

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

**GARANTIA DA QUALIDADE DE ENSAIOS MECÂNICOS DE MATERIAIS
METÁLICOS**

Daniel Antonio Kapper Fabricio

Dissertação para Obtenção do Título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2015

Fabricio, Daniel Antonio Kapper
Garantia da Qualidade de Ensaios Mecânicos de
Materiais Metálicos / Daniel Antonio Kapper
Fabricio. -- 2015.
xiii, 70 t. f.

Orientador: Afonso Reguly.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do
Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2015.

1. Garantia da Qualidade. 2. Ensaios Mecânicos. 3.
NBR ISO/IEC 17025. I. Reguly, Afonso, orient. II.
Título.

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

**GARANTIA DA QUALIDADE DE ENSAIOS MECÂNICOS DE MATERIAIS
METÁLICOS**

Daniel Antonio Kapper Fabricio
Engenheiro de Produção

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre
2015

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência e Tecnologia dos Materiais, e aprovada em sua forma final pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Banca Examinadora:

Profa. Dra. Carla Schwengber ten Caten, PPGE3M/UFRGS

Profa. Dra. Rejane Maria Candiota Tubino, PPGE3M/UFRGS

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker, PPGE3M/UFRGS

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker
Coordenador do PPGE3M

À minha família, pois sem seu apoio nada disso
teria sido possível.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. Afonso Reguly, pela orientação e ensinamentos;

Ao Professor Dr. Telmo Roberto Strohaecker, por todas as oportunidades oferecidas;

À Professora Dra. Ângela Danilevicz e à Professora Dra. Carla ten Caten, por terem me inspirado a seguir na Pós-Graduação;

Aos colegas Eng. Bill Paiva dos Santos, MSc. Cláudia Fanezi, Diego Moisés Maciel Vieira, Fernanda Pinotti, Eng. Filipe Kroeff, Eng. Jefferson Haag, Eng. Marcelo Moussalle Macedo e MSc. Vagner Machado Costa, por terem contribuído, cada um a seu modo, para a realização deste trabalho;

À Dra. Cíntia Gabriely Zimmer, por ter me introduzido aos conceitos de Qualidade;

Aos demais colaboradores do LAMEF, em especial aos colegas do Grupo de Ensaios Mecânicos, pelo apoio nos desafios do dia-a-dia;

Ao LAMEF, por fornecer a estrutura e os recursos necessários para a realização deste trabalho;

À minha família, por todo o apoio, carinho e incentivo durante este trabalho; e aos meus amigos, que sempre estiveram ao meu lado.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	VII
LISTA DE TABELAS	IX
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	X
RESUMO	XII
ABSTRACT	XIII
1.0 INTRODUÇÃO	1
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Ensaaios Mecânicos de Materiais Metálicos	3
2.1.1 Ensaio de Tração	3
2.1.2 Ensaio de Fadiga.....	5
2.1.3 Ensaio de Tenacidade à Fratura.....	6
2.1.3.1 Mecânica da Fratura Linear-Elástica: Ensaio de K_{IC}	7
2.1.3.2 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica: Ensaio de CTOD	8
2.1.4 Ensaio de Impacto Charpy.....	9
2.1.5 Ensaio de Dobramento.....	11
2.1.6 Ensaio de Anisotropia.....	11
2.2 Gestão da Qualidade em Laboratórios	13
2.2.1 Sistemas de Gestão da Qualidade	13
2.2.2 Acreditação de Laboratórios.....	14
2.3 Garantia da Qualidade de Laboratórios de Ensaios	18
2.3.1 Requisitos da NBR ISO/IEC 17025	18
2.3.2 Requisitos da NIT-DICLA-026.....	18
2.3.3 Ensaios de Proficiência.....	19
2.3.4 Comparações Bilaterais e Intralaboratoriais.....	21
2.4 Métodos de Análise e Critérios de Aceitação	22
2.4.1 Escore-z	22
2.4.2 Erro Normalizado	23
2.4.3 Análise de Variância.....	25

3.0	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	28
3.1	Estrutura Laboratorial e Sistema de Gestão	28
3.2	Equipamentos e Sistemas de Medição	29
3.3	Etapas de Trabalho	32
3.4	Classificação do Método de Pesquisa	33
4.0	RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1	Auditoria Externa	34
4.2	Plano de Ação	34
4.3	Execução e Resultados	35
4.3.1	Ensaio de Tração	37
4.3.2	Ensaio de Fadiga	38
4.3.3	Ensaio de Tenacidade à Fratura	40
4.3.4	Ensaio de Impacto Charpy-V	42
4.3.4.1	Comparação Intralaboratorial	42
4.3.4.2	Ensaio de Proficiência	43
4.3.5	Ensaio de Dobramento	44
4.3.6	Ensaio de Anisotropia	45
4.4	Análise e Melhoria	46
4.4.1	Ensaio de Tração	46
4.4.2	Ensaio de Fadiga	48
4.4.3	Ensaio de Anisotropia	49
4.4.4	Limitações no Uso dos Métodos	52
5.0	CONCLUSÕES	55
6.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	57
7.0	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58
	APÊNDICE A – INCERTEZA DE MEDIÇÃO DO ENSAIO DE IMPACTO	63
	APÊNDICE B – INCERTEZA DE MEDIÇÃO DO ENSAIO DE ANISOTROPIA	67

