência = 657 Hz, magnitude = 2,5 V e frequência = 2300 Hz, magnitude = 2,0 V, respectivamente. O Δf em todos os casos foi de 0,1 Hz. A Figura V.13 mostra os resultados da validação, obtidos graficamente. Analisando os arquivos de saída de dados, foi possível calcular o erro relativo em cada caso, tanto em frequência quanto em magnitude. A Tabela V.5 mostra os resultados obtidos.

Tabela V.5 – Erros relativos calculados, com base nos sinais teóricos e os resultados de medição mostrados pelo programa de aquisição.

Freq. Teórica [Hz]	Freq. Exp. [Hz]	Erro Relat. Freq. [%]	Magnitude Teórica [V]	Magnitude Exp. [V]	Erro Rel. Amp. [%]
40	40,00	0	4,000	3,985	0,37
650	650,00	0	2,500	2,481	0,75
2300	2300,00	0	2,000	1,956	2,19

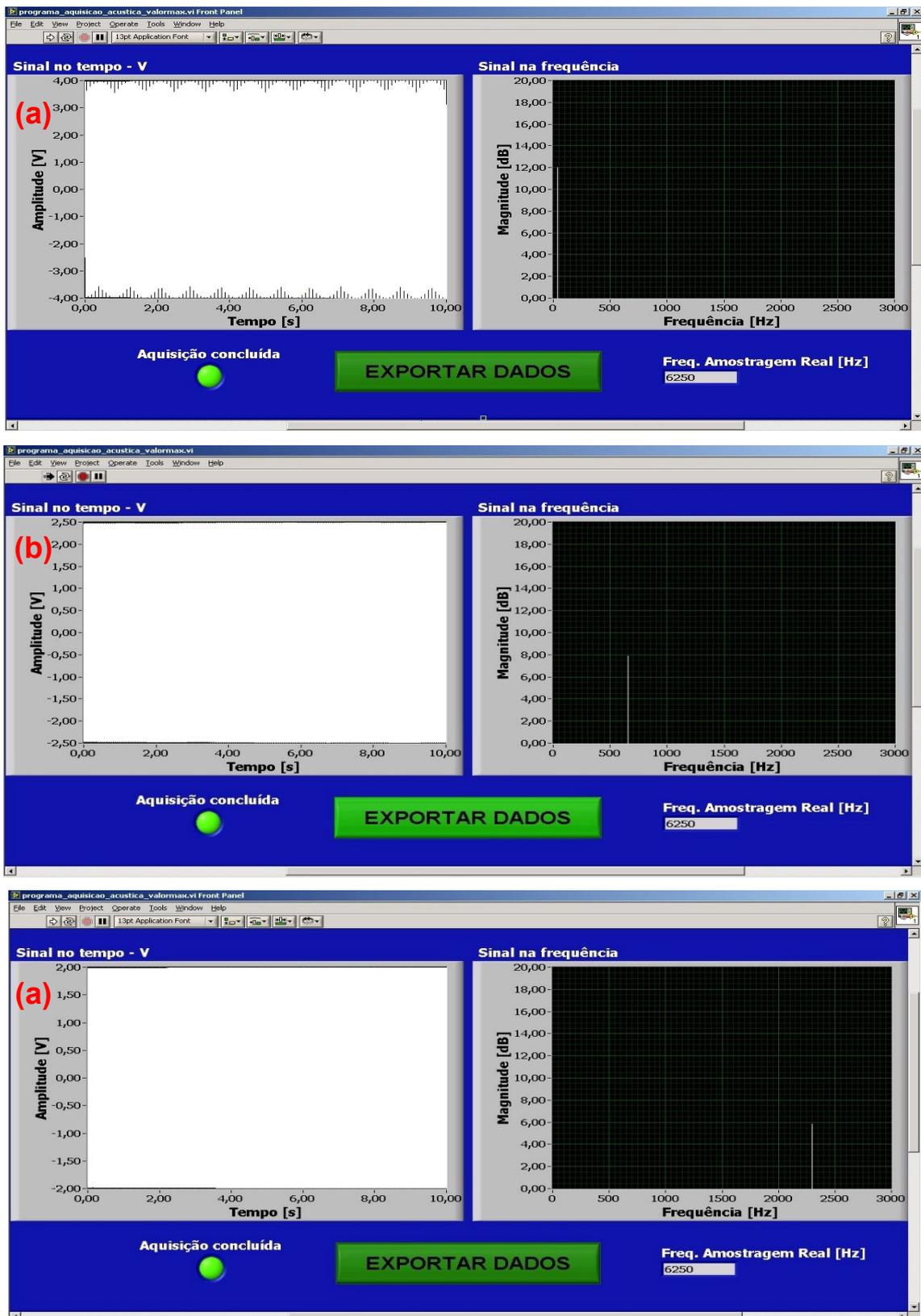


Figura V.13 – Gráficos obtidos a partir do sinal proveniente do gerador de sinais, com Frequência = 40 Hz, Magnitude = 4,0 V (a); Frequência = 657 Hz, Magnitude = 2,5 V e Frequência = 2300 Hz (b), Magnitude = 2,0 V (c), respectivamente.

Pela análise dos gráficos mostrados na Fig. V.13 e pelos resultados mostrados na Tab. V.4, concluiu-se que a FFT calculada pelo programa de aquisição não apresentou erros relativos em frequência. No cálculo da magnitude os erros foram menores que 2,5 %, indicando a elevada exatidão do programa, e a eficiência do filtro utilizado, que foi a janela de Hanning. Estes resultados mostraram também que o programa de aquisição está processando os sinais de entrada adequadamente.

V.4.2 Resultados da verificação utilizando o gerador de sinais, com número de pontos reduzido

A Tabela V.6 mostra os resultados dos cálculos propostos, para três situações diferentes de sinais gerados pelo gerador de sinais.

Tabela V.6 – Valores de Δf , tempo de amostragem, número de pontos e frequência máxima definidos para os testes, e características dos sinais emitidos pelo gerador de sinais.

Δf [Hz]	N_p	T_s [s]	Frequência do sinal [Hz]	Magnitude [V]	Magnitude [dB]
0,200	10000	5	350	2,0	6,02
0,125	16000	8	600	2,0	6,02
0,100	20000	10	875	2,0	6,02

A Figura V.14 mostra os gráficos obtidos pelo programa de aquisição, para as três condições diferentes de sinais gerados pelo gerador de sinais.

Pelos arquivos de dados exportados pelo programa, foi possível analisar os resultados do cálculo do espectro de frequência da Fig. V.13. A Tabela V.7 mostra os resultados obtidos, contendo também os valores dos erros relativos.

Tabela V.7 – Resultados de medição e erros relativos mostrados pelo programa de aquisição, para os sinais de frequência 350 Hz, 600 Hz e 875 Hz.

Freq. Teórica [Hz]	Freq. Exp. [Hz]	Erro Relat. Freq. [%]	Magnitude Teórica [V]	Magnitude Exp. [V]	Erro Rel. Amp. [%]
350	350,00	0	2,000	1,972	1,39
600	600,00	0	2,000	1,987	0,67
875	875,00	0	2,000	1,981	0,96

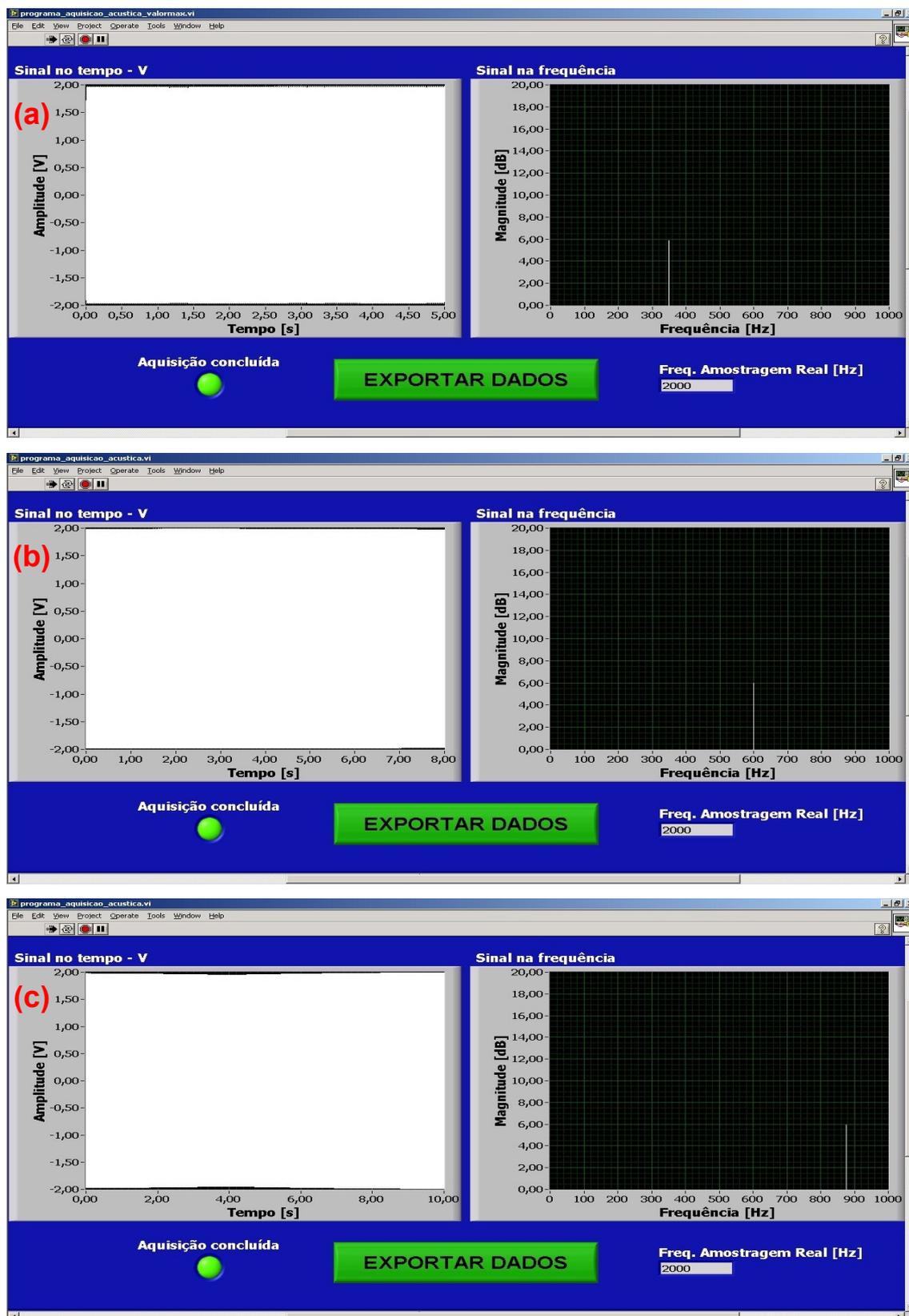


Figura V.14 – Gráficos obtidos a partir do sinal proveniente do gerador de sinais, com Frequência = 350 Hz, Magnitude = 2,0 V (a); Frequência = 600 Hz, Magnitude = 2,0 V (b) e Frequência = 875 Hz, Magnitude = 2,0 V (c), respectivamente.

A partir dos gráficos evidenciados na Fig. V.14 e pelos resultados da Tab. V.6, verificou-se que os erros em frequência permaneceram nulos, e o erro em magnitude máximo foi de 1,39 %. Este fato demonstra a exatidão dos resultados das análises de frequência efetuadas pelo programa de aquisição.

V.5 Verificação do funcionamento do microfone PCB em conjunto com o programa de aquisição de dados

Com o intuito de avaliar a funcionalidade do programa de aquisição de dados construído em LabVIEW®, foram efetuados ensaios preliminares. Para a realização destes testes, foi utilizada uma peça de alumínio, que foi pendurada por meio de um cordão fixado em sua extremidade, e uma barra de aço 4140, que foi batida contra a peça de alumínio, enquanto que um microfone próximo à peça de alumínio foi utilizado para captar o sinal acústico decorrente da colisão. Desta forma, foi possível obter os espectros de frequência dos ruídos emitidos durante o impacto.

