



REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP – CETEC – UEMG

Pós-Graduação em Engenharia de Materiais

Ademir Severino Duarte

"Metodologia básica para a produção de materiais de referência para a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Análise de seleção de materiais
Orientador: Prof. Leonardo Barbosa Godefroid
Co-Orientador: Prof. Luiz Cláudio Cândido

Ouro Preto, dezembro de 2006

D812m Duarte, Ademir Severino.
Metodologia básica para produção de materiais de referência para
calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy
[manuscrito]. / Ademir Severino Duarte. – 2006.
xvi, 102 f.: il. color., graf. , tabs.

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Barbosa Godefroid.
Co-orientador: Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de
Minas. Rede Temática em Engenharia de Materiais.
Área de concentração: Análise e seleção de materiais.

1. Máquinas - Teses. 2. Materiais - Teses. 3. Medidas físicas - Teses.
4. Calibração - Teses. I. Universidade Federal de Ouro Preto. II. Título.
CDU: 621

Catálogo: sisbin@sisbin.ufop.br



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP - CETEC - UEMG

Pós-Graduação em Engenharia de Materiais



“Metodologia Básica para Produção de Materiais de Referência para Calibração Indireta de Máquinas Pendulares de Impacto Charpy”

Autor(a): Ademir Severino Duarte

Dissertação defendida e aprovada, em 14 de dezembro de 2006, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Prof. Leonardo Barbosa Godefroid (DSc) - Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto / REDEMAT / DEMET

Engº Jefferson José Vilela (DSc)
Centro de Desenvolvimento Nuclear-CDTN

Prof. Luiz Cláudio Cândido (DSc) – Co-Orientador
Univ. Federal de Ouro Preto / REDEMAT / DEMET

Não tenha medo, cautela, sim. Não tenha pressa, tenha tenacidade. Não tenha prepotência, mas consciência do seu valor.

Sílvia de Abreu

AGRADECIMENTOS

A Deus, que me deu forças para superar os inúmeros obstáculos deste trabalho.

À minha esposa, Andréia, pela paciência e apoio.

Aos meus pais e irmãos pelos incansáveis apoios.

Aos professores Leonardo e Luiz Cláudio, pela oportunidade e orientação.

Aos amigos Admilson, Cida, Cláudio, Antônio, Xuim, Márcia e Rosana pelos valiosos conselhos.

Ao amigo Renato Machado do INMETRO pelo apoio e amizade.

Aos colegas da oficina mecânica do CETEC, Martinho, Adilson, Ronito, José Geraldo e Joaquim.

Ao coordenador do Setor de Testes Físicos do CETEC, Jorge Saffar pelas orientações técnicas e pelo uso do laboratório Robert Hooke para a realização dos ensaios.

Aos amigos Marcílio, Eunice, Xica e Beth pelos constantes incentivos.

Aos colegas da USIPAM, Edgar e Paulo e do CDTN, Nirlando, Jefferson, Eduardo e Vagner pelos excelentes trabalhos de usinagem e ensaios realizados.

Aos demais amigos, em especial Iara Silva, Adimar Maia, Roberto, Bené e Rosuel pelos bons momentos de amizade compartilhados.

ÍNDICE

Lista de Notações	vii
Lista de Símbolos	viii
Lista de Figuras	ix
Lista de Tabelas	xiv
RESUMO	xv
ABSTRACT	xvi
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	4
3 JUSTIFICATIVAS	5
4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
4.1 Ensaio Mecânico	6
4.1.1 Variabilidade nas propriedades dos materiais	6
4.2 Ensaio de Impacto Charpy	7
4.2.1 Correlações provenientes do ensaio Charpy.....	12
4.2.2 Temperatura de transição dúctil-frágil	15
4.2.3 Evolução do ensaio de impacto Charpy	15
4.2.4 Significado do ensaio de impacto Charpy	20
4.2.5 Máquina pendular de impacto Charpy	23
4.3 Materiais de Referência	25
4.3.1 Características da produção de materiais de referência	28
4.4 O aço AISI/SAE 4340	32
5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	34
5.1 Materiais	34
5.2 Métodos	35
5.2.1 Montagem da máquina pendular de Impacto Charpy do Laboratório Robert Hooke do CETEC	37
5.2.2 Confecção dos corpos-de-prova do tipo Charpy e de tração	41
5.2.3 Análise química do aço AISI/SAE 4340 e dos materiais de referência	44
5.2.4 Medição das dimensões dos corpos-de-prova	44
5.2.5 Ensaio de dureza Rockwell – HRc	48
5.2.6 Ensaio de tração	49
5.2.7 Ensaio de impacto Charpy	50

5.2.8 Análise macro e fractográfica dos corpos-de-prova após os ensaios	56
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
6.1 Análise química	57
6.2 Análise metalográfica	58
6.3 Ensaio de dureza Rockwell - HRc	61
6.3.1 Análise estatística dos resultados (Testes de hipóteses)	63
6.4 Ensaio de tração	64
6.5 Ensaio de impacto Charpy	68
6.5.1 Montagem da máquina de impacto Charpy	68
6.5.2 Comportamento dos corpos-de-prova do tipo Charpy	70
6.5.3 Análise estatística dos resultados (Testes de hipóteses)	83
7 CONCLUSÕES	86
8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	88
9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89
ANEXOS	94
A - Dados relativos aos ensaios de impacto Charpy realizados nos CPs	95
A1 – Corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340	95
A2 - Materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096	96
B - Resultados das análises estatísticas – Testes de Hipóteses	97
B1 - Dureza HRc	97
B2 - Ensaio de impacto Charpy	99

Lista de Notações

ABNT – *Associação Brasileira de Normas Técnicas*

AISI – *American Iron and Steel Institute*

ASM – *American Society for Metals*

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

BCR – *Community Bureau of Reference*

CDTN – *Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear*

CETEC – *Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais*

CNEN – *Comissão Nacional da Energia Nuclear*

COMAR – *Code d'Indexation des Matériaux de Référence*

CPs – *corpos-de-prova*

DIS – *Draft International Standard*

IATM – *Associação Internacional para Testes de Materiais*

INMETRO – *Instituto Nacional de Normalização, Metrologia e Qualidade Industrial*

IPT – *Instituto de Pesquisas Tecnológicas*

ISO – *International Standard Organization*

LGC – *Laboratory of the Government Chemist*

LGC – *Laboratory of the Government Chemist*

MR – *Material(is) de Referência*

MRC – *Material(is) de Referência Certificado(s)*

MUE – *Máquina Universal de ensaios*

NIST – *National Institute of Standards and Technology*

NRCCRM – *National Research Center for CRM*

PTB – *Physikalish Technische Bundesanstalt*

RBLE – *Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaios*

RMMG – *Rede Metrológica de Minas Gerais*

SAE – *Society of Automotive Engineers*

VDL – *Valadares Diesel LTDA*

Lista de Símbolos

σ_{ys} : Limite de escoamento (MPa)

CCC: estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CFC: estrutura cristalina cúbica de faces centradas

CVN: energia absorvida pelo corpo-de-prova Charpy com entalhe em “V”

E: módulo de elasticidade ou módulo de Young (GPa)

E_{absCP} : Energia absorvida pelo corpo-de-prova (J)

E_f : Energia consumida pela deformação na flexão e fratura do corpo-de-prova (J)

$E_{Kagitação}$: Energia da agitação do corpo-de-prova durante a separação no Impacto (J)

$E_{mDefmaq}$: Energia consumida pela deformação elástica da máquina pendular de impacto (J)

E_{total} : Energia absorvida total (J)

HC : estrutura cristalina hexagonal compacta

K_{Ic} : Tenacidade à fratura em deformação plana ($MPa\sqrt{m}$)

TTDF: Temperatura de transição dúctil-frágil

Lista de Figuras

Figura 4.1 – Desenho esquemático de uma máquina pendular de impacto Charpy	8
Figura 4.2 – Características geométricas de um corpo-de-prova Charpy tamanho padrão	9
Figura 4.3 – Curvas de transição dúctil-frágil de aços com diversos teores de carbono	11
Figura 4.4 - Curva de transição dúctil-frágil mostrando os patamares de energia de impacto Charpy.....	11
Figura 4.5 – Augustin Georges Albert Charpy	16
Figura 4.6 – Crescimento da linha férrea na Alemanha	17
Figura 4.7 – Crescimento da linha férrea no mundo	17
Figura 4.8 – Desvios e valores de energia de impacto da primeira intercomparação laboratorial	21
Figura 4.9 – Desvios e valores de energia de impacto da segunda e terceira intercomparação laboratorial	21
Figura 4.10 – Diagrama de causa-efeito nos resultados de energia nos ensaios de impacto Charpy	22
Figura 4.11 – Máquina pendular de impacto Charpy, 300J (Laboratório A)	24
Figura 4.12 – Máquina pendular de impacto Charpy, 30J (Laboratório B)	24
Figura 4.13 – Fluxograma mostrando as etapas de produção de materiais de referência para a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy	31
Figura 5.1 – Pêndulo leve da máquina de impacto Charpy, SATEC DI-300 do Laboratório A ..	38
Figura 5.2 – Detalhe dos furos presentes no pêndulo leve da máquina de impacto Charpy, SATEC DI-300, do Laboratório A; (a) Furos para fixação de massas, (b) furos para fixação do cutelo	38
Figura 5.3 – Máquina pendular de impacto Charpy, DI-300, 406,7J, instalada no Laboratório A.	39
Figura 5.4 – Cava de fundação para a deposição de concreto para a formação da base de assentamento da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A	39
Figura 5.5 – Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Operação de centramento da máquina, (b) Deposição de concreto na cava de fundação	40
Figura 5.6 – Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Filtro em madeira para combater ruídos externos, (b) Deposição de graute para regularização da base de assentamento da máquina	40
Figura 5.7 – Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Testes de funcionamento do martelo pendular, (b) Ajuste do sensor eletrônico de posicionamento (<i>encoder</i>) do martelo pendular	41

Figura 5.8 – Desenho representativo de uma brocha e suas partes	43
Figura 5.9 – Desenho representativo dos fios de corte de uma brocha	43
Figura 5.10 – Máquina de brochamento do Laboratório B, utilizada para abertura de entalhe em “V” em CPs de impacto Charpy; (a) Vista geral da máquina de brochamento e, (b) Detalhe do CP posicionado para abertura de entalhe	44
Figura 5.11 – Máquina de Medição tridimensional do Laboratório de Metrologia, SENAI-EL ...	45
Figura 5.12 – Imagem do entalhe em “V” do corpo-de-prova Charpy, captada pela máquina tridimensional do Laboratório de Metrologia, SENAI-EL	45
Figura 5.13 – Identificação do corpo-de-prova Charpy com marcador tipo punção eletromecânico	46
Figura 5.14 – Medição das dimensões dos corpos-de-prova Charpy utilizando paquímetro e micrômetro; (a) medição do comprimento e, (b) medição da altura	47
Figura 5.15 – Medição das dimensões dos corpos-de-prova Charpy utilizando paquímetro e micrômetro de ponta; (a) medição do largura e, (b) medição da altura sobre o entalhe	47
Figura 5.16 – Marcação da base de medida do corpo-de-prova de tração empregando o paquímetro	47
Figura 5.17 – Máquina de medição de dureza, modelo C12, pertencente ao Laboratório A; (a) Detalhe do durômetro Rockwell e, (b) Medição da dureza de um corpo-de-prova.	49
Figura 5.18 – Máquinas Universais de Ensaio utilizadas nos ensaios de tração;(a) MUE 50kN do Laboratório A e, (b) MUE 100kN do Laboratório do SDT/CETEC	50
Figura 5.19 – Instrumentos de controle da temperatura do banho dos CPs Charpy; pinça ASTM e recipiente de resfriamento, pertencentes ao Laboratório A	51
Figura 5.20 – Detalhe da pinça ASTM, que permite o auto centramento do corpo-de-prova Charpy nos dispositivos de apoio da máquina pendular	51
Figura 5.21 – Câmara de resfriamento, pinças e termopar (Laboratório B)	52
Figura 5.22 – Máquina pendular de impacto Charpy, 300J (Laboratório B)	52
Figura 5.23 – Materiais de referência SRM 2092, baixo nível de energia de impacto; (a) SRM fora da embalagem identificada como lote LL 86, (b) Embalagem e endereço do produtor do SRM	54
Figura 5.24 – Materiais de referência SRM 2096, alto nível de energia de impacto; (a) SRM fora da embalagem identificada como lote HH 85, (b) Identificação do SRM por lote, número e produtor	54
Figura 5.25 – Embalagem para manutenção do aspecto das superfícies dos materiais de referência durante o transporte e armazenamento	55

Figura 5.26 – Aspecto superficial dos corpos-de-prova Charpy, (a) Materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 e, (b) Materiais confeccionados do aço AISI/SAE 4340.	55
Figura 5.27 – Superfície fraturada de um corpo-de-prova Charpy identificando as dimensões para a determinação da expansão lateral	56
Figura 6.1 – Fotomicrografia dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico (estado de entrega), ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 200X	58
Figura 6.2 – Fotomicrografia dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos, ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 200X	59
Figura 6.3 – Fotomicrografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico (estado de entrega), ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 500X	59
Figura 6.4 – Fotomicrografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos, ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 500X	60
Figura 6.5 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; ataque nital, (a) SRM 2092 – 200X; (b) SRM 2096 – 200X	60
Figura 6.6 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; ataque nital, (a) SRM 2092 – 500X; (b) SRM 2096 – 500X	61
Figura 6.7 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; sem ataque, (a) SRM 2092, com inclusões – 200X; (b) SRM 2096, com inclusões – 500X	61
Figura 6.8 – Curva tensão <i>versus</i> alongamento de um ensaio a tração – aço AISI/SAE 4340	66
Figura 6.9 – Macrofractografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 ensaiados a tração; (a) recozido e, (b) sem tratamento térmico	67
Figura 6.10 – Microfractografias de duas regiões (a, b) de um dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozido, ensaiado a tração, MEV – 500X	67
Figura 6.11 – Microfractografias de duas regiões (a, b) de um dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico, ensaiado a tração, MEV – 500X	68
Figura 6.12 – Indicação da perda de energia por atrito da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A	70
Figura 6.13 – Indicação dos valores de energia de impacto nos testes de verificação de desempenho da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A, (a) perda de energia nos 11 ciclos, (b) mobilidade do indicador analógico	70
Figura 6.14 – Aspecto típico do entalhe em “V” confeccionado por processo de brochamento nos CPs do tipo Charpy, de aço AISI/SAE 4340, MEV -35X	71

Figura 6.15 – Gráfico do desvio padrão observado nas medições das dimensões dos CPs do tipo Charpy confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340	72
Figura 6.16 – Marcas presentes nos materiais de referência após os ensaios; (a) SRM 2092, LL 86, 546, (b) SRM 2096, HH 85, 497	73
Figura 6.17 – Gráfico da energia de impacto Charpy <i>versus</i> temperatura; expansão lateral <i>versus</i> temperatura, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico	74
Figura 6.18 – Gráfico da energia de impacto Charpy <i>versus</i> temperatura; superfície de fratura <i>versus</i> temperatura, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barras de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico	75
Figura 6.19 – Gráfico da energia de impacto Charpy <i>versus</i> desvio padrão, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico	76
Figura 6.20 – Aspectos típicos, temperatura de ensaio e porcentagens das fraturas dúcteis/frágeis observadas nos CPs do tipo Charpy confeccionados das barras de aço AISI/SAE 4340 e ensaiados nos Laboratórios A e B	78
Figura 6.21 – Aspectos típicos da superfície fraturada dos materiais de referência ensaiados na temperatura de -40°C no Laboratório A, (a) MR SRM 2092, 20% de fratura dúctil; (b) MR SRM 2096, 51% de fratura dúctil	78
Figura 6.22 – Gráfico da expansão lateral <i>versus</i> temperatura de ensaio, mostrando a curva de transição dúctil-frágil do aço AISI/SAE 4340	79
Figura 6.23 – Microfractografias dos materiais de referência SRM 2092, temperatura de ensaio -40°C. MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada	80
Figura 6.24 – Microfractografias dos materiais de referência SRM 2096, temperatura de ensaio -40°C, MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada	80
Figura 6.25 – Microfractografias típicas dos CPs T ₈ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (sem tratamento térmico), ensaiados no Laboratório A, MEV – 500X, (a) região do entalhe, (b) superfície fraturada	81
Figura 6.26 – Microfractografias dos CPs T ₁₀ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (recozido), ensaiados no Laboratório A, (a) superfície fraturada, MEV - 1000X; (b) superfície fraturada, MEV- 200X	81
Figura 6.27 – Microfractografias de duas regiões a e b, dos CPs T ₉ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (sem tratamento) ensaiados no Laboratório B; MEV – 500X	82

Figura 6.28 – Microfractografias dos CPs T ₁₁ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (recozido), ensaiados no Laboratório B; MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada	82
Figura 6.29 – Microfractografia dos corpos-de-prova T ₇ (150°C) de aço AISI/SAE 4340 ensaiados no Laboratório B, MEV – 500X	83

Lista de Tabelas

Tabela 4.1 – Características geométricas do corpo-de-prova Charpy tamanho padrão com entalhe em “V”	9
Tabela 4.2 – Faixas de composição química característica do aço AISI/SAE 4340 (% em peso)	32
Tabela 4.3 – Propriedades mecânicas do aço AISI/SAE 4340	33
Tabela 5.1 – Identificação e características dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096	34
Tabela 5.2 – Composição química do aço AISI/SAE 4340 (% em peso) – Dados do certificado de conformidade nº 162239 da Açocon Indústria e Comércio Ltda, fornecedora do material	35
Tabela 5.3 – Características dos CPs do tipo Charpy ensaiados nos Laboratórios A e B	36
Tabela 5.4 – Instrumentos utilizados na medição das dimensões dos corpos-de-prova	46
Tabela 5.5 – Identificação do meio de acondicionamento dos corpos-de-prova Charpy	53
Tabela 6.1 – Composição química do material de referência SRM 2092 (% em peso)	57
Tabela 6.2 – Composição química do material de referência SRM 2096 (% em peso)	57
Tabela 6.3 – Composição química do aço AISI/SAE 4340, sem tratamento térmico (% em peso)	57
Tabela 6.4 – Composição química do aço AISI/SAE 4340, recozido (% em peso)	57
Tabela 6.5 – Valores de dureza HRc determinados para o aço AISI/SAE 4340 e materiais de referência e dureza Brinell (HB) correspondente	62
Tabela 6.6 – Resultados dos ensaios de tração: Cps sem tratamento térmico	65
Tabela 6.7 – Resultados dos ensaios de tração: corpos-de-prova com tratamento térmico de recozimento	65
Tabela 6.8 – Perdas de energia das máquinas dos Laboratórios A e B	69
Tabela 6.9 – Desvio padrão observado nas medições das dimensões dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096	72
Tabela 6.10 – Valores determinados da expansão lateral dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos e sem tratamento térmico (estado de entrega) e dos MRs SRM 2092 e SRM 2096 submetidos ao ensaio de impacto Charpy	77

RESUMO

A metodologia apresentada neste trabalho, mesmo que de uma forma bastante “básica”, representa uma ação inédita no Brasil de promover um estudo científico para produção de materiais de referência direcionados aos ensaios mecânicos, em especial, aos ensaios de impacto do tipo Charpy. Esta linha de pesquisa, até o momento, é seguida apenas pelo INMETRO/IPT (CRUZ et al., 2006) que ainda não dispõe de resultados práticos. Os estudos feitos por eles abordaram principalmente as técnicas e as dificuldades de usinagem de corpos-de-prova Charpy retirados de chapas laminadas dos aços ASTM A36 e APIX65 fornecidos pela USIMINAS. Neste trabalho optou-se por um estudo comparativo e avaliativo das características mecânicas e químicas dos materiais de referência de baixo e alto nível de energia de impacto - SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) em relação ao aço AISI/SAE 4340, escolhido para a confecção dos corpos-de-prova. Infelizmente, o aço AISI/SAE 4340 não foi encontrado no mercado interno com a forma e dimensão recomendada – barra de aço com seção transversal quadrada de 14mmx14mm (9/16”x9/16”) (ASTM E 1271-94, 1994). Mas, os resultados encontrados empregando-se corpos-de-prova retirados de barras de aço AISI/SAE 4340, seção transversal circular com 15,875mm (5/8”) de diâmetro, foram compatíveis. Os desvios nas energias de impacto Charpy dos corpos-de-prova produzidos em relação aos materiais de referência do NIST, embora validados por métodos estatísticos, não atenderam completamente as faixas de aceitação de desempenho estipulada em normas. Consequentemente, a metodologia proposta deverá ser melhorada após uma investigação técnica dos agentes responsáveis pelas variações obtidas nos resultados dos ensaios realizados.

ABSTRACT

The methodology presented in this work, even if in a plenty way “basic”, it represents an unpublished action in the Brazil of promoting a scientific study for production of reference materials addressed to the mechanical tests, especially, to the tests of impact of the type Charpy. This research line to the moment it is just followed by INMETRO/IPT (CRUZ et al., 2006) that doesn't still dispose of practical results. The studies facts for them approached the techniques and the difficulties of specimen making mainly removed Charpy of laminated foils of the steels ASTM A36 and APIX65 supplied by USIMINAS. In this work opted goes to comparative study and analyses of the mechanical characteristics and chemistries of the materials of reference of low and high level of impact energy - SRM 2092 and SRM 2096 (NIST, 2000) in relation to the steel AISI/SAE 4340, chosen goes the making of the specimens. Unhappily, the steel AISI/SAE 4340, was not found in the internal industry with the form and recommended dimension–bar of steel with squared traverse section of 14mmx14mm (9/16”x9/16”) (ASTM E 1271-94, 1994). But the found results being used specimens removed of bars of steel AISI/SAE 4340, traverse section to circulate with 15,875mm (5/8”) of diameter they were compatible. The deviations in the impact energy Charpy of CPs produced in relation to the materials of reference of NIST although validated by statistical methods, they didn't assist the strips of acting acceptance specified in norms completely. Consequently, the methodology proposal should be improved after a technical investigation of the responsible agents by the variations obtained in the results of the accomplished tests.

1 INTRODUÇÃO

A crescente necessidade do Brasil se firmar no mercado internacional como exportador está provocando mudanças nos conceitos de produção da classe empresarial brasileira. Aspectos referentes à qualidade são decisivos em um mercado globalizado, e só participarão deste mercado países que produzirem segundo normas e especificações técnicas rigorosamente determinadas por organismos internacionais de padronizações como a ISO e ASTM. Além do ganho em qualidade que a normalização metrológica propicia para o setor industrial de um país, deve-se ainda considerar o benefício econômico obtido pela redução do retrabalho e desperdício na cadeia de produção, que representa segundo ALVES e MORAES (2003), 10% do PIB dos países em desenvolvimento como o Brasil. Os gastos com atividades relacionadas à metrologia, como a produção de instrumentos e as operações de medição são estimadas na faixa de 3% a 6% do PIB mundial (ALVES e MORAES, 2003).

O desenvolvimento de ciência e tecnologia próprias em um país é um dos principais elementos que demonstram seu estado de evolução em relação aos demais. O Brasil investe 1,1% de seu PIB em pesquisa. Em valores absolutos, investe menos que a Índia. Relativamente, entretanto, investe mais – por exemplo, a Índia investe 0,6% em pesquisa. Ainda assim, o investimento é bem menor que a média dos países desenvolvidos, que é de 3% (VÉRTICE, 2006).

Esse desenvolvimento é um componente essencial na busca de competitividade: a capacidade de criar produtos melhores, de criar tecnologia, de fazer coisas e de saber aprender a fazer coisas novas e melhores.

Inúmeras relações na sociedade moderna são baseadas em considerações técnicas. Então as decisões contam com fatos quantificados. Saúde, segurança do consumidor, proteção ambiental e leis de coação são os mais importantes campos em que as medições têm seus maiores impactos (VENELINOV e SAHUQUILLO, 2006). Consumidores e todos que solicitam serviços de análises não ficam satisfeitos com apenas os dados “soltos”, mas exigem respostas para as suas questões. O funcionamento da sociedade moderna é baseado na qualidade da medição analítica e na conclusão feita baseada na medição.

O NIST iniciou a produção de MR para atender o setor industrial no início do século XX (ALVES e MORAES, 2003). Conseqüência disto é que as normalizações metrológicas existentes nos segmentos industriais dos Estados Unidos promovem a tecnologia, a produtividade e a qualidade dos produtos americanos.

Na área química, só o NIST é responsável por 13% dos materiais de referência catalogados pelo COMAR (ALVES e MORAES, 2003).

A determinação da tenacidade dos aços e outros materiais metálicos é realizada em processos de produção e controle de materiais para aplicações em diversos ramos industriais; por exemplo, na construção civil, em pontes, em ferrovias, em estruturas de proteção; no setor petroquímico, nos tanques e vasos de pressão; na construção mecânica, especialmente em torres de transmissão, grandes bens de capital, pás de turbinas; na indústria naval e de transportes marítimos, na produção de embarcações e plataformas *off-shore*, cais e outras estruturas de atracação; entre outros.

O ensaio mais simples e barato para a determinação dessa importante propriedade dos materiais é o ensaio de impacto Charpy, cujo princípio é a medida da energia de impacto absorvida por um corpo-de-prova prismático entalhado, bi-apoiado, sujeito a um golpe de um martelo pendular. Uma outra avaliação derivada do ensaio é o aspecto da fratura do corpo-de-prova, que pode ser empregado para a determinação da temperatura de transição dúctil-frágil de um determinado material. Outra avaliação é a medida da expansão lateral verificada na seção transversal do corpo-de-prova impactado.

O Laboratório de Metrologia Mecânica (LMM) do LAFOR-INMETRO juntamente com o Instituto de Pesquisas Tecnológicas - IPT/SP - estão em processo de desenvolvimento de pesquisas para a produção e certificação em nosso país de corpos-de-prova Charpy destinados a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto. A metodologia adotada pelo INMETRO/IPT (CRUZ et al., 2006) segue os princípios estabelecidos por instituições já detentoras de conhecimento e produtoras de MR. A definição do material bruto, tratamento térmico, características mecânicas de homogeneidade microestrutural e dureza, seleção, confecção para determinar a quantidade representativa de CPs de um mesmo lote, ensaios de validação em máquinas pendulares de impacto dentro dos padrões internacionais, análise estatística dos resultados e extensão dos valores médios seguidos da incerteza dos resultados,

para o restante do lote produzido, são as linhas de ação adotadas. Grande parte dos procedimentos adotados pelo INMETRO/IPT estão incluídos na metodologia básica de desenvolvimento de materiais de referência para calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy apresentada neste trabalho.

Segundo CRUZ et al. (2006), no Brasil, os pedidos anuais de calibração de máquinas de impacto pendulares do tipo Charpy giram em torno de 50. A normalização ISO estabelece uma calibração indireta da máquina em, pelo menos, dois níveis de energia para cada faixa nominal. No entanto, o INMETRO tem observado que 90% das máquinas pendulares do tipo Charpy existentes no Brasil apresentam apenas uma faixa nominal. Uma vez que, para cada nível de energia são empregados na calibração indireta cinco corpos-de-prova de referência de mesmo valor nominal, pode-se estimar a necessidade anual de aproximadamente 300 corpos-de-prova de referência. Considerando-se o valor unitário de uma unidade (conjunto de cinco CPs) de materiais de referência importada dos Estados Unidos em torno de US\$500, o valor global dos CPs para atender a demanda anual brasileira seria de US\$25mil. O valor, a princípio, parece insignificante, mas nele não estão incluídos os gastos adicionais com a importação, manutenção das condições operacionais da máquina, treinamento de pessoal e calibração direta da máquina.

Assim, devido à grande importância e à relação custo/benefício do ensaio de impacto do tipo Charpy, este trabalho tem o intuito de auxiliar no desenvolvimento inédito no país, da produção de materiais de referência destinados à calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy.

2 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é produzir conhecimento para a implantação de uma metodologia de produção de materiais de referência para a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto do tipo Charpy.

Os objetivos específicos são os seguintes:

- Comparar as propriedades mecânicas de dureza do tipo Rockwell e tenacidade entre o aço AISI/SAE 4340 utilizado na confecção dos MRs SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) e as barras também de aço AISI/SAE 4340 utilizado neste trabalho para a confecção de corpos-de-prova do tipo Charpy;
- Disseminar a importância da participação de Laboratórios de ensaios mecânicos em programas de ensaios de proficiência e produção de MR para, principalmente, avaliação de desempenho, comprovação da competência técnica, validação de metodologias analíticas, reconhecimento de resultados a nível nacional e internacional;
- Discutir a importância da calibração das máquinas pendulares de impacto do tipo Charpy pelo método indireto (ASTM E 23-02a, 2002; ISO/DIS 148-2, 2006);
- Estimar a temperatura de transição dúctil-frágil do aço AISI/SAE 4340 adquirido para a confecção dos corpos-de-prova.