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Representação esquemática de um equipamento para ensaios de tração.....	4
Figura 2.2 – Curva tensão-deformação de engenharia para um material que apresenta escoamento descontínuo.....	5
Figura 2.3 – Curva característica de ensaios de fadiga para materiais ferrosos e não ferrosos..	6
Figura 2.4 – Representação física da definição de CTOD.	8
Figura 2.5 – Representação dos componentes para o cálculo do CTOD plástico de um corpo de prova tipo flexão em três pontos.....	9
Figura 2.6 – Equipamento de ensaio de impacto.....	10
Figura 2.7 – Representação do corpo de prova tipo Charpy.	10
Figura 2.8 – Execução de ensaio de dobramento em dispositivo com dois suportes e um molde.	11
Figura 2.9 – Posição de retirada dos corpos de prova para o cálculo do índice de anisotropia plástica.....	13
Figura 2.10 – Distribuição mundial de certificados ISO 9001 em 2012.	14
Figura 2.11 – Número de laboratórios de ensaio e calibração acreditados pela Dicla/Cgcre entre 1982 e 2013.	16
Figura 2.12 – Distribuição de frequência de laboratórios acreditados pela Cgcre segundo o tipo de ensaio.	16
Figura 2.13 – Requisitos da NBR ISO/IEC 17025.....	17
Figura 2.14 – Grau de concordância de laboratórios acreditados com a importância da participação em EP.	21
Figura 2.15 – Interpretação de resultados de ensaios de proficiência através de score-z.....	23
Figura 2.16 – Etapas do GUM.....	24
Figura 2.17 – Disposição dos dados na ANOVA de um fator.	26
Figura 3.1 – Máquina de ensaios: (a) eletromecânica e (b) servo-hidráulica.....	30
Figura 3.2 – Dispositivo para ensaio de CTOD do tipo flexão em três pontos.	30
Figura 3.3 – Extensômetro utilizado na medição do alongamento.	31
Figura 3.4 – (a) Máquina de ensaios de impacto. (b) Cuba criogênica.	31

Figura 3.5 – (a) Paquímetro digital. (b) Projetor de perfil.....	32
Figura 3.6 – Etapas de trabalho.	32
Figura 4.1 – Investigação de causa das não conformidades para elaboração de Plano de Ação.	35
Figura 4.2 – Corpos de prova para ensaios de tração no interlaboratorial de 2014.....	37
Figura 4.3 – Resultados da participação do LAMEF em ensaios de proficiência de tração. ...	38
Figura 4.4 – Corpos de prova para ensaios de fadiga.....	39
Figura 4.5 – Corpos de prova para ensaios de impacto Charpy tipo V.	43
Figura 4.6 – Corpos de prova para ensaios de dobramento.....	44
Figura 4.7 – Partes de um paquímetro universal.	47
Figura 4.8 – Cálculo da área da seção final em corpos de prova circulares segundo a ASTM E8/E8M-13a.	47
Figura 4.9 – Exemplo de peça utilizada no estudo dimensional, com destaque para a região medida.	50
Figura 4.10 – Histogramas dos EP para: (a) Resistência de prova; (b) Resistência à tração; (c) Redução de área; (d) Alongamento após a fratura; (e) Energia absorvida.....	53
Figura 4.11 – Histograma de uma distribuição normal.	54
Figura A.1 – (a) Modelo da planilha de incerteza elaborada para o ensaio de impacto Charpy. (b) Exemplo de aplicação.	66
Figura B.1 – (a) Modelo da planilha de incerteza elaborada para o ensaio de anisotropia. (b) Exemplo de aplicação.....	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Tabela ANOVA de um fator.	26
Tabela 3.1 – Ensaios mecânicos de materiais metálicos no escopo de acreditação do LAMEF-Centro.	29
Tabela 4.1 – Não conformidades da auditoria externa.	34
Tabela 4.2 – Matriz de ensaios de garantia de qualidade.	36
Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios de fadiga.	39
Tabela 4.4 – Número de ciclos até a ruptura.	39
Tabela 4.5 – ANOVA do ensaio de fadiga para o fator laboratório.	40
Tabela 4.6 – Resultados do ensaio de K_{IC}	41
Tabela 4.7 – Valores de K_Q variando operador.	41
Tabela 4.8 – ANOVA do ensaio de K_{IC} para o fator operador.	41
Tabela 4.9 – Resultados do ensaio Charpy-V variando operador.	42
Tabela 4.10 – ANOVA do ensaio Charpy-V para o fator operador.	43
Tabela 4.11 – Resultados do estudo intralaboratorial para o ensaio de anisotropia.	45
Tabela 4.12 – Análise dos dados adquiridos para um dos corpos de prova de fadiga.	48
Tabela 4.13 – Análise dos erros na aquisição de força nos ensaios de fadiga.	49
Tabela 4.14 – Comparação de valores dimensionais obtidos em paquímetro e projetor de perfil.	50
Tabela 4.15 – ANOVA das medidas de largura para os fatores equipamento e peça.	51
Tabela 4.16 – Análise da reprodutibilidade do projetor de perfil.	51
Tabela 4.17 – ANOVA do fator operador para medições dimensionais no projetor de perfil.	52
Tabela A.1 – Estimativa das incertezas padrão do ensaio de impacto.	64
Tabela B.1 – Estimativa das incertezas padrão do ensaio de anisotropia.	68