Durante a realização dos testes, foi utilizado um microfone PCB modelo 378B02 acoplado a um pré-amplificador PCB modelo 426E01, ligado a uma placa de aquisição NI-9233 da National Instruments. O microfone e o pré-amplificador foram colocados próximos ao local do impacto com o auxílio de um pedestal fabricado em tubos de plástico, como pode ser observado na Fig. V.15.

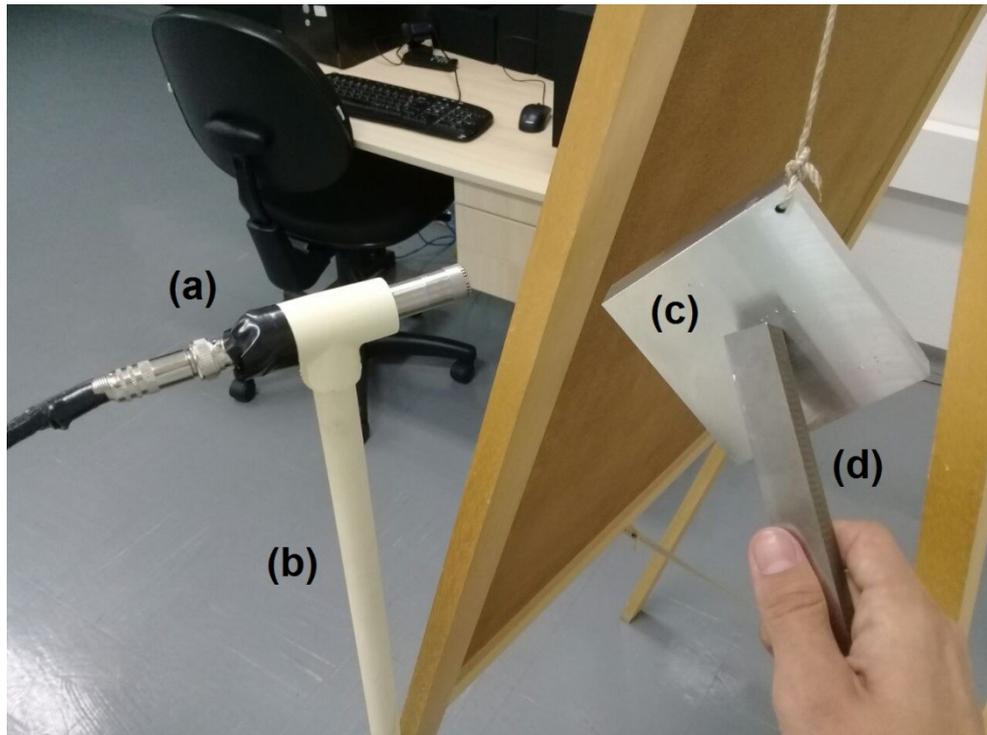


Figura V.15 – Arranjo experimental utilizado na realização dos testes: microfone PCB (a); pedestal (b); peça de alumínio (c); e peça de aço 4140 (d).

Foram selecionadas três regiões diferentes para realização dos choques, objetivando determinar possíveis variações na resposta em frequência. A Figura V.16 mostra as regiões ensaiadas. Para cada região, alterou-se o número de pontos e a frequência máxima a ser contemplada na FFT (*Fast Fourier Transform*). O número de pontos considerado assumiu os seguintes valores: 2 048, 4 096 e 8 192 pontos, enquanto que as frequências máximas selecionadas foram de 4 096 Hz, 8 192 Hz e 16 384 Hz. Para cada região da amostra, foram realizados ensaios de modo a contemplar todas as combinações de número de pontos e frequência máxima possíveis, totalizando 9 ensaios para cada região, e 27 ensaios ao todo.

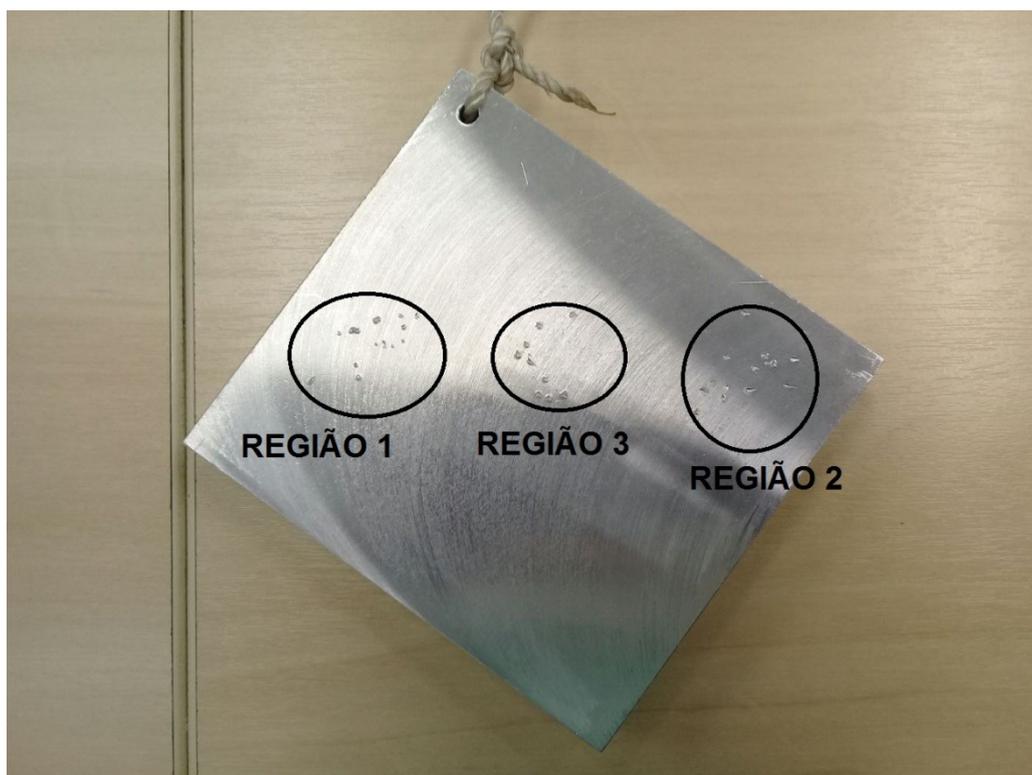


Figura V.16 – Amostra de alumínio com respectivas regiões ensaiadas.

V.5.1 Resultados da verificação do funcionamento do microfone PCB em conjunto com o programa de aquisição de dados

Os resultados dos ensaios realizados na região 1 foram analisados com o auxílio dos gráficos do sinal no tempo e na frequência, obtidos por meio do *software* programado em LabVIEW®. Primeiramente, são mostrados os resultados para a frequência máxima de 8192 Hz, variando-se o número de pontos. Estes resultados estão evidenciados na Fig. V.17.

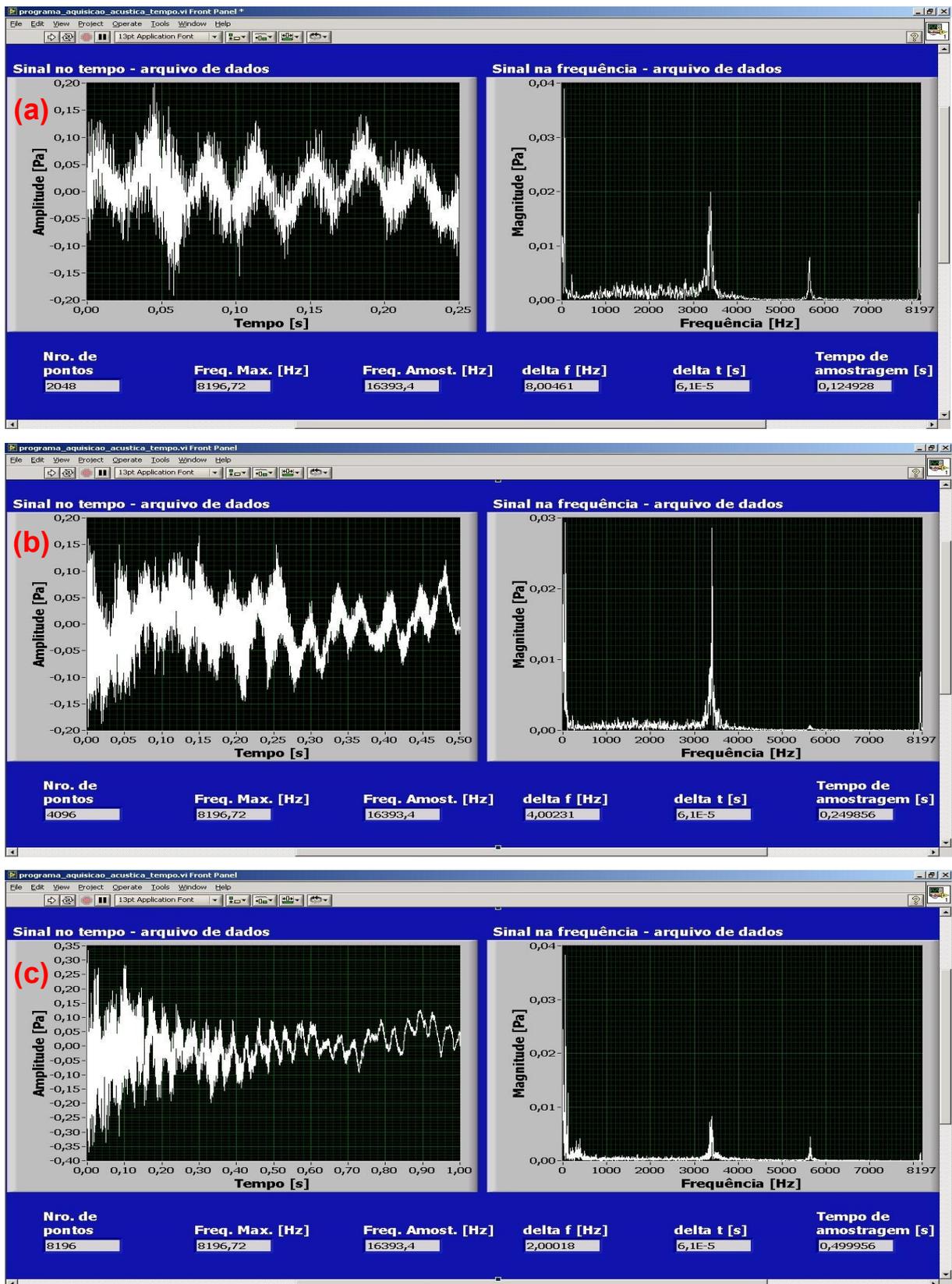


Figura V.17 – Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 8$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (a); com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (b) e com $\Delta f = 2$ Hz e frequência máxima de 8192 Hz (c), respectivamente.

Observando o primeiro gráfico do domínio da frequência mostrado na Fig. V.17, percebe-se que a frequência que mais se fez notável no sinal acústico emitido se situou em torno de 3400 Hz para o teste realizado com 2048 pontos e frequência máxima de 8192 Hz. O Δf neste caso foi de 2 Hz.

No gráfico de resposta em frequência para o teste com 4096 pontos e frequência máxima de 8192 Hz, manteve-se o pico de 3400 Hz obtido no teste anterior, e surgiu um pequeno pico da faixa de 5 650 Hz. A diminuição do Δf (de 2 Hz para 1 Hz) proporcionou o aparecimento deste novo pico de frequência. Por sua vez, para o teste com 8192 pontos e frequência máxima de 8192 Hz as frequências componentes do sinal acústico que se mostraram mais significativas se situaram em torno de 3 400 Hz e em torno de 5 650 Hz.

A partir dos gráficos no domínio da frequência mostrados na Fig. V.18 pode-se concluir que o aumento no número de pontos da FFT levou a detecção de mais frequências significativas componentes do sinal acústico emitido. À medida que o número de pontos cresceu, foi possível verificar que o sinal no domínio do tempo mostrou-se mais nítido e de comportamento cíclico mais regular.