3 JUSTIFICATIVAS

A nova realidade imposta pela globalização obriga países desenvolvidos e em desenvolvimento, como o Brasil, a produzirem suas próprias tecnologias, na medida em que isso afeta diretamente a qualidade dos produtos e a própria condição de competitividade no mercado internacional.

Cada dia, os laboratórios têm que demonstrar que o método usado é “livre de erros” e os resultados obtidos são confiáveis para cada parâmetro analisado. O primeiro passo a ser dado, é a validação do método, um processo que deve ser revisado periodicamente quando ocorrem mudanças nas condições de trabalho, como por exemplo: novos técnicos, novas instrumentações, etc.

Durante a validação, existem diferentes parâmetros de qualidade que caracterizam o método e devem ser estabelecidos como: (a) exatidão, (b) precisão, (c) robustez e, (d) faixa de aceitação (VENELINOV e SAHUQUILLO, 2006).

Portanto, muitos laboratórios adotam as intercomparações laboratoriais além de um controle de qualidade interno, para evidenciar que os dados produzidos são adequados para o propósito e que existe um grau de uniformidade com os resultados produzidos por laboratórios externos (VENELINOV e SAHUQUILLO, 2006).

Tal como acontece para os demais ensaios em que medições são efetuadas em materiais, os resultados dos ensaios de impacto Charpy têm valor médio e incerteza que dependem das propriedades intrínsecas do material ensaiado, da metodologia e dos equipamentos empregados. Visto que é possível controlar metodologia e equipamento, requer-se um material de propriedades conhecidas para a validação dos métodos, especialmente aos aplicados na calibração indireta das máquinas pendulares empregadas pelos laboratórios.

Este trabalho é uma ação preliminar do programa de produção de materiais de referência para ensaios de tenacidade, que é coordenado pela equipe do Laboratório Robert Hooke do CETEC e é um dos módulos do projeto FINEP TIB-06/2005 "Capacitação da Rede Metrológica MG (RMMG) como provedor de ensaios de proficiência”.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A seguir será apresentada uma breve revisão bibliográfica sobre o assunto.

4.1 Ensaio mecânico

O ensaio é a operação técnica que consiste na determinação de uma ou mais características de um dado produto, processo ou serviço, de acordo com um procedimento específico. Ele pode ser feito para atender às necessidades de um fornecedor que tenha a intenção de emitir uma declaração para apresentar a conformidade de um produto com uma norma; um comprador ou usuário de um produto, que deseja assegurar-se que os requisitos de um produto estejam de acordo; e um organismo certificador, cujo negócio trate de indicar a conformidade de um produto com uma norma ou especificação. A adaptação de produtos, a realização de ensaios e a obtenção de certificados para diferentes países oneram a produção das empresas exportadoras numa faixa entre 2% a 10% de seus custos totais. Segundo a Agência Internacional de Pesos e Medidas (BIPM), se um país exportador não dispuser de um sistema reconhecido de medições e ensaios, poderá perder mercados pois, cada vez mais, nos países desenvolvidos, as importações não são permitidas se não estiverem acompanhadas de certificados reconhecidos de medições e ensaios (RBLE, 2006).

Para especialistas na área de ensaios (RBLE, 2006), como Shana B. Silva, responsável pela qualidade da Rede Integrada de Laboratórios do SENAI CETIQT no Rio de Janeiro, as duas maiores dificuldades enfrentadas na área de ensaios são: (a) a falta de disseminação da cultura metrológica e, (b) a dificuldade na aquisição de materiais de referência para a realização de ensaios.

4.1.1 Variabilidade nas propriedades dos materiais

As propriedades medidas dos materiais não são quantidades exatas. Mesmo que seja disponibilizado o mais preciso dispositivo de medição e um bom procedimento de ensaio altamente controlado, existirá sempre alguma dispersão ou variabilidade nos dados que são coletados de diferentes amostras do mesmo material. Vários fatores levam às incertezas nos dados medidos. Estes incluem o método de ensaio, variações nos procedimentos de confecção dos corpos-de-prova, influências do operador e calibração dos equipamentos. Além disso,

podem existir falhas na homogeneidade dentro de um mesmo lote de material, heterogeneidade microestrutural e/ou pequenas diferenças na composição ou outros tipos de diferenças de um lote para outro lote. Devem ser tomadas medidas apropriadas para minimizar a possibilidade de erros de medição, bem como para diminuir aqueles fatores que levam à variabilidade dos dados. De tempos em tempos, os dados devem ser submetidos a tratamentos estatísticos e as probabilidades devem ser determinadas. Apesar da variação de algumas propriedades medidas, a especificação de um valor típico ainda é desejável. Mais comumente, o valor típico é descrito tirando-se uma média dos dados. Algumas vezes, também é desejável quantificar o grau de dispersão, ou espalhamento, dos dados medidos. A medida mais comum dessa variabilidade é o desvio padrão (CALLISTER JR., 2002).

Neste trabalho, para avaliar o grau de dispersão dos dados obtidos, foi empregado além do desvio padrão, a amplitude. Para a especificação de um valor típico da propriedade medida, foi determinada a média dos dados. Nas situações em que verificou-se a possibilidade da existência de diferença entre duas médias de uma propriedade medida, foi empregada a estatística para o teste desta diferença – Testes de Hipóteses.

4.2 Ensaio de Impacto Charpy

O ensaio consiste em tentar romper, por meio de um golpe de um pêndulo oscilando, um corpo-de-prova dotado de um entalhe no centro e apoiado em suas extremidades. A energia absorvida é geralmente determinada em Joules. Esta energia absorvida é uma medida da resistência ao impacto do material. A Figura 4.1 ilustra um CP com entalhe em “V” e o sentido de aplicação do golpe do martelo pendular, constituinte da máquina de impacto.

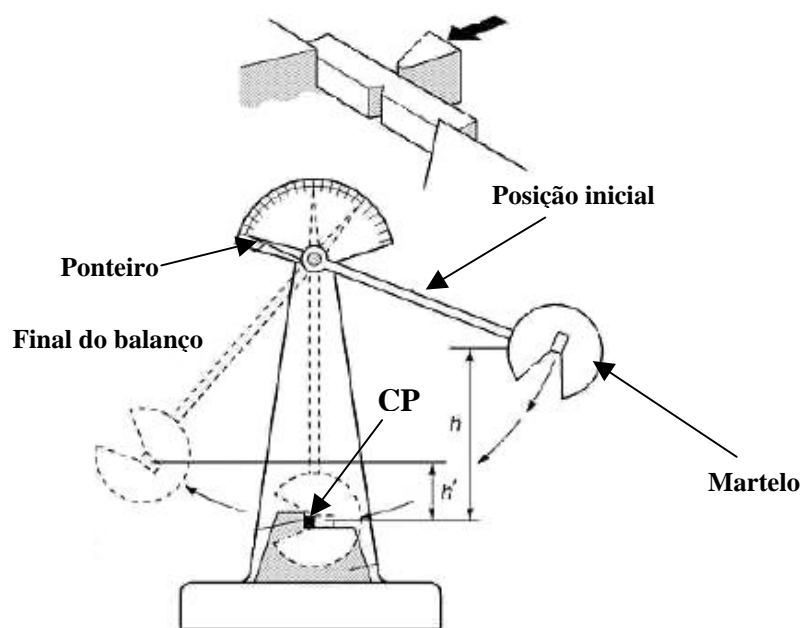


Figura 4.1 - Desenho esquemático de uma máquina pendular de impacto Charpy (Adaptado de CALLISTER JR., 2002).

O corpo-de-prova é golpeado por um cutelo com forma e dimensões padronizadas em normas. O CP recebe o golpe do cutelo na face oposta à presença do entalhe, conforme apresentado na Figura 4.1.

Além dos corpos-de-prova padrão com as dimensões de 10mmx10mmx55mm e profundidade de entalhe de 2mm (ASTM E 23-02a, 2002), existem também os CPs reduzidos, que são empregados quando as estruturas estudadas não possuem dimensões favoráveis para a retirada de CPs padrões ou até mesmo quando os procedimentos de ensaio exigirem CPs de tamanho reduzido. Os CPs reduzidos são normalmente mais adequados em muitas vezes para caracterizar as propriedades do material porque a fração retirada não causa danos críticos a estrutura ou componentes da máquina.

A Figura 4.2 mostra a geometria e as dimensões características de um CP Charpy tamanho padrão, utilizado neste trabalho.

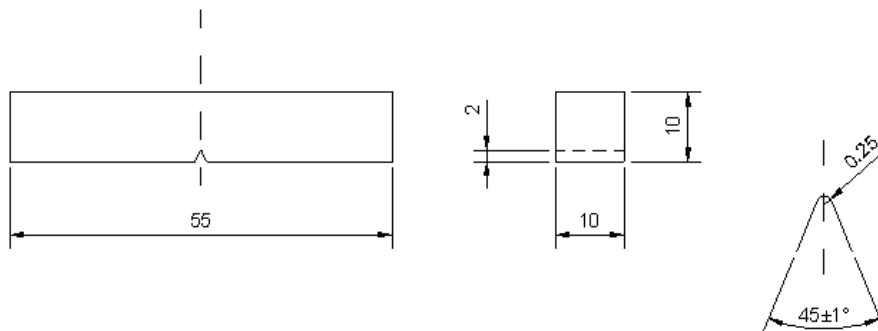


Figura 4.2 – Características geométricas de um corpo-de-prova Charpy tamanho padrão (Adaptado de ASM HANDBOOK, 2000).

A Tabela 4.1 apresenta os valores nominais e as tolerâncias das dimensões características de um CP Charpy tamanho padrão.

Tabela 4.1 – Características geométricas do corpo-de-prova Charpy tamanho padrão com entalhe em “V”.

Dimensão	Valor nominal (mm)	Tolerância Dimensional (mm)	Norma de referência
Comprimento	55,00	+0,00 /-2,50	ASTM E 23-02a (2002)
Altura	10,00	± 0,075	
Largura	10,00	± 0,075	
Altura abaixo do entalhe	8,00	± 0,075	
Raio de curvatura da base do entalhe	0,250	± 0,025	
Profundidade do entalhe	2,00	± 0,025	
Ângulo do entalhe	45,0	± 1*	
Comprimento	55,00	+0,00 /-0,30	ISO/DIS 148-3 (2006)
Altura	10,00	± 0,06	
Largura	10,00	± 0,07	
Altura abaixo do entalhe	8,00	± 0,06	
Raio de curvatura da base do entalhe	0,250	± 0,025	
Profundidade do entalhe	2,00	± 0,025	
Ângulo do entalhe	45,0	± 1*	

(*) unidade de medida: graus.

A forma em “V”, é a mais utilizada na confecção do entalhe do corpo-de-prova Charpy embora, existam os formatos em “U” e buraco de chave invertido. A aplicação mais usual do entalhe em “V” está associada a facilidade, maior rapidez e qualidade da usinagem.

O ensaio de impacto Charpy é utilizado para avaliar a tenacidade dos metais, embora seja aplicável também aos materiais cerâmicos, poliméricos e compósitos.

A tenacidade de um material pode ser afetada pela temperatura, altas taxas de deformação e pela presença de concentradores de tensão, como trincas e entalhes.

O ensaio de impacto Charpy fornece várias informações como a energia de impacto, a expansão lateral, porcentagem de área de fratura dúctil ou frágil, etc.

A quantidade de corpos-de-prova necessária para caracterizar o material está condicionada ao seu histórico operacional, que pode estar limitado em variedade e quantidade (NAHM et al., 2001).

O ensaio de impacto Charpy vem sendo utilizado ao longo dos anos e os resultados são muito úteis, principalmente para metalurgistas nos controles de tratamentos térmicos e processos de produção.

O ensaio de impacto Charpy apresenta vantagens como: (a) uso de corpos-de-prova reduzidos, (b) facilidade de execução, (c) alta taxa de deformação, (d) correlação com outros ensaios de fratura e (e) economia. Por outro lado, a ausência de uma medida direta da tenacidade à fratura aplicável ao projeto tem restringido a aplicação do ensaio de impacto Charpy (KOBAYASHI et al., 2001).

O ensaio de impacto Charpy em aços de baixa e média resistência mecânica (estruturas CCC) pode ser aplicado numa faixa de temperaturas que mostre claramente a mudança no modo de fratura percebida por uma alteração na energia de impacto, que pode caracterizar uma fratura frágil e um baixo nível de energia a baixas temperaturas ou uma fratura dúctil e um alto nível de energia a altas temperaturas.

A Figura 4.3 apresenta as formas típicas das curvas de transição dúctil-frágil observadas em alguns aços em função da quantidade de carbono presente. Nota-se, pela figura, que as curvas de transição são mais acentuadas para os aços com menores teores de carbono considerando-se as mesmas condições de ensaio, como: temperatura, tamanho e forma do CP, tipo de cutelo e velocidade do martelo pendular.

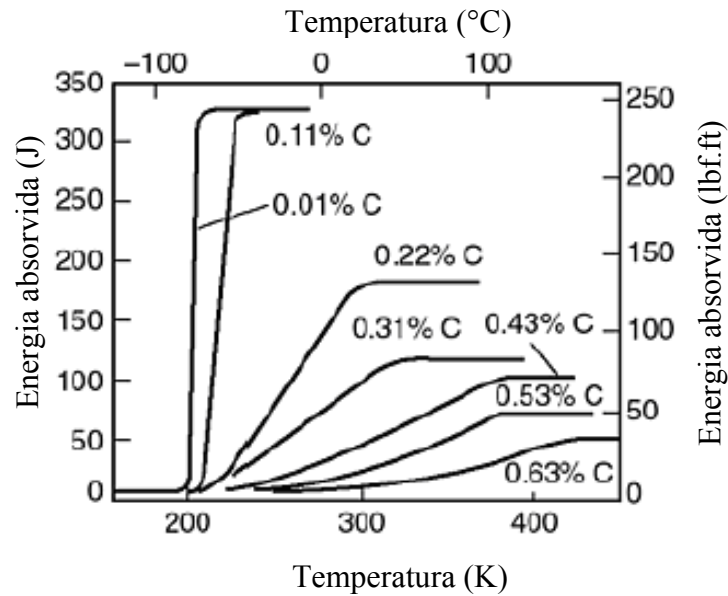


Figura 4.3 – Curvas de transição dúctil-frágil de aços com diversos teores de carbono (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1997).

A Figura 4.4 ilustra uma curva de transição dúctil-frágil apresentando os patamares de energia de impacto Charpy.

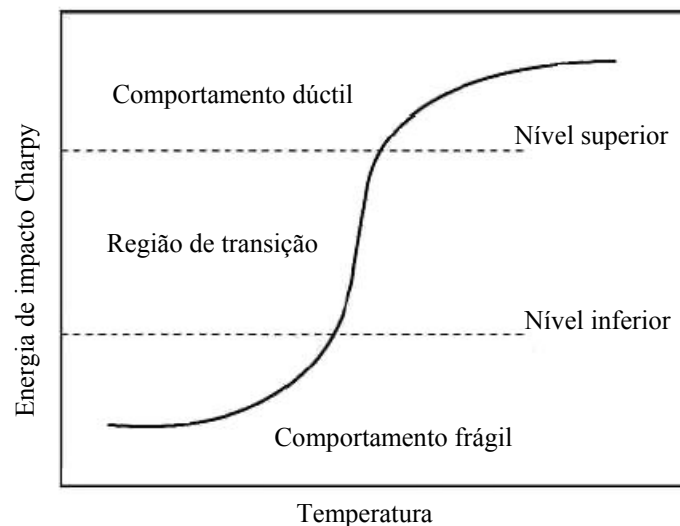


Figura 4.4 – Curva de transição dúctil-frágil mostrando os patamares de energia de impacto Charpy (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1997).

Em juntas soldadas, o ensaio de impacto Charpy auxilia na investigação da transição dúctil-frágil nas diferentes partes da solda; metal base, zona fundida e zona termicamente afetada (TVERGAARD e NEEDLEMAN, 2000). As falhas podem ocorrer por nucleação,

crescimento e coalescimento de microcavidades ou por clivagem. TODINOV (2004) desenvolveu um trabalho para determinar a incerteza e o risco associado com a energia de impacto Charpy de inúmeras juntas soldadas. A incerteza na localização da região de transição é fortemente dependente da quantidade de temperaturas de ensaio e da variação da energia de impacto para as temperaturas de ensaio. Com o aumento do número de temperaturas de ensaio, a incerteza associada com a localização da região de transição pode ser significativamente reduzida. O fracasso na identificação da fragilização pode resultar em perdas de vidas humanas, danos para o ambiente e perdas financeiras enormes. Pode também conduzir a tomada incorreta de decisões no que se refere à duração da exploração de componentes e estruturas. TODINOV (2001) demonstrou que a direção em que o entalhe em “V” é realizado tem grande influência sobre a distribuição da energia de impacto na região de transição dúctil-frágil.

4.2.1 Correlações provenientes do ensaio Charpy

Reconhecendo a facilidade de preparação e o baixo custo do ensaio, muitos pesquisadores (KIM et al., 2002; BURDEKIN e FOLCH, 1999) correlacionaram tenacidade à fratura elástica-linear, K_{IC} , com os dados dos ensaios de impacto Charpy. Para a região de transição dúctil-frágil, existem correlações empíricas entre a energia de impacto CVN e K_{IC} . No trabalho de KIM et al. (2002), duas correlações foram investigadas para estimar a curva de transição de tenacidade à fratura. Uma delas correlacionou K_{IC} com a energia de transição do ensaio de impacto Charpy para oito diferentes aços e ligas com limite de escoamento entre 270MPa e 1700MPa. A equação empregada foi a seguinte:

$$\frac{K_{IC}^2}{E} = 2,2 \times 10^{-4} \times (CVN)^2 \quad (\text{Equação 4.1})$$

onde,

$$K_{IC} = (\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$$

CVN: energia de impacto (J)

E: Módulo de Young do material (GPa)

A outra correlação entre a energia de impacto CVN e K_{IC} empregada pelos pesquisadores KIM et al. (2002) foi para aços com limite de escoamento na faixa de 410MPa a 480MPa. A equação empregada foi a seguinte:

$$K_{IC} = 14,63 \times (CVN)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Equação 4.2})$$

O valor de tenacidade à fratura obtido por KIM et al. (2002) através das Equações 4.1 e 4.2 foi validado para estado de deformação plana em condições elástica-linear para uma quantidade relativamente grande de corpos-de-prova onde a espessura (B) do corpo-de-prova foi superior a

$$B = 2,5 \times \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (\text{Equação 4.3})$$

onde, σ_{ys} : limite de escoamento (MPa)

A correlação estabelecida entre a energia de impacto CVN e K_{IC} favorece o desenvolvimento de estruturas mecânicas e exatidão nos cálculos de engenharia (BURDEKIN e FOLCH, 1999).

Segundo SUMPTER et al. (2006), a fratura dos navios *Liberty* no período de 1943 a 1953 contribuiu para o desenvolvimento de teorias modernas sobre mecânica de fratura. As incidências de fratura frágil observada nos navios nos anos 40, reduziram de 1 em 10 anos para uma incidência atual em torno de 1 em 104 anos de uso dos navios.

A instrumentação do martelo pendular foi instituída para fornecer dados úteis em termos da força-tempo experimentada pelo corpo-de-prova durante o carregamento. A instrumentação desenvolveu extensivamente e quantitativamente a interpretação dos resultados em conjunto com o desenvolvimento da mecânica de fratura (KOBAYASHI et al., 2001).

Atualmente, uma máquina pendular de impacto Charpy instrumentada é empregada para avaliar a tenacidade de vários materiais como: o aço, ligas de alumínio, polímeros e ligas para odontologia com CPs reduzidos (KOBAYASHI et al., 2001; SRIVATSAN et al., 1999; ZAPPINI et al., 2003). Inclusive, máquinas têm sido desenvolvidas com capacidades

múltiplas de níveis de energia de impacto que favorecem o rompimento e as análises de corpos-de-prova (TOKIMATSU e SILVA MASHIBA, 2004).

O conhecimento do comportamento elástico-plástico de um material sob condição dinâmica de carregamento tornou-se uma informação importante pela relação carga-deflexão ou carregamento-tempo do corpo-de-prova durante o ensaio de impacto Charpy (KOBAYASHI et al., 2001).

Em ensaios de impacto Charpy de materiais com comportamento frágil, a energia total de impacto absorvida inclui energias parasitas que não contribuem para a fratura do corpo-de-prova. Essas energias são, principalmente, as energias consumidas pela deformação elástica da máquina pendular de impacto e da movimentação do CP na separação. A Equação 4.4 identifica a relação existente entre as energias.

$$E_{total} = E_{absCP} + E_{mDefmaq} = E_f + E_{Kagitação} + E_{mDefmaq} , \quad (\text{Equação 4.4})$$

Onde, E_f representa a energia consumida pela deformação na flexão e fratura do corpo-de-prova.

Conforme apresentado por KOBAYASHI et al. (2001), se já ocorrem erros de medição nos resultados de ensaios de impacto Charpy principalmente para baixos valores de energia de impacto, característicos dos materiais como: aços ensaiados em baixas temperaturas, polímeros, resinas etc, é altamente recomendado empregar periodicamente materiais de referência como um verificador adicional (calibração indireta) da máquina pendular de impacto Charpy antes da validação da calibração direta da máquina.

TOKIMATSU e SILVA MASHIBA (2004) realizaram um trabalho de instalação e montagem de uma máquina pendular de impacto Charpy de 50J dotada de dispositivos sensores acoplados no martelo pendular como modo de instrumentação da máquina. No entanto, não apresentaram, em seu trabalho, os resultados de desempenho de resposta da máquina nem ao menos na calibração direta. A máquina pode apresentar desvios consideráveis nos resultados ocasionados, por exemplo, por falhas nos dispositivos de acoplamento ou mesmo por instabilidade estrutural da mesma quando em serviço.

4.2.2 Temperatura de transição dúctil-frágil

A temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) de um material obtida no ensaio de impacto Charpy, diminui com a redução do tamanho do corpo-de-prova. Para KURISHITA et al. (2004), a temperatura de transição é a temperatura onde inicia-se a trinca de clivagem após certa deformação plástica. Para alguns pesquisadores (BURDEKIN e FOLCH, 1999; MEYERS e CHAWLA, 1982), a temperatura de transição é definida como a faixa de temperatura sobre a qual a mudança nos níveis de energia de baixo para alto ocorre. Porém, como na prática geralmente não ocorre uma variação brusca de energia, mas ocorre uma zona de transição, torna-se difícil determinar com precisão a temperatura de transição. Assim, realiza-se uma série de ensaios a diferentes temperaturas, o que permite a determinação da TTDF. A temperatura de transição é um parâmetro importante na seleção de um material do ponto de vista de tenacidade ou de tendência para a ocorrência de fratura frágil. Os metais e as ligas com estrutura cristalina CCC e HC mostram uma transição dúctil-frágil enquanto os de estrutura CFC não - (MEYERS e CHAWLA, 1982). Como a TTDF não é bem definida, há inúmeras maneiras empíricas de determiná-la: (a) baseado em uma certa energia de impacto, (b) na mudança do aspecto de fratura, por exemplo, a temperatura correspondente a 50% de fratura dúctil (fibrosa) e, (c) na contração lateral, (por exemplo, 1%) que ocorre no fundo do entalhe. A temperatura de transição depende da composição química do aço, do tratamento térmico, do processamento e da microestrutura do material – (MEYERS e CHAWLA, 1982). Segundo MEYERS e CHAWLA (1982), baseado na relação Hall-Petch, o refinamento do grão é um dos métodos que resulta em um aumento de resistência mecânica e uma redução na temperatura de transição. Para BENZERGA et al. (2004), a temperatura de transição para um corpo-de-prova padrão ensaiado numa máquina numa velocidade de 5m/s é definida como a média entre a mais baixa temperatura para a qual o modo de fratura é puramente frágil e a mais alta temperatura para a qual o modo de fratura é dúctil.

4.2.3 Evolução do ensaio de impacto Charpy

Segundo TÓTH et al. (2001), o método de ensaio de impacto e instrumentos associados foram sugeridos por Russel em 1898 e Augustin Charpy em 1901. Charpy apresentou na França e em Budapest o princípio e os procedimentos dos ensaios em materiais empregando o método de impacto. Os esforços constantes de Charpy para aprimorar a nova técnica de ensaio de impacto foram os responsáveis para que o ensaio recebesse o seu sobrenome. A Figura 4.5

mostra uma fotografia de Charpy, que nasceu na cidade Oullis/Rhone e morreu aos 80 anos em Paris.



Figura 4.5 – Augustin Georges Albert Charpy.

Segundo SIEWERT et al. (1999), as primeiras especulações de pesquisadores sobre o efeito diferenciado dos carregamentos estáticos e dinâmicos sobre os materiais surgiram após uma publicação de Tredgold, em 1824, sobre a capacidade do ferro fundido de resistir aos esforços aplicados a uma elevada taxa de deformação. As conclusões foram que os resultados dos limites de resistência para as forças estáticas aplicadas nos materiais não eram bons referenciais para a previsão do desempenho dos materiais quando solicitados dinamicamente.

Por volta de 1849, a Inglaterra formou uma comissão para estudar o emprego do aço na rede ferroviária que estava em crescente expansão pelo mundo e, em 1900, a malha ferroviária já atingia mais de 800mil km. O crescimento anual da ferrovia era superior a 10mil km/ano. As Figuras 4.6 e 4.7 apresentam a evolução da construção de linhas férreas na Alemanha e no mundo inteiro (SIEWERT et al., 1999).

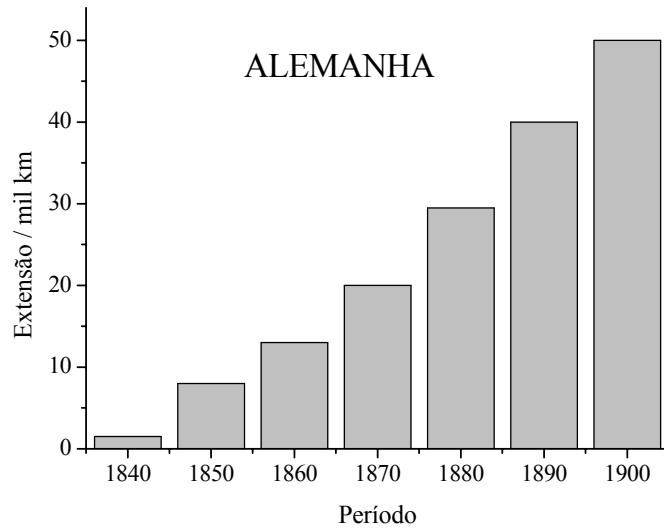


Figura 4.6 – Crescimento da linha férrea na Alemanha (Adaptado de SIEWERT et al., 1999).

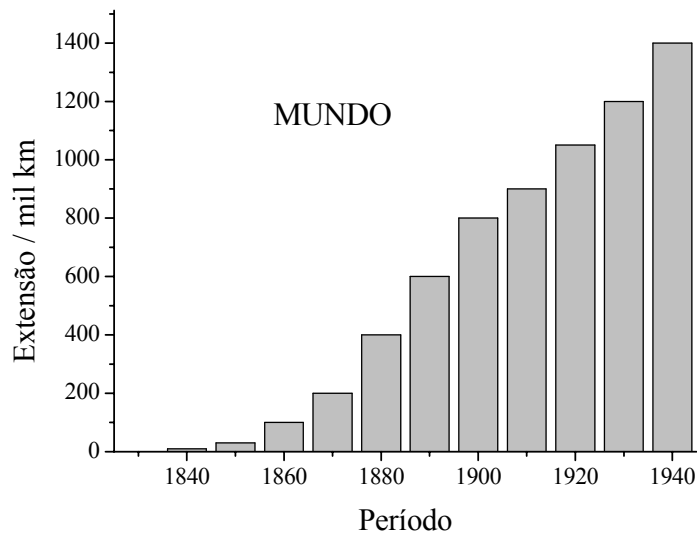


Figura 4.7 – Crescimento da linha férrea no mundo (Adaptado de SIEWERT et al., 1999).