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

A	Alongamento após a fratura em ensaios de tração;
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> ;
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i> – Análise de Variância;
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária;
API	<i>American Petroleum Institute</i> ;
B	Espessura do corpo de prova;
CDT	Casa do Desenvolvimento Tecnológico;
Cgcre	Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro;
CTOD	<i>Crack Tip Opening Displacement</i> – Deslocamento de abertura da ponta da trinca;
CV	Coefficiente de Variação;
Dicla	Divisão de Acreditação de Laboratórios do Inmetro;
E_n	Erro Normalizado;
EP	Ensaio de Proficiência;
Escore-z	Medida padronizada da tendência do laboratório em ensaios de proficiência;
$F_{\text{calculado}}$	Razão entre duas variâncias;
F_{tabelado}	Valor tabelado da distribuição estatística de Fisher-Snedecor;
GDL	Graus de Liberdade;
GEM	Grupo de Ensaios Mecânicos do LAMEF;
GUM	<i>Guide to the expression of Uncertainty in Measurement</i> – Guia para expressão da incerteza de medição;
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i> – Cooperação internacional de organismos de acreditação de laboratórios;
Inmetro	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia;
K_{IC}	<i>Plane-strain fracture toughness</i> – Fator intensidade de tensões crítico;
K_Q	Valor provisório do fator intensidade de tensões;
KV2	Energia absorvida em ensaios de impacto;
LAMEF	Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS;

MFEP	Mecânica da Fratura Elasto-Plástica;
MFLE	Mecânica da Fratura Linear-Elástica;
MQ	Média Quadrada;
N	Número de ciclos para a ruptura em ensaios de fadiga;
NIT	Norma Interna Técnica do Inmetro;
PGQP	Programa Gaúcho da Qualidade e Produtividade;
r	Índice de anisotropia plástica;
R _a	Rugosidade média;
R _m	Resistência à tração;
R _p	Resistência de prova em ensaios de tração;
RBC	Rede Brasileira de Calibração;
RBLE	Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio;
R&R	Repetitividade e Reprodutibilidade;
RMRS	Rede Metrológica do RS;
SQ	Soma Quadrada;
SQG	Soma dos Quadrados dos Grupos;
SQR	Soma dos Quadrados dos Resíduos;
SQT	Soma dos Quadrados dos Totais;
Valor-P	Probabilidade de significância;
W	Largura do corpo de prova;
Z	Redução de área em ensaios de tração.

RESUMO

A implantação de Sistemas de Gestão da Qualidade em ambiente laboratorial vem se tornando uma necessidade frequente, devido à demanda dos clientes por resultados confiáveis e rastreáveis. No Brasil, a Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (Cgcre) é o órgão responsável pela acreditação de laboratórios segundo a NBR ISO/IEC 17025, sendo o Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul acreditado para a realização de ensaios de materiais metálicos desde 2010. Em 2013, tendo passado por um processo de aumento de escopo de acreditação para os ensaios mecânicos, evidenciou-se o não atendimento ao item de garantia da qualidade da NBR ISO/IEC 17025 e da NIT-DICLA-026. Para atender aos requisitos, foram conduzidas análises através de Ensaio de Proficiência e por monitoramento interno da qualidade pelos métodos do Erro Normalizado e de Análise de Variância. Quando identificados desvios dos critérios de aceitação, ações corretivas foram tomadas, visando a melhoria contínua dos sistemas de medição. Os resultados do trabalho demonstraram que a implantação sistemática de métodos estatísticos para o monitoramento da qualidade dos ensaios foi fundamental para o processo de aumento do escopo de acreditação do LAMEF, o qual foi consolidado no início de 2014.

Palavras chave: NBR ISO/IEC 17025; Garantia da Qualidade; Ensaio de Proficiência; Erro Normalizado; ANOVA; Ensaio Mecânicos.

ABSTRACT

The implementation of Quality Management Systems in laboratory environment is being an increasing necessity, due to customer demand for reliable and traceable test results. The General Coordination for Accreditation of Inmetro (Cgcre/Inmetro) is the Brazilian body responsible for the accreditation of laboratories according to ISO/IEC 17025 standard, and the Physical Metallurgy Laboratory (LAMEF) from the Federal University of Rio Grande do Sul (UFRGS) has been accredited in performance of metallic materials tests since 2010. In 2013, during the process of accreditation scope extension on mechanical testing, there were identified nonconformities to the quality assurance requirements of ISO/IEC 17025 and NIT-DICLA-026. In order to comply with these requirements, studies have been carried out through Proficiency Testing and internal quality monitoring via Normalized Error and Analysis of Variance methods. Corrective actions were taken when deviations from the acceptance criteria were identified, aiming the measurement systems continuous improvement. The results of this work have demonstrated that the systematic implementation of statistical methods for monitoring the testing quality was critical to the process of LAMEF extension of scope, which was consolidated in the early 2014.

Key words: ISO/IEC 17025; Quality Assurance; Proficiency Testing; Normalized Error; ANOVA; Mechanical Testing.

1.0 INTRODUÇÃO

A implantação de Sistemas de Gestão em ambiente laboratorial vem se tornando frequente e necessária devido ao aumento da demanda dos clientes por resultados confiáveis e rastreáveis. Segundo Abdel-Fatah (2010), a competência técnica dos laboratórios se torna crítica para o fabricante, fornecedor, exportador e para o consumidor, o que reforça a importância da implantação de sistemas de gestão para laboratórios de ensaio e calibração. Atualmente, apenas no Brasil, existem cerca de 940 laboratórios analíticos acreditados pela Cgcre/Inmetro (INMETRO, 2014).

A NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b) é uma norma internacional de qualidade voltada ao ambiente laboratorial, a qual especifica os requisitos necessários para que laboratórios de ensaio e calibração demonstrem sua competência técnica e a validade dos resultados fornecidos. Segundo Lopes *et al.* (2014), a imagem de um laboratório depende fortemente da qualidade contínua de seus resultados, justificando assim a necessidade crescente da implementação de sistemas da qualidade baseados nessa norma.