Os resultados obtidos para a variação da resposta em função da frequência máxima fixando-se o número de pontos em 8192 e variando as frequências máximas de 4096 Hz e 16 384 Hz são mostrados na Fig. 18.

É possível verificar, a partir da Fig. V.18, que conforme a frequência máxima vai aumentando, a FFT consegue detectar componentes do sinal de maior frequência. As componentes de frequência significativas detectadas situaram-se em torno de 3400 Hz, 5650 Hz e 8200 Hz.

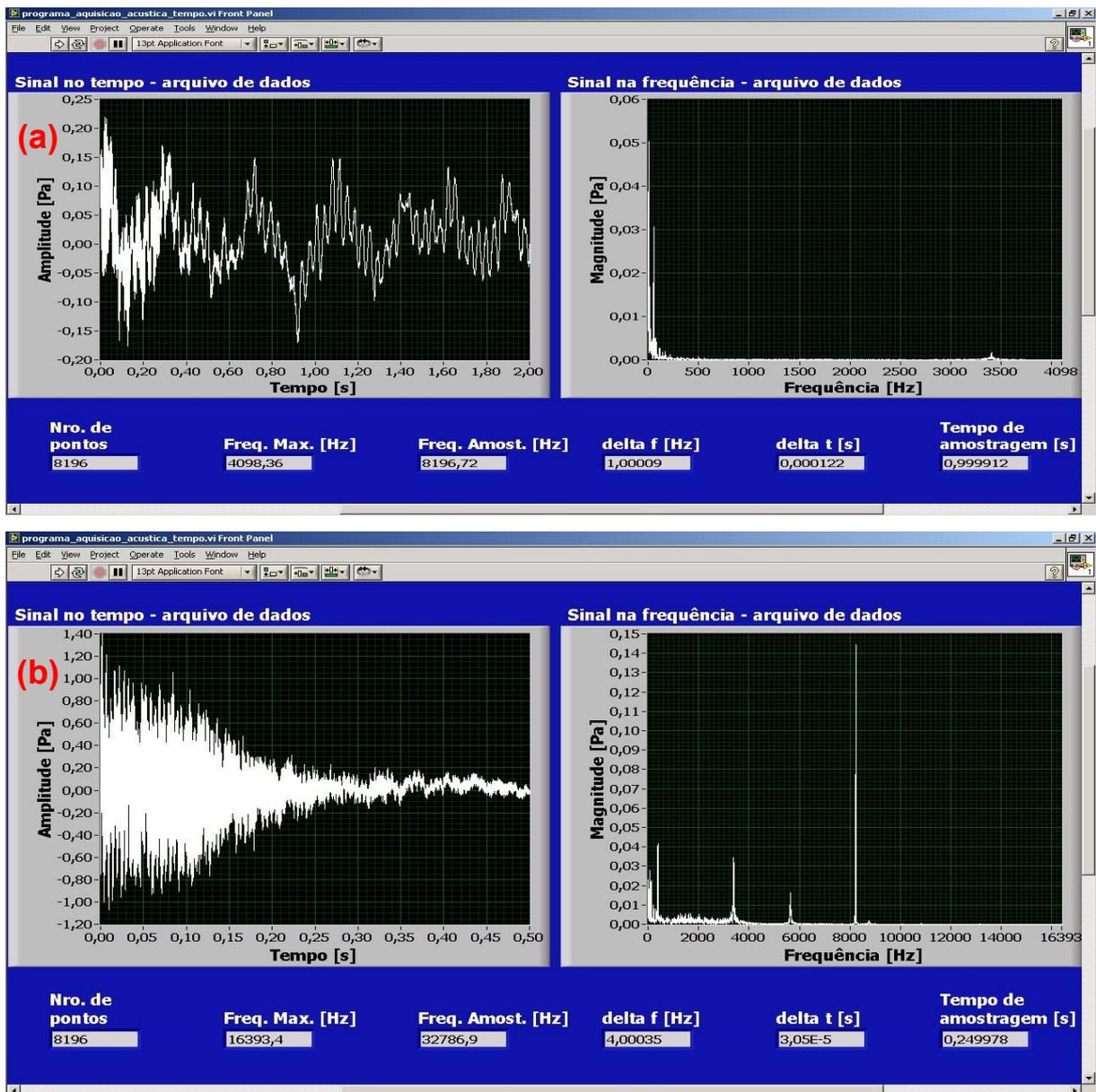


Figura V.18 – Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 1$ Hz e frequência máxima de 4096 Hz (a) e com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (b), respectivamente.

Para efeitos de comparação entre regiões 1, 2 e 3 a Fig. V.19 mostra os resultados obtidos nas regiões 1, 2 e 3 considerando constantes o número de pontos e a frequência máxima.

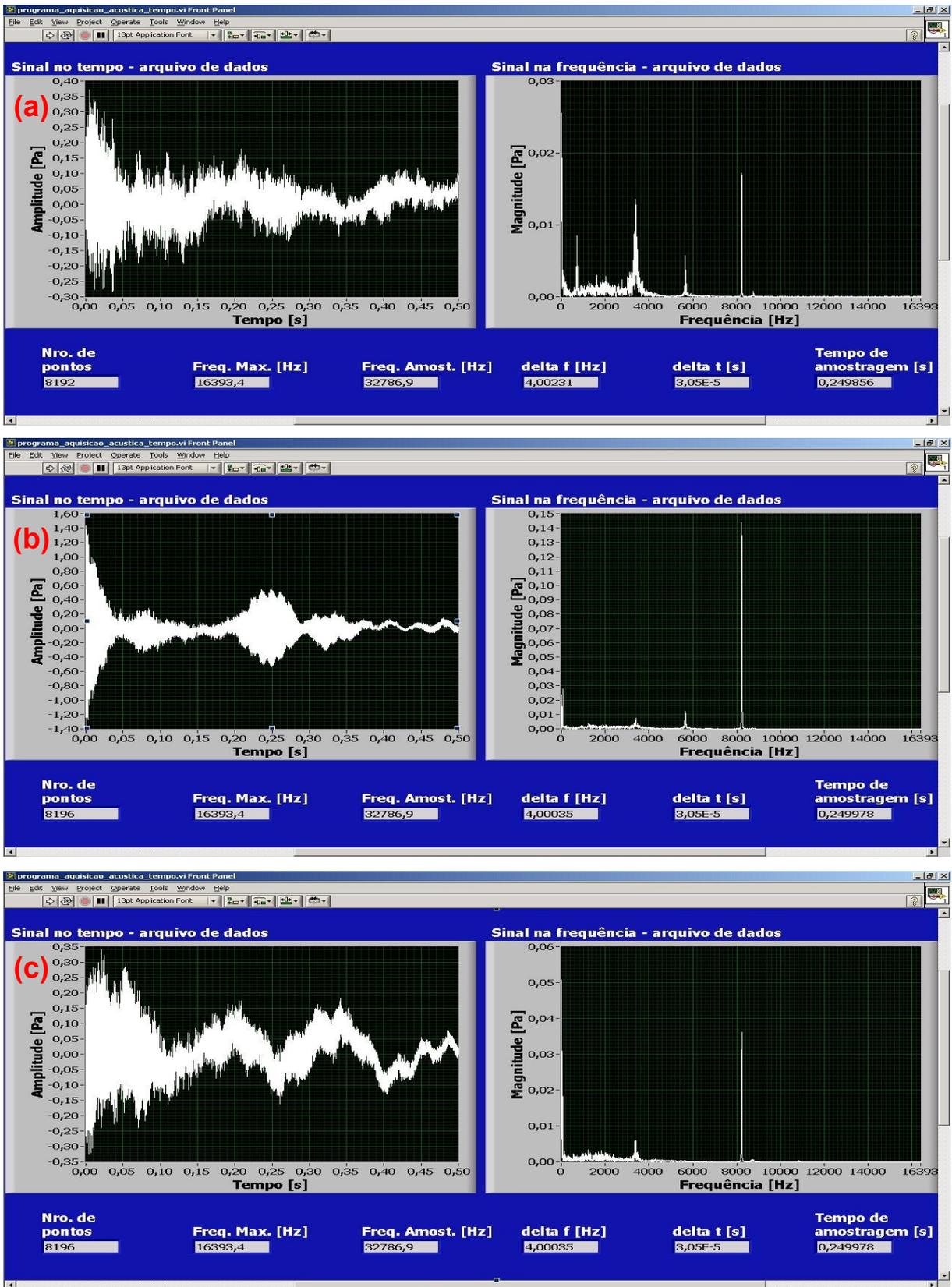


Figura V.19 – Gráficos obtidos de ensaio na região 1, com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (a); na região 2 com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (b) e na região 3 com $\Delta f = 4$ Hz e frequência máxima de 16 384 Hz (c), respectivamente.

Analisando-se os resultados dos espectros de frequência mostrados na Fig. V.19, verifica-se que há mudança nas frequências significativas detectadas pelo sistema de medição, quando a região de ensaio da amostra é alterada. Nas três regiões, surgiu a frequência de em torno de 3400 Hz, e outros pico em torno de 8100. Porém, na região 2 é observado um pico com frequência em torno de 5650 Hz. Em todos os casos analisados, todos picos de frequência se mostraram abaixo de 10 000 Hz.

APÊNDICE VI

Erros relativos calculados para a % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.

Tabela VI.1 – Erros relativos de composição química em % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.

Manganês								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	0,07	1,42	0,00	2,20	1,91	23,76	83,97	58,44
Cilíndrica 1	0,07	2,20	1,56	41,42	2,20	1,99	1,91	2,70
Cilíndrica 2	0,28	0,07	0,50	0,57	1,63	0,78	0,78	26,88
Fósforo								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	4,35	21,74	21,74	47,83	21,74	91,30	91,30	91,30
Cilíndrica 1	4,35	13,04	4,35	91,30	13,04	30,43	21,74	30,43
Cilíndrica 2	0,00	9,09	27,27	18,18	27,27	45,45	27,27	90,91
Enxofre								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	400,00	114,29	42,86	28,57	328,57	28,57	28,57	28,57
Cilíndrica 1	400,00	328,57	328,57	28,57	185,71	28,57	28,57	28,57
Cilíndrica 2	200,00	100,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Vanádio								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	15,76	10,33	18,48	37,50	23,91	1250,54	1215,22	997,83
Cilíndrica 1	15,76	10,33	15,76	101,09	13,04	15,76	13,04	0,54
Cilíndrica 2	13,16	13,16	21,05	2,63	13,16	5,26	15,79	855,26
Titânio								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	28,57	28,57	28,57	28,57	28,57	2935,71	2757,14	3007,14
Cilíndrica 1	28,57	28,57	28,57	400,00	28,57	28,57	28,57	28,57
Cilíndrica 2	37,50	37,50	37,50	37,50	37,50	37,50	6,25	1462,50
Nióbio								
Geometria/ Distância	0 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,3 mm	0,4 mm	0,5 mm	0,6 mm	0,7 mm
Plana	8,70	8,70	13,04	34,78	4,35	29095,65	18226,09	24426,09
Cilíndrica 1	8,70	13,04	8,70	926,09	17,39	34,78	47,83	78,26
Cilíndrica 2	31,82	31,82	36,36	68,18	50,00	72,73	109,09	2286,36

APÊNDICE VII

**Tabelas das ANOVAs para os elementos Manganês, Fósforo,
Enxofre, Vanádio, Titânio e Nióbio.**

Tabela VII.1 – ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Manganês, Fósforo, Enxofre e Vanádio.