O aumento da malha ferroviária gerou uma grande demanda para novas construções como: trilhos, locomotivas, túneis, pontes, represas, estruturas mecânicas e civis. O uso relativo de metais para construções aumentou significativamente de 20% no início da revolução industrial para aproximadamente 80% no século passado.

Ainda segundo SIEWERT et al. (1999), durante o crescimento da indústria dos transportes ferroviários, o uso de metais em substituição aos materiais tradicionais como tijolos refratários, pedras, madeiras, etc, nas novas construções, causaram inúmeros acidentes, sendo que uma das prováveis causas identificadas estava relacionada ao comportamento inadequado ao impacto, que não era explicado por métodos de ensaios estáticos. A necessidade de caracterização do comportamento dúctil e frágil de materiais e o conhecimento da transição dúctil-frágil foram motivados pelo grande número de falhas ocorridas em trilhos e eixos durante o século XIX nos países industrializados. Anos mais tarde, um fato marcante ocorreu com os navios *Liberty*, que fraturaram-se em pleno mar durante a segunda guerra mundial. Algumas das fraturas ocorridas nos navios foram reparadas durante parada no porto e outras provocaram o abandono dos navios em alto mar.

As tecnologias dos ensaios de impacto foram agrupadas pela IATM no período de 1879 a 1901. De acordo com SIEWERT et al. (1999), os especialistas da IATM trabalharam insistentemente no desenvolvimento do ensaio de impacto e, em 1905, Charpy propôs um projeto de máquina semelhante ao existente na atualidade. As discussões foram, então, direcionadas para os procedimentos que tornassem os resultados dos ensaios reproduzíveis, tornando o método como um ensaio padrão. A importância da geometria do entalhe (profundidade e raio), velocidade de impacto, tamanho do corpo-de-prova, etc., foram alvo dos debates. Os destaques das reuniões incluíram:

- o uso do pêndulo de impacto para ensaios de couraças de navios de guerra;
- os ensaios de aços para vasos de pressão, com indicações de que o método de ensaio Charpy podia ser empregado para qualificar a tenacidade desses materiais;
- o uso de dois tipos de pêndulo de máquina de impacto (máquina tipo I, velocidade de impacto de 7,8m/s e capacidade de 2000J; máquina tipo II, velocidade de impacto de 5,28m/s e capacidade de 300J);
- o uso de dois tipos de entalhe: arredondado e canto vivo;
- os efeitos da velocidade de impacto pela liberação do pêndulo de várias alturas: 3,3m, 2,3m e 1,1m. Os resultados foram comparados com os ensaios de dobramento com força estática e observou-se que o efeito da velocidade de impacto no resultado da energia absorvida era muito maior nos corpos-de-prova com entalhe com canto vivo;
- o fenômeno da ductilidade-fragilidade;
- o efeito da taxa de deformação sobre o comportamento dos metais;

- a padronização das máquinas de impacto;
- a forma dos corpos-de-prova: (a) 30mmx30mmx160mm com profundidade de entalhe de 15mm, raio do entalhe de 2mm e comprimento livre de 120mm e, (b) 10mmx10mmx53mm com profundidade de entalhe de 5mm, raio do entalhe de 0,6mm e comprimento livre de 40mm;
- o efeito do tamanho do corpo-de-prova, demonstrado por Charpy, Ehrensberger e Bartel, que concluíram que a energia absorvida específica (J/m^2) era maior para os corpos-de-prova menores;
- as especificações da máquina de impacto e do pêndulo, discutidas para assegurar a comparação dos resultados dos ensaios realizados.

Foram propostas algumas recomendações para estabelecer uma técnica padrão, que pudesse permitir que os resultados produzidos por duas máquinas distintas fossem comparáveis.

Alguns parâmetros foram sugeridos:

- a profundidade e raio do entalhe;
- limite da velocidade do pêndulo;
- raio mínimo do dispositivo de apoio na saída do corpo-de-prova rompido e massa da base de montagem da máquina;
- limite das perdas por atrito;
- níveis elevados de energia para os corpos-de-prova com comportamento dúctil, que se deformam ao redor do cutelo durante o ensaio.

Como a máquina de impacto estava completamente indefinida e sem padronização, projetistas e fabricantes propuseram três tipos de máquinas: (a) queda de peso (Fremont, Hatt-Turner e Olsen), (b) pêndulo de impacto (Amsler, Charpy, Izod, Dow, Olsen e Russel) e, (c) roda giratória (Guillery) - (SIEWERT et al., 1999).

Por volta de 1909 havia o entendimento da diferença entre comportamento estático e dinâmico dos materiais, mas pouca compreensão em como quantificar isto, ou até mesmo como denominar material frágil ou dúctil.

Segundo SIEWERT et al. (1999) em 1912, Derihon observou que o ensaio de impacto Charpy poderia reduzir os riscos de falhas de componentes em serviço. Após realizar milhares de

ensaios, ele correlacionou a fragilidade do aço (baixos valores de energia encontrados) à composição química (altos níveis de fósforo e enxofre), defeitos de fundição e tratamento térmicos. Ao revisar os seus procedimentos de produção, ele minimizou a quantidade de material rejeitado devido à fragilidade no ensaio de impacto de 40% para somente 0,3%.

A evolução do ensaio de impacto Charpy pode ser dividida em quatro períodos no século XX, de acordo com SIEWERT et al. (1999). Os períodos são:

- Desenvolvimentos iniciais: padronização dos procedimentos de ensaios;
- Fase da fratura frágil: período até o início dos anos da década de 50 incluindo a história da fratura frágil e os conceitos da temperatura de transição dúctil-frágil (Navios Liberty);
- Desenvolvimento da mecânica de fratura: início dos anos 50 incluindo a correlação entre a energia absorvida medida com corpos-de-prova com entalhe em “V” e outros parâmetros da mecânica de fratura;
- Fase atual: ensaio de impacto com instrumentação, ensaio de impacto em corpos-de-prova reduzidos, etc.

4.2.4 Significado do ensaio de impacto Charpy

O ensaio de impacto Charpy é realizado para avaliação da tenacidade do material, que é influenciada pela composição química (elementos de liga e impurezas) e propriedades físicas e mecânicas, em função da temperatura. As propriedades físicas são o tipo de microestrutura e tamanho de grão, que são influenciadas pelos processos de fabricação, como temperaturas de trabalho, tratamentos térmicos, etc. As propriedades mecânicas geralmente consideradas são o limite de escoamento e a dureza do material.

TÓTH et al., (2001) apresentaram, em seus artigos, dois gráficos publicados primeiramente por Driscoll em 1955, mostrando os desvios de valores de energia de impacto obtidos em intercomparações laboratoriais das máquinas pendulares de impacto Charpy entre *Watertown Arsenal* e o setor industrial. Os gráficos estão apresentados nas Figuras 4.8 e 4.9.

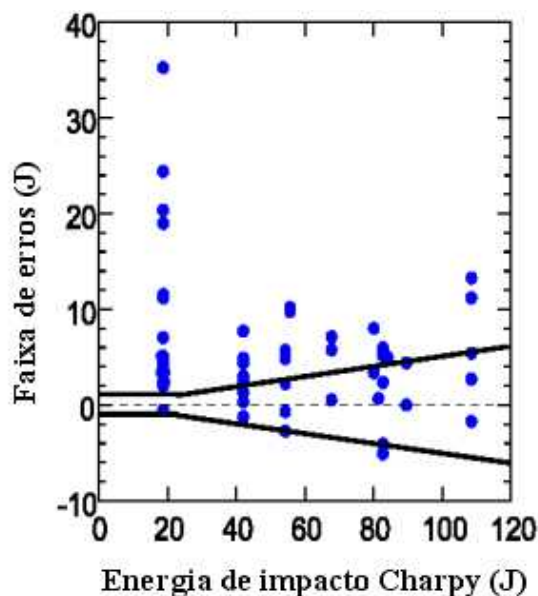


Figura 4.8 – Desvios e valores de energia de impacto da primeira intercomparação laboratorial (Adaptado de TÓTH et al., 2001).

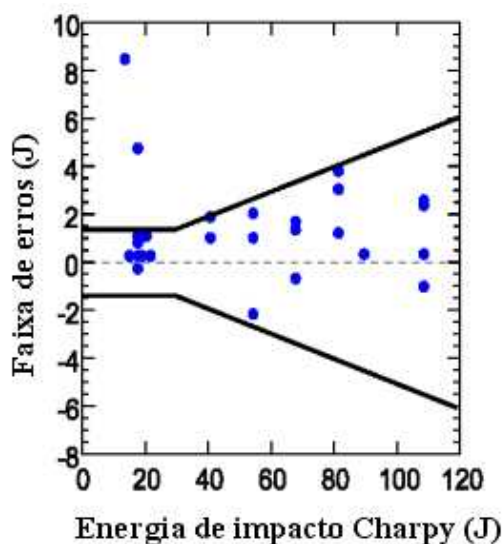


Figura 4.9 – Desvios e valores de energia de impacto da segunda e terceira intercomparação laboratorial (Adaptado de TÓTH et al., 2001).

Os limites adotados para classificação das máquinas correspondem a $\pm 1,4J$ ou $\pm 5\%$ do valor da energia de referência. Para o menor nível de energia de impacto, 20J (Figura 4.8), observa-se que somente uma máquina foi classificada. Foram realizados novos ensaios de impacto Charpy nas mesmas máquinas após sofrerem manutenção e observou-se que, caso os ensaios fossem realizados corretamente e a máquina pendular de impacto Charpy apresentasse uma condição operacional satisfatória, os resultados poderiam ser extremamente favoráveis, conforme apresentado na Figura 4.9, em que apenas duas máquinas no nível de energia de 20J não apresentaram desempenho satisfatório.

A Figura 4.10 mostra algumas das causas de maior efeito nos resultados de energia de impacto Charpy, segundo os pesquisadores SIEWERT et al. (1999).

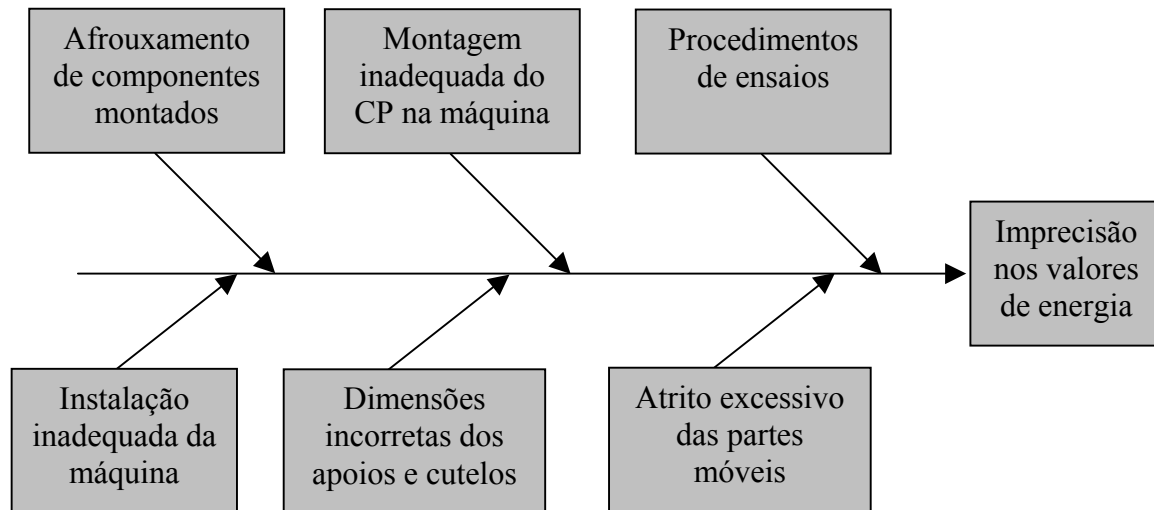


Figura 4.10 – Diagrama de causa-efeito nos resultados de energia nos ensaios de impacto Charpy (Adaptado de SIEWERT et al.,1999).

Os pesquisadores SIEWERT et al. (1999) concluíram que o único método seguro para caracterizar uma máquina pendular de impacto Charpy seria através da verificação indireta com o uso de materiais de referência, utilizando corpos-de-prova certificados.

Sem a reprodutibilidade dos resultados de ensaios e de intercomparações laboratoriais, o ensaio de impacto Charpy tem pouco significado. Ao longo dos anos, SIEWERT et al. (1999) observaram que os resultados dos ensaios de impacto Charpy podem ser influenciados pelas dimensões do corpo-de-prova, geometria do entalhe e o formato do pêndulo e cutelo. Outras variáveis, como velocidade de impacto, perda de energia da máquina e atrito nos mancais têm efeito reduzido nos resultados. Porém, as variáveis que a princípio são observadas na verificação direta da máquina de impacto Charpy, como, por exemplo, desalinhamento do martelo pendular e folga nos apoios, podem alterar significativamente os resultados de ensaios. A quantificação dos desvios somente pode ser determinada com a utilização de corpos-de-prova de referência.

Segundo VIGLIOTTI et al. (2000), o NIST utiliza dois materiais para produzir os corpos-de-prova para a verificação indireta de acordo com a norma ASTM E 23-02a (2002). O aço AISI/SAE 4340 é usado na confecção dos corpos-de-prova de baixo e alto nível de energia, 16J e 100J respectivamente, à temperatura de -40°C , enquanto que o aço *maraging*, tipo T-200, é empregado na produção de corpos-de-prova para resistirem a um impacto próximo a 220J na temperatura ambiente. Nesses aços, a dureza, energia de impacto e resistência mecânica estão relacionados. A norma ASTM E 1271-94 (1994) recomenda um número mínimo de cinco corpos-de-prova necessários à verificação indireta da máquina pendular de impacto Charpy.

O uso da instrumentação no ensaio de impacto Charpy aumentou o monitoramento da análise da força por tempo da deformação e fratura do corpo-de-prova. As vantagens da instrumentação são as informações adicionais obtidas, o baixo custo da manutenção e a simplicidade de operação da máquina. A instrumentação da máquina de impacto inclui: (a) a instrumentação do cutelo, (b) um transdutor dinâmico amplificado, (c) um registrador de sinal com sistema de *display* e, (d) um medidor padrão de velocidade.

4.2.5 Máquina pendular de impacto Charpy

Algumas normas técnicas (ASTM E 23-02a, 2002; ISO/DIS 148-2, 2006) estabelecem que a calibração das máquinas pendulares de impacto Charpy inclua: uma verificação direta e indireta de alguns componentes fixos e móveis constituintes da máquina. Os resultados destas verificações são fundamentais para caracterizar o desempenho mecânico da máquina. Uma máquina de impacto do tipo Charpy pode ser considerada um equipamento de referência (ASTM E 1236, 1991), desde que atenda às seguintes condições: (1) capacidade nominal mínima de 330J; (2) o cutelo e os apoios em contato com o corpo-de-prova devem ter uma dureza mínima de 56HRc; (3) a posição angular do pêndulo na extremidade do balanço ou a energia absorvida correspondente, deve ser registrado em meio digital ou gráfico-analógico. Este registro deve ser numa forma permanente apropriada para avaliação em qualquer instante de uso da máquina até 12 meses após o descarte ou ensaios dos corpos-de-prova de referência pertencentes ao lote; (4) se a energia absorvida é calculada e registrada automaticamente, o valor mostrado deve ser arredondado para 0,1J ou, opcionalmente, 0,5% da energia, se maior; (5) se a posição do pêndulo é registrada, o registro deve ser legível para um maior ângulo correspondente de 0,3J ou 1% da energia absorvida.

Além disso, uma máquina de referência deve estar instalada num ambiente atmosférico que não agrida suas superfícies e componentes expostos. As vibrações externas e de outros equipamentos instalados num mesmo ambiente da máquina não podem influenciar no seu desempenho.

O reconhecimento formal de uma máquina pendular de impacto do tipo Charpy como equipamento de referência é feito pelo coordenador de um programa de intercomparação laboratorial direcionado para a qualificação. Portanto, após atendidas todas as exigências de instalação, montagem, manuseio, manutenção e calibração de uma máquina de impacto do tipo Charpy é necessário a participação do laboratório em programas de intercomparação laboratorial para validar e quantificar o nível de incerteza de medição nos ensaios realizados com a máquina.

As Figuras 4.11 e 4.12 mostram duas máquinas de impacto do tipo Charpy com pêndulos em formato “C”, instaladas no Laboratório Robert Hooke do CETEC (Laboratório A) e no Laboratório de Ensaios Mecânicos do CDTN (Laboratório B).



Figura 4.11 – Máquina pendular de impacto Charpy 300J (Laboratório A).



Figura 4.12 – Máquina pendular de impacto Charpy, 30J (Laboratório B).

4.3 Materiais de Referência

A aquisição de materiais de referência pelos laboratórios objetiva o aumento da confiabilidade dos resultados de ensaios produzidos. No entanto, de um modo geral, os valores certificados num material de referência (MR) somente são representativos e validáveis se forem utilizados segundo a metodologia que os certificou.

O emprego de MR para a calibração, validação e ensaios de diversos materiais como aço, compósitos, tecidos animais e elementos químicos, é de fundamental importância no processo de credibilidade, aceitação e valorização dos produtos resultantes dos materiais avaliados. Porém, além dos materiais de referência, os laboratórios de ensaios e calibrações devem possuir um sistema de qualidade, equipamentos e pessoal técnico capaz de executar, disseminar e controlar criticamente as medições realizadas. E a forma mais apropriada para garantir a repetição de um determinado procedimento é através de metodologias já consagradas como as normas técnicas, trabalhos científicos, portarias, decretos, acordos comerciais, etc. O sistema de qualidade dos produtores de materiais de referência deve ser baseado nos princípios descritos nas normas ABNT ISO Guia 34 e ABNT ISO Guia 35 (VENELINOV e SAHUQUILLO, 2006).

A ABNT ISO Guia 30, (2000) define MR como um material ou substância que tem um ou mais valores de propriedades que são suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para ser usado na calibração de um aparelho, na avaliação de um método ou atribuição de valores a materiais. O material de referência certificado (MRC) é definido pelo ISO Guia 30 como um material de referência, acompanhado por um certificado, com um ou mais valores de propriedades e certificado por um procedimento que estabelece sua rastreabilidade à obtenção exata da unidade na qual os valores de propriedade são expressos. Cada valor certificado é acompanhado por uma incerteza para um nível de confiança estabelecido. Aos resultados gerados pelos laboratórios devem estar incluídas as fontes de incerteza que precisam ser definidas, medidas e apresentadas em registros técnicos apropriados. Incerteza é a estimativa associada a um valor certificado de uma grandeza, a qual caracteriza o intervalo dentro do qual o “valor verdadeiro” está contido em um determinado nível de confiança (VIM, 1995). As fontes de incerteza e as técnicas estatísticas de análise (CHUI et al., 2004) como z-score¹,

¹ Adotada quando se deseja avaliar o desempenho técnico de laboratórios, principalmente em ensaios de proficiência.

elipse de confiança², análise de variâncias³ (ANAVA), teste de Cochran⁴, teste de Grubbs⁵, índice de repetitividade⁶ e índice de reprodutibilidade⁷, são algumas das técnicas empregadas na avaliação e validação de programas interlaboratoriais.

Os estudos interlaboratoriais podem servir para várias finalidades, tais como: (a) prover estimativas da repetitividade e reprodutibilidade de um método; (b) prover uma estimativa objetiva do desempenho do laboratório; (c) encorajar a auto-crítica e a percepção dos erros cometidos durante análises e (d) ajudar na identificação das necessidades de treinamento do pessoal do laboratório. Para a validação de métodos, emprega-se quando possível, materiais de referência certificados (VALENTE SOARES, 2001).

A avaliação interlaboratorial de um método é realizada através de um estudo colaborativo. Nele, uma ou várias amostras são distribuídas a laboratórios, onde o método é executado por analistas experientes. Os resultados vão indicar a exatidão do método, sua precisão interlaboratorial (reprodutibilidade) e intralaboratorial (repetitividade) - (VALENTE SOARES, 2001).

A quantidade mínima necessária de laboratórios participantes de um programa de intercomparação laboratorial, para o estabelecimento da precisão de um método baseado nos resultados aceitáveis é oito (VALENTE SOARES, 2001; ASTM E 691-92, 1992).

Os MRCs são conhecidos como componentes essenciais em processos de medições analíticas por proverem meios independentes de garantia metrológica (BLEISE et al., 2005). Assim, o usuário pode ver que o uso de materiais de referência nos processos analíticos asseguram um alto nível de confiança nos usuários solicitantes das análises.

Os materiais de referência certificados são adquiridos de instituições de reputação que estão a frente do processo de desenvolvimento de MR por longos anos e reconhecidamente são

² Verifica a compatibilidade entre laboratórios.

³ Analisa observações que dependem de um ou mais efeitos, que são causados por fatores.

⁴ Teste unilateral de comparação de variâncias. Verifica somente valores altos.

⁵ Verifica a compatibilidade das médias dos resultados obtidos pelos laboratórios, após o teste de Cochran.

⁶ Repê [r] – resultados sobre as mesmas condições de análise. Diferença máxima aceitável entre pelo menos dois resultados.

⁷ Reprô [R] – resultados sobre condições modificadas de análise. Diferença máxima aceitável entre pelo menos dois resultados de laboratórios diferentes

facilitadores das aplicações de conceitos metrológicos nacionais e internacionais. São exemplos de organizações produtoras de materiais de referência:

- NIST (EUA)
- PTB (Alemanha)
- LGC (Grã-Bretanha)
- BCR (União Européia/Bélgica)
- NRCCRM (China)
- IPT (Brasil)

O prazo de validade dos materiais de referência e dificuldades de importação são fatores concorrentes que dificultam sua utilização pelo setor industrial. Muitos destes materiais de referência são considerados produtos perigosos, e no caso de materiais biológicos e radioativos, necessitam de autorizações especiais para importação. Os processos de importações, por estes motivos, são lentos e podem levar meses, e caso os usuários não fiquem atentos ao prazo de validade do material a ser embarcado correrá o risco de receber material vencido.

Geralmente os prazos de validade de materiais de referência em soluções são relativamente curtos. Em muitos casos, os prazos são de alguns meses até dois anos e no caso de materiais de referência sólidos como metais, ligas e minerais pode ser superior a cinco anos - (ALVES e MORAES, 2003).

Um conceito fortemente vinculado aos materiais de referência é o da repetitividade, que, de acordo com o INMETRO (VIM, 1995), é o grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando, efetuadas sob as seguintes condições:

- a) mesmo procedimento de medição;
- b) mesmo analista;
- c) mesmo equipamento, usado sob as mesmas condições;
- d) mesmo local;
- e) repetições em curto período de tempo.

No caso do ensaio de impacto Charpy, existem normas técnicas que prescrevem os procedimentos de calibração da máquina pendular de ensaios. Uma dessas normas, a ASTM E

23-02a (2002), recomenda a verificação direta e indireta da máquina. Na verificação direta são determinadas: (a) as características geométricas da máquina (comprimento real do pêndulo, comprimento reduzido do pêndulo, ângulo da cunha do cutelo, distância entre apoios, ângulo de saída dos apoios, etc.); (b) o nivelamento (alinhamento e simetria da fixação do cutelo no martelo, simetria e perpendicularidade do plano de oscilação, paralelismo entre arestas dos encostos e o plano de oscilação, etc.) e, (c) as resistências passivas (perdas de energia por atrito no movimento de translação, folga radial do pêndulo, folga axial do pêndulo, etc.). Na verificação indireta são empregados MRCs, que são ensaiados na máquina pendular de impacto e cujo valor da energia absorvida é conhecido.

Os resultados da verificação direta da máquina pendular de impacto Charpy evidenciam somente as condições operacionais. Eles são muito importantes na montagem e instalação da máquina, substituição de componentes e inspeções periódicas. A verificação indireta permite a descoberta de vários problemas da máquina, como afrouxamento de apoios e repetitividade de desempenho operacional.

4.3.1 Características da produção de materiais de referência

ZUCCHINI e IAMASHITA (2004) apresentaram dois tipos de atributos que um processo de produção de materiais de referência deve possuir para gerar produtos adequados: (a) requisitos organizacionais e, (b) requisitos de controle da produção.

a) Requisitos Organizacionais

A qualidade de todos os ensaios que conduzem à caracterização de materiais de referência deve ser monitorada e assegurada. Isso pode ser realizado pela aplicação de várias técnicas empregadas nos laboratórios, como por exemplo: realização de ensaios com repetições, participação em comparações interlaboratoriais, uso regular de outros MRCs, etc.

Os laboratórios e os demais espaços destinados para preparação, medição e embalagem devem estar adequados à sua função. O mesmo se aplica às condições de iluminação, temperatura, umidade, sistemas de segurança, ventilação, etc.

A produção de um MR exige experiência e conhecimento do tipo de material a ser fabricado.

Os registros dos instrumentos de medição, funcionários, colaboradores externos e fornecedores participantes na produção de MR devem ser arquivados por um período de tempo superior ao período de validade do MR.

Se a distribuição do MR ao usuário for da responsabilidade do produtor, este deve possuir procedimentos para ações corretivas caso seja encontrado algum produto não conforme com os requisitos específicos. Esta atribuição adicional do produtor de notificar ao comprador alguma irregularidade no produto é válida até o vencimento do material.

b) Requisitos de Controle da Produção

Os requisitos essenciais básicos de controle da produção de MR são:

- Preparação do material
- Verificação de homogeneidade e de estabilidade
- Métodos de medição
- Equipamentos de medição
- Rastreabilidade e validação
- Avaliação de incertezas
- Certificados e informações de apoio

O produtor de MR precisa: (a) planejar os processos que diretamente afetam a qualidade da produção. O mecanismo de planejamento deve ser pré-estabelecido, o que pode implicar num trabalho conjunto com especialistas para assegurar que cada estágio do processo seja adequadamente realizado; (b) estabelecer procedimentos de preparação do material, o que inclui: análise qualitativa para verificação do tipo de material e obtenção de amostras representativas.

É necessário que se apliquem procedimentos estatisticamente válidos para testar a homogeneidade do MR. Se o material for produzido em lotes, a uniformidade de cada lote precisa ser testada. Um material de referência é dito homogêneo, com respeito a uma determinada propriedade, se o valor da propriedade, determinada por ensaios em amostras de tamanho determinado, se encontra dentro dos limites de incerteza especificados.

A capacidade do material de referência de manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período de tempo pré-estabelecido, quando armazenado nas condições especificadas, deve ser conhecida pelo produtor, que definirá uma data limite de validade do material, a qual deverá constar no certificado do MR.

O método de medição empregado pelo produtor de MR precisa ser apropriado, documentado e validado. Os equipamentos utilizados nas medições devem ser calibrados e mantidos em ambiente adequado. Calibração, segundo o INMETRO, é uma série de operações as quais estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por uma medida de um instrumento ou sistema de medida e que correspondem a valores conhecidos de um mensurando. Mensurando é a grandeza específica submetida à medição ou objeto da medição (VIM, 1995).

O valor da propriedade característica de um MR, que no caso dos corpos-de-prova para verificação indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy é a energia em Joules, deve ser rastreável e apresentar incerteza incorporada. Rastreabilidade é definida pelo INMETRO como propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão, com uma incerteza indicada, estar relacionado a referências estabelecidas, usualmente padrões nacionais ou internacionais através de uma cadeia de comparações ininterruptas (VIM, 1995).

Toda medição tem uma incerteza associada. O produtor de MR deve identificar cada fonte de erro e realizar as correções possíveis, antes de estimar a incerteza associada ao valor da propriedade de interesse.

O MR produzido deve vir acompanhado de um certificado contendo: (a) identificação, (b) descrição e limitação de uso do material e, (c) instruções para o uso correto do material.

A Figura 4.13 apresenta um fluxograma que exhibe as etapas para a produção de MR após a identificação e validação dos instrumentos de apoio como por exemplo, a máquina pendular de referência para os ensaios de impacto Charpy e os instrumentos de medição e controle (micrômetros, durômetros, etc.), que são indispensáveis para o bom andamento do processo.