Para obter a acreditação por essa norma, os laboratórios de ensaio devem atender a uma série de requisitos, entre os quais se incluem o monitoramento da validade dos ensaios realizados. A garantia da qualidade dos resultados de ensaio é relacionada aos processos internos e externos, sendo quantificável através de métodos estatísticos. Tais métodos podem incluir ensaios de proficiência, comparações internas, replicação de ensaios, uso de cartas de controle, entre outros. Esse tipo de prática, em conjunto com o atendimento aos demais requisitos normativos, visa o controle e a melhoria contínua dos ensaios realizados.

A determinação com boa precisão das propriedades mecânicas dos materiais é um fator crucial para a aplicação dos mesmos em engenharia, desde o projeto até a produção e a utilização dos materiais, para a prevenção de falhas e melhor seleção dos materiais para cada aplicação. Segundo Callister (2007), é indispensável que os ensaios sejam executados de forma padronizada, e que os resultados sejam relatados de forma consistente, dado que as propriedades mecânicas dos materiais são de interesse de diferentes partes, tais como: fabricantes, consumidores, institutos de pesquisa e agências governamentais.

O Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul é acreditado pela Cgcre/Inmetro na realização de ensaios mecânicos-metalúrgicos desde 2010. A partir de uma auditoria externa realizada em 2013, visando à extensão do escopo de acreditação, identificou-se que o Laboratório não estava atendendo ao requisito de garantia da qualidade para os ensaios mecânicos realizados. Isso gerou uma não conformidade e a necessidade de tomada de ação corretiva para manutenção da acreditação do LAMEF.

Os ensaios mecânicos abordados no trabalho e executados no Grupo de Ensaios Mecânicos do LAMEF são:

- Ensaio de tração;
- Ensaio de fadiga axial;
- Ensaios de tenacidade à fratura: mecânica da fratura linear elástica (K_{IC}) e mecânica da fratura elasto-plástica (CTOD);
- Ensaio de impacto Charpy;
- Ensaio de dobramento;
- Ensaio de anisotropia.

Nesse contexto, o objetivo geral do trabalho é realizar o monitoramento da qualidade dos ensaios mecânicos do LAMEF através de métodos estatísticos reconhecidos.

Como objetivos específicos, espera-se: (i) promover a análise e melhoria contínua dos sistemas de medição do LAMEF; (ii) promover o atendimento ao requisito de garantia da qualidade da NBR ISO/IEC 17025 para a manutenção da acreditação; e (iii) permitir a extensão do escopo de acreditação dos ensaios mecânicos do LAMEF.

2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta a revisão da literatura sobre os assuntos abordados neste trabalho. Inicialmente, apresenta-se uma revisão sobre os ensaios mecânicos presentes no escopo, seguida de uma contextualização sobre gestão da qualidade em ambiente laboratorial. Em seguida, são demonstrados e discutidos os requisitos normativos relacionados à garantia da qualidade em laboratórios. Por fim, são apresentados métodos estatísticos de análise (escore-z, análise de variância e erro normalizado), assim como seus respectivos critérios de aceitação.

2.1 Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos

Projetos de engenharia requerem um vasto conhecimento das características, propriedades e comportamento dos materiais a serem utilizados. Os critérios de especificação dos materiais impõem a realização de ensaios através de métodos normalizados, visando levantar as propriedades mecânicas dos mesmos e o seu comportamento sob determinados esforços (GARCIA *et al.*, 2012).

Nesse trabalho, são abordados os seguintes ensaios mecânicos voltados à aplicação em materiais metálicos e juntas soldadas: ensaio de tração, ensaio de fadiga, ensaios de tenacidade à fratura, ensaio de impacto Charpy, ensaio de dobramento e ensaio de anisotropia.

2.1.1 Ensaio de Tração

O ensaio de tração é o ensaio mais utilizado na avaliação dos materiais, permitindo obter diversas propriedades mecânicas. O ensaio consiste na aplicação de uma carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova até a ruptura, medindo-se a variação no comprimento (L) como função da carga aplicada (P). Após o tratamento adequado dos dados, obtém-se uma curva que relaciona a tensão (σ) com a deformação (ϵ) do corpo de prova (GARCIA *et al.*, 2012).

A tensão de engenharia (σ) é dada pela relação entre a carga instantânea (P) e a área da seção inicial do corpo de prova (S_0), conforme a Equação 2.1, enquanto a deformação de

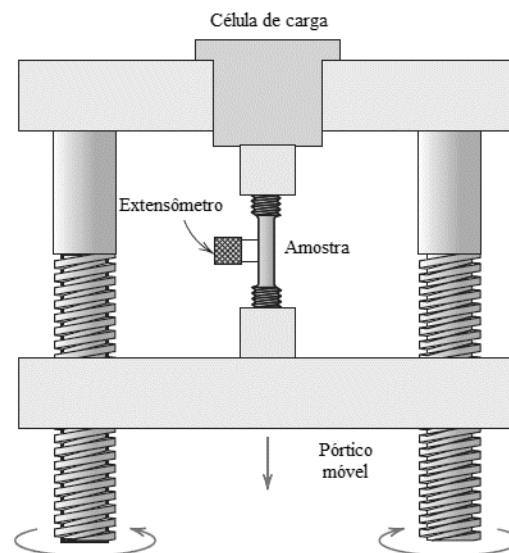
engenharia (ε) é dada pela relação entre o comprimento instantâneo (L) e o comprimento inicial (L_0), segundo a Equação 2.2.

$$\sigma = \frac{P}{S_0} \quad \text{Equação 2.1}$$

$$\varepsilon = \frac{(L - L_0)}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad \text{Equação 2.2}$$

A Figura 2.1 apresenta, esquematicamente, um equipamento para a realização de ensaios de tração.

