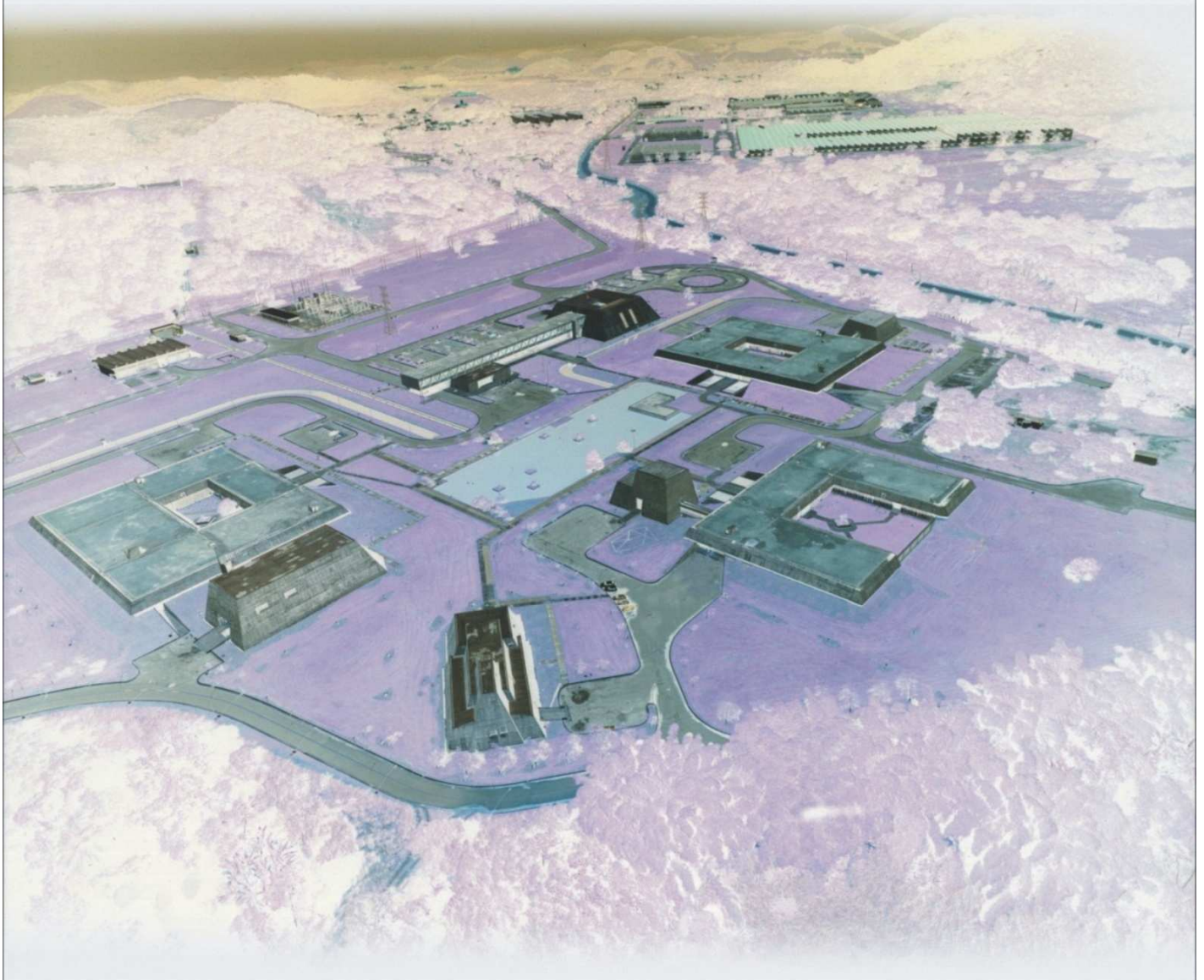


Relatório Final da Comparação Interlaboratorial para Análise de Tensões Residuais



Inmetro
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

PEP-Inmetro

Programa de Ensaios de Proficiência do Inmetro

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL PARA ANÁLISE DE TENSÕES RESIDUAIS

Período de inscrição: 19/03/10 a 07/05/10

RELATÓRIO FINAL N°003/14

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO



Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci

Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias

RJ – Brasil – CEP: 25250-020

E-mail para contato: pep-inmetro@inmetro.gov.br

COORDENAÇÃO DA COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

Carlos Alberto Achete (Inmetro/Dimci/Dimat)

Damares da Silva Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)

Jailton Carreteiro Damasceno (Inmetro/Dimci/Dimat)

Oleksii Kuznetsov (Inmetro/Dimci/Dimat)

Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)

COMITÊ TÉCNICO

Carlos Alberto Achete (Inmetro/Dimci/Dimat)

Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

Oleksii Kuznetsov (Inmetro/Dimci/Dimat)

Rodrigo de Santis Neves (Inmetro/Dimci/Dimat)

Rogério Machado (DFI/CCET/UFS)

Thomas Hirsch (IWT/Bremen/Alemanha)

Werickson Fortunato de Carvalho Rocha (Inmetro/Dimci/Dquim)

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1. Introdução..... | 2 |
| 2. Itens de Comparação..... | 3 |
| 3. Comentários sobre as Medições e a análise dos Dados de Difração..... | 3 |
| 4. Valores designados..... | 7 |
| 5. Resultados..... | 8 |
| 6. Conclusões..... | 13 |
| 7. Participantes..... | 14 |
| 8. Referências..... | 15 |
| Anexo A. Cálculo de Desvios Padrão Aplicados aos Dados da Comparação..... | 16 |

1. Introdução

A tensão residual é definida como a tensão presente na superfície da amostra na ausência de uma carga mecânica externa. Todos os processos de fabricação de partes/peças mecânicas introduzem as tensões residuais em suas camadas superficiais o que apresenta grande importância para diferentes campos de aplicação industrial tais como indústrias automotiva, aeroespacial, nuclear, microeletrônica, entre outras. O conhecimento na área de tensão residual se tornou particularmente importante com a introdução de materiais avançados compostos de várias fases tais como compósitos tipo metal-matriz e de recobrimento nos quais incompatibilidades mecânicas e térmicas de diferentes fases originam tensão residual.

A medição da tensão residual confiável em materiais estruturais é essencial por causa da relação direta da tensão residual com vários mecanismos de falha como, por exemplo, fadiga, fluência (*creep*), o trincamento, a corrosão sob tensão (*stress cracking corrosion*), entre outros. A otimização proposital de tensão residual permite explorar os seus efeitos benéficos, como o aumento do limite de fadiga no caso de tensões compressivas, ou mitigar os efeitos prejudiciais, como a diminuição de efeito de corrosão sob tensão no caso de tensão residual de tração.