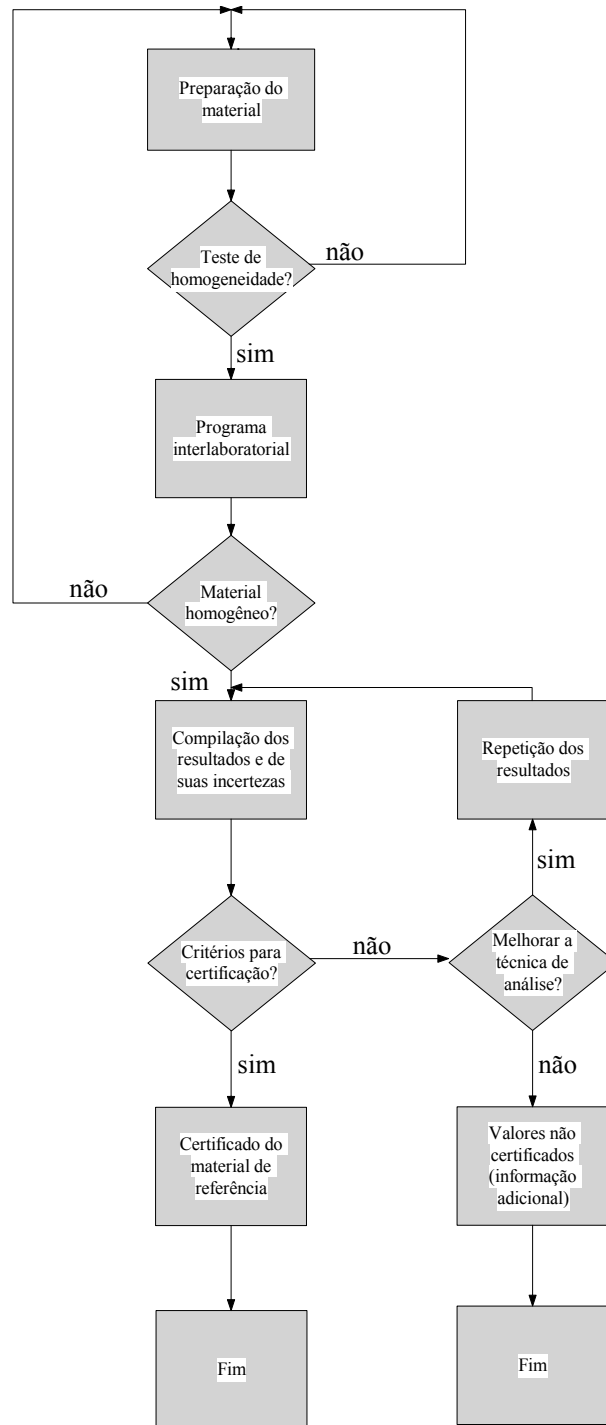


Figura 4.13 – Fluxograma mostrando as etapas de produção de materiais de referência para a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy (adaptado da norma *ISO GUIDE 35*, 1989).

4.4 O Aço AISI/SAE 4340

Os aços são ligas de ferro-carbono que podem conter concentrações apreciáveis de outros elementos de liga; existem milhares de liga que possuem composições e/ou tratamentos térmicos diferentes. As propriedades mecânicas são sensíveis ao teor de carbono, que é normalmente inferior a 1%. Alguns dos aços mais comuns são classificados de acordo com a sua concentração de carbono, quais sejam, os tipos com baixo, médio e elevado teor de carbono. Os aços comuns ao carbono contêm apenas concentrações residuais de impurezas além do carbono e de um pouco de manganês. Nos casos dos aços-liga, mais elementos de liga são adicionados intencionalmente em concentrações específicas (CALLISTER JR., 2002).

Os aços com alto teor de carbono, possuem normalmente teores de carbono na faixa de 0,60% a 1,4%, são os mais duros, mais resistentes e, conseqüentemente, os menos dúcteis dentre todos os aços carbono.

O aço AISI/SAE 4340 é um aço de alta temperabilidade, capaz de alcançar elevada resistência em seções grandes. É comumente usado na condição de temperado e revenido. A sua identificação é feita comercialmente pelas cores vermelha e amarela. É aplicável na construção de virabrequins de aviões, tratores, caminhões e automóveis, engrenagens, eixos sujeitos a grandes esforços e peças que necessitam de boas características mecânicas em seções grandes (VILLARES, 1991).

A Tabela 4.2 lista as faixas de composição química dos elementos de liga em adição ao Carbono (CALLISTER JR., 2002; VLACK, 1984; ASM HANDBOOK, 1997) para um aço AISI/SAE 4340.

Tabela 4.2 - Faixas de composição química nominal característica do aço AISI/SAE 4340 (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,38	0,60	0,15	max.	max.	1,65	0,40	0,20
	a	a	a	0,035	0,035	a	a	a
	0,43	0,80	0,35			2,00	0,90	0,30

A Tabela 4.3 apresenta as propriedades mecânicas características do aço AISI/SAE 4340 sujeito a determinadas condições de tratamento térmico.

Tabela 4.3 – Propriedades mecânicas do aço AISI/SAE 4340 (ASM HANDBOOK, 1997).

Tratamento térmico	Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Along ^(a) (%)	Redução de área (%)	Dureza Brinell (HB)
Normalizado a 870°C	1282	862	12,2	36,3	363
Recozido a 870°C	745	470	22,0	50,0	217
Temperado a 540°C e revenido a 800°C	1207	1145	14,2	45,9	352

(a) Base de medida: 50mm

5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A seguir, será apresentada uma descrição dos materiais empregados neste trabalho (aço AISI/SAE 4340, SRM 2092 e SRM 2096) e dos métodos de análise utilizados nos estudos dos mesmos.

5.1 Materiais

A escolha do aço AISI/SAE 4340 para a confecção dos CPs para os ensaios de impacto Charpy e de tração foi motivada pela necessidade de se estabelecer uma comparação direta com as propriedades mecânicas e composições químicas apresentadas pelos materiais de referência. Os materiais de referência SRM 2092 (baixo nível de energia de impacto) e SRM 2096 (alto nível de energia de impacto) que foram confeccionados pelo NIST e importados pelo Laboratório Robert Hooke do CETEC, também são feitos de aço AISI/SAE 4340. Os MRs do NIST são produzidos em lotes com tamanhos aproximados de 1200 CPs. Cada CP recebe um número de identificação e um número do lote de origem. Estes materiais de referência apresentam, principalmente, estabilidade dimensional, homogeneidade microestrutural e valores conhecidos de dureza HRc e resistência ao impacto Charpy. A Tabela 5.1 apresenta a identificação e as características típicas dos materiais de referência utilizados neste trabalho. As composições químicas características dos MRs não foram fornecidas pelo NIST.

Tabela 5.1 – Identificação e características dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000).

Material de Referência	Nº do lote	Dureza nominal (HRc)	Energia absorvida certificada ⁸ (J)
SRM 2092	LL86	32	16,0
SRM 2096	HH85	45	90,6

Os materiais de referência são fornecidos pelo fabricante para serem ensaiados na temperatura de -40°C e são armazenados em embalagens especiais contendo cinco CPs por nível de

⁸ Valor de energia de impacto Charpy informado pelo NIST.

energia de impacto Charpy. O custo unitário da unidade (embalagem com cinco CPs) é de US\$489⁹.

Foram confeccionados 270 corpos-de-prova em aço AISI/SAE 4340, com as dimensões padrão (10mmx10mmx55mm com entalhe em “V”) para os ensaios de impacto do tipo Charpy e seis corpos-de-prova de tamanho reduzido (ASTM E 8-04, 2004) para os ensaios de tração. A quantidade de CPs do tipo Charpy utilizada neste trabalho para caracterizar o material numa determinada temperatura foi 17. Esta quantidade foi definida com base em um dos trabalhos de Vigliotti et al. (2000) que adotaram, em suas análises, 75 CPs representativos de um lote de 1200 CPs produzidos numa mesma condição. A proporção correspondente é de 6,25% o qual, para um lote de 270 CPs equivale a 16,875 CPs ou seja, 17 corpos-de-prova.

A Tabela 5.2 apresenta a composição química das barras de aço AISI/SAE 4340, diâmetro de 15,875mm (5/8”), fornecidas pela Empresa AÇOCON, de Contagem, MG, para a confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de impacto do tipo Charpy e tração.

Tabela 5.2 - Composição química do aço AISI/SAE 4340 (% em peso) – Dados do certificado de conformidade nº 162239 da Açocon Indústria e Comércio Ltda, fornecedora do material.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,39	0,65	0,22	0,02	0,009	1,68	0,75	0,23

5.2 Métodos

Para o desenvolvimento do trabalho foram definidas as seguintes temperaturas para os ensaios de impacto Charpy dos corpos-de-prova confeccionados: -80°C, -60°C, -40°C, -20°C, 0°C, +23°C, +50°C, +100°C e +150°C. Nos estudos comparativos com os materiais de referência, foram ensaiados 68 CPs na temperatura de -40°C dos 204 CPs selecionados aleatoriamente do lote de 270 CPs, de acordo com o critério de amostragem adotado por Vigliotti et al. (2000). Os demais CPs foram ensaiados para a determinação da temperatura de transição do aço

⁹ Valor atual; consulta no site do NIST (www.nist.gov/srm) em 30.10.2006.

AISI/SAE 4340. A Tabela 5.3 apresenta a identificação dos grupos de CPs do tipo Charpy, a temperatura de ensaio, o local de ensaio e a dureza nominal HRc.

Cada grupo identificado é composto de 17 CPs. Foram utilizados dois laboratórios de ensaios mecânicos em materiais para a realização dos ensaios de impacto Charpy: O Laboratório Robert Hooke do CETEC (Laboratório A) e o Laboratório de Ensaios Mecânicos do CDTN (Laboratório B). Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório A e no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Setor de Tecnologia Metalúrgica do CETEC.

Tabela 5.3 – Características dos CPs do tipo Charpy ensaiados nos Laboratórios A e B.

Grupo	Temperatura de ensaio	Laboratório de ensaio	Dureza Nominal (HRc)
T	+23°C	A	45
T ₁	0°C	A	45
T ₂	-20°C	A	45
T ₃	-60°C	B	45
T ₄	-80°C	B	45
T ₅	+50°C	B	45
T ₆	+100°C	B	45
T ₇	+150°C	B	45
T ₈	-40°C	A	45
T ₉	-40°C	B	45
T ₁₀	-40°C	A	32
T ₁₁	-40°C	B	32

O critério empregado para a definição do número representativo de CPs para caracterizar o lote numa determinada temperatura foi adotado porque o número de laboratórios envolvidos na análise não caracteriza um programa interlaboratorial. A norma ASTM E 691-92 (1992), recomenda no mínimo seis laboratórios para integrarem um programa interlaboratorial e uma quantidade de 25 corpos-de-prova para caracterizar um nível de energia da máquina pendular de impacto Charpy (ASTM E 1236, 1991). A quantidade reduzida de laboratórios participantes no trabalho é atribuída às condições técnicas e operacionais deficitárias apresentadas por outros laboratórios consultados inicialmente. Acredita-se que o resultado

deste trabalho promoverá aprimoramentos nos processos de calibração direta e indireta das máquinas pendulares de impacto Charpy.

Os métodos de análise empregados neste trabalho foram métodos comparativos e analíticos. As ferramentas de estatística utilizadas foram média, desvio padrão, amplitude e testes de hipóteses (μ) – (FREUND e SIMON, 2000). O desenvolvimento do trabalho consistiu de:

1. Montagem e acompanhamento da calibração das características geométricas da máquina pendular do Laboratório A, realizada pelo Laboratório de Metrologia Dimensional do SENAI, unidade EUVALDO-LODI em Contagem/MG;
2. Especificação dos materiais de referência - corpos-de-prova padrão NIST, códigos SRM 2092 (baixa energia) e SRM 2096 (alta energia);
3. Especificação e recebimento das barras de aço AISI/SAE 4340, diâmetro de 15,875mm (5/8”) fornecidas pela empresa AÇOCON, em Contagem/MG, para a confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de impacto do tipo Charpy e tração;
4. Acompanhamento da usinagem dos corpos-de-prova;
5. Medição das dimensões dos corpos-de-prova e execução dos ensaios de impacto do tipo Charpy no Laboratório A;
6. Acompanhamento das análises químicas e metalográficas na VDL e CETEC;
7. Execução e acompanhamento dos ensaios de tração e dureza nos Laboratórios A e B e ensaios de impacto do tipo Charpy no laboratório B;
8. Análise do desempenho das máquinas de impacto do tipo Charpy dos Laboratórios A e B;
9. Análise das fraturas dos CPs de referência e dos CPs confeccionados do aço AISI/SAE 4340;
10. Análise estatística dos resultados das propriedades mecânicas (dureza Rockwell e energia de impacto) apresentados pelos MRs e pelos CPs confeccionados e,
11. Estimativa da temperatura de transição do aço AISI/SAE 4340.

5.2.1 Montagem da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório Robert Hooke do CETEC

O Laboratório A adquiriu, no segundo semestre de 2004, uma máquina de impacto do tipo Charpy, marca SATEC-INSTRON de faixa nominal de 406J, contendo dois pêndulos em formato U. A decisão pela compra dos dois pêndulos com massas diferentes e com a

possibilidade de inserir outras massas, aumentando a energia cinética do pêndulo, foi motivada pela facilidade da troca de pêndulo no momento do ensaio, sem a necessidade de alterar a posição angular de abandono do pêndulo. As Figuras 5.1 e 5.2 mostram o pêndulo leve da máquina de impacto Charpy, SATEC DI-300 do Laboratório A e os orifícios para inserção de massas e montagem do cutelo.



Figura 5.1 – Pêndulo leve da máquina de impacto Charpy, SATEC DI-300 do Laboratório A.

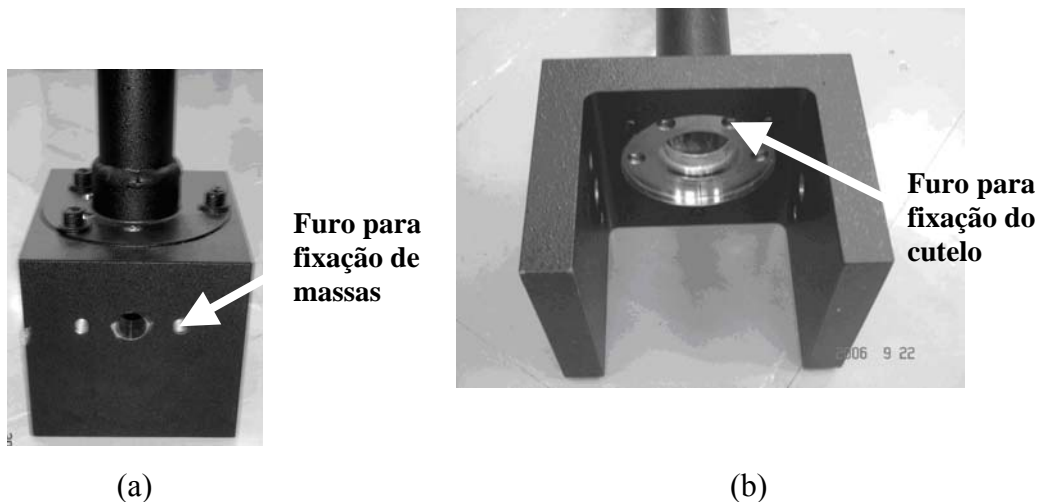


Figura 5.2 – Detalhe dos furos presentes no pêndulo leve da máquina de impacto Charpy, SATEC DI-300, do Laboratório A; (a) Furos para fixação de massas, (b) furos para fixação do cutelo.

Nestas condições, como a massa do pêndulo é ajustável, torna-se possível o emprego de uma segunda faixa de energia de impacto na máquina, o que proporciona maior confiabilidade nos resultados dos ensaios, atribuída aos níveis de energia de impacto mais compatíveis com a escala empregada.

A Figura 5.3 mostra a máquina de impacto do tipo Charpy, SATEC INSTRON, DI-300, instalada no Laboratório A.



Figura 5.3 – Máquina pendular de impacto Charpy, DI-300, 406,7J, instalada no Laboratório A.

A base de assentamento da máquina foi cuidadosamente projetada observando-se as recomendações do fabricante e de pesquisadores do NIST (VIGLIOTTI et al., 2000). A estrutura de concreto, os chumbadores de fixação, o isolamento anti-vibratório e a regularização da superfície de apoio, foram realizados segundo procedimentos normalizados (ISO/DIS 148-2, 2006; ASTM E 23-02a, 2002) . As Figuras 5.4 a 5.7, mostram algumas das etapas de preparação da base de assentamento da máquina e montagem de sensores.



Figura 5.4 – Cava de fundação para a deposição de concreto para a formação da base de assentamento da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A.



(a)



(b)

Figura 5.5 – Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Operação de centramento da máquina, (b) Deposição de concreto na cava de fundação.

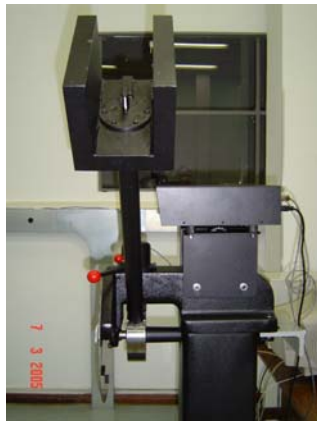


(a)



(b)

Figura 5.6 - Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Filtro em madeira para combater ruídos externos, (b) Deposição de graute para regularização da base de assentamento da máquina.



(a)



(b)

Figura 5.7 - Processo de instalação da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A; (a) Testes de funcionamento do martelo pendular, (b) Ajuste do sensor eletrônico de posicionamento (*encoder*) do martelo pendular.

A montagem dos sensores eletrônicos (*Encoder* e unidade de medição digital), assim como a verificação dos seus desempenhos em operação, foi feita segundo os procedimentos de montagem e operação descritos no manual de operação da máquina (USER'S GUIDE, 2004).

A confirmação da aptidão da máquina para ser utilizada nos ensaios de impacto Charpy se deu somente após uma verificação criteriosa de alguns parâmetros de funcionamento como: (a) estabilidade estrutural, (b) nível de perda de energia por atrito nos mancais e, (c) nível de perda de energia em 11 ciclos de operação.

5.2.2 Confeção dos corpos-de-prova do tipo Charpy e de tração

Para fabricar os corpos-de-prova da barra circular de aço AISI/SAE 4340 adquirida da AÇOCON foi utilizada uma oficina mecânica, USIPAM, conveniada ao CETEC, que empregou na usinagem os processos de corte, torneamento, fresamento, plainamento, retífica e tratamento térmico de recozimento.

As nove barras de aço AISI/SAE 4340 com diâmetro de 15,875mm (5/8") e comprimento de 2000mm foram inicialmente seccionadas em tamanhos de 60mm, cinco milímetros a mais que o tamanho do comprimento final padronizado do CP Charpy. Este tamanho adicional é conhecido por sobremetal. O valor do sobremetal foi definido em função das características dos dispositivos de aprisionamento da barra nas máquinas operatrizes convencionais da

oficina e da menor perda possível de material. Para os corpos-de-prova destinados ao ensaio de impacto Charpy foram retirados trinta segmentos com 60mm de comprimento cada totalizando duzentos e setenta segmentos representando as nove barras. Para os corpos-de-prova destinados aos ensaios de tração foram retirados, aleatoriamente, seis segmentos das barras com 110mm de comprimento cada. Os corpos-de-prova para o ensaio de tração foram usinados pelo processo de torneamento e suas características geométricas seguiram recomendações técnicas normalizadas (ASTM E 8-04, 2004). Já os corpos-de-prova para os ensaios de impacto do tipo Charpy foram confeccionados através dos processos de fresamento, plainamento, retífica e brochamento.

Durante grande parte do processo de usinagem foi necessário a aplicação de refrigeração no conjunto material-ferramenta de corte para reduzir o desgaste da ferramenta além de proporcionar melhor qualidade de acabamento superficial do corpo-de-prova. A ação de resfriar constantemente é devida ao alto valor de dureza Rockwell apresentada pelo material, na faixa de 43HRC a 45HRC informada pelo fornecedor e posteriormente confirmada no laboratório. Apesar do resfriamento, em muitos momentos foi necessário reafiar a ferramenta de corte.

Para qualificar o material adquirido, barra de aço AISI/SAE 4340, em termos de composição química, foi feita a retirada de pequenas pastilhas da barra por processo de torneamento empregando baixa rotação.

O tratamento térmico de recozimento foi aplicado em trinta e quatro corpos-de-prova destinados ao ensaio de impacto Charpy e em três corpos-de-prova destinados ao ensaio de tração. As propriedades mecânicas de tenacidade, dureza e tração desses materiais foram comparadas às propriedades dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000).

O termo recozimento se refere a um tratamento térmico no qual um material é exposto a uma temperatura elevada por um período de tempo prolongado, sendo ele então resfriado lentamente. Normalmente, o recozimento é realizado com os objetivos de: (a) aliviar tensões; (b) tornar o material mais macio e dúctil; e/ou (c) produzir um microestrutura específica. Qualquer processo de recozimento consiste em três estágios, quais sejam: (a) aquecimento até

a temperatura desejada, (b) manutenção ou “encharcamento” naquela temperatura, e (c) resfriamento lento, geralmente até a temperatura ambiente (CALLISTER JR., 2002).

O tratamento objetivou a redução da dureza do material para aproximadamente 32HRc. O material com a dureza reduzida foi comparado em termos de propriedades mecânicas de tração e tenacidade na temperatura de -40°C com o material de referência SRM 2096 (NIST, 2000).

O processo de usinagem adotado na realização do entalhe em “V” nos corpos-de-prova do tipo Charpy foi o de brochamento externo. A operação de brochamento, brocheamento ou brochagem consiste em remover material da superfície de uma peça, de forma progressiva, pela ação ordenada dos fios de corte, dispostos em série, de ferramentas multicortantes, conforme apresentado nas Figuras 5.8 e 5.9 - (TELECURSO 2000, 2004).



Figura 5.8 – Desenho representativo de uma brocha e suas partes (Adaptado de TELECURSO 2000, 2004).

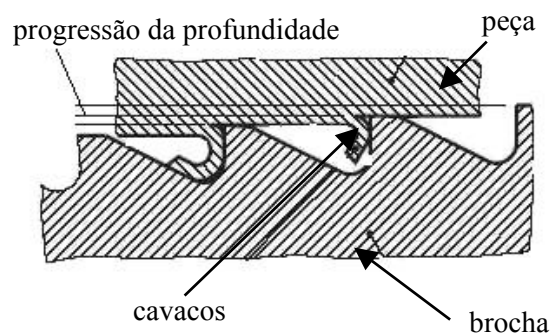


Figura 5.9 – Desenho representativo dos fios de corte de uma brocha (Adaptado de TELECURSO 2000, 2004).

Essas ferramentas, que se deslocam segundo uma trajetória retilínea, chamam-se brochas e a máquina que realiza a operação é a brochadeira ou brochadora - (TELECURSO 2000, 2004). O serviço foi realizado no Laboratório B. A máquina de brochamento empregada é do tipo hidráulica vertical, marca BLACKS STARTAC, automática, com acionamento manual por

botoeiras. A Figura 5.10 ilustra a máquina de brochamento e o detalhe da brocha na abertura de um entalhe em “V” no Laboratório B.

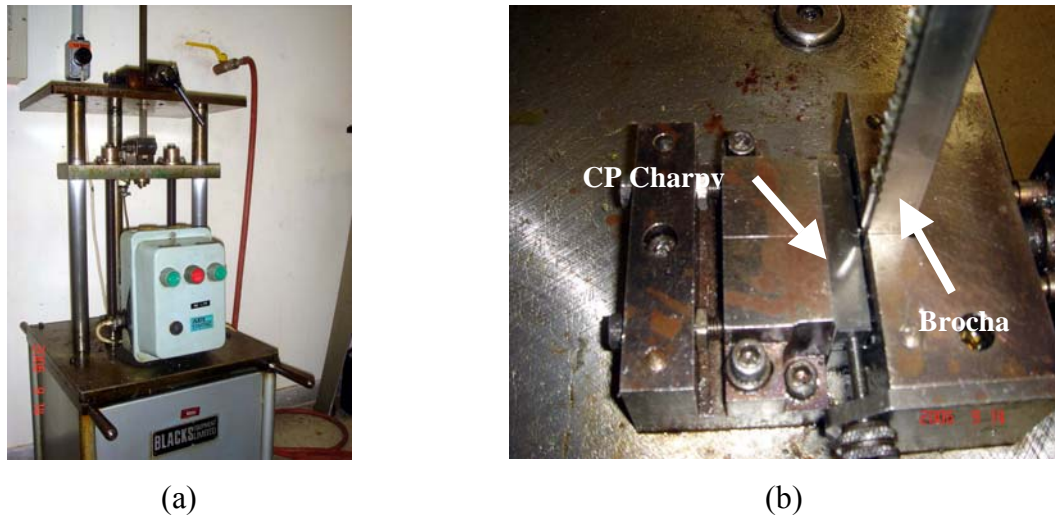


Figura 5.10 – Máquina de brochamento do Laboratório B, utilizada para abertura de entalhe em “V” em CPs de impacto Charpy; (a) Vista geral da máquina de brochamento e, (b) Detalhe do CP posicionado para abertura de entalhe .

5.2.3 Análise química do aço AISI/SAE 4340 e dos materiais de referência

Para a comprovação das composições químicas dos materiais de referência e do aço AISI/SAE 4340, adquirido na forma de tarugo com 15,875mm (5/8”) de diâmetro, foi realizada uma análise química na empresa VDL Siderurgia Ltda, em Itabirito/MG, para a determinação dos elementos presentes no material. A técnica de análise química empregada foi espectrometria de emissão ótica (Plasma).

O instrumento utilizado nas análises foi um espectrômetro marca ThermoARL, número de série 786, fabricante ARL *Metal Analyzer*, conectado e monitorado a um computador com *software* COFELAST.

5.2.4 Medição das dimensões dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova fabricados por usinagem foram avaliados dimensionalmente de acordo com os critérios estabelecidos em norma (ASTM E 23-02a, 2002; ASTM E 1271-94, 1994; ASTM E 8-04, 2004). As dimensões dos CPs, consideradas como essenciais, e que, de uma

forma ou de outra, influenciam os resultados dos ensaios, foram estatisticamente avaliadas. Os métodos de análise empregados foram: média, desvio-padrão, amplitude e testes de hipóteses. Em cada corpo-de-prova foram realizadas três séries de medição em posições eqüidistantes para cada dimensão estabelecida. Os instrumentos de medida aplicados no processo foram selecionados de acordo com a sua natureza, faixa nominal, exatidão, precisão e rastreabilidade. Para a medição do ângulo do entalhe, raio de curvatura na base do entalhe e ainda da profundidade do entalhe foi utilizada a máquina de medição por coordenada nos eixos XYZ, marca QUICK VISION – Mitutoyo, ótica, com lente de ampliação (2X utilizada na medição) monitorada por computador com *software* de controle. A máquina utilizada pertence ao Laboratório Dimensional de Metrologia do SENAI-EL em Contagem.

As Figuras 5.11 e 5.12 mostram a máquina tridimensional do SENAI-EL e a imagem analisada do entalhe em “V”.



Figura 5.11 – Máquina de medição tridimensional do Laboratório de Metrologia, SENAI-EL.

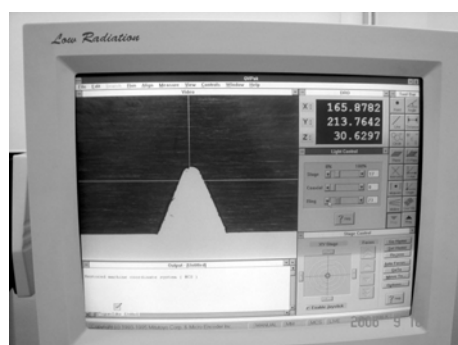


Figura 5.12 – Imagem do entalhe em “V” do corpo-de-prova Charpy, captada pela máquina tridimensional do Laboratório de Metrologia, SENAI-EL.

As características dos instrumentos de medição linear empregados na determinação do comprimento, altura, largura, altura sob entalhe, profundidade de entalhe¹⁰ (ensaios de impacto Charpy), diâmetro e comprimento dos corpos-de-prova (ensaios de tração) são apresentadas na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Instrumentos utilizados na medição das dimensões dos corpos-de-prova.

Tipo de instrumento	Marca	Sistema de indicação	Faixa Nom. (mm)	Resol. (mm)	Rastreab.
Paquímetro	Mitutoyo	Analógica	150	0,02	INMETRO
Micrômetro			25	0,01	
Micrômetro de ponta 15°			25	0,01	

Para uma análise individual e em grupo do aspecto superficial dos corpos-de-prova Charpy após os ensaios, os CPs foram identificados por uma marcador eletromecânico tipo punção, marca DREMEL ENGRAVER, modelo 290 (Figura 5.13).



Figura 5.13 – Identificação do corpo-de-prova Charpy com marcador eletromecânico tipo punção.

As Figuras 5.14 a 5.16 ilustram a seqüência das medições das dimensões dos corpos-de-prova dos ensaios de impacto Charpy e tração.