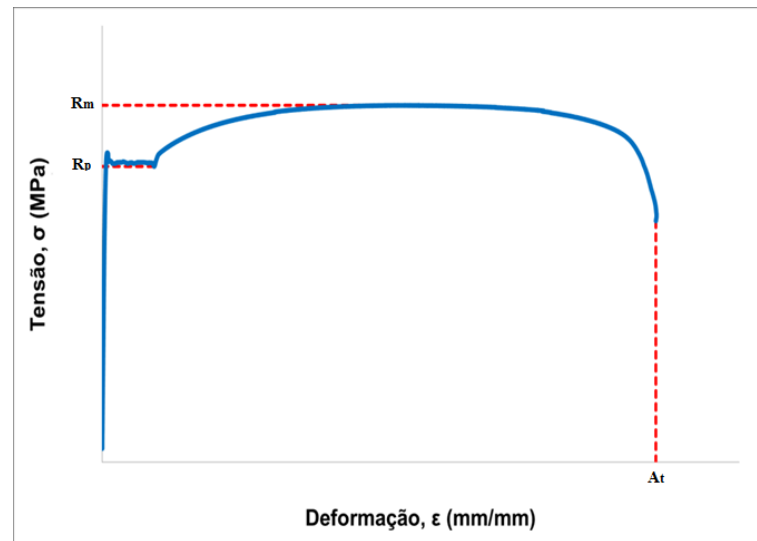
Figura 2.1 – Representação esquemática de um equipamento para ensaios de tração.



Fonte: CALLISTER (2007).

A Figura 2.2 mostra um exemplo de curva tensão-deformação de engenharia, apresentando também algumas das propriedades que podem ser obtidas no ensaio, segundo a norma de ensaio NBR ISO 6892-1: resistência de prova (R_p), limite de resistência à tração (R_m) e extensão total (A_t) (ABNT, 2013).

Figura 2.2 – Curva tensão-deformação de engenharia para um material que apresenta escoamento descontínuo.

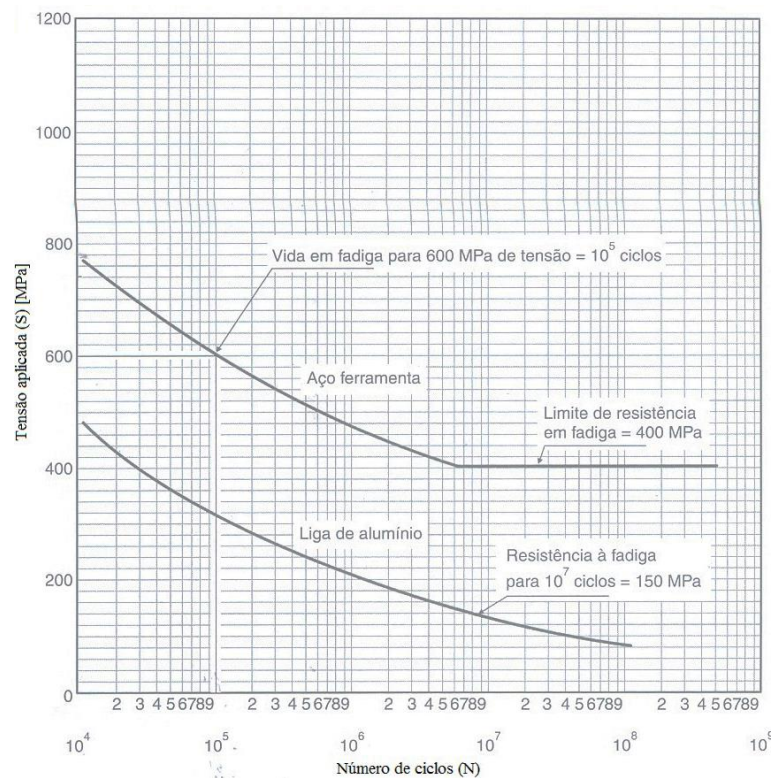


Fonte: Adaptado de ROCHA *et al.* (2014).

2.1.2 Ensaio de Fadiga

O ensaio de fadiga é resultante da aplicação cíclica de uma carga em um corpo de prova. A apresentação de dados experimentais de ensaios de fadiga pode se dar através da curva S-N, também chamada curva de Wöhler, onde se plota a tensão (S) em relação ao número de ciclos necessários para a fratura (N), normalmente em escala logarítmica (ZIMMER, 2011), para vários corpos de prova, conforme a Figura 2.3. A plotagem de uma curva S-N permite identificar o limite de resistência à fadiga do material, ou seja, o nível de carregamento cíclico abaixo do qual o material terá vida em fadiga infinita, quando existente.

Figura 2.3 – Curva característica de ensaios de fadiga para materiais ferrosos e não ferrosos.



Fonte: GARCIA *et al.* (2012).

A região na qual a falha ocorre em menos de 10^4 ciclos é denominada de fadiga de baixo ciclo, e a região de maior resistência é denominada fadiga de alto ciclo (POOK, 2007; ZIMMER, 2011). A norma ASTM E466-07 (ASTM, 2007) indica que o ensaio de fadiga axial é utilizado para determinar o efeito de fatores como material, geometria, acabamento superficial e carga na resistência à fadiga de materiais metálicos sujeitos a tensões repetidas.