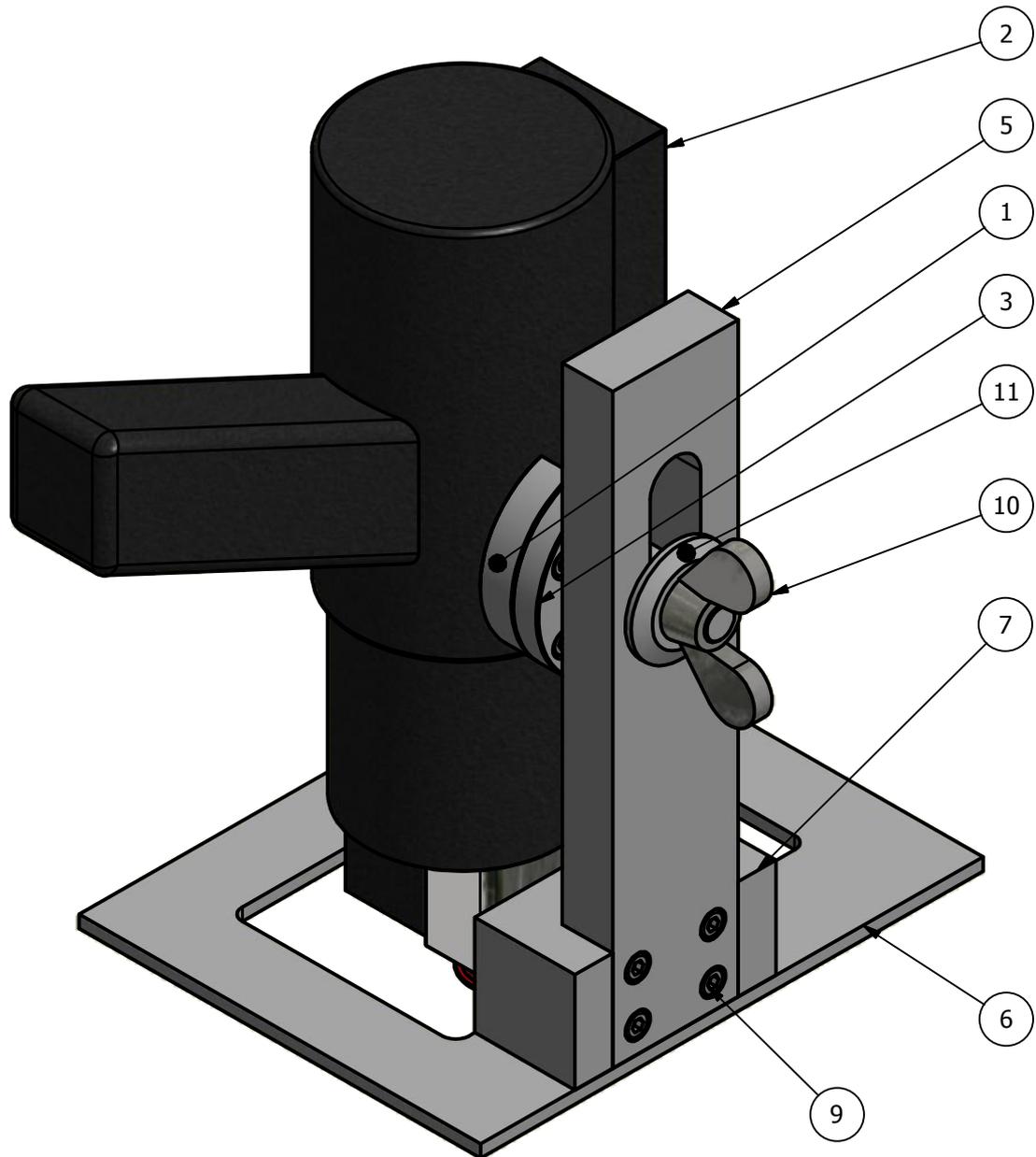
Manganês					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	0,0451	2	0,0225	0,270	0,764617
Distância vertical	1,9352	7	0,2765	3,311	0,005910
Geometria x Distância	6,0194	14	0,4300	5,149	0,000009
Erro	4,0082	48	0,0835		
Fósforo					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	0,000129	2	0,000065	72,562	0,000000
Distância vertical	0,000481	7	0,000069	77,230	0,000000
Geometria x Distância	0,000314	14	0,000022	25,205	0,000000
Erro	0,000043	48	0,000001		
Enxofre					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	0,000043	2	0,000021	42,5278	0,000000
Distância vertical	0,000137	7	0,000020	39,2222	0,000000
Geometria x Distância	0,000095	14	0,000007	13,6389	0,000000
Erro	0,000024	48	0,000001		
Vanádio					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	0,304726	2	0,152363	819,094	0,00000
Distância vertical	0,588692	7	0,084099	452,110	0,00000
Geometria x Distância	0,768848	14	0,054918	295,234	0,00000
Erro	0,008929	48	0,000186		

Tabela VII.2 – ANOVA dos efeitos da geometria de superfície, distância vertical e interação entre ambas, na composição química em % de peso de Titânio e Nióbio.

Titânio					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	0,011961	2	0,005981	798,904	0,00000
Distância vertical	0,019326	7	0,002761	368,800	0,00000
Geometria x Distância	0,025244	14	0,001803	240,869	0,00000
Erro	0,000359	48	0,000007		
Nióbio					
Variáveis	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Geometria da superfície	64,5915	2	32,29577	1084,717	0,00000
Distância vertical	63,0936	7	9,01338	302,732	0,00000
Geometria x Distância	117,3743	14	8,38388	281,589	0,00000
Erro	1,4291	48	0,02977		

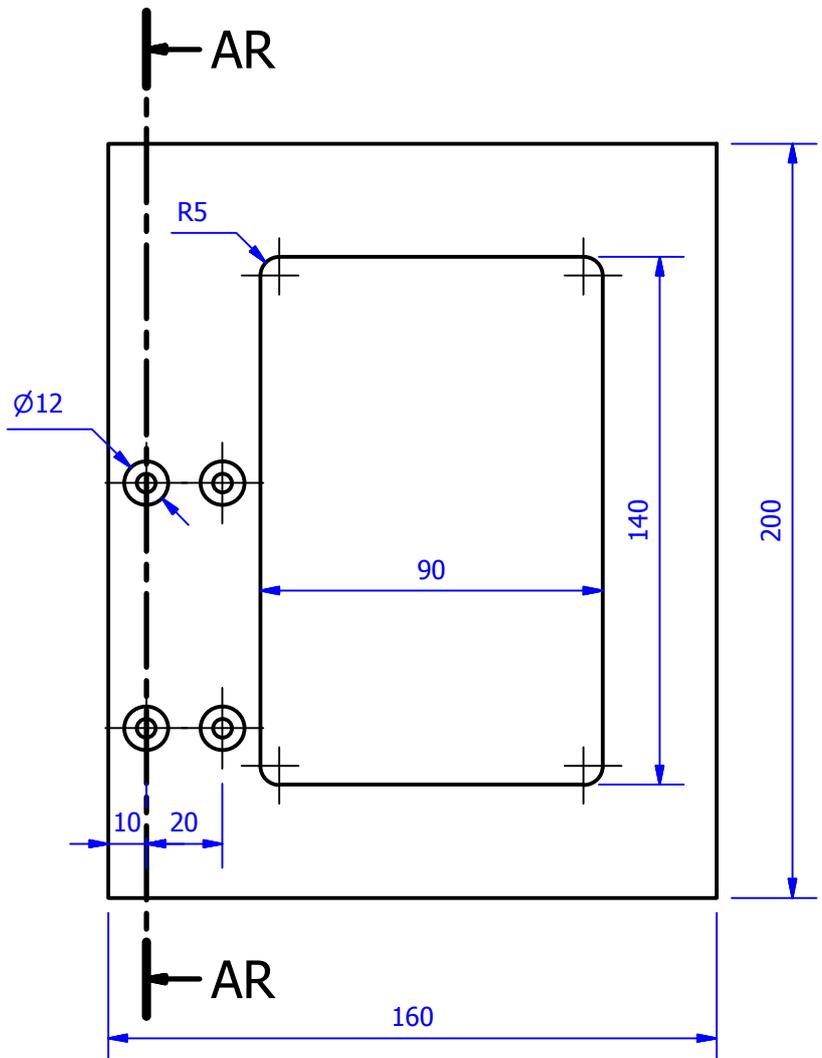
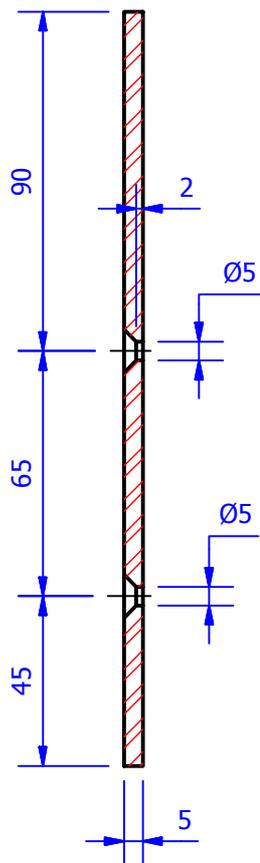
Anexo I

**Desenho técnico do suporte projetado para
fixação da sonda de medição**



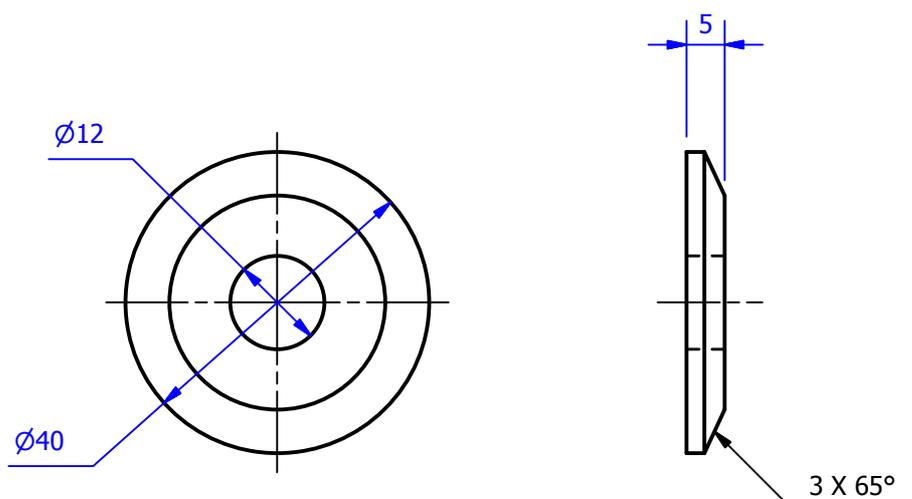
Parts List									
ITEM	QTD	PEÇA	DESCRIÇÃO						
1	1	Peça fixadora	Ver desenho detalhado						
2	1	Pistola	Não aplicável						
3	1	Peça Reguladora	Ver desenho detalhado						
4	4	ISO 4762 - M5 x 12	Parafuso Allen de cabeça						
5	1	Peça Haste	Ver desenho detalhado						
6	1	Peça Base	Ver desenho detalhado						
7	1	Peça União	Ver desenho detalhado						
8	4	ISO 10642 - M5 x 10	Parafuso Allen cabeça escareada - 1 - Produto classe A						
9	4	ISO 4762 - M5 x 25	Parafuso Allen de cabeça						
10	1	JIS B 1185 - M12	Porca borboleta						
11	1	Peça Arroela de fixação	Ver desenho detalhado						
Desenhado Por: Eng. Juliano		Aprovado Por: Eng. Juliano		Material: ASTM 1020	Quant. 1	Data 09/03/2017	Escala 1:2		
Projeto				Item					
 LTAD Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste				Minitestes Equipamento Suporte Emissão Acústica				Revisão	Folha
								-	-

AR-AR (1 : 2)