Apesar de ser relativamente direta, a determinação de tensão residual pelo método de difração de raios X apresenta várias fontes de erros. Do ponto de vista experimental, as fontes de erros podem ser classificadas em três categorias: erros relacionados às propriedades pertinentes da própria amostra, erros vindos do procedimento de medição e os erros gerados no processo de tratamento de dados. Todos esses fatores afetam as principais características medidas no experimento de difração de raios X: ângulos de 2θ (de Bragg) referentes aos planos cristalográficos de difração e valores de espaçamento interplanar desses planos no estado sem deformações. A interação complexa das fontes de erros, as dificuldades de separar essas fontes, além do número grande de parâmetros envolvidos na medição de tensão residual introduzem um verdadeiro desafio metrológico para avaliação da incerteza desse tipo de medição.

A difração de raios X é usada hoje de forma rotineira pelas companhias e empresas para determinação de tensão residual. Contudo, para estabelecer procedimentos experimentais harmonizados que permitam realizar medições confiáveis e rastreáveis são necessários esforços específicos no desenvolvimento da técnica de medição de tensão residual. As comparações interlaboratoriais (CI) são fundamentais neste processo, pois permitem identificar erros nos procedimentos de medição que, corrigidos levam a resultados de medição mais confiáveis.

O objetivo desta comparação, promovida pelo Inmetro, através da Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat), é validar diferentes condições experimentais para uso do método de medição de tensões residuais pela técnica de difração de raios X (DRX).

2. Itens de Comparação

Nesta comparação foram empregados três itens de comparação. Os itens foram confeccionados a partir de uma placa de aço AISI 1070 (dimensões geométricas aproximadas 200 x 250 x 1,4 mm) termicamente tratada cuja microestrutura é composta de martensita revenida e pequena fração de cementita, com a dureza Vickers média igual a 270HV0,5. A composição química em massa dos principais elementos é: C=0,73 %, Si=0,19 %, Mn=0,64 %, P=0,010 %, S=0,001 %. Foi usado este tipo de aço, amplamente empregado na fabricação de molas, por ter uma microestrutura altamente homogênea.

A tensão residual compressiva foi uniformemente introduzida em toda a superfície da placa pelo método de jateamento de areia (*sandblasting*). As pequenas amostras com dimensões aproximadas de 20 mm x 25 mm x 1,4 mm foram recortadas da placa por eletroerosão. Este método de corte garante a preservação do estado de tensão residual introduzido durante o tratamento mecânico da superfície.

3. Comentários sobre as Medições e a Análise dos Dados de Difração

3.1. Dados obtidos em quatorze laboratórios foram coletados com diferentes instrumentos (com diferentes *softwares* de controle de equipamentos) usando diferentes radiações e nas geometrias Ψ e/ou Ω conforme as possibilidades do laboratório. A maioria dos participantes utilizou radiação Cr-K α para medição das amostras. As radiações Cu-K α e Co-K α também foram utilizadas por alguns participantes.

3.2. O programa Stress 1.1 da Bruker-Axs foi utilizado para o cálculo de tensões residuais. Este programa é internacionalmente reconhecido na base das publicações científicas e conferências (por exemplo, *International Conference on Residual Stresses* de 1 a 9), disponível a todos os membros do comitê técnico. Vale assinalar que qualquer outro software seria adequado para a avaliação de tensões residuais desde que fossem utilizados procedimentos e constantes similares.

Os conjuntos de parâmetros de avaliação são mostrados nas figuras de 1 a 3.

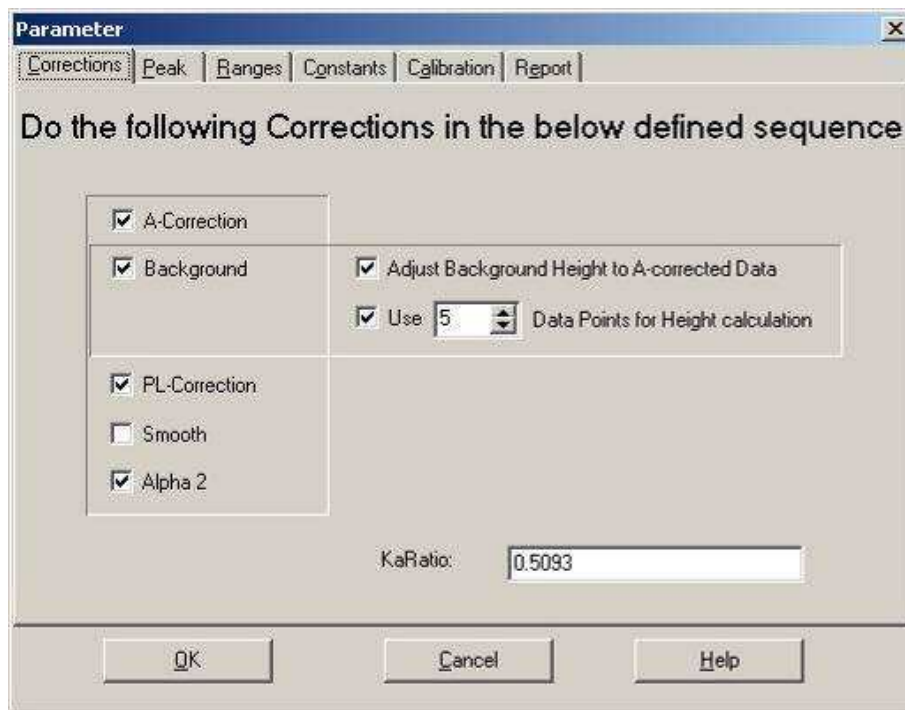


Figura 1. Correções aplicadas aos dados medidos e determinação da radiação de fundo.

Como requerido pela literatura internacionalmente aceita (e.g. Haul, Elsevier 1997) e pelas guias de boas praticas de análise de tensão residual por difração de raios X (e.g. *NPL guide, UK, 2005, AWT good practice guide, Alemanha 2000*), devem ser aplicadas as correções relacionadas à polarização de raios X, ao fator de Lorentz, à absorção (PLA) e à separação da linha de difração em componentes $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$. A intensidade da radiação linear de fundo foi determinada por 5 pontos medidos do lado esquerdo e direito de cada pico de difração corrigido pelo efeito de absorção. Em seguida, a radiação do fundo é subtraída.

Os programas comercialmente disponíveis de avaliação de tensão residual geralmente permitem uma escolha entre diferentes abordagens para determinação da posição 2θ da linha de difração. Por exemplo, os métodos amplamente aceitos são: (1) "sliding gravity" e (2) ajuste de pico de difração pela função Pseudo-Voigt (vide Figura 2).