¹⁰ A profundidade de entalhe foi determinada pela subtração da largura pela altura sob entalhe. Uma medição direta foi realizada em alguns corpos-de-prova empregando-se a máquina de medição por coordenada XYZ do Laboratório de Metrologia Dimensional do SENAI-EL.



(a)



(b)

Figura 5.14 - Medição das dimensões dos corpos-de-prova Charpy utilizando paquímetro e micrômetro; (a) medição do comprimento e, (b) medição da altura.



(a)



(b)

Figura 5.15 - Medição das dimensões dos corpos-de-prova Charpy utilizando paquímetro e micrômetro de ponta; (a) medição do largura e, (b) medição da altura sobre o entalhe.

Já os corpos-de-prova destinados aos ensaios de tração foram numerados de 1 a 6, sendo que cada 3 unidades representam CPs sem tratamento térmico e com tratamento térmico de recozimento, respectivamente.



Figura 5.16 – Marcação da base de medida do corpo-de-prova de tração empregando o paquímetro.

5.2.5 Ensaio de dureza Rockwell - HRC

Dureza é uma medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada, como por exemplo, um risco ou uma pequena impressão (CALLISTER JR., 2002). É um método de ensaio empregado com muita frequência nas indústrias, por ser de fácil execução e baixo custo, servindo de estimativa para o limite de resistência a tração de um material. Existem vários métodos de ensaio, tais como: Dureza Brinell, Mohs, Vickers, etc. Os ensaios Rockwell constituem o método mais comumente utilizado para medir a dureza, pois eles são muito simples de executar e não exigem qualquer habilidade especial, além do que não é necessário preparar o CP com lixamento e polimento.

Segundo CALLISTER JR. (2002), a dureza dos materiais não é uma propriedade bem definida, o que nos impede em muitas das vezes converter a dureza de um material, medida em uma escala para outra de unidade diferente. Os dados de conversão mais confiáveis que existem são os dados para os aços.

Neste trabalho, foi empregado o método de dureza Rockwell para comparar as propriedades dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) com os corpos-de-prova confeccionados das barras de aço AISI/SAE 4340. Como os materiais de referência adquiridos são de aplicação exclusiva nos ensaios de impacto Charpy, determinou-se a dureza HRC desses materiais, convertendo-a para dureza Brinell (HB) - uso da tabela de conversão (CALLISTER JR., 2002) e posteriormente, aplicou-se a expressão de correlação com o limite de resistência do material¹¹, o que permitiu a comparação com os resultados encontrados nos ensaios de tração realizados nos corpos-de-prova confeccionados das barras de aço AISI/SAE 4340.

A Figura 5.17 ilustra um dos aparelhos de medição de dureza Rockwell utilizados: Durômetro Rockwell normal, marca *CLARK INSTRUMENT INC.*, modelo C12, número de série 16386, verificado previamente aos ensaios com bloco padrão de $62 \pm 1,2$ HRC no Laboratório A.

¹¹ Para a maioria dos aços, a dureza Brinell (HB) e o limite de resistência à tração (LRT) estão relacionados de acordo com a expressão: $LRT \text{ (MPa)} = 3,45 \times HB$ (Callister Jr., 2002).



(a)



(b)

Figura 5.17 – Máquina de medição de dureza, modelo C12, pertencente ao Laboratório A; (a) Detalhe do durômetro Rockwell e, (b) Medição da dureza de um corpo-de-prova.

Também foi utilizado o durômetro do Laboratório B, composto das escalas de medição de dureza Rockwell, Vickers e Brinell, marca *WOLPERT*, tipo DIA *TESTOR 2RC*, número de série 7189, que também teve o seu desempenho verificado previamente aos ensaios com bloco padrão de dureza de $29,9 \pm 1 \text{HRc}$.

5.2.6 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em seis corpos-de-prova retirados da barra de aço AISI/SAE 4340. Como parte da barra de aço sofreu tratamento térmico de recozimento, foram retirados três CPs da barra com tratamento térmico e três sem tratamento térmico. Os ensaios objetivaram a comparação das propriedades mecânicas do material, aço AISI/SAE 4340, com os valores tabelados em normas técnicas. As máquinas utilizadas para os ensaios tinham as seguintes características: (1) Máquina universal de ensaios (MUE) marca INSTRON, eletromecânica, número de série 5869P8823, com transdutor de força de 50kN acoplado ao sistema de medição; controle da máquina realizado por computador com *software* BLUEHILL versão 2.5 – pertencente ao Laboratório A; (2) Máquina universal de ensaios (MUE) marca INSTRON, eletromecânica, modelo 1125, número de série 6321, com transdutor de força de 100kN acoplado ao sistema de medição – pertencente ao Laboratório de Propriedades Mecânicas (SDT) do CETEC. As duas máquinas utilizadas possuíam

desempenho metrológico rastreável ao INMETRO. A Figura 5.18, (a, b), mostra as duas máquinas universais de ensaios.



Figura 5.18 – Máquinas universais de ensaios utilizadas nos ensaios de tração; (a) MUE 50kN do Laboratório A e, (b) MUE 100kN do Laboratório do SDT/CETEC.

5.2.7 Ensaio de impacto Charpy

Os corpos-de-prova dos ensaios de impacto do tipo Charpy realizados na temperatura de 0°C e nas temperaturas negativas foram condicionados em câmaras especiais – ensaios no Laboratório B e no Laboratório A. Para resfriar os CPs, utilizou-se nitrogênio líquido e álcool etílico. O monitoramento da temperatura do banho foi realizado com termopares acoplados a uma unidade eletrônica de medição. Todos os instrumentos empregados na medição mantêm rastreabilidade a um padrão e suas características metrológicas, tais como tipo e faixa nominal, foram adequadas as medições realizadas.

Nos ensaios de impacto Charpy, realizados no Laboratório A, foram utilizados os seguintes instrumentos:

- 1) Termômetro digital termopar , tipo J, com indicador digital marca *IOPETHERM* 41, faixa nominal de -40°C a +700°C;
- 2) Cronômetro digital, marca *TECHNOS QUARTZ*;

- 3) Máquina pendular de impacto do tipo Charpy com pêndulo em formato “U”, marca Satec Instron Dynatup, modelo DI-300, faixa nominal de 406,7J com cutelo ASTM.

As Figuras 5.19 e 5.20 mostram os instrumentos de controle e condicionamento dos CPs Charpy e detalhe da pinça ASTM do Laboratório A.

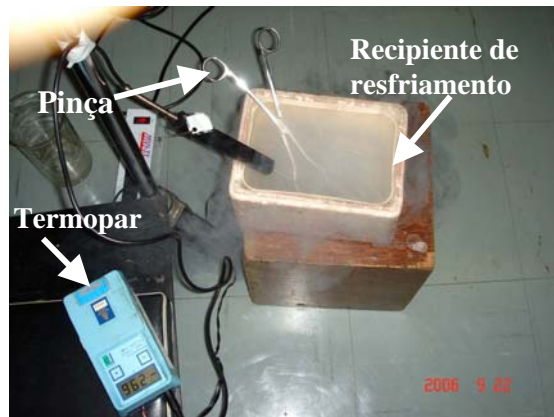


Figura 5.19 – Instrumentos de controle da temperatura do banho dos CPs Charpy; pinça ASTM e recipiente de resfriamento, pertencentes ao Laboratório A.



Figura 5.20 - Detalhe da pinça ASTM, que permite o auto centramento do corpo-de-prova Charpy nos dispositivos de apoio da máquina pendular.

Nos ensaios de impacto Charpy realizados no Laboratório B, foram utilizados os seguintes instrumentos:

- 1) Termômetro digital termopar, tipo K, modelo TK2-POTE, número de série 0310-TKT3- 020, com indicador digital marca WATLOW, faixa nominal de 2 ½ dígitos;

- 2) Máquina pendular de impacto do tipo Charpy com pêndulo em formato “C”, marca WOLPERT INSTRON, modelo PW30, faixa nominal de 300J com cutelo ISO; controlada por *software* IMPACT TESTING INSTRON.

O controle do tempo limite de 5s para os ensaios dos CPs de impacto Charpy realizados no Laboratório B, foram observados pelo operador da máquina, embora o mesmo não tenha registrado o período gasto para executar individualmente cada ensaio.

As Figuras 5.21 e 5.22 mostram alguns dos instrumentos empregados nos ensaios de impacto Charpy realizados no Laboratório B e a máquina pendular marca WOLPERT, modelo PW30.

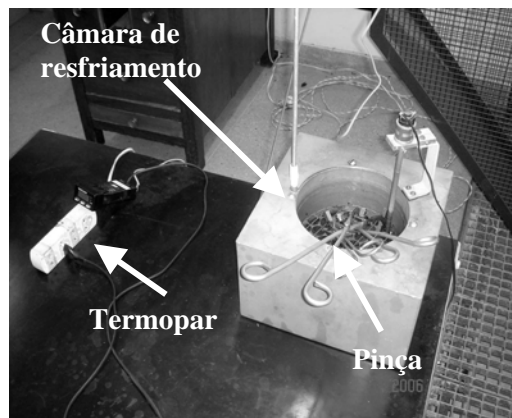


Figura 5.21 – Câmara de resfriamento, pinças e termopar (Laboratório B).



Figura 5.22 – Máquina pendular de impacto Charpy, 300J (Laboratório B).

Os CPs de impacto Charpy ensaiados no CDTN nas temperaturas de +50°C (T₅), +100°C (T₆) e +150°C (T₇), foram acondicionados imersos em *béquers* de vidro contendo água ou

óleo de soja. Para o aquecimento dos CPs até a temperatura de ensaio, cada béquer foi alternativamente posicionado sobre uma chapa aquecedora, marca FISATOM, modelo 501, número de série 109840, com indicador analógico, com faixa nominal de +50°C a +350°C e princípio de funcionamento por resistência elétrica.

A Tabela 5.5 identifica o meio de acondicionamento aplicado aos três grupos de temperatura citados acima.

Tabela 5.5 – Identificação do meio de acondicionamento dos corpos-de-prova Charpy.

Grupo	Temperatura de ensaio	Meio de acondicionamento
T ₅	+50°C	água
T ₆	+100°C	óleo de soja
T ₇	+150°C	óleo de soja

Previamente à realização dos ensaios de impacto Charpy, foram verificados os desempenhos de funcionamento das máquinas do CETEC e do CDTN. Os testes normalizados aplicados (ASTM E 23-02a, 2002; Vigliotti et al., 2000; ISO/DIS 148-2, 2006) incluíam: (a) verificação da perda de energia por atrito nos mancais, (b) verificação da perda de energia em 11 ciclos e, (c) verificação do tempo para realizar 100 ciclos. As características geométricas das duas máquinas foram avaliadas pelo Laboratório de Metrologia Dimensional – SENAI-EL (Contagem/MG).

Para a determinação das medidas de expansão lateral e porcentagem do aspecto fibroso apresentado pelos corpos-de-prova rompidos (aço AISI/SAE 4340 e materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096) nos ensaios de impacto Charpy, foram feitas no Laboratório de Metalografia do CDTN/CNEN, fotografias das superfícies de fratura. Para realizar as fotografias, foram empregadas uma lupa marca LEICA, modelo MZ6, e uma máquina fotográfica digital marca SONY, modelo W5, com resolução de 5 *Megapixels*. As imagens tiveram ampliação da lupa equivalente a 6,3 vezes e um *zoom* de 2,4 vezes da máquina digital.

Os materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) foram ensaiados na temperatura de $-40^{\circ}\text{C}\pm 1,3^{\circ}\text{C}$ (NIST, 2000) utilizando-se a máquina de impacto Charpy SATEC DI-300 do Laboratório A.

Os CPs de referência continham identificação do fabricante - NIST, além dos códigos relativos ao lote e nível de energia, conforme pode ser observado nas Figuras 5.23 e 5.24.



(a)



(b)

Figura 5.23 - Materiais de referência SRM 2092, baixo nível de energia de impacto; (a) SRM fora da embalagem identificada como lote LL 86, (b) Embalagem e endereço do produtor do SRM.



(a)



(b)

Figura 5.24 - Materiais de referência SRM 2096, alto nível de energia de impacto; (a) SRM fora da embalagem identificada como lote HH 85, (b) Identificação do SRM por lote, número e produtor.

Os materiais de referência estavam em embalagens especiais que preservaram o aspecto das suas superfícies conforme observado na Figura 5.25. O certificado dos materiais de referência (NIST, 2000) com número 21086954, era datado de 12 de junho de 2001.



Figura 5.25 – Embalagem para manutenção do aspecto das superfícies dos materiais de referência durante o transporte e armazenamento.

As dimensões dos materiais de referência foram determinadas aplicando-se os mesmos procedimentos adotados para os CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 (ASTM E 23-02a, 2002). A Figura 5.26 mostra o aspecto superficial dos materiais de referência e dos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340.

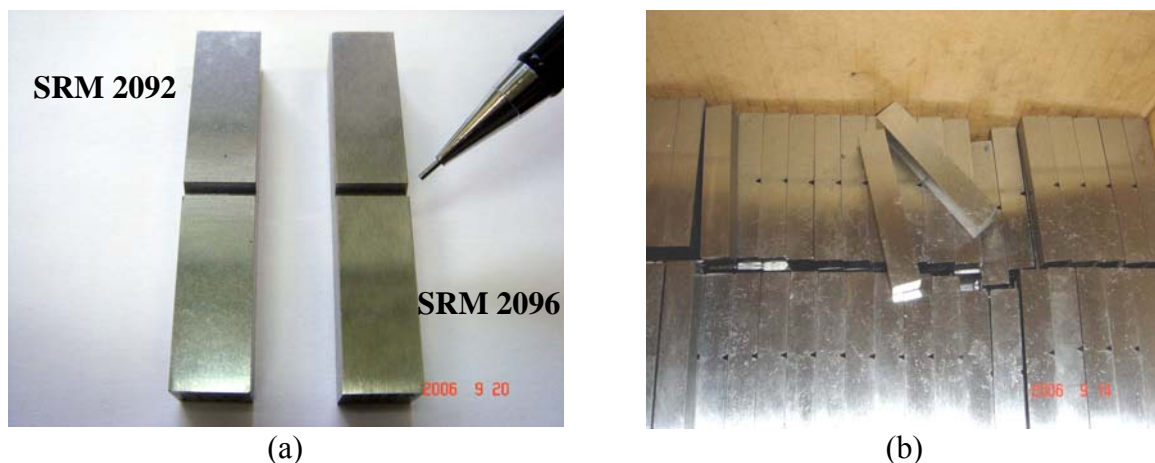


Figura 5.26 – Aspecto superficial dos corpos-de-prova Charpy. (a) Materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 e, (b) Materiais confeccionados do aço AISI/SAE 4340.

5.2.8 Análise macro e fractográfica dos corpos-de-prova após os ensaios

As análises macrofractográficas dos corpos-de-prova especialmente de impacto Charpy, objetivaram: (a) a identificação de marcas nos CPs, (b) a identificação de irregularidade de contato do cutelo com o corpo-de-prova e, (c) a elaboração de uma tabela com a aparência das fraturas que permitiram a classificação percentual das fraturas conforme o guia para estimativa de aspecto de fratura da ASTM E 23-02a (2002). As fotografias foram realizadas por uma máquina fotográfica digital acoplada a uma lupa conforme citado anteriormente.

Para a medição da expansão lateral e da superfície de fratura foram utilizados os programas de análise de imagens e gráficos: (1) “Firegraphic” versão 4.0, 2002 e, (2) “Origin” versão 7.0, 2002. As dimensões A e B da superfície fraturada (ASTM E 23-02a, 2002) foram determinadas conforme apresentado na Figura 5.27. A dimensão A tem valor nominal máximo correspondente a 10mm, enquanto a dimensão B tem valor nominal máximo de 8mm.

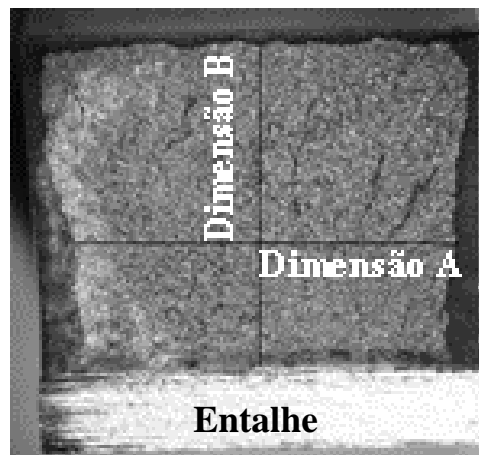


Figura 5.27 – Superfície fraturada de um corpo-de-prova Charpy identificando as dimensões para a determinação da expansão lateral.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) objetivaram a identificação da morfologia das fraturas. As análises por MEV foram feitas em um microscópio marca JEOL, modelo JSM-5310 do Laboratório de Microscopia Eletrônica do CDTN/CNEN.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir, serão apresentados os resultados dos ensaios realizados e uma discussão sobre eles.

6.1 Análise química

As Tabelas 6.1 a 6.4 apresentam os resultados encontrados na análise química: composição química (média de duas determinações).

Tabela 6.1 - Composição química do material de referência SRM 2092 (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,401	0,713	0,318	0,004	0,002	1,745	0,805	0,239

Tabela 6.2 - Composição química do material de referência SRM 2096 (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,395	0,692	0,318	0,004	0,002	1,750	0,799	0,236

Tabela 6.3 - Composição química do aço AISI/SAE 4340, sem tratamento térmico (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,417	0,715	0,250	0,015	0,008	1,731	0,752	0,255

Tabela 6.4 - Composição química do aço AISI/SAE 4340, recozido (% em peso).

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo
Composição	0,420	0,713	0,250	0,016	0,008	1,732	0,750	0,252

Os valores de composição química encontrados são compatíveis com aqueles apresentados no certificado de conformidade do fornecedor do material (Tabela 5.2) e estão dentro da faixa de tolerância prevista para a classificação do aço AISI/SAE 4340 (Tabela 4.2). Embora as composições químicas sejam independentes dos processos de tratamento térmico, foram determinadas as composições para o aço AISI/SAE 4340 no estado recozido e sem tratamento

térmico (Tabelas 6.3 e 6.4) em razão do processo aleatório de amostragem empregado na escolha das barras, e da origem das mesmas.

O NIST, produtor dos materiais de referência SRM 2092 (baixa energia) e SRM 2096 (alta energia), não fornece em certificado ao usuário os valores da composição química característicos dos MRs.

6.2 Análise metalográfica

As Figuras 6.1 a 6.4 mostram as fotomicrografias típicas observadas nos CPs confeccionados das barras de aço AISI/SAE 4340 (sem tratamento térmico e recozidas), que foram ensaiados na temperatura de -40°C nas máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B.

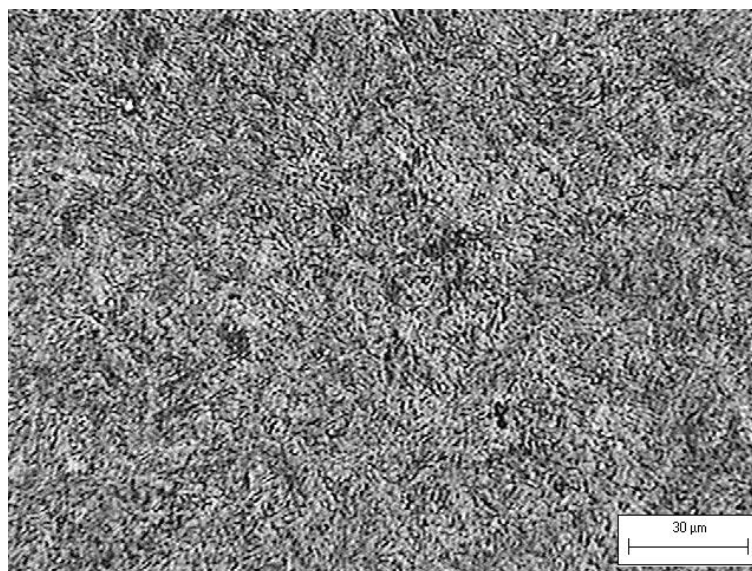


Figura 6.1 – Fotomicrografia dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico (estado de entrega), ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 200X.

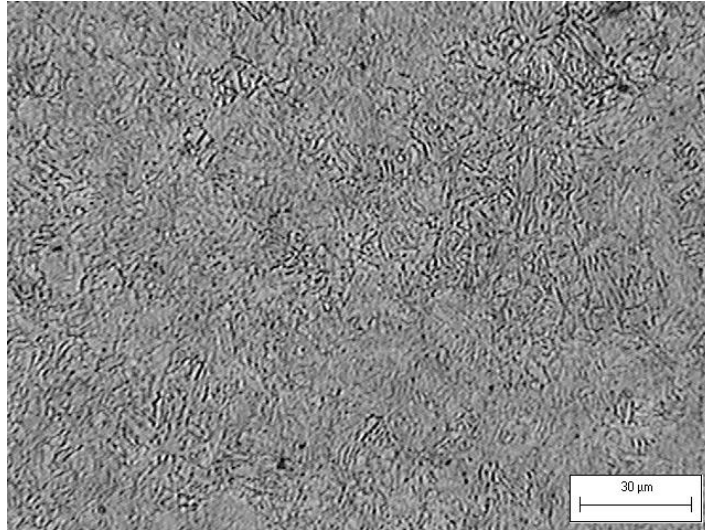


Figura 6.2 – Fotomicrografia dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos, ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 200X.

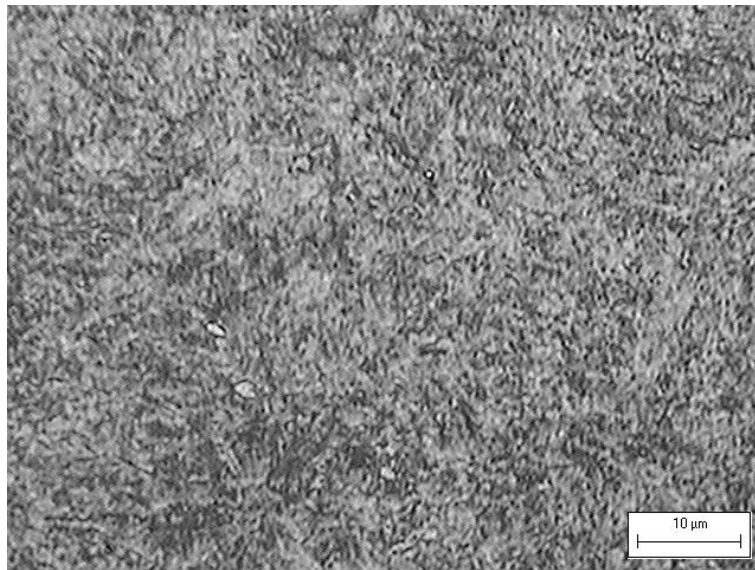


Figura 6.3 – Fotomicrografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico (estado de entrega), ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 500X.

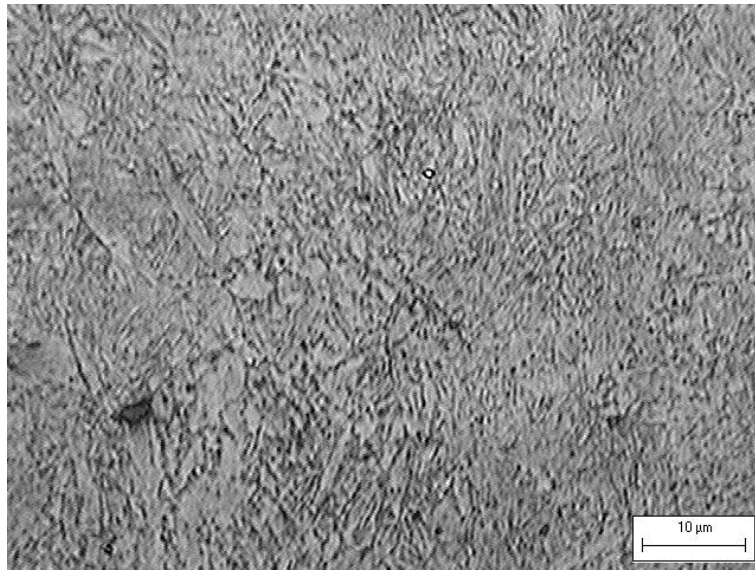


Figura 6.4 – Fotomicrografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos, ensaiados nos Laboratórios A e B - ataque nital – 500X.

As Figuras 6.5 a 6.7 mostram as fotomicrografias típicas observadas nos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 que foram ensaiados na temperatura de -40°C na máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A.

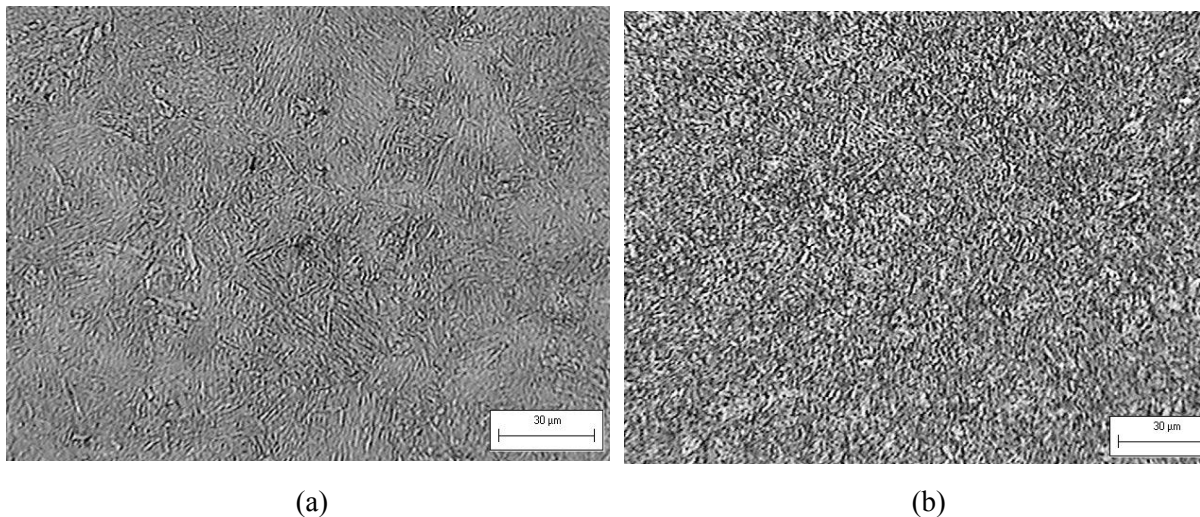


Figura 6.5 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; ataque nital, (a) SRM 2092 – 200X; (b) SRM 2096 – 200X.

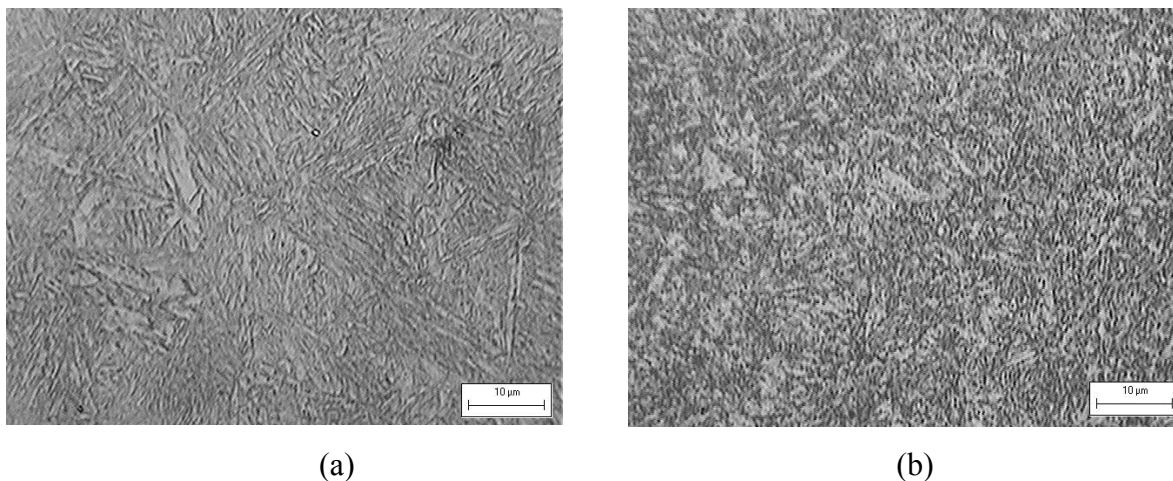


Figura 6.6 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; ataque nital. (a) SRM 2092 – 500X; (b) SRM 2096 – 500X.