2.1.3 Ensaio de Tenacidade à Fratura

Ensaio de tenacidade à fratura avaliam a resistência do material diante de uma trinca, sendo o objetivo da Mecânica da Fratura determinar se um defeito irá ou não levar o componente à fratura catastrófica para tensões normais de serviço, permitindo, ainda, determinar o grau de segurança efetivo de um componente trincado (ANDERSON, 2005).

A Mecânica da Fratura baseia-se em duas áreas: a Mecânica da Fratura Linear-Elástica (MFLE) e a Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP). A primeira normalmente é utilizada em situações em que a fratura ocorre ainda no regime linear-elástico, apresentando quantidade limitada de deformação plástica na ponta da trinca. Isto pode ocorrer para ligas de altíssima resistência mecânica ou mesmo em ligas com resistência moderada, desde que empregadas

em uma espessura razoável. A segunda abordagem é aplicada para metais que apresentam elevada deformação plástica precedendo a fratura. A espessura do material define se o regime é o estado plano de deformação (estado triaxial de tensões), em que a MFLE é aplicável, ou o estado plano de tensão (estado biaxial de tensões), em que a MFEP é aplicável (STROHAECKER, 2012).

2.1.3.1 Mecânica da Fratura Linear-Elástica: Ensaio de K_{IC}

A Mecânica da Fratura Linear-Elástica (MFLE) é utilizada para analisar materiais que possuem comportamento frágil em relação à fratura em condições linear-elásticas, apresentando limitada quantidade de deformação plástica na ponta da trinca.

O parâmetro mais utilizado na MFLE para avaliar a tenacidade à fratura de materiais metálicos é o valor crítico do fator de intensidade de tensões para o modo I (trativo) de aplicação da carga (K_{IC}), sendo esta uma propriedade intrínseca do material. O K_{IC} consegue correlacionar a tensão aplicada (σ) no material com o tipo (Y) e tamanho (a) do defeito. A Equação 2.3 apresenta a definição do fator de intensidade de tensões para uma forma genérica de trinca (HAAG, 2012).

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad \text{Equação 2.3}$$

Onde K representa o fator de intensidade de tensões, Y é o fator de forma, σ é a tensão aplicada e a é o tamanho da trinca.

Para obter o valor de K_{IC} do material, inicialmente se calcula um valor provisório, denominado K_Q , que é uma função da largura do corpo de prova (W), da espessura (B), do tamanho da trinca (a) e da carga aplicada (P_Q), segundo a Equação 2.4, conforme indicado na norma de ensaio ASTM E399-12e3 (ASTM, 2012b).

$$K_Q = \frac{P_Q}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{Equação 2.4}$$

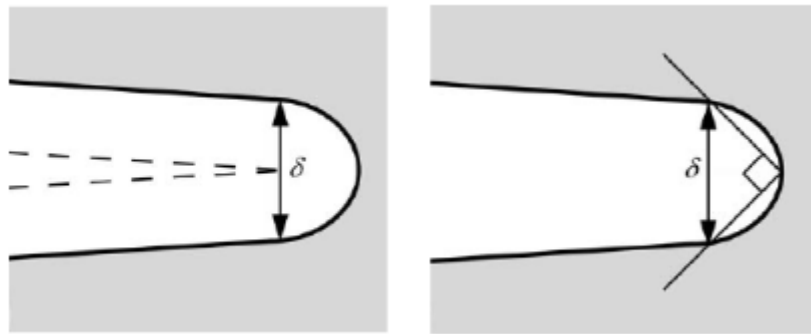
A função f (a/W) é uma função adimensional da razão entre tamanho de trinca e espessura. O valor de K_Q é validado como K_{IC} se as condições presentes na Equação 2.5 forem atendidas. Na Equação, σ_e representa o limite de escoamento do material.

$$a, B, (W - a) \geq \frac{2,5K_{IC}^2}{\sigma_e^2} \quad \text{Equação 2.5}$$

2.1.3.2 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica: Ensaio de CTOD

O CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) é um parâmetro da Mecânica da Fratura utilizado para determinar tamanhos de defeitos admissíveis para que não ocorra falha catastrófica (STROHAECKER, 2012). Fisicamente, o valor de CTOD representa a abertura da trinca na ponta do entalhe, conforme a Figura 2.4.

Figura 2.4 – Representação física da definição de CTOD.



Fonte: ANDERSON (2005).

Segundo a norma BS 7448-1 (BS, 1991), o cálculo para obtenção do valor de CTOD (δ) é composto de duas componentes (Equação 2.6): uma componente elástica (δ_{el}) e uma componente plástica (δ_{pl}). Logo, tem-se:

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} \quad \text{Equação 2.6}$$

A componente elástica é obtida a partir da Equação 2.7 e da Equação 2.8.