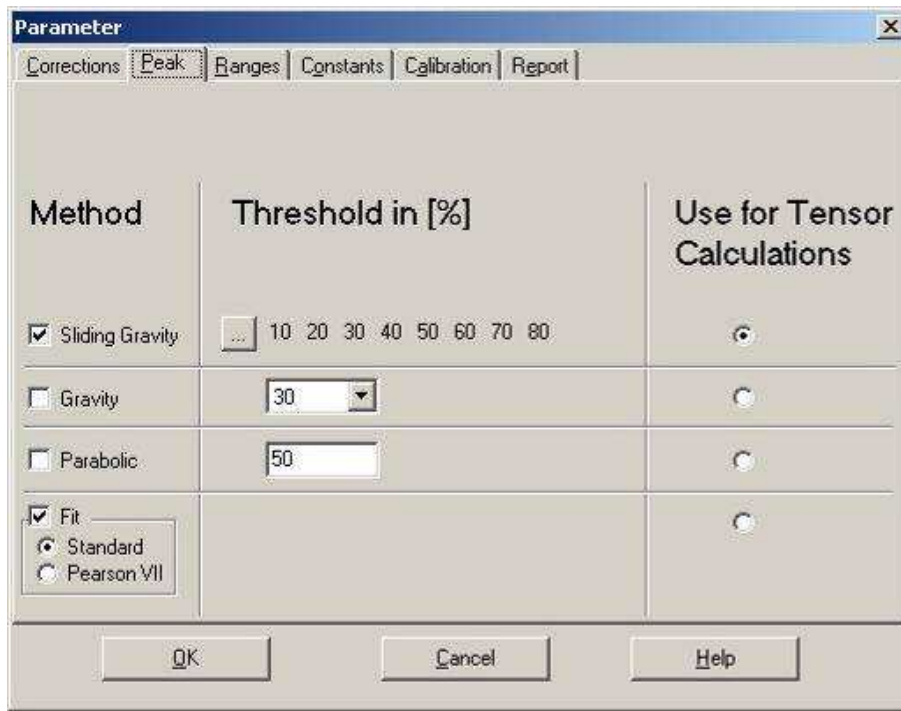


Figura 2. Métodos de determinação da posição da linha de difração utilizados nesta comparação interlaboratorial.

O método “*sliding gravity*” calcula, como primeiro passo, os centros da gravidade do pico de difração para diferentes níveis (10%, 20%, 30%, ..., 80%) de limiares do pico em relação à intensidade máxima. Como segundo passo é calculado o valor médio ponderado de tensão utilizando o seguinte procedimento: é feito o ajuste de componentes de deformação $\varepsilon_{\phi,\psi}$ versus $\sin^2 \psi$ para cada conjunto de $\varepsilon_{\phi,\psi}$ referente ao nível específico do limiar do pico. O desvio padrão do ajuste referente a um limiar particular é atribuído aos respectivos valores $\varepsilon_{\phi,\psi}$ como um fator de ponderação. A média ponderada de cada componente de deformação $\langle \varepsilon_{\phi,\psi} \rangle$ no conjunto de limiares dos picos é calculada e a distribuição resultante $\langle \varepsilon_{\phi,\psi} \rangle$ versus $\sin^2 \psi$ é utilizada para calcular o valor médio ponderado de tensão.

O outro método utiliza a posição 2θ do máximo da função Pseudo-Voigt, ajustada ao pico experimental, como sendo a posição do pico. Neste relatório não é feita qualquer discussão sobre qual o “melhor” método.

3.3. As tensões residuais calculadas dependem também das constantes elásticas de difração de raios X (XEC), $\frac{1}{2}s_2$ e s_1 . No caso ideal, como o de um monocristal de Fe, estas constantes elásticas podem ser calculadas para cada plano da rede cristalina a partir das propriedades elásticas conhecidas, como foi feito nessa análise.

Usando o parâmetro de rede de Fe- α $a_0 = 0,2866628$ nm o valor de $2\theta_0$ pode ser calculado, por exemplo, para os planos cristalográficos (211) e radiação Cr-K α (ver figura 3). Para as outras radiações e outros planos da rede foram usados os valores $2\theta_0$ indicados na tabela 1. Onde ARX é o fator de anisotropia que representa a medida de anisotropia elástica do material. O valor deste fator é usado nos cálculos de XEC's para diferentes planos cristalográficos. Para os materiais a base de Fe com a estrutura cúbica de corpo centrada o fator ARX é assumido igual a 1,49.

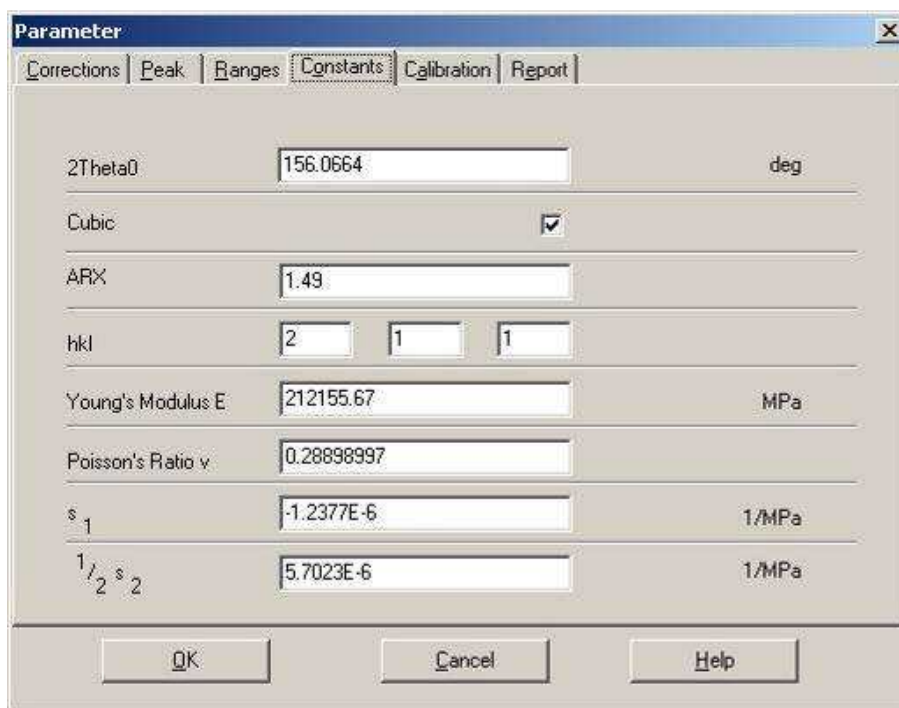


Figura 3. Constantes elásticas $\frac{1}{2} s_2$ e s_1 de difração de raios X e o valor de $2\theta_0$