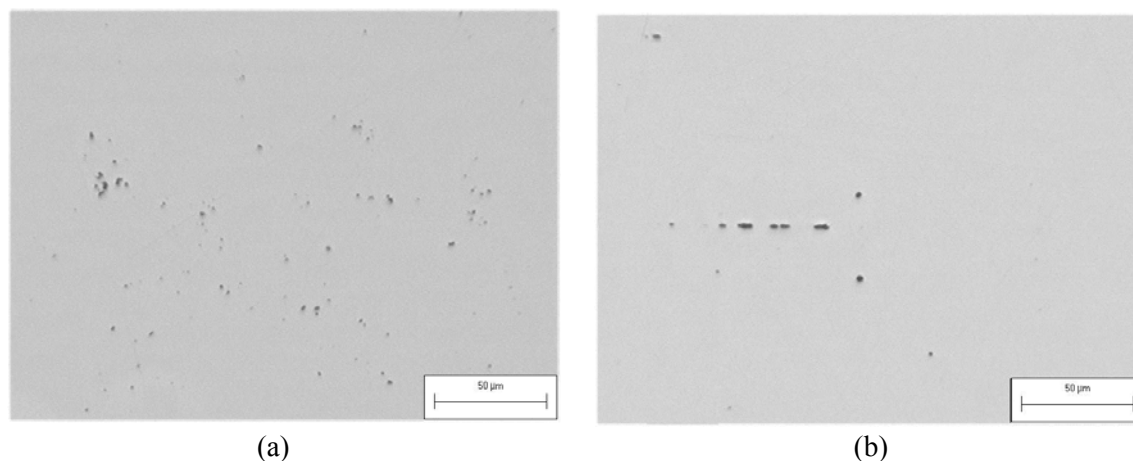


Figura 6.7 – Fotomicrografia típica dos materiais de referência ensaiados no Laboratório A; sem ataque, (a) SRM 2092, com inclusões – 200X; (b) SRM 2096, com inclusões – 500X.

Observando-se as fotomicrografias, nota-se que:

- a) As fotografias mostram a semelhança de microestrutura, em função do estado das amostras.
- b) O estado de entrega (correspondente ao SRM 2092) apresenta martensita; o estado recozido (correspondente ao SRM 2096) apresenta perlita.

6.3 Ensaio de dureza Rockwell - HRc

Os valores de dureza Rockwell medida nos corpos-de-prova do aço AISI/SAE 4340 mostraram dispersões em comparação aos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096

que também são produzidos a partir do aço 4340 e recebem posteriormente tratamento térmico (VIGLIOTTI et al., 2000). A Tabela 6.5 mostra os valores de dureza determinados para os CPs de aço AISI/SAE 4340 e os materiais de referência.

Tabela 6.5 – Valores de dureza HRc determinados para o aço AISI/SAE 4340 e materiais de referência e dureza Brinell (HB) correspondente.

Referência do CP	Tratamento térmico	Dureza (HRc)			Dureza ^(a) (HB)	Medição Laboratório
		Média	Desvio padrão	Amplitude		
T ₈	estado de entrega	44,0	0,82	3,0	475	A
T ₉	estado de entrega	43,3	2,23	7,0	475	B
SRM 2092	estado de entrega	44,5	0,50	1,0	475	A
T ₁₀	recozimento	27,8	0,43	1,5	285	A
T ₁₁	recozimento	29,3	1,05	4,0	293	B
SRM 2096	recozimento	31,9	0,22	0,50	340	A

(a) Os valores apresentados foram obtidos da tabela de conversão de dureza (CALLISTER JR., 2002) e referem-se ao valor médio da dureza HRc.

Pelos resultados apresentados na Tabela 6.5, observa-se que os corpos-de-prova T₈ e T₉ (confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340) apresentam dureza mais próxima do material de referência equivalente, SRM 2092. Embora a variação máxima considerando-se o valor médio tenha sido de 1,2HRc, o valor é correspondente a média das faixas de erro dos padrões de dureza empregados na calibração dos durômetros pertencentes aos Laboratórios A e B.

Já os CPs T₁₀ e T₁₁ (confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 e com tratamento térmico de recozimento) apresentaram valores de dureza mais distantes em comparação ao material de referência equivalente, SRM 2096. Segundo VIGLIOTTI et al. (2000), se um lote de materiais de referência destinados a calibração indireta de máquinas de impacto Charpy

apresentar valores de dureza com dispersão superior a 0,5HRc, ocorre a recusa do lote no processo de produção de materiais de referência.

6.3.1 Análise estatística dos resultados (Testes de hipóteses)

Os testes de hipóteses foram realizados com o programa de computador “Origin” para verificar se ocorreu diferença significativa entre as médias dos valores de dureza apresentadas pelos CPs T₈, T₉, T₁₀ e T₁₁ em relação aos valores apresentados pelos materiais de referência. Os resultados estão apresentados no Anexo B1.

No primeiro teste realizado, formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de dureza HRc (realizados no Laboratório A) do material de referência SRM 2092 e dos CPs T₈ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2092}} = \mu_{\text{T8}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de dureza HRc do material de referência SRM 2092 e do CPs T₈ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2092}} \neq \mu_{\text{T8}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi observado diferença significativa entre as médias avaliadas.

No segundo teste realizado, formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de dureza HRc (realizados no Laboratório A) do material de referência SRM 2096 e dos CPs T₁₀ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2096}} = \mu_{\text{T10}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de dureza HRc do material de referência SRM 2096 e do CPs T₁₀ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2096}} \neq \mu_{\text{T10}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula deveria ser rejeitada, ou seja, ocorreu diferença significativa entre as médias avaliadas.

No terceiro teste realizado formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de dureza HRc (realizados nos Laboratórios A e B) dos CPs T₁₀ e T₁₁ de aço

AISI/SAE 4340 - ($\mu_{T10} = \mu_{T11}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de dureza HRc dos CPs T₁₀ e T₁₁ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{T10} \neq \mu_{T11}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula deveria ser rejeitada, ou seja, ocorreu diferença significativa entre as médias avaliadas.

No quarto teste realizado, formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de dureza HRc (realizados nos Laboratórios A e B) dos CPs T₈ e T₉ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{T8} = \mu_{T9}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de dureza HRc dos CPs T₈ e T₉ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{T8} \neq \mu_{T9}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi observada diferença significativa entre as médias avaliadas.

O valor P (probabilidade de cauda) apresentado nos resultados dos Testes de hipóteses (Anexo B1), representa a probabilidade de se obter uma diferença entre a média (\bar{x}) e a hipótese (μ_0) numericamente igual ou superior à diferença efetivamente observada. Se o valor P é inferior ou no máximo igual ao nível de significância, a hipótese nula deve ser rejeitada; em caso contrário, aceita-se a hipótese nula (FREUND e SIMON, 2000).

Pela análise dos testes estatísticos realizados observou-se que o tratamento térmico de recozimento não conseguiu reproduzir exatamente a microestrutura do aço SRM 2096.

6.4 Ensaio de tração

As propriedades mecânicas determinadas para o aço AISI/SAE 4340 podem ser visualizadas nas Tabelas 6.6 e 6.7.

Tabela 6.6 – Resultados dos ensaios de tração: CPs sem tratamento térmico.

CP Nº	Diâmetro (mm)	Força Max (kN)	Lim de Res (MPa)	Along ^(a) (%)	Red de área (%)
4	6,32	48,31	1540	19	53
5	6,36	51,15	1610	17	53
6	6,28	51,73	1670	16	49
Média	6,32	50,40	1607	17	52
Desvio padrão	0,04	1,83	65,1	1,7	2,7

(a) Base de medida utilizada: 25mm

Tabela 6.7 – Resultados dos ensaios de tração: corpos-de-prova com tratamento térmico de recozimento.

CP Nº	Diâmetro (mm)	Força (kN)		Limite (MPa)		Along ^(a) (%)	Red área (%)
		Escoam	Max	Escoam	Resist		
1	6,34	25,95	29,55	822	936	25	59
2	6,28	24,69	27,91	797	901	26	59
3	6,32	26,10	29,71	832	947	25	59
Média	6,31	25,58	29,06	817	928	26	59
Desvio padrão	0,03	0,78	0,97	18,0	24,0	0,72	0,16

(a) Base de medida utilizada: 25mm

Pelos resultados encontrados observa-se que o limite de resistência dos corpos-de-prova sem tratamento térmico (no estado de entrega) foi bem superior aos limites de resistência dos CPs com tratamento térmico de recozimento. Por outro lado, a ductilidade dos CPs sem tratamento térmico apresentou valor um pouco abaixo em comparação aos CPs com tratamento térmico de recozimento.

Os limites de resistência calculados para os materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000), baseados nos valores de dureza HB apresentados na Tabela 6.5 e na expressão indicada por CALLISTER JR. (2002), foram 1640MPa e 1170MPa, respectivamente.

A expressão de correlação do limite de resistência com a dureza Brinell é uma fórmula determinada empiricamente, o que dificulta avaliar detalhadamente prováveis desvios obtidos nos resultados. No entanto, a título de comparação das propriedades mecânicas dos CPs confeccionados e dos MRs com as características do aço AISI/SAE 4340 numa determinada condição de tratamento térmico observa-se que os valores de resistência mecânica e ductilidade dos CPs confeccionados e dos MRs são muito superiores aos indicados na Tabela 4.3.

Os CPs sem tratamento térmico não apresentaram limite de escoamento definido e, em razão das dimensões reduzidas do comprimento útil (ASTM E 8-04, 2004) não foi possível acoplar um extensômetro mecânico nos corpos-de-prova para a determinação do limite convencional de escoamento a 0,2% (ASTM E 8-04, 2004).

A Figura 6.8 mostra um gráfico do ensaio a tração de um dos CPs com tratamento térmico de recozimento – ensaio realizado no Laboratório A.

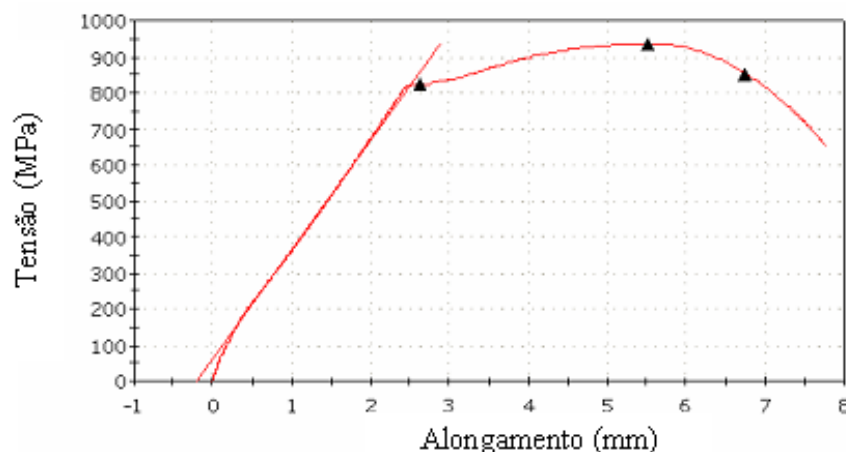
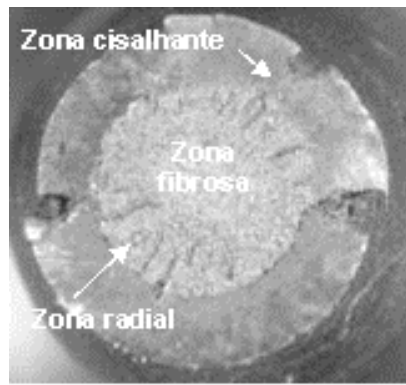
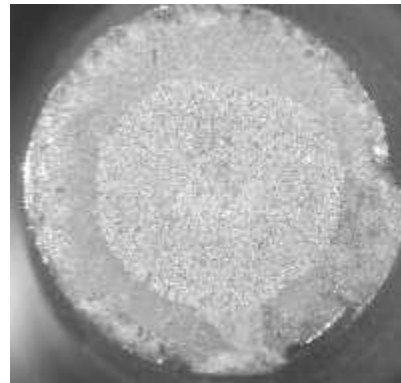


Figura 6.8 – Curva tensão *versus* alongamento de um ensaio a tração - Aço AISI/SAE 4340.

As fraturas típicas do tipo taça-cone e as zonas de fratura: fibrosa, radial e cisalhante foram observadas nos corpos-de-prova ensaiados a tração, conforme pode ser visto na Figura 6.9.



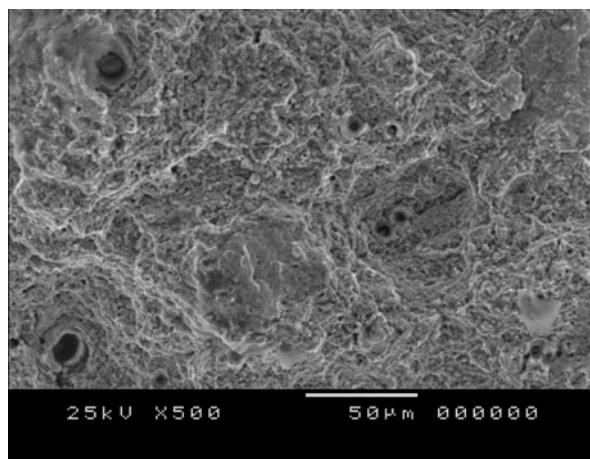
(a)



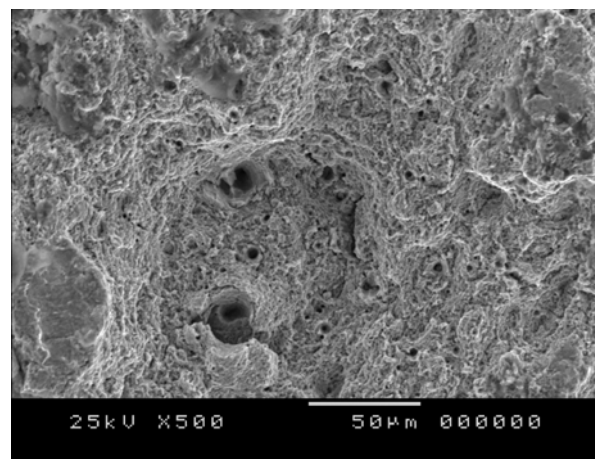
(b)

Figura 6.9 – Macrofractografias dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 ensaiados a tração; (a) recozido e, (b) sem tratamento térmico.

As Figuras 6.10 e 6.11 mostram as microfractografias típicas observadas nos CPs da barra de aço AISI/SAE 4340 ensaiados a tração.

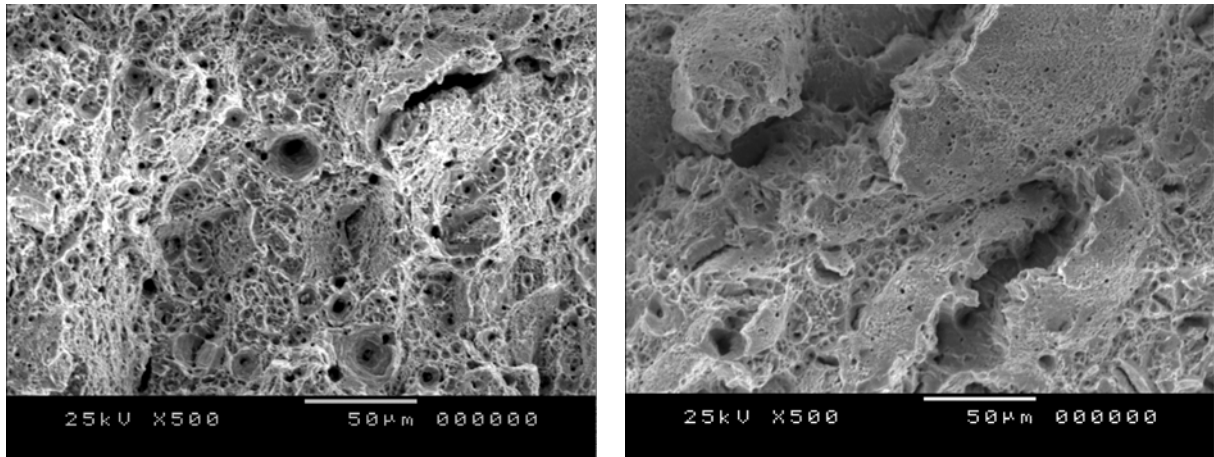


(a)



(b)

Figura 6.10 – Microfractografias de duas regiões (a, b) de um dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozido, ensaiado a tração, MEV – 500X.



(a)

(b)

Figura 6.11 – Microfractografias de duas regiões (a, b) de um dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico, ensaiado a tração, MEV – 500X.

Nota-se, nas Figuras 6.10 e 6.11, que as microfractografias revelam a presença de *dimples*, característicos de materiais com comportamento dúctil e com apreciável deformação plástica.

6.5 Ensaio de impacto Charpy

A seguir serão apresentados os resultados do desempenho de estabilidade estrutural das máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B, das energias de impacto absorvidas pelos materiais de referência SRM 2092, SRM 2096 e pelos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos e sem tratamento térmico.

6.5.1 Montagem da máquina de impacto Charpy

As máquinas de impacto Charpy dos Laboratórios A e B apresentaram estabilidade estrutural de fixação que foi comprovada pela ausência de movimentos da parte rígida das máquinas. A verificação foi realizada com o emprego de um copo com água que foi posicionado sobre a base da máquina. Durante a movimentação do pêndulo e contato com o corpo-de-prova, não foi observado a vista desarmada a formação de ondas no interior do copo. A inexistência de ondulações caracteriza o sucesso do processo de instalação e fixação da máquina de impacto Charpy.

Os resultados da calibração direta (ASTM E 23-02a, 2002) das máquinas A e B, realizada no Laboratório de Metrologia Dimensional do SENAI-EL indicaram que as máquinas apresentavam características geométricas compatíveis com os parâmetros estabelecidos em norma.

Os testes de verificação de funcionamento e resposta das máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B quanto as perdas de energia por atrito nos mancais, nos 11 ciclos e 100 ciclos de balanço do pêndulo estão apresentados na Tabela 6.8. Os testes de verificação (ASTM E 23-02a, 2002) foram previamente executados antes dos ensaios de impacto Charpy nos corpos-de-prova do aço AISI/SAE 4340 e dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000).

Tabela 6.8 – Perdas de energia das máquinas dos Laboratórios A e B.

Máquina (Laboratório)	Faixa nominal de energia (J)	Perda de energia por atrito (J)	Perda de energia em 11 ciclos (J)	tempo em 100 Ciclos (s)
A	406,7	0	1,03	247,2
B	300,0	1,2	1,00	ND

ND – não detectada.

As perdas de energia das máquinas foram verificadas nos sistemas de leitura analógico e digital para o Laboratório A, e somente no sistema de leitura analógico para o Laboratório B.

As Figuras 6.12 e 6.13 ilustram as ações de verificação de funcionamento e resposta da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A.

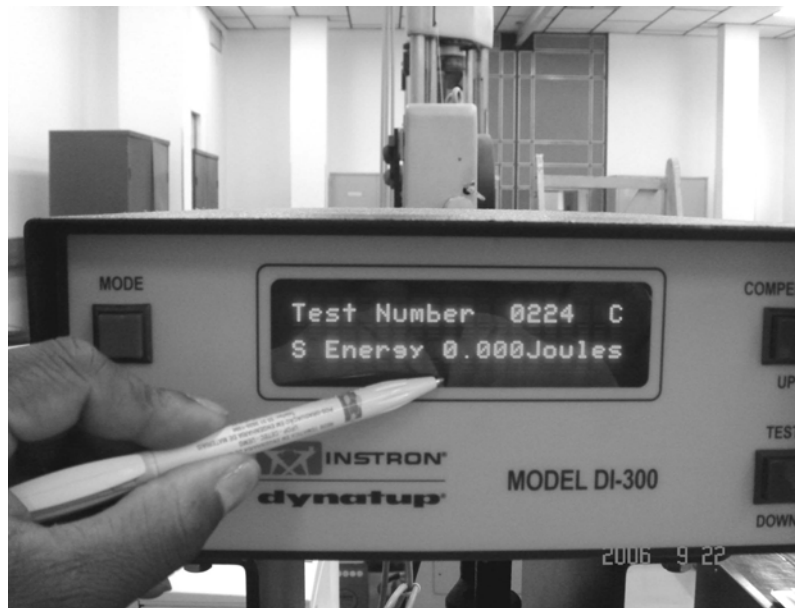
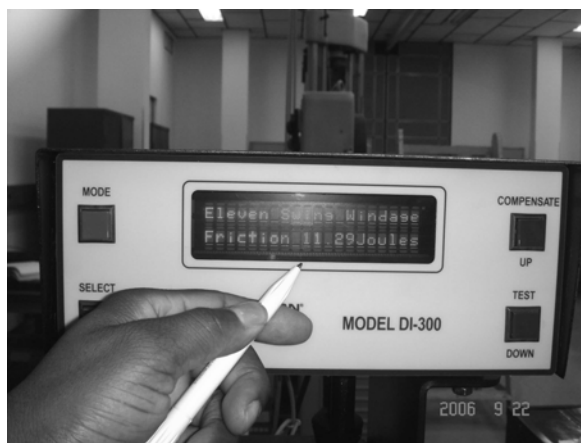
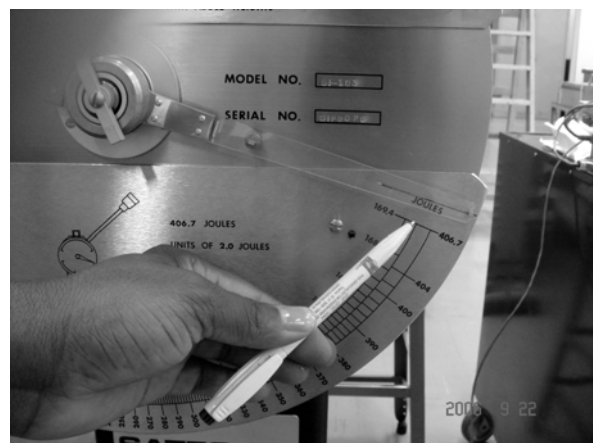


Figura 6.12 – Indicação da perda de energia por atrito da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A.



(a)



(b)

Figura 6.13 – Indicação dos valores de energia de impacto nos testes de verificação de desempenho da máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A, (a) Perda de energia nos 11 ciclos, (b) mobilidade do indicador analógico.

6.5.2 Comportamento dos CPs do tipo Charpy

As características geométricas e dimensionais dos corpos-de-prova confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 ficaram em conformidade com as recomendações técnicas (ASTM E

23-02a, 2002; ISO/DIS 148-3, 2006) de forma e dimensões para corpos-de-prova padrão (10mmx10mmx55mm) para ensaios de impacto do tipo Charpy.

As dimensões e formato do entalhe em “V”, realizado pelo processo de brochamento também ficaram de acordo com a norma técnica ASTM E 23-02a (2002). As dimensões dos corpos-de-prova de referência, SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) também foram determinadas e apresentaram valores dentro das faixas de tolerância. A Figura 6.14 mostra o aspecto de um entalhe em “V” obtido pelo processo de brochamento.

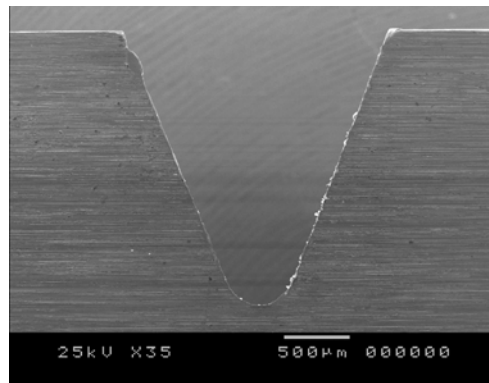


Figura 6.14 – Aspecto típico do entalhe em “V” confeccionado por processo de brochamento nos CPs do tipo Charpy, de aço AISI/SAE 4340, MEV-35X.

A Figura 6.15 e a Tabela 6.9 ilustram o comportamento geral das dimensões dos CPs da barra de aço AISI/SAE 4340 e dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096. Os anexos (A1 e A2) apresentam as tabelas com as medições realizadas nos corpos-de-prova da barra AISI/SAE 4340 e dos materiais de referência.

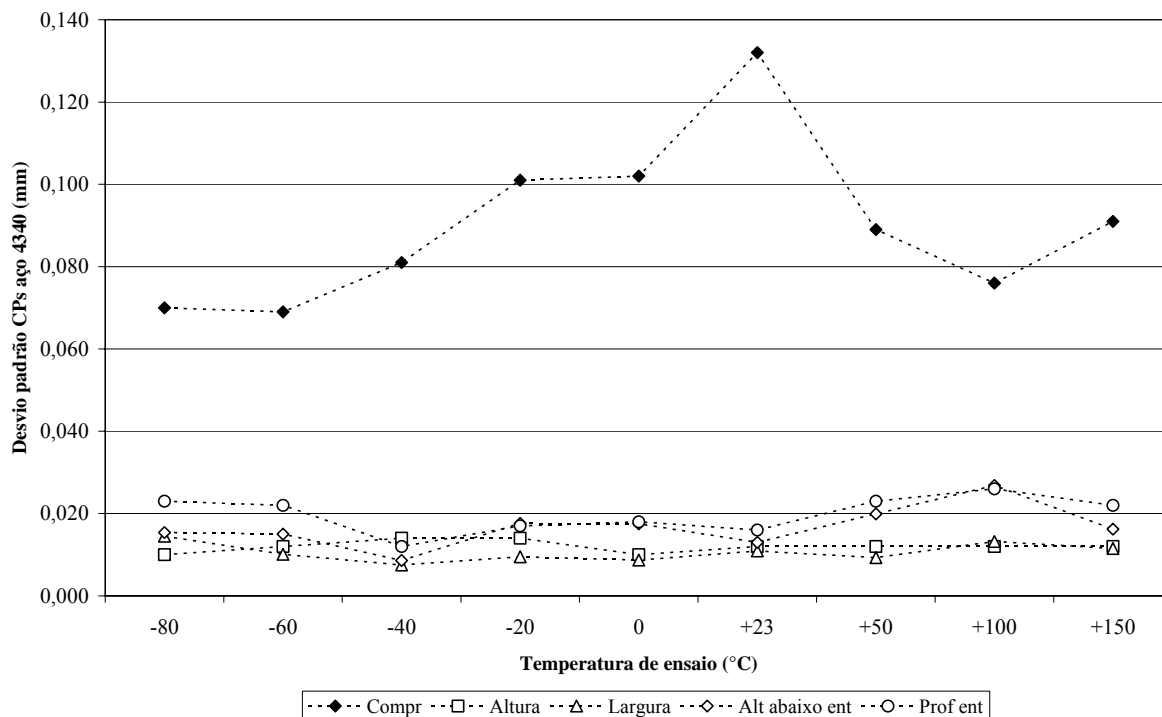
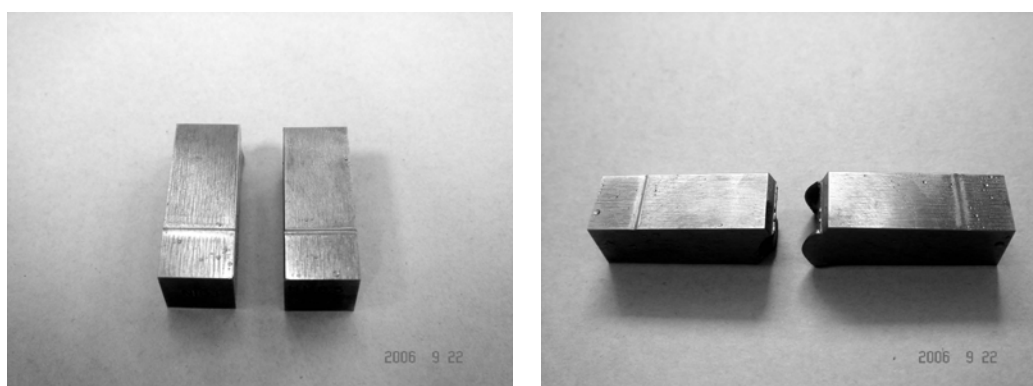


Figura 6.15 – Gráfico do desvio padrão observado nas medições das dimensões dos CPs do tipo Charpy confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340.

Tabela 6.9 – Desvio padrão observado nas medições das dimensões dos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096.