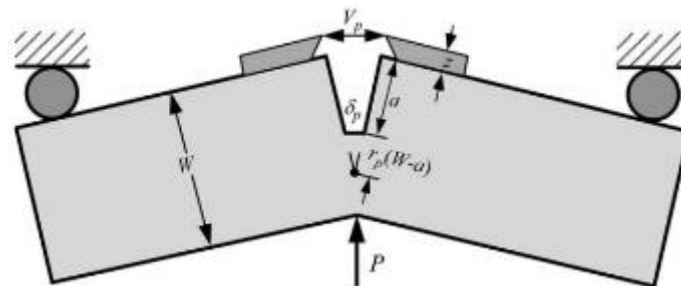
$$\delta_{el} = \frac{K^2(1 - \nu)^2}{2\sigma_e E} \quad \text{Equação 2.7}$$

$$K = \frac{PS}{BW^{1,5}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{Equação 2.8}$$

Na Equação 2.8, a função $f(a/W)$ é uma função adimensional do tamanho de trinca (a) pela largura (W). O resultado desta função está associado ao tipo de corpo de prova utilizado. Além disso, S representa a distância entre os roletes (*span*), v representa a abertura da boca do entalhe, σ_e é o limite de escoamento do material e E é o módulo de elasticidade.

Para um corpo de prova do tipo SE(B) (flexão em três pontos), a componente plástica do CTOD é calculada a partir de uma relação geométrica de semelhança de triângulos em função da abertura da boca do entalhe (V_p) do corpo de prova. Os componentes desta relação podem ser vistos na Figura 2.5.

Figura 2.5 – Representação dos componentes para o cálculo do CTOD plástico de um corpo de prova tipo flexão em três pontos.



Fonte: ANDERSON (2005).

A partir da semelhança de triângulos, obtém-se a Equação 2.9 para a componente plástica do CTOD.

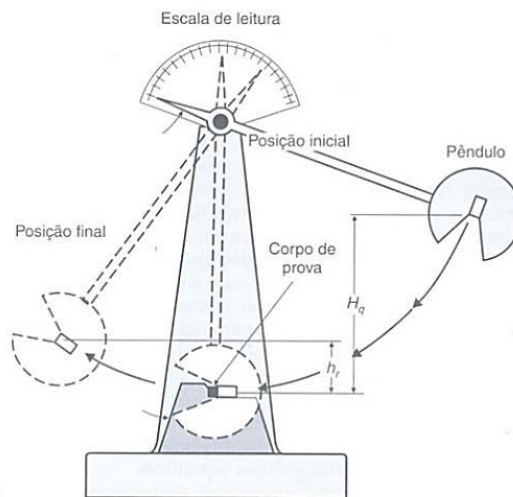
$$\delta_{pl} = \frac{r_p(W - a)V_p}{r_p(W - a) + a + z} \quad \text{Equação 2.9}$$

2.1.4 Ensaio de Impacto Charpy

O ensaio de impacto é amplamente aplicado na análise do comportamento à fratura de materiais devido à sua relativa facilidade de execução. Usualmente, o resultado é representado pela medida da energia absorvida do material até a fratura, utilizando corpos de prova padronizados com entalhe de dimensões definidas. Apesar de não fornecer informações quantitativas a respeito do comportamento de estruturas nas condições de serviço, o resultado do ensaio de impacto pode ser utilizado para o controle de qualidade de processos e critério de aceitação de matéria-prima para determinadas aplicações. Trata-se, assim, de um ensaio qualitativo para avaliação da tenacidade do material.

A norma ASTM E23-12c (ASTM, 2012a) indica os requisitos relacionados ao corpo de prova, procedimento, equipamentos, entre outros, para a execução de ensaios de impacto em materiais metálicos. A Figura 2.6 apresenta um equipamento de ensaio de impacto, mostrando o martelo pendular utilizado para aplicar o carregamento dinâmico no corpo de prova.

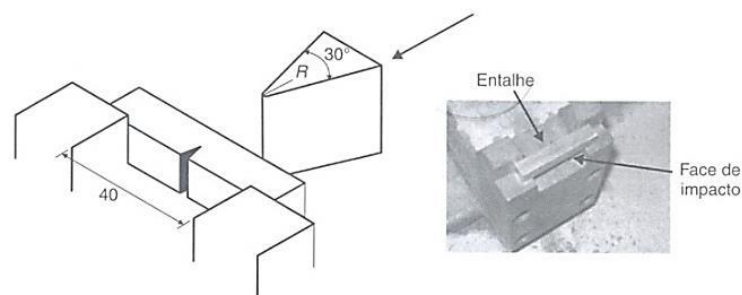
Figura 2.6 – Equipamento de ensaio de impacto.



Fonte: GARCIA *et al.* (2012).

A Figura 2.7 representa a configuração de carregamento e posicionamento do corpo de prova do tipo Charpy no suporte rígido.

Figura 2.7 – Representação do corpo de prova tipo Charpy.



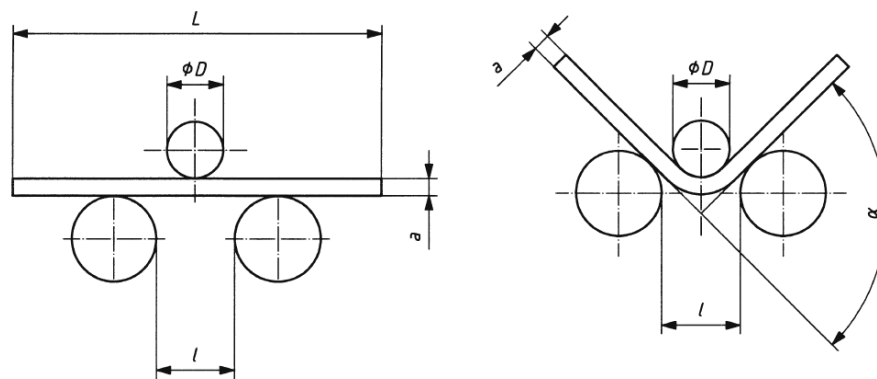
Fonte: GARCIA *et al.* (2012).