Tabela 1. Planos da rede de Fe- α , constantes elásticas, distâncias interplanares e os respectivos ângulos de Bragg para diferentes tipos de radiações.

| hkl | $\frac{1}{2} s_2^{hkl} (10^{-6} \text{MPa}^{-1})$ | $s_1^{hkl} (10^{-6} \text{MPa}^{-1})$ | $d_0 (\text{Å})$ | $2\theta_0$ Cr-K α | $2\theta_0$ Cu-K α | $2\theta_0$ Co-K α |
|-----|---|---------------------------------------|------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| 110 | 5,7023 | -1,2377 | 2,027012 | 68,7773 | 44,6693 | 52,3723 |
| 200 | 7,6300 | -1,8803 | 1,433314 | 106,0223 | 65,0168 | 77,2289 |
| 211 | 5,7023 | -1,2377 | 1,170296 | 156,0664 | 82,3265 | 99,6957 |
| 220 | 5,7023 | -1,2377 | 1,013506 | | 98,9339 | 123,9098 |
| 310 | 6,9360 | -1,6489 | 0,906507 | | 116,3670 | 161,3266 |
| 222 | 5,0597 | -1,0235 | 0,827524 | | 137,1337 | |

Os dados originais das medições dos picos de difração dos participantes foram processados usando um conjunto fixo de parâmetros para o cálculo de tensões residuais que incluiu valores confiáveis de $2\theta_0$ (ou d_0), as constantes elásticas de difração de raios X pertinentes e um procedimento determinado de ajuste de picos. Para adequar os dados dos participantes ao formato do programa de

calculado de tensões residuais, os dados tiveram de ser convertidos, em muitos casos mais do que uma vez.

4. Valores designados

Duas amostras circularam entre os participantes e uma terceira amostra foi medida por dois laboratórios (Inmetro e IWT na Alemanha) para aumentar a confiança no valor designado. Um dos membros do comitê técnico desta comparação trabalha no IWT, instituição com competência internacionalmente reconhecida nesta medição.

O Inmetro realizou duas medições e o IWT quatro medições usando equipamentos diferentes. Diferentes valores de tensão residual eram esperados e, de fato, foram observadas diferenças para os diferentes instrumentos e raios X de diferentes energias.

O comitê técnico definiu o valor designado como a média aritmética de resultados obtidos com a radiação Cr-K α , tendo em vista ser esta a mais usada em ensaios de amostras de aço. Alguns participantes obtiveram mais do que um conjunto de dados que se diferenciavam por um ou mais dos seguintes aspectos: o item de comparação (3 amostras), a geometria de difração (Ω e Ψ) e o pico de difração medido (hkl, vide tabela 1). Todos os conjuntos de dados foram usados para obtenção dos valores designados. Não foram observadas diferenças significativas entre as geometrias Ω e Ψ de ensaios com instrumentos bem alinhados e ruído de fundo bem definido que utilizaram passo 2θ , tempo de aquisição adequado e número suficiente de inclinações ψ (vide os exemplos nas Figuras 4 e 5).

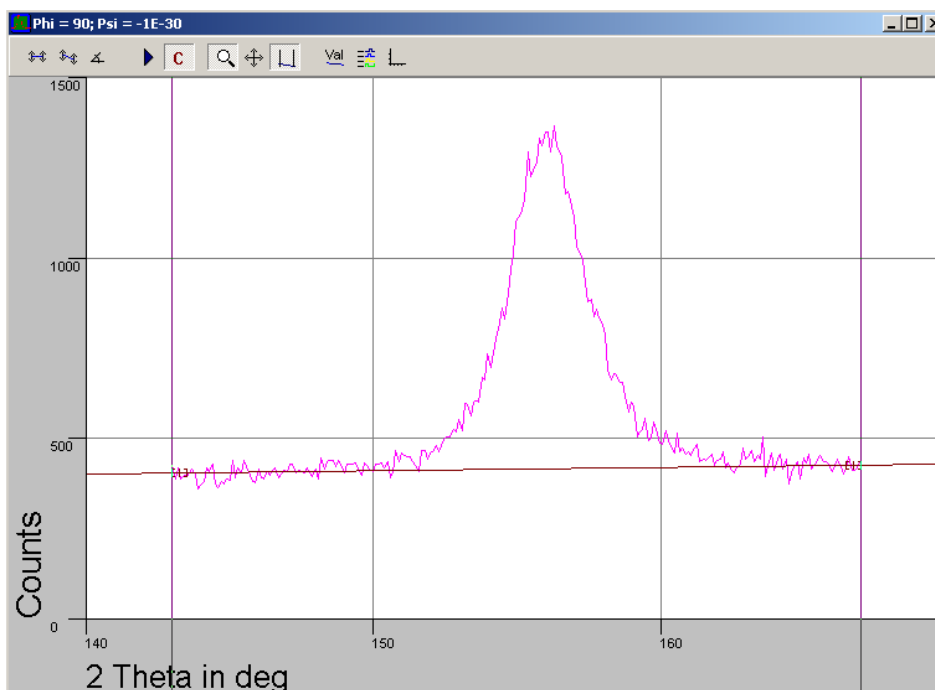


Figura 4. Exemplo do pico de difração com a razão sinal/ruído satisfatória e com o nível de ruído de fundo bem definido do lado esquerdo e do lado direito do pico.