MRC N ^o	Lote N ^o	Dimensões (mm)				
		Compr.	Altura	Largura	Alt. abaixo do ent.	Prof. do entalhe
SRM 2092	LL86	0,08	0,01	0,01	0,01	0,00
SRM 2096	HH85	0,06	0,00	0,01	0,01	0,02

Quando os corpos-de-prova de impacto Charpy apresentam dimensões corretas e ocorre a atuação do cutelo do martelo pendular da máquina na face oposta e no ponto central da maior dimensão do corpo-de-prova, ficam registradas marcas regulares e bem definidas nas partes constantes do corpo-de-prova após o ensaio (VIGLIOTTI et al., 2000). A Figura 6.16 mostra estas marcas, características de um ensaio de impacto do tipo Charpy bem sucedido. Os CPs apresentados na Figura 6.16 referem-se a dois materiais de referência que apresentaram marcas regulares e bem definidas. A largura destas marcas também identifica a condição das características dimensionais do apoio do CP – distância e raio (ASTM E 23-02a, 2002).



(a)

(b)

Figura 6.16 – Marcas presentes nos materiais de referência após os ensaios; (a) SRM 2092, LL 86, 546, (b) SRM 2096, HH 85, 497.

Em muitos dos casos, outras marcas que ficam registradas nos corpos-de-prova são decorrentes do contato dos mesmos com as proteções das máquinas, geralmente grades de aço, ou do contato com alguma parte integrante do martelo, do contato com o piso quando na ausência das grades de proteção, ou até mesmo de falha na centralização do CP nos dispositivos de apoio da máquina.

Verificou-se também a direção de saída do corpo-de-prova no momento de seu rompimento. Segundo VIGLIOTTI et al. (2000), os corpos-de-prova considerados de baixa energia devem deixar a máquina após o rompimento, no sentido oposto ao movimento de atuação do martelo pendular. Por outro lado, os corpos-de-prova de alta energia devem deixar a máquina após o rompimento, no mesmo sentido de movimento de atuação do martelo pendular.

As Figuras 6.17 e 6.18 mostram as variações nas energias de impacto Charpy, nos valores da expansão lateral e nas superfícies de fratura com as alterações de temperatura de ensaio dos corpos-de-prova confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico.

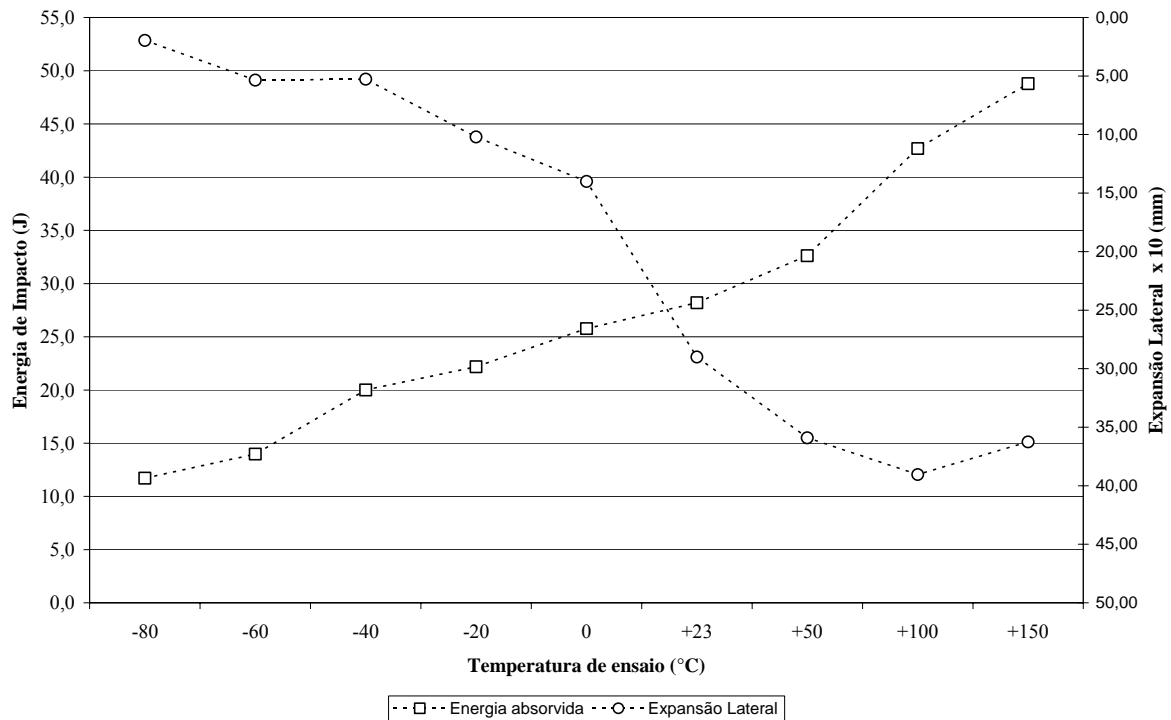


Figura 6.17 – Gráfico da energia de impacto Charpy *versus* temperatura; expansão lateral *versus* temperatura, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico.

Os valores de expansão lateral apresentados na Figura 6.17 estão multiplicados por um fator 10 e correspondem às dimensões determinadas nos corpos-de-prova que apresentaram valor de energia absorvida o mais próximo do valor médio calculado para o grupo de CPs ensaiados na mesma temperatura.

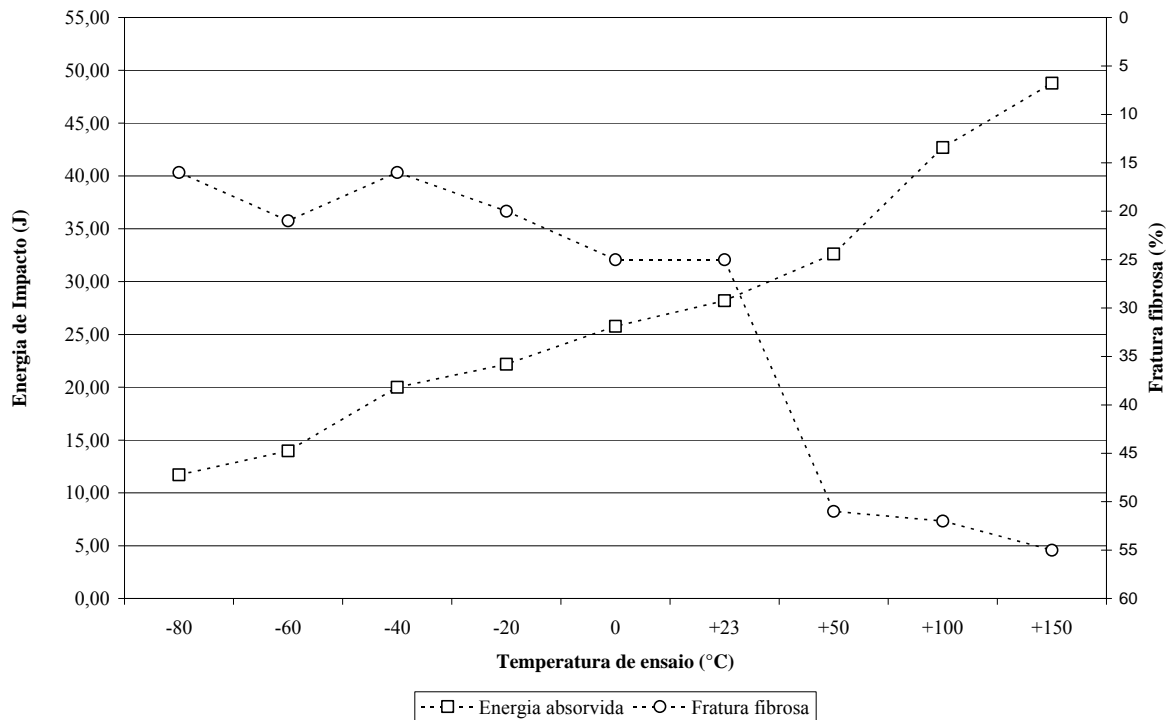


Figura 6.18 – Gráfico da energia de impacto Charpy *versus* temperatura; superfície de fratura *versus* temperatura, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barras de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico.

A Figura 6.19 mostra o desvio padrão observado nos diversos níveis de energia de impacto Charpy com as alterações de temperatura de ensaio dos corpos-de-prova confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340.

Os valores de energia absorvida apresentados nas Figuras 6.17–6.19 são referentes aos valores médios de energia de impacto em cada temperatura de ensaio.

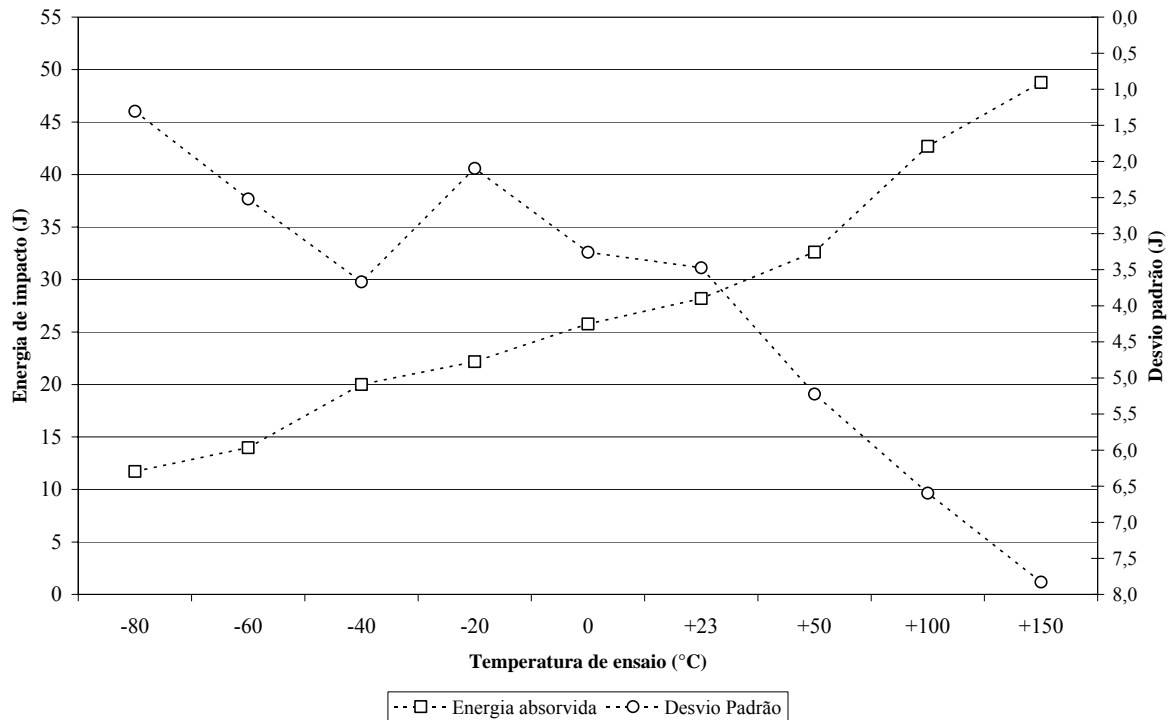


Figura 6.19 – Gráfico da energia de impacto Charpy *versus* desvio padrão, observado nos ensaios realizados nos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 sem tratamento térmico.

A Tabela 6.10 e as Figuras 6.20 e 6.21 mostram os valores determinados da expansão lateral e porcentagem da área dúctil das superfícies dos corpos-de-prova (ASTM E 23-02a, 2002) ensaiados referentes a barra de aço AISI/SAE 4340 e aos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000).

Tabela 6.10 – Valores determinados da expansão lateral dos corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340 recozidos e sem tratamento térmico (estado de entrega) e dos MRs SRM 2092 e SRM 2096 submetidos ao ensaio de impacto Charpy.

Tratamento térmico	Temperatura de ensaio (°C)	Código de referência	Expansão lateral (mm)
sem tratamento	+150	T ₇	3,63
sem tratamento	+100	T ₆	3,90
sem tratamento	+50	T ₅	3,59
sem tratamento	-80	T ₄	0,19
sem tratamento	-60	T ₃	0,53
sem tratamento	-40	T ₈	0,84
sem tratamento	-40	T ₉	0,53
recozimento	-40	T ₁₀	3,60
recozimento	-40	T ₁₁	3,86
sem tratamento	-20	T ₂	1,02
sem tratamento	0	T ₁	1,40
sem tratamento	+23	T	2,90
(*)	-40	SRM 2092	1,21
(*)	-40	SRM 2096	3,75

(*) material fornecido pelo NIST.

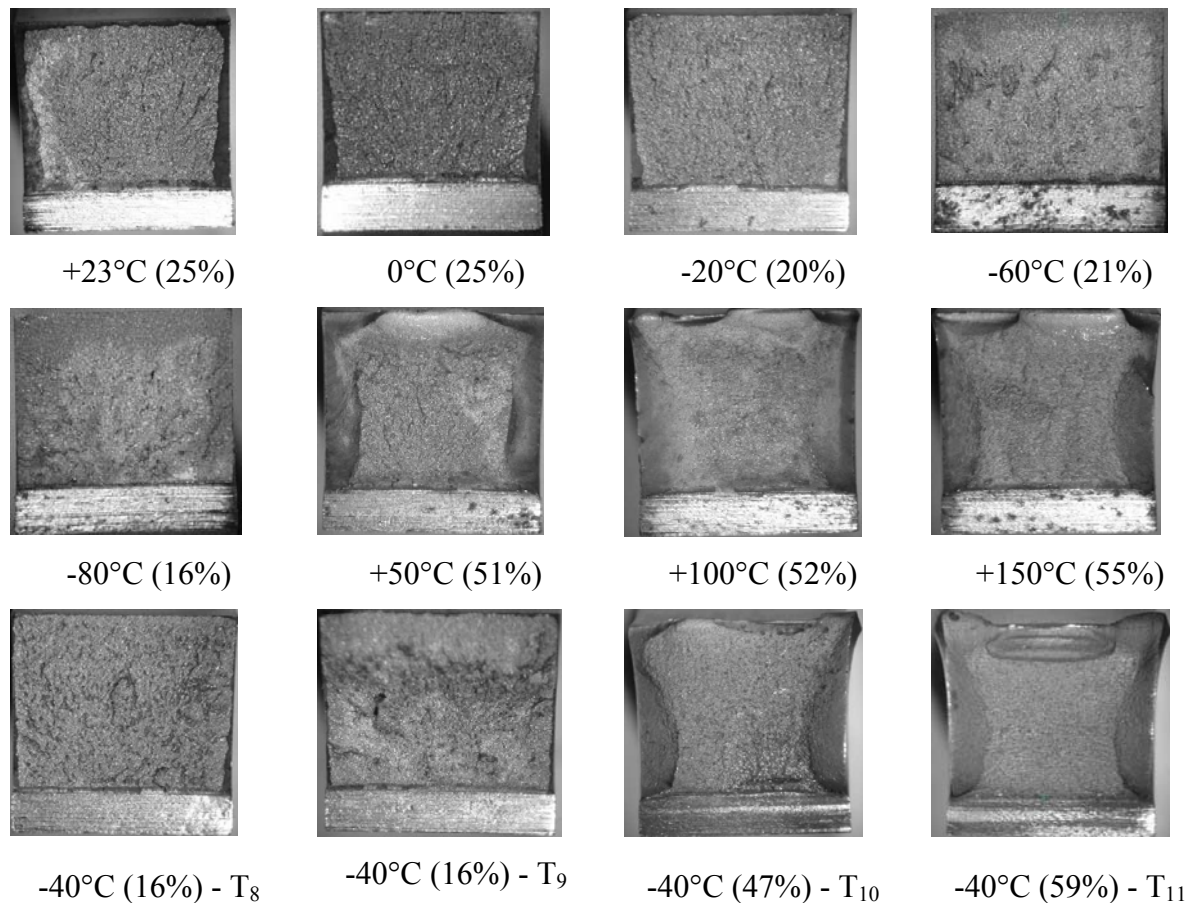


Figura 6.20 – Aspectos típicos, temperatura de ensaio e porcentagens das fraturas dúcteis/frágeis observadas nos CPs do tipo Charpy confeccionados das barras de aço AISI/SAE 4340 e ensaiados nos Laboratórios A e B.

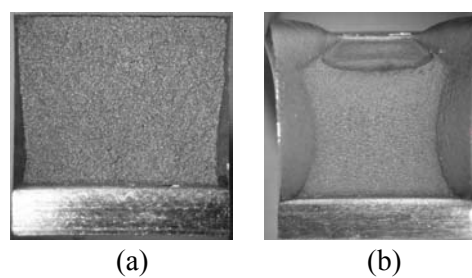


Figura 6.21 – Aspectos típicos da superfície fraturada dos materiais de referência ensaiados na temperatura de -40°C no Laboratório A, (a) MR SRM 2092, 20% de fratura dúctil; (b) MR SRM 2096, 51% de fratura dúctil.

Regiões de fratura dúctil foram encontradas em todos os quatro cantos da superfície de fratura dos materiais de referência de alta energia (SRM 2096) e dos CPs confeccionados de aço

AISI/SAE 4340 com tratamento térmico. A largura das regiões de fratura dúctil aumentou com o aumento da temperatura de ensaio.

A Figura 6.22 mostra a curva da temperatura de transição dúctil-frágil dos CPs de aço AISI/SAE 4340 baseada nos resultados (Anexo A1) da expansão lateral obtida em função da temperatura de ensaio.

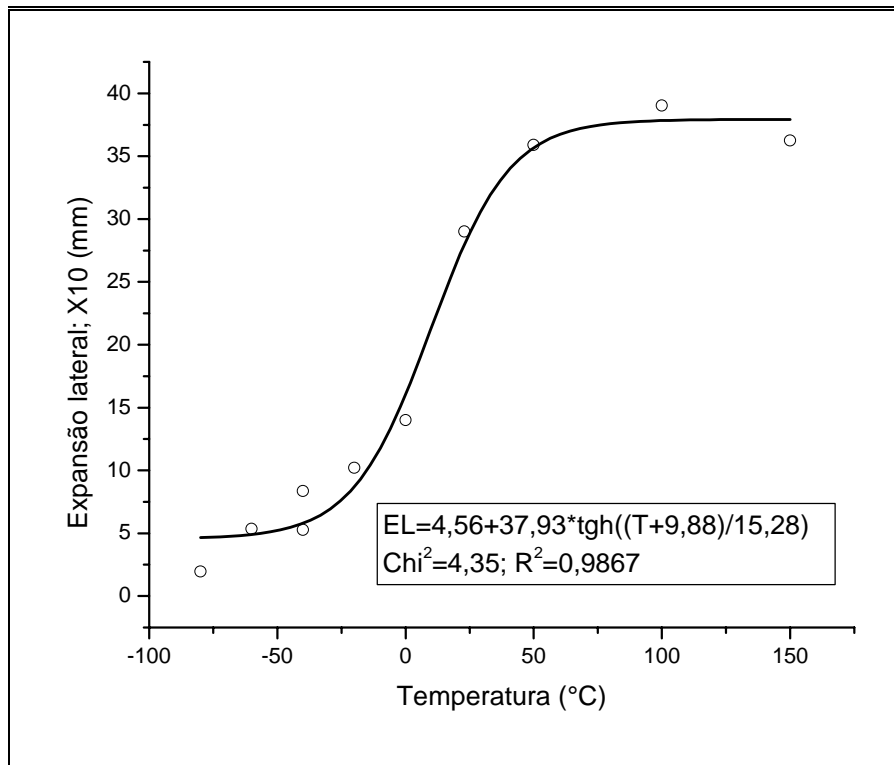


Figura 6.22 – Gráfico da expansão lateral *versus* temperatura de ensaio, mostrando a curva de transição dúctil-frágil do aço AISI/SAE 4340.

A curva da temperatura de transição dúctil-frágil, mostrada na Figura 6.22, foi obtida através de uma linha de tendência baseada numa equação da tangente hiperbólica. Observando-se a figura, nota-se que a temperatura de transição dúctil-frágil do aço AISI/SAE 4340, baseada em uma energia de impacto Charpy de 21J, é de 0°C, valor utilizado na área nuclear (Figura 6.19).

As Figuras 6.23 e 6.24 mostram as microfractografias observadas nos materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 (NIST, 2000) ensaiados na máquina pendular de impacto Charpy do Laboratório A.

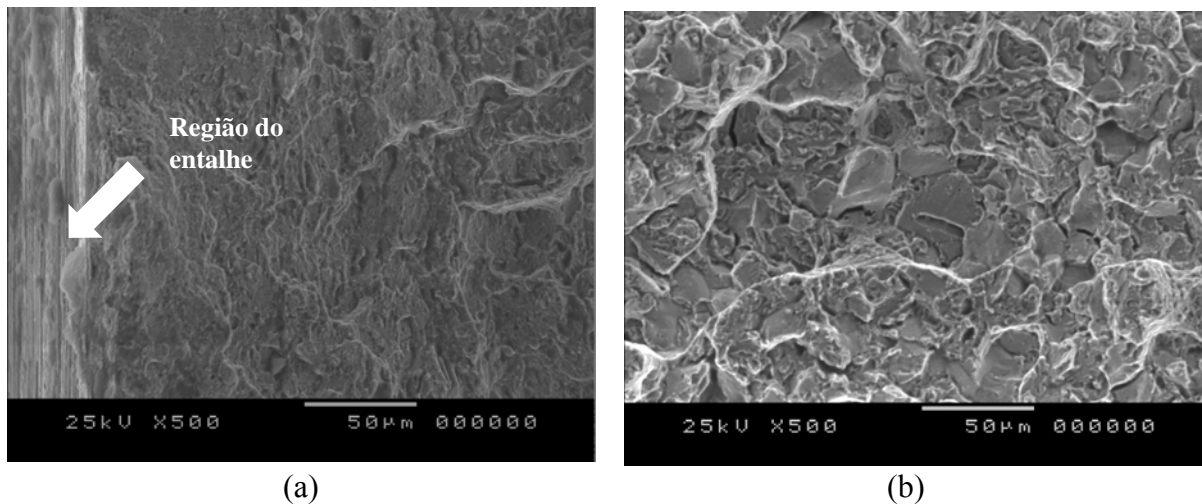


Figura 6.23 – Microfractografias dos materiais de referência SRM 2092, temperatura de ensaio -40°C . MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada.

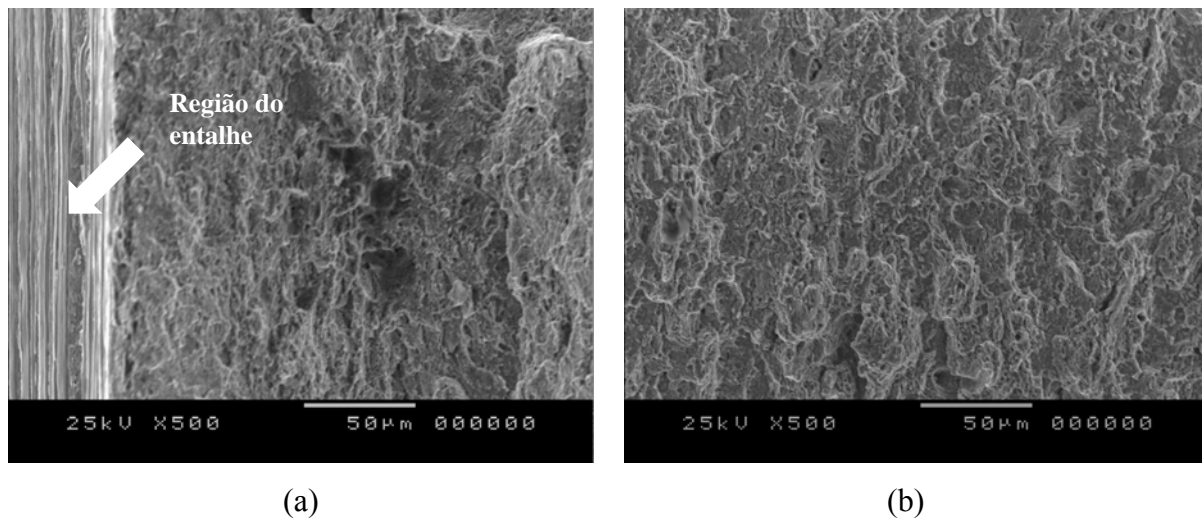
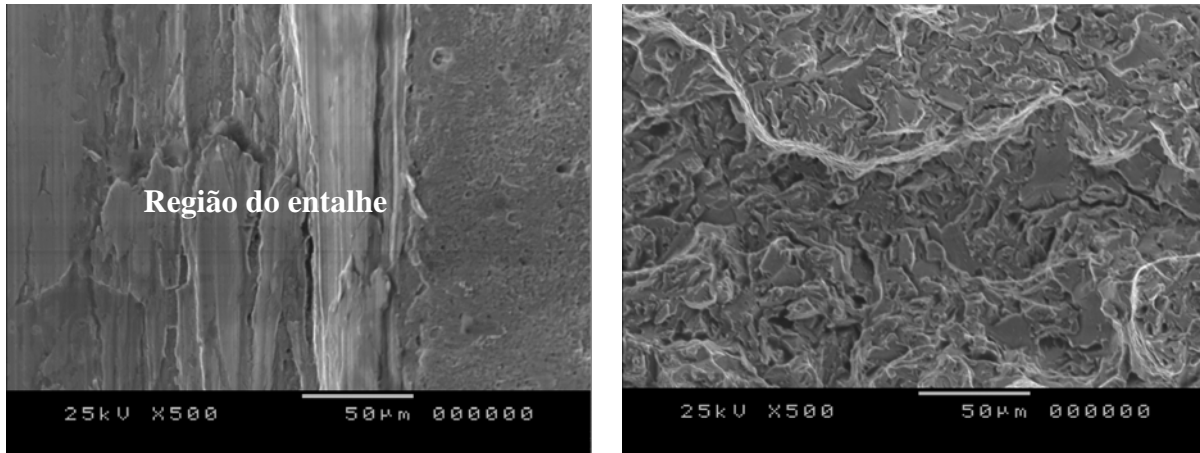


Figura 6.24 – Microfractografias dos materiais de referência SRM 2096, temperatura de ensaio -40°C , MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada

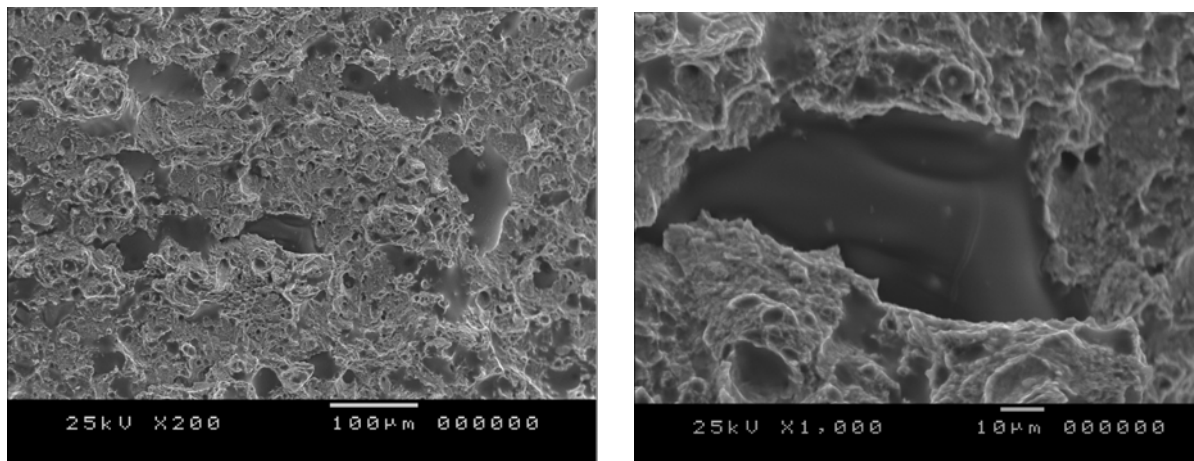
As Figuras 6.25 a 6.29 mostram as microfractografias observadas nos CPs confeccionados da barra de aço AISI/SAE 4340 que foram ensaiados nas temperaturas de -40°C e -80°C nas máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B.