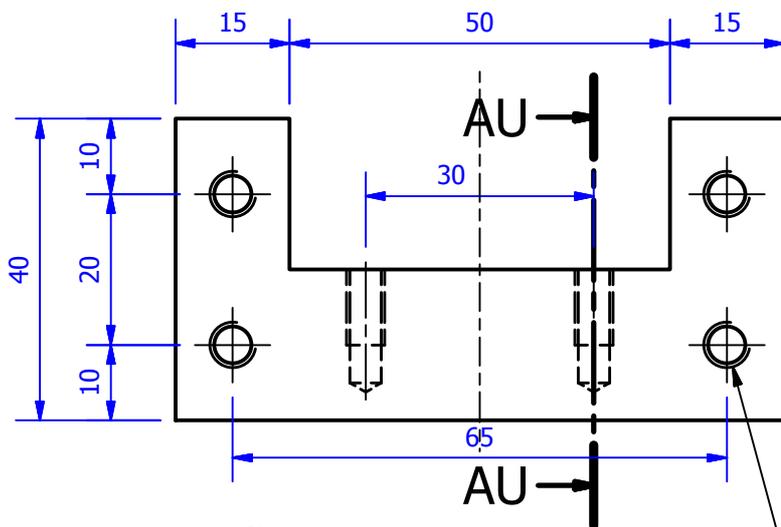
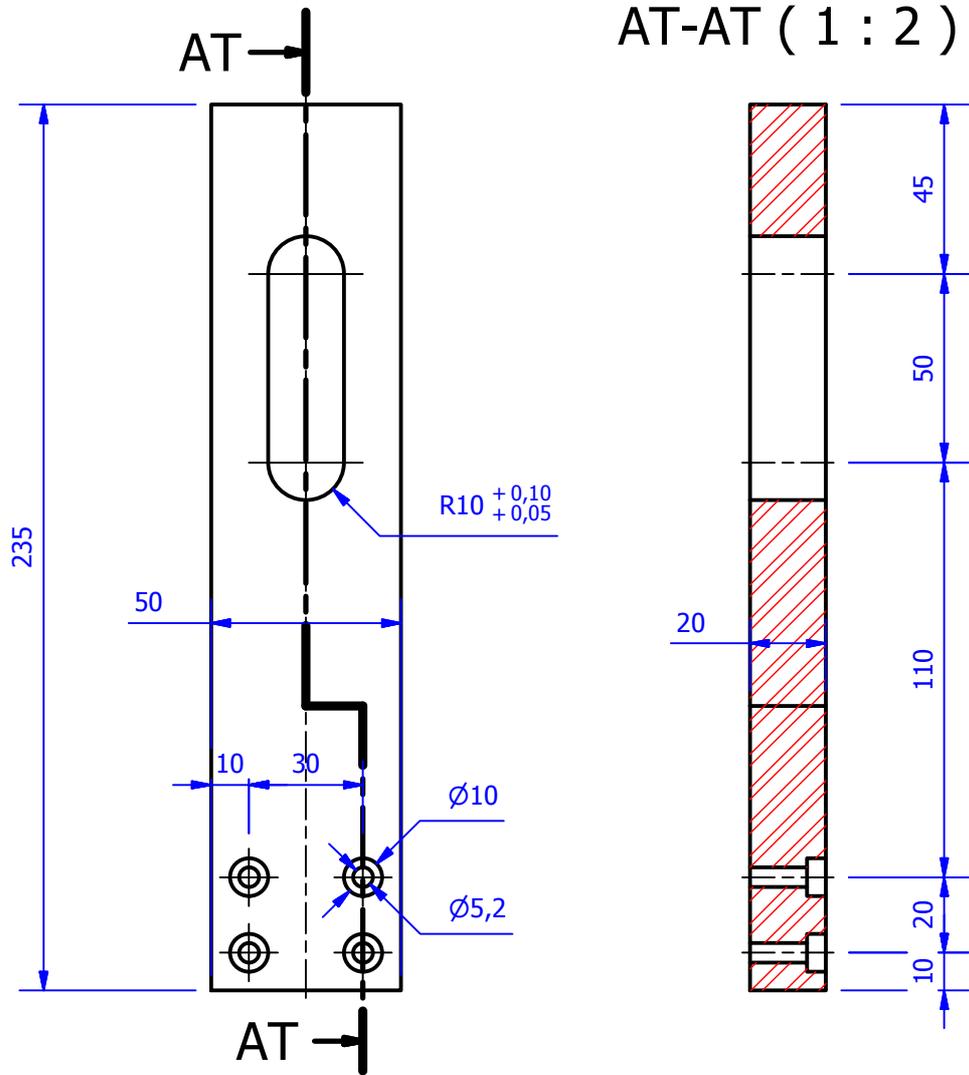
Peça 01: Chapa Base
Escala 1:2
Material: AISI 304

Peça 02: Arroela Fixadora
Escala 1:1
Material: AISI 304

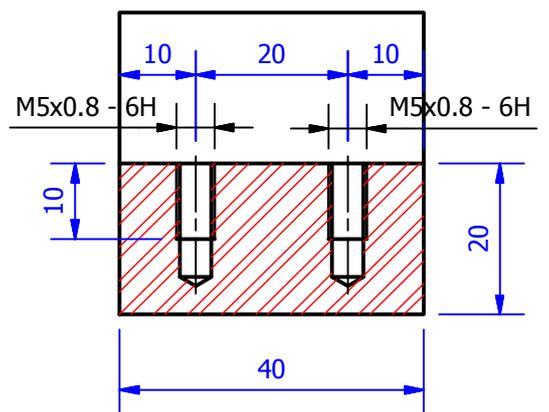


Desenhado Por: Eng. Juliano	Aprovado Por: Eng. Juliano	Material: AISI 304	Quant. 1/pç	Data 09/03/2017	Escala -
Projeto		Item			
 Minitestes		Base e arroela		Revisão	Folha
		Equipamento Suporte Emissão Acústica		-	-

Peça 01: Haste
Escala: 1:2
Material: AISI 304



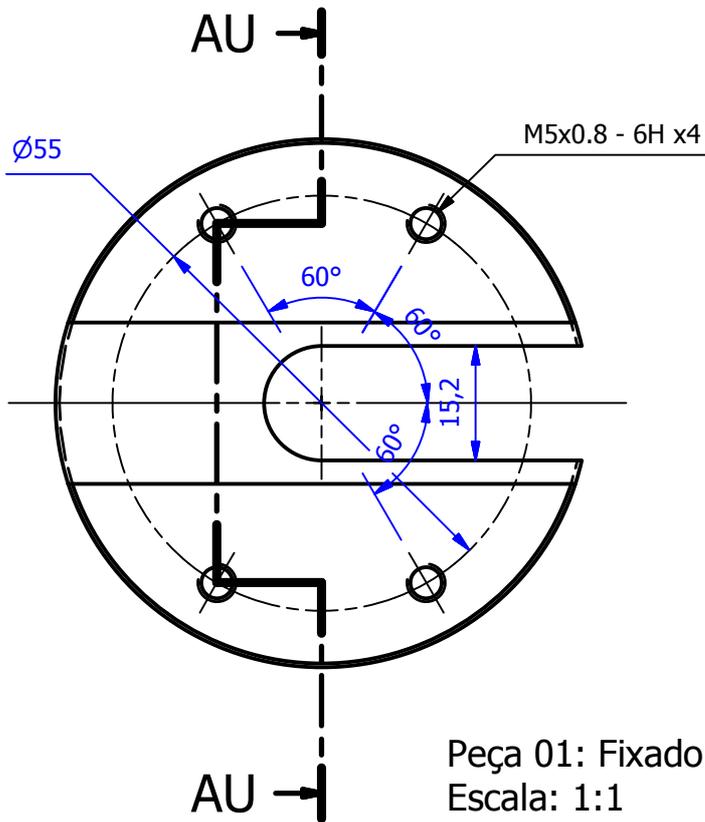
AU-AU (1 : 1)



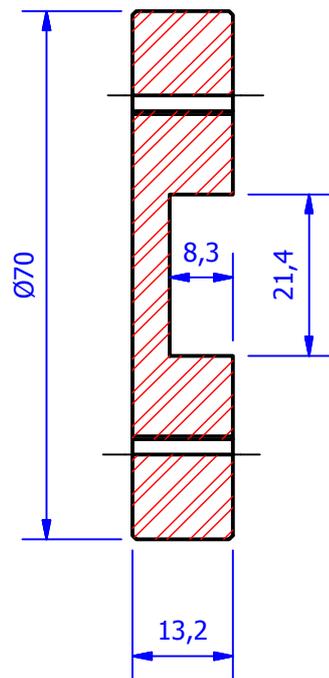
Peça 02: União
Escala: 1:1
Material: AISI 304

M6x1 - 6H ∇ 17 4x

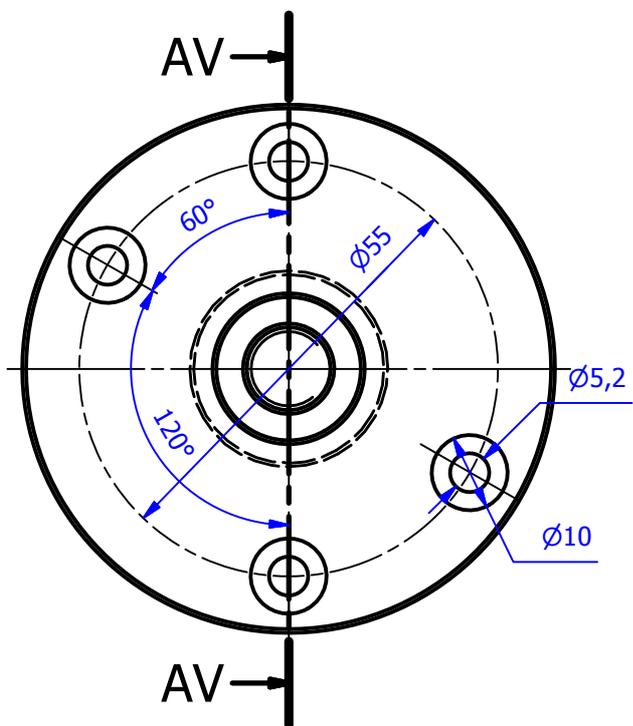
Desenhado Por: Eng. Juliano	Aprovado Por: Eng. Juliano	Material: AISI 304	Quant. 1/pç	Data 09/03/2017	Escala -
Projeto		Item			
 LTAD Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste		Minitestes		Haste e união	
Equipamento			Revisão	Folha	
Suporte Emissão Acústica			-	-	



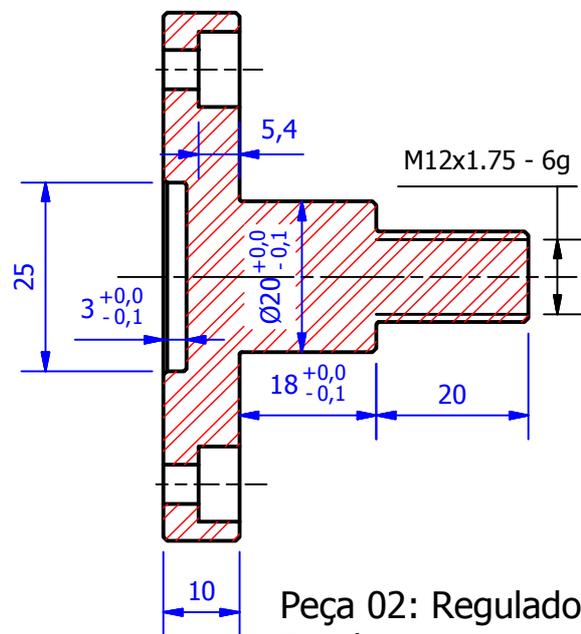
AU-AU (1 : 1)



Peça 01: Fixador
Escala: 1:1
Material: AISI 304



AV-AV (1 : 1)



Peça 02: Regulador
Escala: 1:1
Material: AISI 304

Desenhado Por: Eng. Juliano	Aprovado Por: Eng. Juliano	Material: AISI 304	Quant. 1/pç	Data 09/03/2017	Escala 1:1
Projeto		Item			
 LTAD Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste		Minitestes		Fixador	
Equipamento Suporte Emissão Acústica			Revisão -	Folha -	

Anexo II

**Certificado de calibração do micrômetro
para dimensões externas do fabricante
Mitutoyo**

LABORATÓRIO DE METROLOGIA

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Pag.: 1 / 2

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 02099/13

Cliente: " MARCIO BACCI DA SILVA /CAPES /PROEX. "
Endereço: Avenida João Naves Avila, 2.121 - Uberlândia - MG.