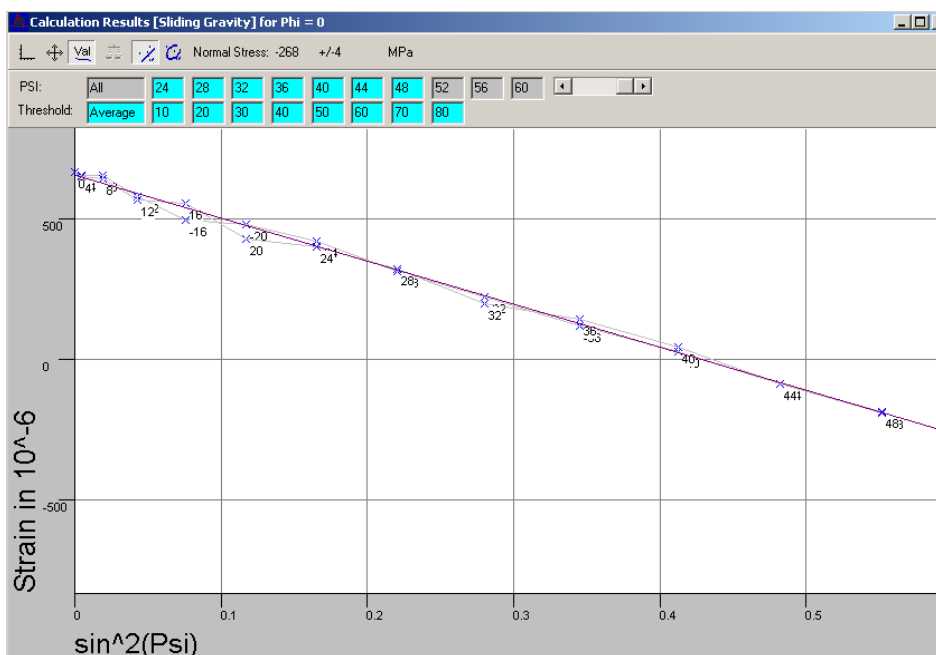


Figura 5. Distribuição ideal de deformações em função de $\sin^2\psi$ contendo o número suficiente de ângulos ψ para a determinação precisa da inclinação, e resultando em baixo desvio padrão no cálculo do valor de tensão residual.

Foram adotados dois valores designados de tensão residual: um referente ao processamento de picos de difração com método “*sliding gravity*” (SG) e outro obtido ajustando os picos de difração com a função Pseudo-Voigt (PV).

Os valores designados são:

$$\sigma_{SG} = (-273 \pm 16) \text{ MPa}$$

$$\sigma_{PV} = (-264 \pm 15) \text{ MPa}$$

A incerteza dos valores designados foi assumida ser os desvios padrão, calculados de acordo com o Anexo A.

5. Resultados

Os resultados dos laboratórios mostrados abaixo nas figuras 6 e 7 foram obtidos com raios X de três fontes de radiação característica: $K\alpha$ do Cromo (Cr- $K\alpha$), $K\alpha$ do Cobalto (Co- $K\alpha$) e $K\alpha$ do Cobre (Cu- $K\alpha$). Na Figura 6 são apresentados os valores médios de tensão residual e suas respectivas incertezas dos 14 laboratórios participantes, incluindo o Inmetro e o IWT. A linha em vermelho corresponde ao valor designado σ_{PV} (média das medições feitas usando raios X de energia Cr- $K\alpha$); a linha preta corresponde ao valor designado σ_{SG} (média das medições feitas usando raios X de energia Cr- $K\alpha$). As medições realizadas com as outras radiações são identificadas pelas respectivas fontes (cobalto, Co e cobre, Cu).

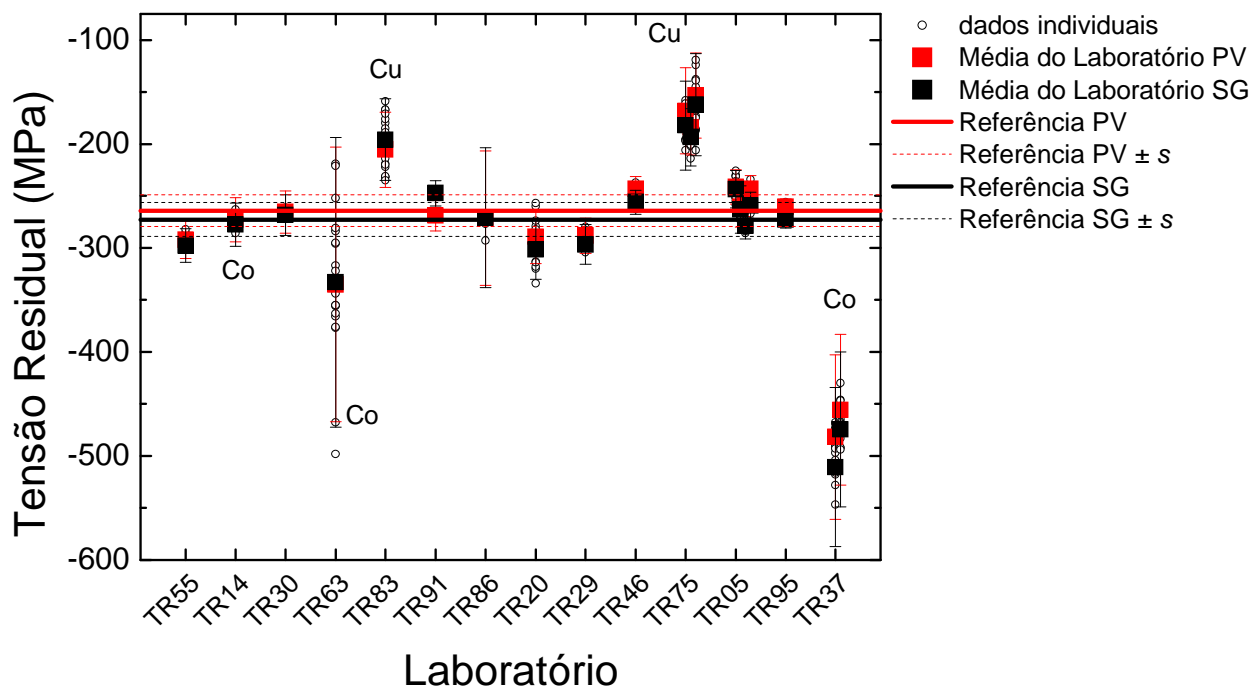


Figura 6. Comparação dos valores médios de tensão residual de cada laboratório com os valores de referência. A linha em vermelho corresponde ao valor designado σ_{PV} (média das medições usando raios X de energia Cr- $K\alpha$); a linha preta corresponde ao valor designado σ_{SG} (média das medições usando raios X de energia Cr- $K\alpha$)

A Figura 7 apresenta os resultados dos ensaios realizados pelo Inmetro (Lab 1) e pelo IWT utilizando diferentes instrumentos (Lab 2, Lab 2 V2, Lab 3 e Lab 4) em relação aos valores designados.