(a)

(b)

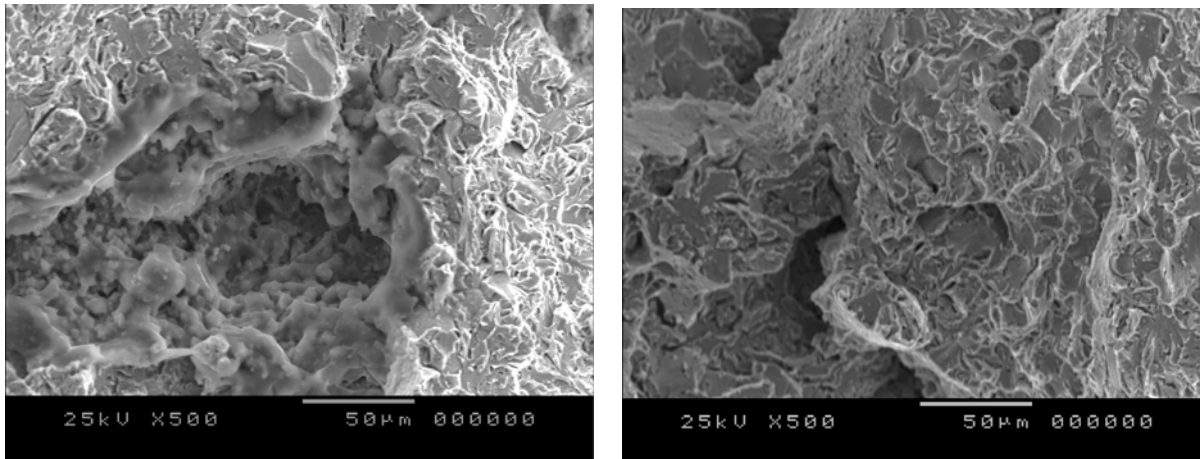
Figura 6.25 – Microfractografias típicas dos CPs T₈ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (sem tratamento térmico), ensaiados no Laboratório A, MEV – 500X, (a) região do entalhe, (b) superfície fraturada.



(a)

(b)

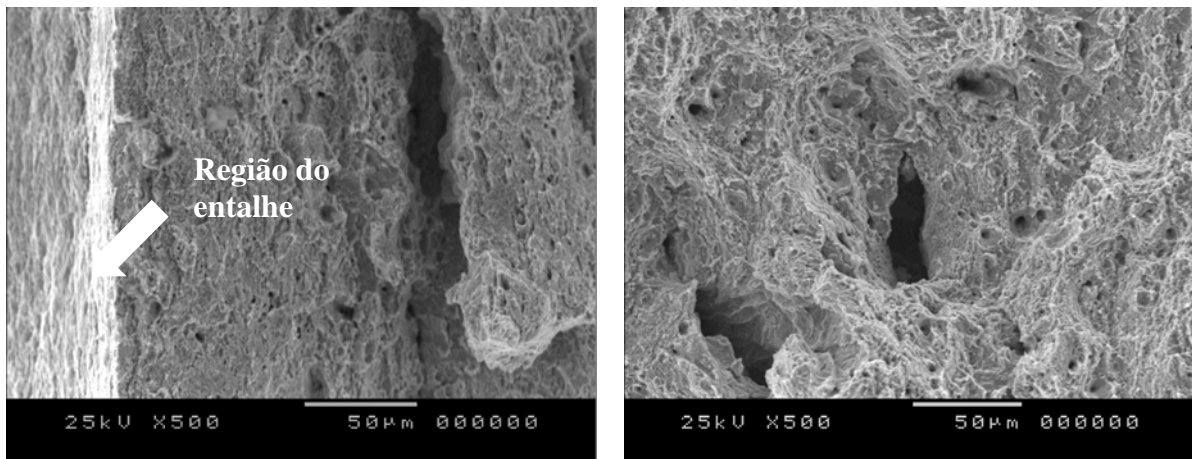
Figura 6.26 – Microfractografias dos CPs T₁₀ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (recozido), ensaiados no Laboratório A, (a) superfície fraturada, MEV - 1000X; (b) superfície fraturada, MEV- 200X.



(a)

(b)

Figura 6.27 – Microfractografias de duas regiões a e b, dos CPs T₉ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (sem tratamento) ensaiados no Laboratório B; MEV – 500X.



(a)

(b)

Figura 6.28 – Microfractografias dos CPs T₁₁ (-40°C) de aço AISI/SAE 4340 (recozido), ensaiados no Laboratório B; MEV – 500X, (a) região do entalhe e superfície fraturada, (b) superfície fraturada.

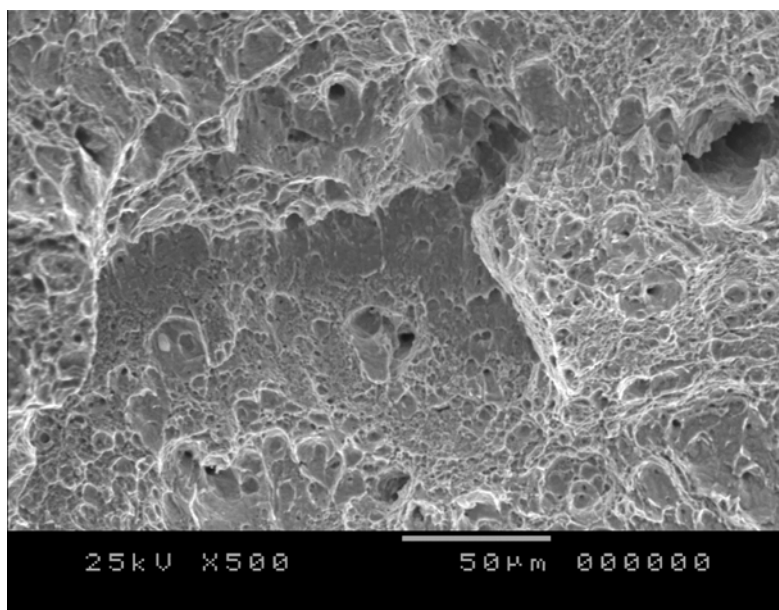


Figura 6.29 – Microfractografia dos corpos-de-prova T₇ (150°C) de aço AISI/SAE 4340 ensaiados no Laboratório B, MEV – 500X.

As microfractografias dos CPs confeccionados sem tratamento térmico posterior e dos SRM 2092 revelaram a presença de facetas de clivagem (temperatura de -40°C), características de materiais que apresentam comportamento frágil. Já as microfractografias dos CPs confeccionados com tratamento térmico de recozimento e dos SRM 2096, revelaram a presença de *dimples* (temperatura de -40°C), característicos de materiais que apresentam comportamento dúctil.

6.5.3 Análise estatística dos resultados (Testes de hipóteses)

Os testes de hipóteses foram realizados com o programa de computador “Origin” para verificar se ocorreu diferença significativa entre as médias dos valores de energia de impacto Charpy apresentadas pelos CPs T₈–T₁₁ em relação aos valores apresentados pelos materiais de referência. Os resultados estão apresentados no Anexo B2.

No primeiro teste realizado formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de energia de impacto (realizados no Laboratório A) do material de referência SRM 2092 e dos CPs T₈ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2092}} = \mu_{\text{T8}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de energia de impacto do material de referência SRM 2092 e dos CPs T₈ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2092}} \neq \mu_{\text{T8}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi observada diferença significativa entre as médias avaliadas.

No segundo teste realizado formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de energia de impacto (realizados no Laboratório A) do material de referência SRM 2096 e dos CPs T₁₀ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2096}} = \mu_{\text{T10}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de energia de impacto do material de referência SRM 2096 e dos CPs T₁₀ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{SRM2096}} \neq \mu_{\text{T10}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi encontrada diferença significativa entre as médias avaliadas.

No terceiro teste realizado formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de energia de impacto (realizados nos Laboratórios A e B) dos CPs T₈ e T₉ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{T8}} = \mu_{\text{T9}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de energia de impacto dos CPs T₈ e T₉ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{T8}} \neq \mu_{\text{T9}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi constatada diferença significativa entre as médias avaliadas.

No quarto teste realizado formulou-se a hipótese nula (μ_0) de igualdade entre as médias dos valores de energia de impacto (realizados nos Laboratórios A e B) dos CPs T₁₀ e T₁₁ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{T10}} = \mu_{\text{T11}}$). A hipótese alternativa (μ_a) foi a de desigualdade entre os valores de energia de impacto dos CPs T₁₀ e T₁₁ de aço AISI/SAE 4340 - ($\mu_{\text{T10}} \neq \mu_{\text{T11}}$).

Observando-se os resultados dos testes de hipóteses realizados ao nível de significância (α) de 5%, notou-se que a hipótese nula não pôde ser rejeitada, ou seja, não foi observada diferença significativa entre as médias avaliadas. O valor P (probabilidade de cauda) apresentado nos resultados dos testes de hipóteses (Anexos B1 e B2), representa a probabilidade de se obter

uma diferença entre a média (\bar{x}) e a hipótese (μ_0) numericamente igual ou superior à diferença efetivamente observada. Se o valor P é inferior ou no máximo igual ao nível de significância, a hipótese nula deve ser rejeitada; caso contrário, aceita-se a hipótese nula (FREUND e SIMON, 2000).

Pela análise dos testes estatísticos realizados, observou-se que as máquinas pendulares dos Laboratórios A e B apresentaram desempenhos similares nos ensaios de impacto Charpy. No entanto, as máquinas pendulares dos dois laboratórios não foram classificadas como máquinas de referência para um nível baixo (<20J) de energia de impacto Charpy (ASTM E23-02a, 2002; ISO/DIS 148-3, 2006). Estudos adicionais devem ser realizados para determinar as causas da “grande dispersão” entre as energias de impacto observadas, principalmente, nos SRM 2092.

7 CONCLUSÕES

Pelos estudos e resultados encontrados nesta metodologia básica para a produção de MR para a calibração indireta de máquinas pendulares de impacto Charpy, pode-se concluir que:

- a) O material de referência SRM 2092 apresentou valor médio de energia de impacto Charpy (19,10J) incompatível com o valor certificado de 16J fornecido pelo NIST. Desta forma, as máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B não estão em conformidade com a calibração indireta no nível baixo de energia de impacto, de acordo com as normalizações (ASTM E 23-02a, 2002; ISO/DIS 148-3, 2006).
- b) O material de referência SRM 2096 apresentou valor médio de energia de impacto Charpy (91,55J) compatível com o valor certificado de 90,6J fornecido pelo NIST. Desta forma, as máquinas pendulares de impacto Charpy dos Laboratórios A e B estão em conformidade com a calibração indireta no nível alto de energia de impacto, de acordo com as normalizações (ASTM E 23-02a, 2002; ISO/DIS 148-3, 2006)
- c) Os materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096 apresentaram composição química e propriedade mecânica de dureza totalmente dentro dos limites estabelecidos por normas técnicas.
- d) Não foi possível distinguir, por meio das análises micrográficas, variações significativas entre as microestruturas apresentadas pelos MRs e pelos CPs de aço AISI/SAE 4340, identificados como T₈, T₉, T₁₀ e T₁₁.
- e) O tratamento térmico de recozimento realizado nos CPs T₁₀ e T₁₁ mostrou-se ineficaz para reproduzir os materiais de referência SRM 2092.
- f) O aspecto superficial e a porcentagem de fratura fibrosa, apresentada pelos CPs T₈, T₉, T₁₀ e T₁₁, foram muito próximos aos valores apresentados pelos materiais de referência. A dispersão nos valores de dureza não afetaram a expansão lateral e a fratura fibrosa.

- g) O emprego dos cutelos ASTM (Laboratório A) e ISO (Laboratório B) nos ensaios de impacto Charpy não afetou a regularidade dos resultados de energia de impacto e o comportamento dos CPs no momento de saída dos apoios da máquina após o golpe do martelo.
- h) A realização do entalhe em “V” pelo processo de brochamento mostrou-se eficaz, o que foi comprovado pela regularidade do perfil e pelas características dimensionais.
- i) A quantidade definida de 17 CPs para caracterizar o material em cada nível de temperatura mostrou-se satisfatória. No entanto, o tratamento térmico precisa ser melhor controlado para garantir menores variações na propriedade mecânica de dureza dos materiais.
- j) Os Laboratórios A e B despertaram para a importância dos MR para a calibração indireta de suas máquinas pendulares de impacto Charpy e já estão em processo de detecção das variáveis da calibração direta que afetaram a precisão e a repetitividade dos seus resultados.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Analisar o tempo de validade de CPs produzidos em aço AISI/SAE 4340 baseando-se em : tipos de embalagem, agente oxidante e temperatura de armazenagem.
- b) Analisar as energias de impacto Charpy de grupos de CPs de um mesmo material ensaiados em duas máquinas pendulares de impacto que apresentem o mesmo tipo de cutelo e formato do pêndulo.
- c) Analisar a regularidade das energias de impacto Charpy realizado em CPs de tamanho padrão com entalhe em “V” obtido pelos processos de fresamento e brochamento.
- d) Estudar a influência da velocidade do martelo pendular nos valores de energia de CPs do tipo Charpy ensaiados em diferentes temperaturas.
- e) Estimar um modelo matemático para o cálculo da incerteza de medição associada a energia de impacto Charpy nas calibrações direta e indireta das máquinas pendulares.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT ISO GUIA 30. Termos e Definições Relacionados com Materiais de Referência, Primeira Edição, 2000, 7p.

ALVES, P. N.; MORAES, N. D. Metrologia Química e a Utilização de Materiais de Referência em Medições Químicas. Quimlab: Universidade do Vale do Paraíba, 2003, 19p.

ASM HANDBOOK – “Materials Selection and Design”, Volume 20, 1997, 2005p.

ASM HANDBOOK – “Mechanical Testing and Evaluation”, Volume 8, 2000, 2235p.

ASTM E 1236 – “Standard Practice for Qualifying Charpy Impact Machines as Reference Machines”, 1991, 6p.

ASTM E 1271-94 – “Standard Practice for Qualifying Charpy Verification Specimens of Heat-Treated”, 1994, 7p.

ASTM E 23-02a – “Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials”, 2002, 27p.

ASTM E 691-92 – “Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method”, 1992, 20p.

ASTM E 8-04 – “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”, 2004, 24p.

BENZERGA, A. A.; DESANDRE, D.; TVERGAARD, V.; NEEDLEMAN, A. “Material Inertia and Size Effects in the Charpy V-Notch Test”. European Journal of Mechanics A/Solids 23, 2004, p.373-386.

BLEISE, A.; ARUNACHALAM, J.; MAHWAR, R. S.; RAMADEVI, P.; IYENGAR, G. V. “The Natural Matrix Reference Material Database of the International Atomic Energy Agency: Reference Materials in Support of Dietary Investigations”. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19 (2006), 2006, p.241-249.

BURDEKIN, F. M.; FOLCH, L. C. A. “Application of Coupled Brittle-Ductile Model to Study Correlation Between Charpy Energy and Fracture Toughness Values”. *Engineering Fracture Mechanics* 63, 1999, p.57-80.

CALLISTER JR., W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Tradução de Sérgio Murilo Stamile Soares. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos. Editora S. A., 2002, 589p. Título original: *Materials Science and Engineering: An Introduction*.

CHUI, Q. S. H.; ALMEIDA B., J. M.; IAMASHITA, C. O. O Papel dos Programas Interlaboratoriais para a Qualidade dos Resultados Analíticos. *Revista Química Nova*, vol. 27, Número 6, 2004, p.993-1003.

CRUZ, P. J. A.; PEREIRA, F. F. M.; LINK, W.; FREITAS, L. C. C. L.; MARQUES, G. C. A. “Development and Manufacture of Charpy Standard Test Specimens for XVIII IMEKO World Congress”. In: XVIII IMEKO WORLD CONGRESS, RJ, Brasil, 17 a 22 de setembro de 2006, 2p.

FREUND, E. J.; SIMON, G. A. *Estatística Aplicada: Economia, Administração e Contabilidade*. Tradução de Alfredo Alves de Farias. 9ª Edição. Porto Alegre: Editora Bookman, 2000, 404p.

ISO GUIDE 35. *Certification of Reference Materials: General and Statistical Principles*, 1989, 32p.

ISO/DIS 148-2, *Metallic Materials – Charpy Pendulum Impact Test – Part 2: Verification of Testing Machines*, 2006, 23p.

ISO/DIS 148-3, Metallic Materials – Charpy Pendulum Impact Test – Part 3: Preparation and Characterization of Charpy V-Notch Test Pieces for Indirect Verification of Pendulum Impact Machines, 2006, 17p.

KIM, S. H.; PARK, Y. W.; KANG, S. S.; CHUNG, H. D. Estimation of Fracture Toughness Transition Curves of RPV Steels from Charpy Impact Test Data. Nuclear Engineering and Design 212 (2002), 2002, p.49-57.

KOBAYASHI, T.; KIM, H. J.; MORITA, S. Progress and Development in the Instrumented Charpy Impact Test. Mat. – Wiss. U. Werkstofftech 32, 2001, p.525-531.

KURISHUITA, H.; YAMAMOTO, T.; NARUI, M.; SUWARNO, H.; YOSHITAKE, T.; YANO, Y.; YAMAZAKI, M.; MATSUI, H. Specimen Size Effects on Ductile-Brittle Transition Temperature in Charpy Impact Testing. Journal of Nuclear Materials, 2004, p.1107-1112.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. Princípios de Metalurgia Mecânica. Editora Edgard Blucher Ltda. São Paulo, Brasil, 1982, 505p.

NAHM, S. H.; KIM, A.; PARK, J. Evaluation on Toughness Degradation of Cr-Mo-V Steel Using Miniaturized Impact Specimen Technology. International Journal of Impact Engineering 25 (2001), 2001, p.805-816.

NIST. Standard Reference Materials. Verification Specimens for Charpy V-Notch Impact Machines. Certificate, Broadway, EUA, agosto de 2000, 3p.

REDE BRASILEIRA DE LABORATÓRIOS DE ENSAIOS (RBLE)/INMETRO. A Importância dos Laboratórios de ensaio. Metrologia & Instrumentação, São Paulo, Ano 5, N° 42, p.36-42, julho de 2006.

SIEWERT, T. A.; MANAHAN, M. P.; MCCOWAN, C. N.; HOLT, J. M.; MARSH, F. J.; RUTH, E. A. “The history and importance of Impact Testing, Pendulum Impact Testing: A Century of Progress”, ASTM STP 1380, Pennsylvania, 1999, 16p.

SRIVATSAN, T. S.; LAM, P. C.; KRAUSE, J. The Impact Toughness Characteristics of Steel Wire-Reinforced Polymer Composites. *Materials Letters*, 1999, p.324-328.

SUMPTER, J. D.G.; KENT, J. S. Fracture Toughness of Grade D Ship Steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 2006, 18p.

TELECURSO 2000 (TC2000). Módulo Introdutório. “O Universo da Mecânica”. Processos de Fabricação: Brochamento-Aula 67: Biblioteca Virtual-Futuro, USP, São Paulo, 24 de novembro de 2004. Site: http://www.bibvirt.futuro.usp.br/textos/tem_outros/cursoprofissionalizante/tc2000/processos/67proc.pdf#search='brochamento'. (Acesso ao site em 29 de setembro de 2006).

TODINOV, M. T. Estimating the Parameters of the Impact Energy Variation in the Ductile/Brittle Transition Region from Complete and Sparse Data. *Computational Material Science* 21, 2001, p.111-123.

TODINOV, M. T. Uncertainty and Risk Associated with the Charpy Impact Energy of Multi-Run Welds. *Nuclear Engineering and Design* 231, 2004, p.27-38.

TOKIMATSU, C. R.; SILVA, M. H. M. Projeto e Construção de uma Máquina de Ensaio Charpy Instrumentado para Ensaiar Corpos-de-Prova com Tenacidade até 50J. Instituto Politécnico, Nova Friburgo, RJ, UERJ, 2004, 2p.

TÓTH, L.; ROSSMANITH, H. -P.; SIEWERT, T. A. “Historical Background and Development of The Charpy Test”. *ESIS Publication* 30, France, 2001, p3-19.

TVERGAARD, V.; NEEDLEMAN, A. Analysis of the Charpy V-Notch Test for Welds. *Engineering Fracture Mechanics* 65, 2000, p.627-643.

USER’S GUIDE. “SI Séries Impact Testing System and DI-300 Digital Display SN SIP9029 5A-1329601”. NIST, Junho de 2004, 30p.

VALENTE SOARES, M. L. Como Obter Resultados Confiáveis em Cromatografia. *Revista do Instituto Adolfo Lutz*, 60(1), 2001, p.79-84.

VENELINOV, T.; SAHUQUILLO, A. Optimizing the Uses and the Costs of Reference Materials in Analytical Laboratories. Trends in Analytical Chemistry, vol.25, número 5, 2006, p.528-533.

VÉRTICE. Inovação Tecnológica Impulsionará Economia de Belo Horizonte. Informativo do CREA-MG, Belo Horizonte, Ano VII, N° 100, p.4, agosto de 2006.

VIGLIOTTI, D. P.; SIEWERT, T. A.; MCCOWAN, C. N. “Installing, Maintaining and Verifying Your Charpy Impact Machine”. Practice Guide, special publication 960-4, NIST, 2000, 17p.

VILLARES, AÇOS. Aços para Beneficiamento. Terceira Edição. São Paulo, 1991, 64p.

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia, Portaria INMETRO número 029, 10 de março de 1995, 20p.

VLACK, V. H. L. Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais. Tradução de Edson Monteiro. Rio de Janeiro: Quinta Edição. Editora Campus, 1984, 567p.

ZAPPINI, G.; KAMMANN, A.; WACHTER, W. Comparison of Fracture Tests of Denture Base Materials. The Journal of Prosthetic Dentistry, 2003, p.578-585.

ZUCCHINI, R. R.; IAMASHITA, O. C. Seleção e Uso de Padrões e Materiais de Referência, Revisão 4, IPT. Apostila (Curso sobre Materiais de Referência) - São Paulo, 2004.

ANEXOS

A seguir, são apresentadas as tabelas (Anexos A1 e A2) com os resultados dos ensaios de impacto Charpy e dos testes estatísticos realizados (Anexos B1 e B2).

A - Dados relativos aos ensaios de impacto Charpy realizados nos CPs

(Ensaio realizado nos Laboratórios A e B)

A1 – Corpos-de-prova de aço AISI/SAE 4340

Temp (°C)	Cod Ref	Energia absorvida - KV (J)			Expansão Lateral x 10 (mm)	Superfície fibrosa (%)	Lab medição	Média das dimensões dos CPs confeccionados (mm)					Desvio padrão das dimensões dos CPs confeccionados (mm)				
		Média	Amplitude	Desvio Padrão				compr	altura	largura	alt abaixo ent	prof ent	compr	altura	largura	alt abaixo ent	prof ent
-80	T ₄	11,71	4,96	1,30	1,95	16	B	54,98	10,02	10,02	8,03	1,99	0,07	0,01	0,01	0,015	0,023
-60	T ₃	13,98	7,87	2,52	5,34	21	B	54,99	10,01	10,02	8,02	2,00	0,07	0,01	0,01	0,015	0,022
-40	T ₉	20,01	7,00	3,67	5,27	16	B	55,00	10,01	10,02	8,02	2,00	0,08	0,01	0,01	0,009	0,012
-40	T ₁₀	90,74	10,20	2,13	35,98	47	A	54,96	9,98	9,99	7,99	2,00	0,08	0,01	0,02	0,011	0,021
-40	T ₁₁	89,39	6,13	1,78	38,59	59	B	54,93	9,99	9,99	7,99	2,01	0,10	0,02	0,02	0,010	0,021
-40	T ₈	18,88	13,03	4,33	8,37	16	A	54,98	10,01	10,02	8,01	2,01	0,07	0,01	0,01	0,011	0,020
-20	t ₂	22,18	7,42	2,10	10,20	20	A	54,97	10,01	10,01	8,00	2,01	0,10	0,01	0,01	0,018	0,017
0	t ₁	25,77	10,05	3,26	14,00	25	A	54,97	10,01	10,01	8,01	2,00	0,10	0,01	0,01	0,018	0,018
+23	T	28,20	11,09	3,47	29,00	25	A	54,95	10,01	10,01	8,02	1,99	0,13	0,01	0,01	0,013	0,016
+50	T ₅	32,62	19,28	5,22	35,90	51	B	54,97	10,01	10,01	8,01	2,00	0,09	0,01	0,01	0,020	0,023
+100	T ₆	42,70	27,91	6,60	39,04	52	B	54,98	10,01	10,02	8,01	2,01	0,08	0,01	0,01	0,027	0,026
+150	T ₇	48,79	23,77	7,83	36,25	55	B	54,97	10,02	10,01	8,01	2,00	0,09	0,01	0,01	0,016	0,022

A2 - Materiais de referência SRM 2092 e SRM 2096

Temp (°C)	Cod Ref	Energia absorvida - KV (J)			Lab medição	Média das dimensões dos MRs (mm)					Desvio padrão das dimensões dos MRs (mm)				
		Média	Amplitude	Desvio Padrão		compr	altura	largura	alt abaixo ent	prof ent	compr	altura	largura	alt abaixo ent	prof ent
-40	SRM 2092	19,10	5,90	2,42	A	54,89	10,02	10,03	7,99	2,03	0,08	0,01	0,01	0,005	0,004
-40	SRM 2096	91,55	5,46	2,11	A	54,90	10,02	10,01	8,01	2,00	0,06	0,004	0,01	0,009	0,007

B - Resultados das análises estatísticas - Testes de Hipóteses

A seguir, são apresentados os cálculos estatísticos realizados com o software “Origin”.

B1 - Dureza HRc

TEST T SRM 2092 e CPS T₈ – DUREZA HRc TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - DUREZA HRc

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_SRM2092	5	44,5	0,5	0,22361
2. Data1_CPST ₈	17	44,02941	0,81912	0,19867

Difference of Means: 0,47059

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 < 0

t	DoF	P Value
1,20756	20	0,24131

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-0,34232	1,2835

TEST T SRM 2096 e CPS T₁₀ – DUREZA HRc TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - DUREZA HRc

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_SRM2096	5	31,9	0,22361	0,1
2. Data1_CPST ₁₀	17	27,82353	0,43088	0,1045

Difference of Means: 4,07647
 Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 < 0

t	DoF	P Value
20,12461	20	9,59194E-15

At the 0,05 level, the difference of the population means is significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	3,65393	4,49901

TEST T CPS T₁₀ e CPS T₁₁ – DUREZA HRc TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - DUREZA HRc

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_LABA	17	27,82353	0,43088	0,1045
2. Data1_LABB	17	29,29412	1,0467	0,25386

Difference of Means: -1,47059
 Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 < 0

t	DoF	P Value
-5,35672	32	7,03694E-6

At the 0,05 level, the difference of the population means is significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-2,02979	-0,91139

TEST T CPS T₈ e CPS T₉ – DUREZA HRc
TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - DUREZA HRc

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_LABA	17	44,02941	0,81912	0,19867
2. Data1_LABB	17	43,29412	2,22948	0,54073

Difference of Means: 0,73529

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 <> 0

t	DoF	P Value
1,2764	32	0,21100

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-0,43812	1,90871

B2 - Ensaio de impacto Charpy

TEST T SRM 2092 e CPS T₈ – ENERGIA DE IMPACTO
TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - ENERGIA DE IMPACTO

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_SRM2092	5	19,102	2,41704	1,08093
2. Data1_CPsT ₈	17	18,87647	4,33063	1,05033

Difference of Means: 0,22553

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 <> 0

t	DoF	P Value
0,11024	20	0,91332

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-4,04213	4,49318

TEST T SRM 2096 e CPS T₁₀ – ENERGIA DE IMPACTO
TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - ENERGIA DE IMPACTO

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_SRM2096	5	91,548	2,10922	0,94327
2. Data1_CPST ₁₀	17	90,74	2,13006	0,51662

Difference of Means: 0,808

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 <> 0

t	DoF	P Value
0,74708	20	0,46371

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-1,44807	3,06407

TEST T CPS T₈ e CPS T₉ – ENERGIA DE IMPACTO

TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - nível baixo de energia de impacto entre os Laboratórios A e B

Two Sample Independent t-Test

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_LABA	17	18,87647	4,33063	1,05033
2. Data1_LABB	17	20,00647	3,66929	0,88993
Difference of Means:		-1,13		

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 < 0

t	DoF	P Value
-0,82083	32	0,41782

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-3,93415	1,67415

TEST T CPS T₁₀ e CPS T₁₁ – ENERGIA DE IMPACTO

TWO SAMPLE INDEPENDENT T-TEST - nível alto de energia de impacto entre os Laboratórios A e B

Summary Statistics

Sample	N	Mean	SD	SE
1. Data1_LABA	17	90,74	2,13006	0,51662
2. Data1_LABB	17	89,38588	1,78149	0,43207
Difference of Means:		1,35412		

Null Hypothesis: Mean1 - Mean2 = 0
 Alternative Hypothesis: Mean1 - Mean2 < 0

t	DoF	P Value
2,01062	32	0,05286

At the 0,05 level, the difference of the population means is not significantly different than the test difference (0).

Confidence Interval for Difference of Means

Level	Lower Limit	Upper Limit
95	-0,01772	2,72596