Ordem de Serviço: 066.550

1 - Objeto calibrado:

MICRÔMETRO EXTERNO

Fabricante: Mitutoyo Corporation

Código: 103-129

Número : 27105563

Faixa Nominal: 0 ~ 25 mm

Faixa de Medição: 25 mm

Valor de uma divisão: 0,001 mm

Identificação do proprietário: Não consta

2 - Padrão utilizado na calibração:

Jogo de Blocos-padrão

Número de série: 967944

Certificado Nº.: 15383/12 - RBC - Mitutoyo.

Validade: 06/2013

Jogo de paralelos óptico

Número de série: 130810

Certificado Nº. 12357/12 - RBC - Mitutoyo.

Validade: 09/2013

3 - Procedimento de medição: Pml - 0003 Versão: 3

O micrômetro foi calibrado com Blocos padrão e a planeza e o paralelismo medido com paralelo ótico e a leitura da indicação efetuada no micrômetro.

Data da calibração: 12 de Março de 2013

Data da emissão : 12 de Março de 2013


Carlos Kazuo Suetake
Gerente do Depto de Garantia da Qualidade

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 02099/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Pag.: 2 / 2

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0031

4 - Resultado da calibração: O resultado é a média das calibrações.

Padrão (mm)	Indicação no instrumento (mm)	Incerteza de medição (mm)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (Veff)
0,0	0,000	0,002	2,08	31
2,5	2,500			
5,1	5,100			
7,7	7,700			
10,3	10,300			
12,9	12,900			
15,0	15,000			
17,6	17,600			
20,2	20,200			
22,8	22,800			
25,0	25,000			

Item	Erro (mm)	Incerteza de medição (mm)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (Veff)
Planeza da face do fuso	0,0003	0,0002	2,00	infinito
Planeza da face do batente	0,0000	0,0002	2,00	infinito
Paralelismo das faces de medição	0,0003	0,0003	2,00	infinito

5 - Incerteza de medição:

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota : Temperatura ambiente : (20,0 ± 0,5) °C

Anexo III

**Certificado de calibração da máquina de
medir por coordenadas do tipo ponte móvel,
modelo BRM-443, manual, do fabricante
Mitutoyo**

LABORATÓRIO DE METROLOGIA

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13



Cliente : FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

Endereço : Avenida Amazonas, 2121 - Campus Umuarama - Uberlândia - MG. - CEP - 38400-902

Ordem de Serviço : 035.766/001

I. Objeto Calibrado :

Máquina de Medição por Coordenadas

Fabricante : Mitutoyo

MMC Modelo : BRM-443

No de Série : 0021902 / Código : 196-667-65

Identif. do Cliente: N.C

Faixa Nominal : 400 x 400 x 300 mm

Contador Digital / Controlador

Modelo : N.C

No Série : N.C

Resolução : 0,0005 mm

Cabeçote

Modelo : MH20i

No Série : 7F8912

Probe

Modelo : TP20

No Série : 6T4567

Rack

Modelo : N.C

No Série : N.C

Programa de Medição

Programa : Geopak Win

Versão : 3.0R16

Dongle No. : 10-10336238



II. Notas:

1. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.
2. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
3. Erro = Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.
4. Os sinais dos resultados tem o mesmo sentido das indicações positivas e negativas do sistema de coordenadas da máquina.
5. A máquina foi calibrada conforme Procedimento PML-0030 revisão 3.
6. Condição ambiental: Temperatura ambiente: $(20,5 \pm 0,5)^\circ\text{C}$
7. Endereço e local da calibração são os mesmos.

III. Padrões utilizados :

Padrão Escalonado

No Série : 500034

Certificado No : 04980/13

Emitido em : 14/05/2013

Validade : 11/2013

Termômetro

No Série : TIFA016

Certificado No : LV22179/12

Emitido em : 18/06/2012

Validade : 06/2014

Esfera Padrão

No Série : D0106

Certificado No : 00848/12

Emitido em : 09/02/2012

Validade : 02/2014

Data da Calibração : 28 de Maio de 2013

Data da Emissão : 08 de Julho de 2013

Carlos Kazuo Suetake
Chefe Laboratório de Metrologia

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

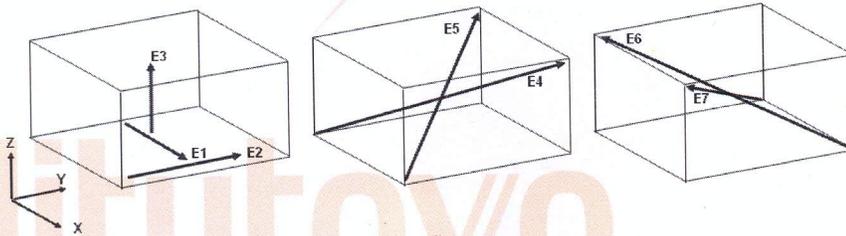
Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob Nº. 0031

IV. Resultado das Medições :

4.1. Verificações iniciais do equipamento :

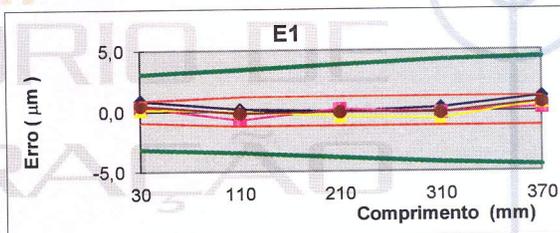
- a . Movimento da Máquina : OK
- b . Condições da área de Medição : OK
- c . Avaliação do Sist. Pneumático : OK
- d . Limpeza das superfícies de ref. : OK

4.2. Resultado da Medição:



4.2.1. Resultado da medição do eixo " X ", (E1)

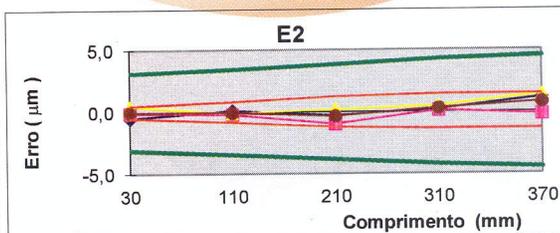
Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,9	0,4	0,2	0,5
110	0,2	-0,7	0,0	-0,2
210	0,0	0,2	-0,4	-0,1
310	0,3	-0,1	-0,6	-0,1
370	1,2	0,3	0,7	0,7



Incerteza de medição expandida (U) = (0,8 + L/1500) µm , onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,03
 Graus de liberdade (Veff) = 88

4.2.2. Resultado da medição do eixo " Y ", (E2)

Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,5	-0,1	0,5	0,0
110	0,1	-0,2	-0,1	-0,1
210	-0,3	-1,0	0,2	-0,4
310	0,2	0,1	0,5	0,3
370	1,1	-0,2	1,4	0,8



Incerteza de medição expandida (U) = (0,8 + L/3000) µm , onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,08
 Graus de liberdade (Veff) = 33

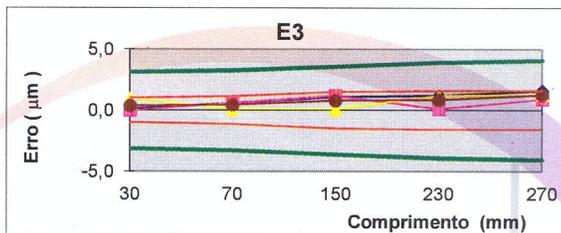
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob N°. 0031

4.2.3. Resultado da medição do eixo " Z ", (E3)

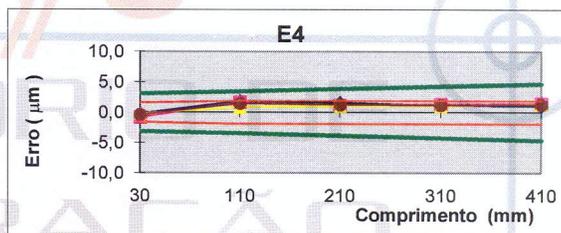
Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,1	0,0	1,0	0,4
70	0,6	0,6	0,1	0,4
150	1,1	1,2	0,1	0,8
230	1,2	0,1	1,2	0,8
270	1,6	0,9	1,3	1,3



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,9 + L/3000) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm " .
 Fator de abrangência (k) = 2,11
 Graus de liberdade (V_{eff}) = 24

4.2.4. Resultado da medição do volume, (E4)

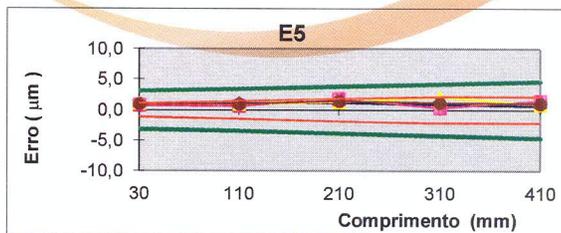
Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,8	-0,2	-0,4
110	1,9	1,7	0,9	1,5
210	1,6	1,2	1,1	1,3
310	1,2	1,4	1,1	1,2
410	1,1	1,5	1,4	1,3



Incerteza expandida de medição (U) = $(0,7 + L/2600) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm " .
 Fator de abrangência (k) = 2,02
 Graus de liberdade (V_{eff}) = 148

4.2.5. Resultado da medição do volume, (E5)

Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,9	0,8	1,1	0,9
110	1,1	0,7	1,0	0,9
210	1,2	1,8	1,3	1,4
310	0,9	0,4	2,1	1,1
410	0,7	1,5	0,9	1,0



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/2900) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm " .
 Fator de abrangência (k) = 2,04
 Graus de liberdade (V_{eff}) = 59

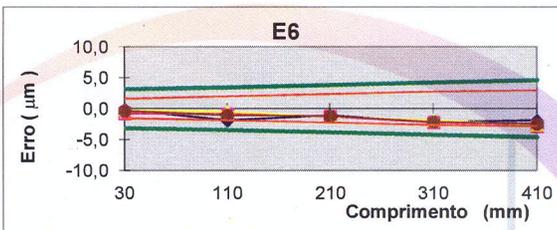
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob Nº. 0031

4.2.6. Resultado da medição do volume, (E6)

Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,8	-0,2	-0,4
110	-1,9	-0,9	-0,5	-1,1
210	-1,1	-1,3	-1,3	-1,2
310	-2,2	-2,3	-1,9	-2,1
410	-1,9	-2,9	-2,7	-2,5



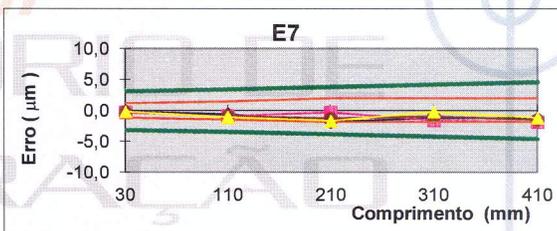
Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/2800) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm ".

Fator de abrangência (k) = 2,04

Graus de liberdade (V_{eff}) = 65

4.2.7. Resultado da medição do volume, (E7)

Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,3	-0,2	-0,2
110	-0,6	-0,9	-1,1	-0,9
210	-1,9	-0,3	-1,7	-1,3
310	-1,2	-1,6	-0,2	-1,0
410	-1,3	-1,9	-1,2	-1,5



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/3000) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm ".