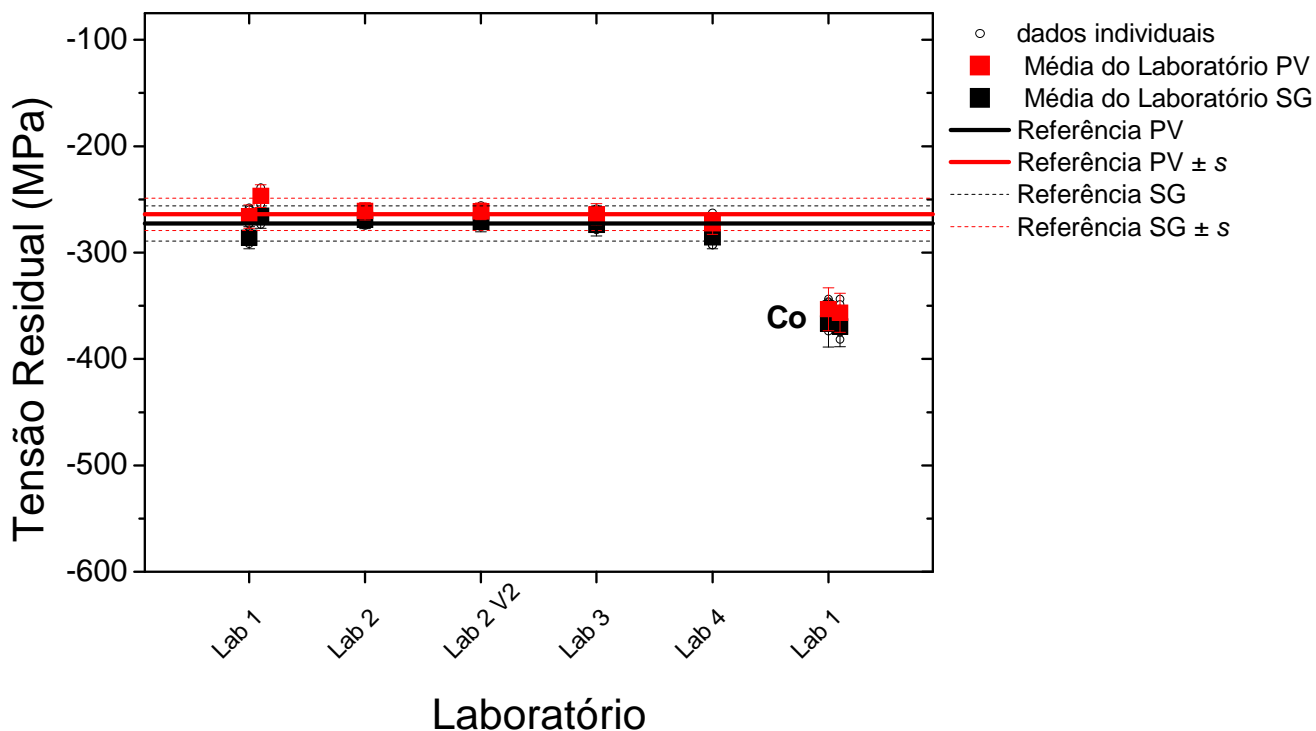


Figura 7. Valores médios de tensão residual obtidos nos ensaios adicionais. A linha em vermelho corresponde ao valor designado σ_{PV} (média das medições usando raios X de energia Cr-K α); a linha preta corresponde ao valor designado σ_{SG} (média das medições usando raios X de energia Cr-K α)

É importante ressaltar que os valores designados de tensão residual obtidos não se alterariam significativamente se fossem calculados sem os resultados do Inmetro e IWT. As diferenças são inferiores a 1,5 MPa. Ao mesmo tempo, as diferenças nos respectivos desvios padrão são inferiores a 3 MPa.

Por outro lado, pode-se observar que, em alguns casos, um mesmo laboratório apresenta diferenças de até 100 MPa entre os seus resultados.

Os resultados da comparação mostraram que as diferentes condições experimentais do método de medição de tensões residuais pela técnica de difração de raios X (DRX) não possuem resultados equivalentes.

Na sequência, é apresentada avaliação do desempenho dos laboratórios participantes. Esse desempenho foi avaliado de acordo com o cálculo do erro normalizado (E_n), conforme descrito na ABNT ISO/IEC 17043:2011, segundo a equação 1.

$$E_n = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}}, \tag{1}$$

Onde:

y_{ref} valor designado;

y_i resultado de medição de um laboratório específico i ;

U_{ref} valor de incerteza do valor designado;

U_i valor de incerteza do resultado para um laboratório específico i .

O critério de interpretação do resultado é dado a seguir:

$|E_n| \leq 1$ Resultado satisfatório

$|E_n| > 1$ Resultados insatisfatório

As Figuras 8 e 9 apresentam o desempenho dos laboratórios participantes, incluindo os que utilizaram as fontes Co-K α e Cu-K α , para os métodos de análise *sliding gravity* (SG) e Pseudo-Voigt (PV), respectivamente. As radiações diferentes de Cr-K α são identificadas pelas respectivas fontes. Nas figuras 8 e 9 é possível concluir que os resultados provenientes das diferentes fontes de raios X são incompatíveis devido a grande diferença de valores de E_n para os métodos SG e PV.

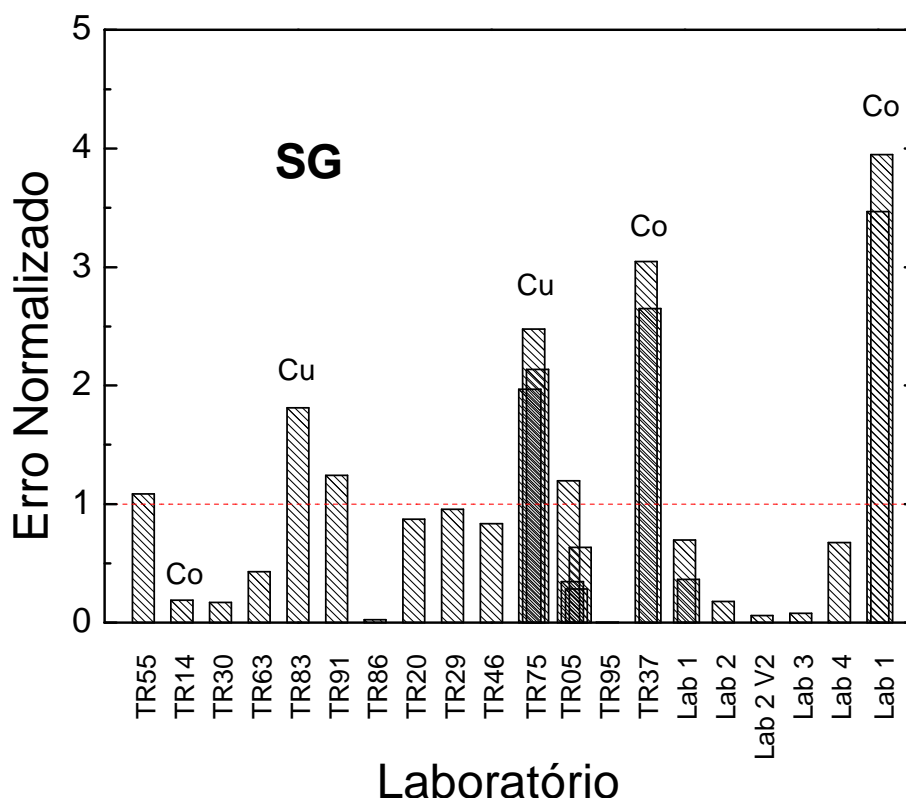


Figura 8. Erro normalizado dos laboratórios para o método “*sliding gravity*” de tratamento dos picos de difração.