Fator de abrangência (k) = 2,07

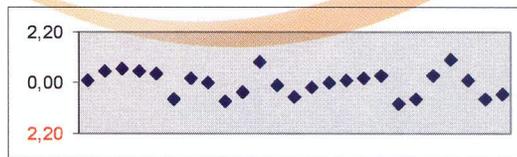
Graus de liberdade (V_{eff}) = 38

4.2.8. Erro de Apalpação (P)

Erro de apalpação = $(1,9 \pm 1,2) \mu\text{m}$

Fator de abrangência (k) = 2,00

Graus de liberdade (V_{eff}) = infinito



5. Observações Gerais :

Anexo IV

**Certificado de calibração do interferômetro
TALYSURF CLI 2000 fabricado pela Taylor
Hobson**



LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº : 030/16

CARACTERÍSTICAS DO OBJETO

Cliente:	Universidade Federal de Uberlândia	Capacidade :	200 mm
Objeto :	Medidor de Superfície	Menor Divisão :	0,01 µm
Fabricante :	Taylor Hobson Limited	Ano de Fabricação :	NC
Modelo :	CLI 2000	OS :	3720
Número de Controle :	310.195	Número de Série :	2144DS

PROCEDIMENTOS E/OU NORMAS APLICADAS

Procedimento de Calibração : Calibração efetuada baseada no manual de serviço do equipamento.

CONDIÇÕES DO ENSAIO

Temperatura : 20,0 +/- 1° C

PADRÃO(ÕES) UTILIZADO(S) NA CALIBRAÇÃO

Nº Série	Descrição	Identificação	Próxima Calibração	Nº Certificado / Emissor
112/1534	Padrão de Rugosidade	15	26.05.17	25707.1 / SOCIESC - RBC

OBSERVAÇÕES GERAIS

Notas:

- 1- A incerteza expandida relatada é baseada em uma incerteza padronizada combinada, multiplicada por um fator de abrangência k, para um nível de confiança de aproximadamente 95%. Os valores de k são apresentados na tabela de resultados.
- 2- A reprodução deste certificado só poderá ser completa, para realização da reprodução parcial, somente com a aprovação por escrito do Laboratório de Calibração Taylor Hobson do Brasil.
- 3- Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes .
- 4- O objeto referenciado no certificado encontra-se funcional e em condição de ser calibrado, mas não o isenta do controle metrológico estabelecido na Regulamentação Metrológica.

Data da Calibração : 07.07.16
Local da Calibração : Laboratório Universidade
Federal de Uberlandia
Endereço do Cliente : Av. João Naves de
Avila, 2121.
Bloco 1M, Campus
Santa Monica.


Fernando Lopez
Técnico Calibrador


Marcello B. Montagnani
Responsável Técnico
Data da Emissão: 29.07.16

Data da Última Calibração: NC

CÓDIGO DO FORMULÁRIO:01.1281.009.001

Taylor Hobson do Brasil Ltda.

Rua Gaspar Lourenço, 605 - Vila Mariana - 04107-001 - São Paulo - SP

Tel.(0XX11)5083-3846 - Fax.(0XX11)5083-3846

www.taylorhobson.com.br

1 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) antes dos ajustes (medidor com contato indutivo)

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
2,50	5,99	5,78	-0,21	0,30	2,00	0,30
0,50	5,99	5,77	-0,22	0,30	2,00	0,30
0,10	5,99	5,67	-0,32	0,30	2,00	0,30

2 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) após os ajustes (medidor com contato indutivo) :

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
2,50	5,99	6,00	0,01	0,30	2,00	0,30
0,50	5,99	6,00	0,01	0,30	2,00	0,30
0,10	5,99	6,00	0,01	0,30	2,00	0,30

3 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) antes dos ajustes (medidor laser sem contato) :

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
10,00	5,99	5,94	-0,05	0,30	2,00	0,30

4 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) após os ajustes (medidor laser sem contato) :

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
10,00	5,99	6,00	0,01	0,30	2,00	0,30

OBSERVAÇÕES:

Gauge Indutivo - faixa de trabalho alta - 2,50 mm
 Gauge Indutivo - faixa de trabalho média - 0,5 mm
 Gauge Indutivo - faixa de trabalho baixa - 0,1 mm
 Laser - faixa de trabalho - 10,0 mm
 CLA - faixa de trabalho - 0,3 mm

Fernando Lopez
 Técnico Calibrador

Marcello B. Montagnani
 Responsável Técnico



Certificado de Calibração
N° : 030/16

5 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) antes dos ajustes (medidor CLA) :

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
0,3	5,99	5,94	-0,05	0,30	2,00	0,30

6 - Resultados da Calibração de Rugosidade (Ra) após os ajustes (medidor CLA) :

Faixa de Trabalho (mm)	Indicação no Padrão (µm)	Indicação no Instrumento (µm)	Erro de Indicação (µm)	Incerteza do Padrão +/- (µm)	Fator de Abrangência k	Incerteza Expandida +/- (µm)
0,3	5,99	6,00	0,01	0,30	2,00	0,30

7 - Resultados da Validação de Erro da Superfície :

Área (mm)	Valores (µm)	Tolerância +/- (µm)
195 X 195	0,0912	2
180 x 180	0,0889	2
150 x 150	0,0634	2
100 x 100	0,0475	2
50 x 50	0,0255	2

OBSERVAÇÕES:

Gauge Indutivo - faixa de trabalho alta - 2,50 mm
Gauge Indutivo - faixa de trabalho média - 0,5 mm
Gauge Indutivo - faixa de trabalho baixa - 0,1 mm
Laser - faixa de trabalho - 10,0 mm
CLA - faixa de trabalho - 0,3 mm


Fernando Lopez
Técnico Calibrador


Marcello B. Montagnani
Responsável Técnico

Anexo V

**Certificado de calibração da amostra padrão
da liga de níquel IN100**



BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD

Directors:-

R. P. MEERES, BA (Oxon), MRSC (Managing)
 G. C. FLINTOFT, ACMA, CGMA (Company Secretary)
 J. C. MEERES
 M. S. TAYLOR, PhD, CChem, MRSC

715 101 1
 PO 227061
 9/14/13

BRITISH CHEMICAL STANDARD CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

CERTIFICATE OF ANALYSIS BCS[†]/SS[‡]-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

Prepared under rigorous laboratory conditions and, AFTER CERTIFICATION ANALYSIS IN GREAT BRITAIN, BELGIUM, CANADA and the USA, issued by the Bureau of Analysed Samples Ltd.

ANALYSES - MAIN ELEMENTS Mean of 4 values - mass content in %.

Analyst No.	C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti [#]	V	Zr
1	0.156	9.88	3.05	5.64	0.017	14.74	4.71	1.05	0.045
3	...	10.06	0.96	...
4	0.162	10.00	3.00	5.57	0.020	14.67	4.79	0.98	0.044
5	0.153	9.93	0.019	1.01	0.044
8	0.143	9.88	3.03	5.54	...	14.75	4.74	0.97	...
13	0.152
17	0.152	9.96	2.97	5.57	0.019	14.68	4.74	1.00	0.044
M_M	0.153	9.95	3.01	5.58	0.019	14.71	4.74	1.00	0.044
<i>S_M</i>	<i>0.007</i>	<i>0.08</i>	<i>0.04</i>	<i>0.05</i>	<i>0.002</i>	<i>0.05</i>	<i>0.04</i>	<i>0.04</i>	<i>0.001</i>

ANALYSES - TRACE ELEMENTS Mean of 4 values - mass content in µg/g.

Analyst No.	Pb	Bi	Ag	Se	Te	Tl	Sb	Cd	Ga	Sn	Zn	Mg	As	Ca
1	0.24	<0.05	<0.05	<0.25	<0.05	<0.05	<1.2	<0.05	8.5	3.8	<0.5	4.6	1.9	<5
2	0.21	0.13	<0.1	<1	<0.1	8.1	...	<0.2	5.0	3.0	...
4	0.18	0.05	0.08	<0.5	0.11	0.06	6.8
6	0.2	<0.1	<0.2	<0.5	<0.1	...	<1	<0.1	8.5	8.0	0.3	7.2	...	<1
7	<0.1	<0.1	3.9
9	...	<0.1	<0.1	...	<0.2	7.8
10	<1	5.9	<0.5	5.0
11	0.30	<0.2	<0.1	<0.5	<0.1	<0.1
12	0.21	<0.05	<0.05	<0.2	<0.1	<0.1	4.5	0.3	4.2	2.0	<1
13	0.18	<0.2	<0.05	<0.5	<0.2	<0.05	1.5	<0.02	8.5	4.7	0.3	6.7
14	0.22	<0.1	<0.03	<0.5	<0.2	<0.1	...	<0.1	<0.5
15	6.8
16	<0.02	6.0
17	0.12	<0.2	<0.2	<0.2	8.0	1.4	...
M_M	0.21	<0.2	<0.2	<0.5	<0.2	<0.2	<2	<0.1	8.2	5.6	<0.5	5.5
<i>S_M</i>	<i>0.05</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>...</i>	<i>0.4</i>	<i>1.6</i>	<i>...</i>	<i>1.3</i>

Figures in bold type certified, figures in small italic type only approximate
 The above figures are those which Analyst has decided upon after careful verification
 M_M: Mean of the intralaboratory means. S_M: standard deviation of the intralaboratory means.

CERTIFIED VALUES (C_v)

MAIN ELEMENTS - mass content in %.

	C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti [#]	V	Zr
C _v	0.153	9.95	3.01	5.58	0.019	14.71	4.74	1.00	0.044
C(95%)	0.007	0.08	0.06	0.07	0.003	0.07	0.06	0.04	0.001

#The certified value for Ti applies ONLY to the finely divided form.

Examination of the disc samples has revealed some radial segregation with respect to titanium towards the centre of the discs.

TRACE ELEMENTS - mass content in µg/g.

	Pb	Bi	Ag	Se	Te	Tl	Sb	Cd	Ga	Sn	Zn	Mg
C _v	0.21	<0.2	<0.2	<0.5	<0.2	<0.2	<2	<0.1	8.2	5.6	<0.5	5.5
C(95%)	0.04	0.4	1.7	...	1.0

The half width confidence interval C(95%) = $\frac{t \times S_M}{\sqrt{n}}$ where "t" is the appropriate two sided Student's t value at the 95% confidence level for "n" acceptable mean values.

For further information regarding the confidence interval for the certified value see ISO Guide 35:2006 sections 6.1 and 10.5.2.

N.B. Due to slight segregation of certain elements and possible porosity, an area 6mm in diameter in the centre of the disc samples should be avoided for emission spectroscopy.

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

CO-OPERATING ANALYSTS

INDEPENDENT ANALYST

1. PICKERING, J. L., *CChem, MRSC*, Ridsdale & Co Ltd., Middlesbrough.

GOVERNMENT DEPARTMENT

2. NICHOLLS, H. A., *CChem, FRSC*, Materials Quality Assurance Directorate, Bragg Laboratory, Sheffield.

ANALYSTS representing MANUFACTURERS and USERS

3. BARNETT, D., Brookside Metal Co. Ltd., Willenhall.
4. BATTY, G., Ross and Catherall Ltd., Sheffield.
5. BILLS, K. M., Inco-Europe, Birmingham.
6. CALDWELL, J. A., *BSc, CChem, FRSC*, Murex Ltd., Rainham.
7. DEMARTEAU, L., Fabrique Nationale S.A., Herstal, Belgium.
8. DOUGHTY, A., APV Paramount Ltd., Crawley.
9. EVANS, R. D., & ALLEN, R. S., Rolls-Royce Ltd, Derby & Bristol.
10. GRIER, D. A., Cameron Iron Works, Livingston, Edinburgh.
11. HAIRE, R. J., Howmet Turbine Components Corporation, New Jersey, USA.
12. JACOBS, G. L., & NEWMAN, J. A., Cameron Iron Works Inc., Texas, USA.
13. MURPHY, J. P., Glossop Superalloys, Glossop.
14. OTT, W. L., Falconbridge Nickel Mines Ltd., Thornhill, Ontario, Canada.
15. RANSON, L., *BSc, MSc, PhD*, London and Scandinavian Metallurgical Co. Ltd., Rotherham.
16. SHAW, D. H., Howmet Alloys International, Exeter.
17. THORNTON, K. A., *BA*, Wiggin Alloys Ltd., Hereford.

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

NOTES ON METHODS USED

MAIN ELEMENTS

CARBON

Analysts Nos. 1 and 8 determined carbon by combustion and non-aqueous titration according to the British Standard Carbon Method 4⁴. Nos. 4, 5, 13 and 17 used high frequency combustion with infrared absorption.

CHROMIUM

All Analysts determined chromium by titration with ammonium ferrous sulphate after oxidation with persulphate/silver nitrate. Nos. 1, 3 and 8 followed the procedure of the British Standard Chromium Method 1⁴. No. 17 titrated potentiometrically.

Analyst No.8 also determined chromium by FAAS and found 9.90%.

MOLYBDENUM

Analysts Nos. 1, 4 and 17 determined molybdenum photometrically as oxythiocyanate. No. 1 followed the British Standard Molybdenum Method 14 which involves extraction into n-butyl acetate. Analyst No.8 used FAAS.

ALUMINIUM

Analyst No. 1 separated aluminium using mercury cathode electrolysis and cupferron precipitation. The determination was completed by using sodium fluoride to release an amount of EDTA equivalent to the aluminium which was then titrated with zinc solution (Analoid Method No. 71). Analysts Nos. 8 and 17 used FAAS. No. 4 used a gravimetric method involving precipitation with 8-hydroxyquinoline after separation of interfering elements.

BORON

Analysts Nos. 1 and 5 separated boron by distillation as methyl borate and completed photometrically with carmine. Nos. 4 and 17 used dianthrimide photometric methods without prior separation.

COBALT

Analysts Nos. 1, 4, and 8 determined cobalt photometrically with nitroso-R salt. No. 17 used a ferricyanide titrimetric method with a potentiometric end point.

Analyst No.8 also determined cobalt by FAAS and found 14.81%.

TITANIUM

Analysts Nos. 1, 4 and 17 determined titanium photometrically with hydrogen peroxide. Nos. 1 and 4 carried out a preliminary separation with cupferron. No.8 used FAAS.

VANADIUM

Analysts Nos. 1, 3 and 17 determined vanadium titrimetrically with ammonium ferrous sulphate. No. 1 according to the Analoid Method No. 34 and No. 3 according to the British Standard Vanadium Method 14. No. 4 used a phosphovanadotungstate photometric method. Nos. 5 and 8 used FAAS.

ZIRCONIUM

Analysts Nos. 1, 4, 5 and 17 determined zirconium photometrically after separation by mercury cathode electrolysis. Nos. 1, 5 and 17 used arsenazo III and No. 4 xylenol orange.

TRACE ELEMENTS

LEAD

Analyst No.1 determined lead by FAAS after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹.

No.2 separated lead by anion exchange and completed by ETA. Analysts Nos. 4, 6, 11, 12, 13 and 14 used ETA directly on an acid solution of the alloy prepared, in most cases, by dissolving in hydrofluoric/nitric acids and evaporating off most of the excess acids². Analyst No. 17 extracted lead into 4-methylpentan-2-one from an iodide solution and measured by square wave polarography after converting to an aqueous medium.

Analyst No. 17 also determined lead by FAAS after TOPO extraction and found 0.2µg/g.

BISMUTH

All Analysts except Nos. 9 and 17 used ETA. No. 1 separated bismuth by extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹ and back extracted into nitric acid, No.2 used anion exchange and Nos. 4, 11, 12, 13 and 14 used the direct method described for lead. No. 6 extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO. Analyst No.9 used hydride generation FAAS. No. 17 used square wave polarography after extraction with iso-octyl thioglycollate.

Analyst No. 6 also determined bismuth by direct solution ETA and found 0.1µg/g. No. 17 also used FAAS after TOPO extraction and found 0.2µg/g.

SILVER

Analysts Nos. 1, 4, 6, 9, 11, 12, 13, 14 and 16 determined silver by direct ETA on an acid solution of the alloy, as described under lead². No.2 used ETA after separation by anion exchange. No. 7 used direct FAAS.

SELENIUM

All Analysts determined selenium by ETA on an acid solution of the alloy prepared, in most cases, by dissolving in hydrofluoric/nitric acids and evaporating off most of the excess acids².

TELLURIUM

Analyst No. 1 separated tellurium by extraction as described under lead¹ and completed by ETA. Nos. 4, 11, 12, 13 and 14, used ETA directly on acid solutions². No. 6 first extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by ETA. Analyst No. 9 used hydride generation FAAS. No. 17 used square wave polarography after extraction with iso-octyl thioglycollate.

THALLIUM

Analyst No. 1 separated thallium by extraction as described under lead¹ and completed by ETA. Nos. 4, 11, 12, 13, and 14 used ETA directly on acid solutions²; No. 14 added sulphuric acid as a precaution against loss of thallium on pyrolysis. No. 17 extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by FAAS.

Analyst No. 16 determined thallium by direct ETA on the solid alloy and found 0.1µg/g.

ANTIMONY

Analysts Nos. 1 and 10 determined antimony by FAAS after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹. Nos. 2 and 13 used ETA directly on acid solutions². No. 6 first extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by ETA.

Analysts Nos. 1 and 6 also determined antimony by direct ETA on an acid solution and found 1.2 and 1.0µg/g respectively.

CADMIUM

Analysts Nos. 1, 6, 7, 13 and 14 determined cadmium by ETA directly on acid solutions². No. 2 used ETA after separation by anion exchange.

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

NOTES ON METHODS USED

TRACE ELEMENTS (CONTINUED)

GALLIUM

Analyst No. 1 determined gallium by FAAS and No. 13 by ETA after extraction with 4-methylpentan-2-one/TOPO from a 7 molar hydrochloric acid solution. No. 2 extracted gallium as chloride with diethyl ether, removed molybdenum with α -benzoin oxime and evaluated by FAES. Analyst No. 6 used a photometric method with brilliant green. Nos. 9 and 17 used ETA directly on an acid solution.

TIN

Analysts Nos. 1, 10 and 15 determined tin by FAAS after extraction with 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹. The remaining Analysts used ETA directly on acid solutions².

Analyst No. 6 also determined tin by ETA after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO and found 8.5 μ g/g.

ZINC

Analysts Nos. 1, 6, 10, 12 and 14 determined zinc by FAAS without separation. Nos. 2 and 13 used ETA directly on acid solutions².

MAGNESIUM

Analysts Nos. 1, 2, 4, 6, 7, 10, 12 and 16 determined magnesium by FAAS without separation. No. 13 used ETA directly on an acid solution.

ARSENIC

Analyst No. 1 separated arsenic by extraction as the iodide into chloroform³, back extracted into water and acidified with nitric acid. The resulting solution was evaluated using ETA. No. 17 used a similar extraction procedure, using chloride instead of iodide, and completed photometrically as molybdenum blue. Analyst No. 2 used a photometric method involving the evolution of arsine and absorption in silver diethyldithiocarbamate in chloroform. No. 12 used ETA directly on an acid solution².

Analyst No. 1 also used a silver diethyldithiocarbamate photometric method and found 1.4 μ g/g.

CALCIUM

All Analysts used direct FAAS.

REFERENCES

1. Burke, Analyst 1972, **97**, 19 and Burke and Thornton, Analyst, 1974, **99**, 469.
2. Welcher, Krieger and Marks, Anal. Chem., 1974, **46**, 1227.
3. Fogg, Marriott and Thorburn-Burns, Analyst 1972, **97**, 657.
4. Methods for Sampling and Analysis of Iron and Steel, 1970, British Standards Institution, London.

ABBREVIATIONS

FAAS : Flame atomic absorption spectrometry.
ETA : Electrothermal atomisation (atomic absorption spectrometry).
FAES : Flame atomic emission spectrometry.
TOPO : Tri-n-octylphosphine oxide.

DESCRIPTION OF SAMPLE

† British Chemical Standard - bottles of 100g chips graded 1700 - 250 μ m (10 - 60 mesh) for chemical analysis.

‡ Spectroscopic Standard - 35 mm diameter x 13 mm thick discs for spectroscopic analysis.

INTENDED USE & STABILITY

The sample is intended for the verification of analytical methods, such as those used by the participating laboratories, for the calibration of analytical instruments in cases where the calibration with primary substances (pure metals or stoichiometric compounds) is not possible and for establishing values for secondary reference materials.

It will remain stable provided that the bottle remains sealed and is stored in a cool, dry atmosphere. When the bottle has been opened the lid should be secured immediately after use. If the contents should become discoloured (e.g. oxidised) by atmospheric contamination they should be discarded.

Traceability: The majority of Analysts calibrated using pure metals, metal oxides or primary chemicals.

NEWHAM HALL, NEWBY,
MIDDLESBROUGH, ENGLAND, TS8 9EA
Email: enquiries@basrid.co.uk
Website: www.basrid.co.uk

For BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD

R.P. MEERES,
Managing Director

Preliminary Edition October 1982
Main Edition (incorporating revised values for chromium and cobalt) December 1989
Main Edition (revised with C(95%), SM and Sw values for each certified constituent) June 2003
Main Edition (revised with updated statistics and note regarding slight segregation and possible porosity) May 2012

Anexo VI

**Certificado de calibração do projetor de
perfil modelo PJ-A3000, fabricado pela
Mitutoyo**

Interessado : " FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO "

Pág.1/4

Endereço : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Local da calibração : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Ordem de Serviço : 034.514/001

1 - OBJETO CALIBRADO

PROJETOR DE PERFIL

Fabricante : Mitutoyo

Código : 302-714A

Modelo : PJA3000

No. de Série : D00101012

Tambor Micrométrico

Código : 164-164

N°. série : 000636

Código : 164-164

N°. série : 000619

Resolução da unidade de leitura : 0,001 mm

Resolução do goniômetro : 0 ° 01 '

Identificação do Proprietário : 088180

2 - PADRÃO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO

Régua Graduada de Vidro

N°. de Série : 21164

Certificado N°. : 01647/11

Validade: 30/02/2013

N°. de Série : 24364

Certificado N°. : 08755/11

Validade: 30/06/2013

Padrão Angular

N°. de Série : RET 1

Certificado N°. : 110381/101

Validade: 30/06/2013

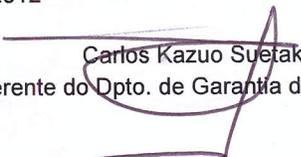
3 - PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO : PML - 0043 Versão 1/2.

O erro de ampliação e a indicação foi verificado projetando a régua padrão sobre a tela do projetor e a medição através de comparação com a régua.

O erro de indicação do goniômetro foi verificado comparativamente com um padrão angular projetado sobre a tela e a leitura feita no goniômetro.

Data de calibração : 22 de Agosto de 2012

Data de emissão : 05 de Setembro de 2012


Carlos Kazuo Suetake
Gerente do Dpto. de Garantia da Qualidade

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12

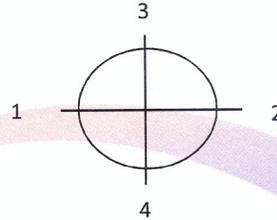
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág.2/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.1 - Resultado Ampliação



Lente de Ampliação de 10 X

Número lente: 013012

Item	Posição				Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
	1	2	3	4			
Erro (%)	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01 %	2,00	infinito

LABORATÓRIO DE
CALIBRAÇÃO
BRASIL

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág.3/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.2 - Resultado da Indicação

Eixo " X "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,100	
7,700	7,700	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
35,000	35,001	
40,000	40,000	
45,000	45,000	
50,000	50,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

Eixo " Y "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,499	
5,100	5,100	
7,700	7,701	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
35,000	35,000	
40,000	40,001	
45,000	45,001	
50,000	50,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág.4/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.3 - Resultado da indicação do Anteparo Goniométrico

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
0	0 ° 00 '	0 ° 01 '	2,29	11
30	29 ° 59 '			
60	60 ° 00 '			
90	90 ° 00 '			
120	119 ° 59 '			
150	149 ° 59 '			
180	180 ° 00 '			
210	210 ° 00 '			
240	240 ° 01 '			
270	270 ° 00 '			
300	300 ° 01 '			
330	330 ° 02 '			
360	360 ° 02 '			

5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota: Temperatura ambiente : (19,6 ± 0,5) °C.