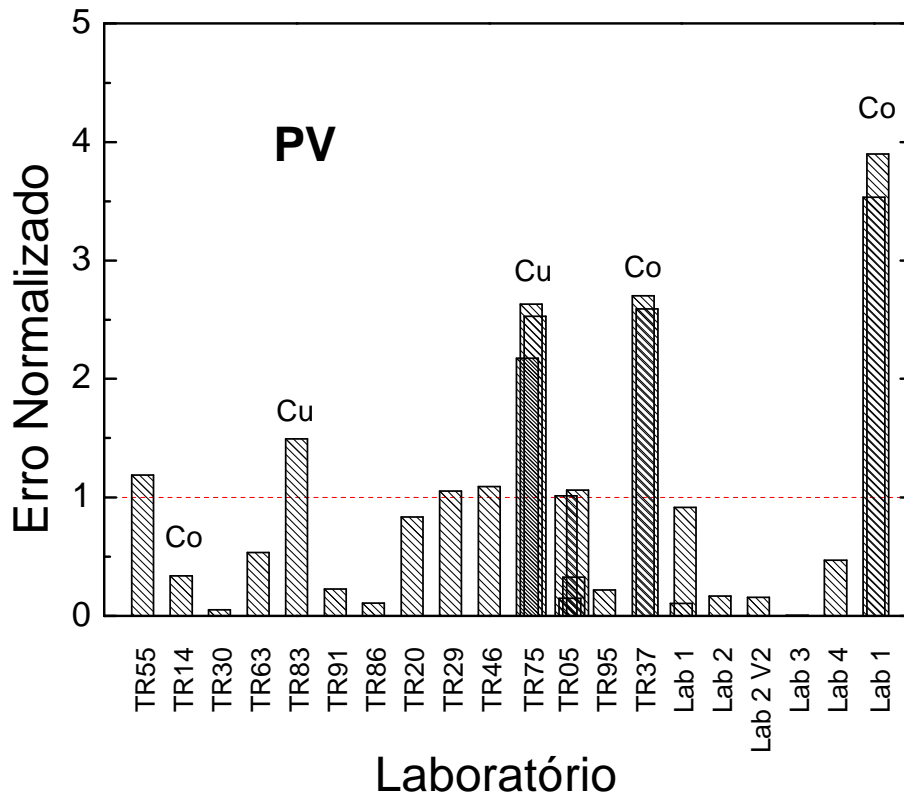


Figura 9. Erro normalizado dos laboratórios para o método de ajuste de picos de difração com a função Pseudo-Voigt.

Os fatores que levaram as incompatibilidades observadas foram investigados pelo comitê técnico. O principal fator que determinou as diferenças no desempenho dos laboratórios é atribuído ao estado de tensão das amostras medidas. Esse estado é caracterizado pelo gradiente das componentes de tensão residual pela espessura da amostra. Como consequência, na presença dos gradientes, as diferentes radiações de raios X mostram diferentes campos médios de tensão residual em virtude das diferentes profundidades médias de penetração.

6. Conclusões

Esta comparação, com o objetivo de validar diferentes condições experimentais para uso do método de medição de tensões residuais pela técnica de difração de raios X (DRX), evidenciou que:

- 1) para os itens de comparação empregados, só é possível comparar os resultados das medições de tensão residual feitas com a mesma fonte de raios X;
- 2) os resultados independem do método SG ou PV para a medição da tensão residual quando comparado com a influência da fonte de radiação;
- 3) o tipo de geometria de difração Ψ ou Ω não influencia nos resultados;
- 4) em geral, a distribuição espacial de tensão residual na amostra é o fator que impede a atribuição de um único valor ao estado de tensão (ou à componente) na superfície;

Dessa forma, esta CI mostrou que é importante fixar alguns parâmetros para a comparação do valor da tensão residual, como por exemplo, a fonte de radiação.

Embora cada laboratório tenha realizado 10 medições em condição de repetibilidade, esta só pode ser calculada para cada laboratório individualmente. Assim, não foi possível calcular os valores de repetibilidade e reprodutibilidade dos métodos SG e PV, uma vez que as condições de repetibilidade variaram de um laboratório para outro. Além disso, não foram fixadas as condições experimentais para o estudo da reprodutibilidade, por exemplo, número de analistas, pico de difração, intervalo 2θ do pico, passo 2θ , tempo por passo, número de inclinações Ψ , etc.

Dos laboratórios que usaram o Cr como a fonte de radiação, 72% dos conjuntos de dados resultaram em valores médios de tensão residual compatíveis segundo o erro normalizado.

Para possibilitar aos laboratórios aperfeiçoarem seus procedimentos de medição, no relatório foi incluída a avaliação do desempenho dos resultados dos laboratórios participantes na comparação. Além disso, é fundamental que os laboratórios iniciem a avaliação dos possíveis erros presentes no processo de medição e as respectivas fontes de incertezas de medição.

7. Participantes

Vinte e um laboratórios se inscreveram nesta comparação sendo que somente 12 laboratórios enviaram dados adequados para a análise, além do Inmetro e IWT. A numeração que consta na Tabela 2 é apenas indicativa do número de laboratórios participantes na CI, não estando, em hipótese alguma, associada à identificação dos laboratórios na apresentação dos resultados.

Tabela 2: Instituições participantes

| Instituição | |
|--------------------|--|
| 1. | ArcelorMittal Inox Brasil Laboratório de Métodos Físicos |
| 2. | Dana Indústria Ltda Laboratório Metalúrgico |
| 3. | Gerdau S.A. Linha de Cilindros para Laminação |
| 4. | Inmetro/Dimci/Dimat |
| 5. | Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Laboratório de Difração de Raios X |
| 6. | IWT (Alemanha) |
| 7. | Panalytical Laboratório Panalytical |
| 8. | Robert Bosch Ltda Laboratório de Materiais |
| 9. | Universidade Federal de Campina Grande LABSOL – Laboratório de Soldagem |
| 10. | Universidade Federal de Santa Catarina Laboratório de Difração de Raios X |
| 11 | Universidade Federal de Sergipe - CCET Laboratório de Difração de Raios X |
| 12 | Universidade Federal do ABC Laboratório Central Experimental Multiusuário (CEM) |
| 13 | Universidade Federal Fluminense Laboratório de Análise de Tensões – LAT |
| 14 | Villares Metal S.A. Laboratório do Centro de Pesquisa |

8. Referências

- [1] *Proceedings of the International Conferences on Residual Stresses from 1 to 9.*
- [2] *Hauk V. Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods. Amsterdam, Elsevier, 1997.*
- [3] *NPL MGPG-52 "Determination of Residual Stresses by X-ray diffraction", National Physical Laboratory, United Kingdom, 2005.*
- [4] *AWT Verfahrensbeschreibung, Röntgenographische Ermittlung von Spannungen – Ermittlung und Bewertung homogener Spannungszustände in kristallinen, makroskopisch isotropen Werkstoffen, Germany, 2000.*
- [5] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [6] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement – GUM 2008*, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [7] ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011: Avaliação de Conformidade – Requisitos Gerais para ensaios de proficiência.
- [8] ISO 5725 (E), *"Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results"*, 1994.
- [9] Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais e termos associados. 1ª Edição Luso Brasileira, IPQ e Inmetro, 2012.
-

Anexo A

Cálculo de desvios padrão aplicados aos dados da comparação

Os cálculos de desvios padrão a seguir seguem as recomendações da norma ISO 5725-2 "Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results – Part2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method". É importante enfatizar que os cálculos apresentados devem ser aplicados aos resultados obtidos em condições de repetibilidade e reprodutibilidade. Essas condições não são satisfeitas para os dados da presente CI. Desta forma, os desvios padrão obtidos nesta CI para os valores designados devem ser considerados como sendo as estimativas semiquantitativas.

O desvio padrão do valor médio $s_i(\bar{\sigma})$ de tensão residual de cada laboratório foi calculado a partir da seguinte equação:

$$s_i = \sqrt{(s_i^{\text{exp}})^2 + (s_i^{\text{fit}})^2}, \quad (\text{A1})$$

em que s_i^{exp} e s_i^{fit} são desvio padrão experimental da média e desvio padrão médio oriundo do ajuste linear de deformações em função de $\text{sen}^2 \psi$. Esses desvios padrão são dados pelas fórmulas:

$$s_i^{\text{exp}}(\bar{\sigma}_i) = \frac{s_i^{\text{exp}}(\sigma_i)}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (\sigma_{ij} - \bar{\sigma}_i)^2}, \quad (\text{A2})$$

e

$$s_i^{\text{fit}} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (s_{ij}^{\text{fit}})^2}{n}}. \quad (\text{A3})$$

Na equação A2, σ_{ij} é o valor da tensão residual da medição j do laboratório i , $\bar{\sigma}_i$ é a média de n medições efetuadas pelo laboratório i . Na equação A3, s_{ij}^{fit} é o desvio padrão do valor da tensão residual obtido no ajuste linear de deformações em função de $\text{sen}^2 \psi$ a partir dos dados da medição j do laboratório i .

Todos os laboratórios realizaram um ou mais conjuntos de ensaios com 10 medições em cada conjunto. A incerteza padrão da estimativa do valor da tensão residual (valor médio) no conjunto de 10 medições foi assumida igual ao desvio padrão da equação A1. A inclusão da componente s_i^{fit} na equação A1 leva em conta as incertezas relacionadas aos parâmetros de modelo para o qual os dados de deformações obtidos experimentalmente devem satisfazer. Essas incertezas de parâmetros incluem os erros estatísticos da medição e desvios dos dados experimentais do modelo de ajuste. É importante ressaltar que os componentes s_i^{exp} e s_i^{fit} são complementares. O componente s_i^{exp} é mais sensível aos erros estatísticos vindos da reprodutibilidade de funcionamento dos sistemas

do equipamento de medição (posicionamento da amostra e do detector de raios X, estabilidade da eletrônica do detector e da potência do tubo de raios X), enquanto s_i^{fit} reflete os erros estatísticos oriundos das condições de coleção dos dados e do seu tratamento (tempo de contagem, passo de 2θ , número de inclinações Ψ , modelo assumido de ajuste etc.). Embora suscetíveis aos erros sistemáticos (do tipo B), s_i^{exp} e s_i^{fit} não incluem esses tipos de erros. Desta forma, a incerteza padrão avaliada na base da equação A1 é subestimada.

Para aumentar o nível da confiança dos valores de tensão residual atribuídos a cada conjunto de dados, os cálculos a seguir utilizaram as incertezas expandidas com o fator de abrangência $k=2$. Os respectivos desvios padrão são dados pela equação:

$$S_i = k \cdot s_i \tag{A4}$$

As incertezas dos dois valores designados de tensão residual foram assumidas serem iguais aos desvios padrão de reprodutibilidade de medições desta comparação, que é dada pela equação:

$$S_R = \sqrt{S_r + S_L} \tag{A5}$$

em que S_r é desvio padrão de repetitividade e S_L é desvio padrão entre laboratórios. O desvio padrão S_r é definido pela fórmula:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) \cdot S_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)}} \tag{A6}$$

em que S_i é dada pela equação A4, n_i é o número de medições efetuadas pelo laboratório i e p é o número de conjuntos de dados. Levando em conta que todos os conjuntos de dados têm o mesmo número de medições, a equação (A6) se simplifica para:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}} \tag{A7}$$

O desvio padrão S_L é dado pela equação:

$$S_L^2 = \frac{S_d^2 - S_r^2}{\bar{n}} \tag{A8}$$

em que S_d e \bar{n} são dados pelas fórmulas:

$$S_d^2 = \frac{1}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p n_i \cdot (\bar{\sigma}_i - \bar{\sigma})^2 \quad (\text{A9})$$

e

$$\bar{n} = \frac{1}{p-1} \cdot \left(\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right) \quad (\text{A10})$$

Simplificando as equações (A9) e (A10) devido à igualdade dos n_i , tem-se:

$$S_d^2 = \frac{n}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p (\bar{\sigma}_i - \bar{\sigma})^2 \quad (\text{A11})$$

e

$$\bar{n} = n. \quad (\text{A12})$$

Nas equações (A9) e (A11) $\bar{\sigma}_i$ e $\bar{\sigma}$ são considerados: valor médio de tensão residual de cada conjunto de ensaios e média global de todos os conjuntos de experimentos respectivamente.



Programa de Ensaio da Proficiência do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - PEP-Inmetro
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - Brasil CEP: 25250-020
Tel/Fax: +55 21 2679-9745 - www.inmetro.gov.br - E-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br