2.1.5 Ensaio de Dobramento

O ensaio de dobramento é utilizado para a análise de processos de conformação de calhas, tubos, tambores e demais elementos conformados plasticamente (GARCIA *et al.*, 2012), assim como para a qualificação de juntas soldadas. Segundo a norma DIN EN ISO 7438 (DIN, 2005), o ensaio consiste em submeter um corpo de prova a uma deformação plástica por dobramento, até se obter um ângulo especificado. A Figura 2.8 apresenta um exemplo de equipamento que pode ser utilizado no ensaio de dobramento.

O ensaio de dobramento é qualitativo do material, sendo a variável de resposta do tipo aprova ou reprova. Após dobrar o corpo de prova segundo o ângulo especificado, procede-se à análise da superfície, buscando verificar a presença (ou não) de trincas visíveis a olho nu.

Figura 2.8 – Execução de ensaio de dobramento em dispositivo com dois suportes e um molde.



Fonte: DIN (2005).

2.1.6 Ensaio de Anisotropia

Estampabilidade é a capacidade que uma chapa metálica tem de adquirir a forma de uma matriz pelo processo de estampagem, sem se romper ou apresentar qualquer outro tipo de defeito. As propriedades de um material estampado podem variar conforme a direção, sendo essa característica denominada de anisotropia (LIANG *et al.*, 1994).

A estampagem é um dos principais processos de conformação mecânica usados na fabricação de peças, componentes e estruturas a partir de chapas metálicas. Nessa classe estão incluídos desde o corte e dobramento em prensa, até processos mais modernos, como a conformação por rolos, a conformação incremental e a estampagem a quente, passando pelos processos convencionais de estiramento, estampagem profunda, entre outros (FABRICIO, 2013).

Segundo a norma ASTM E517-00, o coeficiente de anisotropia plástica (r) é um parâmetro que indica a capacidade de uma folha de metal em resistir à diminuição ou aumento de espessura quando sujeito a forças de tração ou compressão no plano da folha e está relacionada às orientações cristalográficas preferenciais dentro de um metal policristalino. O valor de r , portanto, é considerado um dos parâmetros para medida da estampabilidade de chapas metálicas (ASTM, 2010).

Por definição, r representa a razão entre a deformação verdadeira na largura (ε_w) e na espessura (ε_t) de um corpo de prova de tração, após uma deformação longitudinal pré-definida. A norma ASTM E517-00 determina um método de ensaio para realizar a medição do coeficiente de anisotropia plástica r em laminados metálicos, voltados a aplicações em estampagem profunda. Devido à dificuldade de medir as variações de espessura com precisão, é comumente utilizada uma relação equivalente, utilizando a largura e o comprimento do corpo de prova (ASTM, 2010). O cálculo do índice r de uma amostra é apresentado na Equação 2.10.

$$r = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t} = \frac{\ln\left(\frac{w_0}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_0 w_0}\right)} \quad \text{Equação 2.10}$$

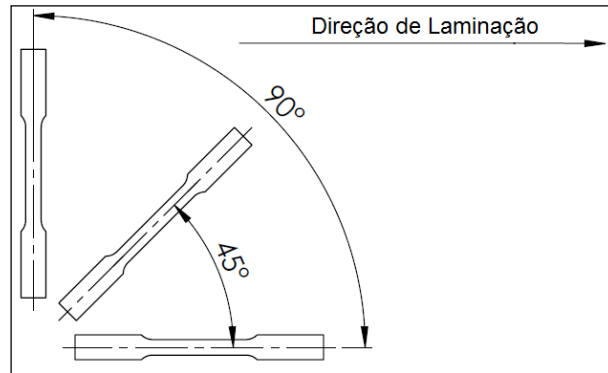
Onde w_0 e l_0 representam, respectivamente, a largura e o comprimento iniciais do corpo de prova, e w_f e l_f representam, nessa ordem, a largura e o comprimento finais (após a deformação plástica).

A anisotropia média (r_m) de uma chapa é obtida através da média ponderada dos valores de r em três direções: 0° (paralela), 45° (diagonal), e 90° (perpendicular) à direção de laminação, conforme a Equação 2.11 (ASTM, 2010).

$$r_m = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad \text{Equação 2.11}$$

A Figura 2.9 representa as posições de onde são retirados os corpos de prova da chapa.

Figura 2.9 – Posição de retirada dos corpos de prova para o cálculo do índice de anisotropia plástica.



Fonte: FABRICIO *et al.* (2014a).

2.2 Gestão da Qualidade em Laboratórios

Qualidade pode ser definida como a “conformidade do produto às suas especificações” (CROSBY, 1986, p. 31); ou, segundo Deming (1993, p. 56), “tudo aquilo que melhora o produto do ponto de vista do cliente”. Segundo Ishikawa (1993, p. 43), Qualidade é “desenvolver, projetar, produzir e comercializar um produto que é mais econômico, mais útil e sempre satisfatório para o consumidor” ou, na definição de Falconi (1992), Qualidade representa o atendimento de forma confiável, acessível, segura e no tempo certo das necessidades do cliente. Por fim, segundo a norma NBR ISO 9000, Qualidade pode ser definida, genericamente, como o “grau no qual um conjunto de características inerentes satisfaz a requisitos” (ABNT, 2005a, p. 8).

A implantação de Sistemas da Qualidade em ambiente laboratorial é apresentada no item 2.2.2 deste trabalho, após uma conceituação geral sobre Sistemas de Gestão da Qualidade (item 2.2.1).

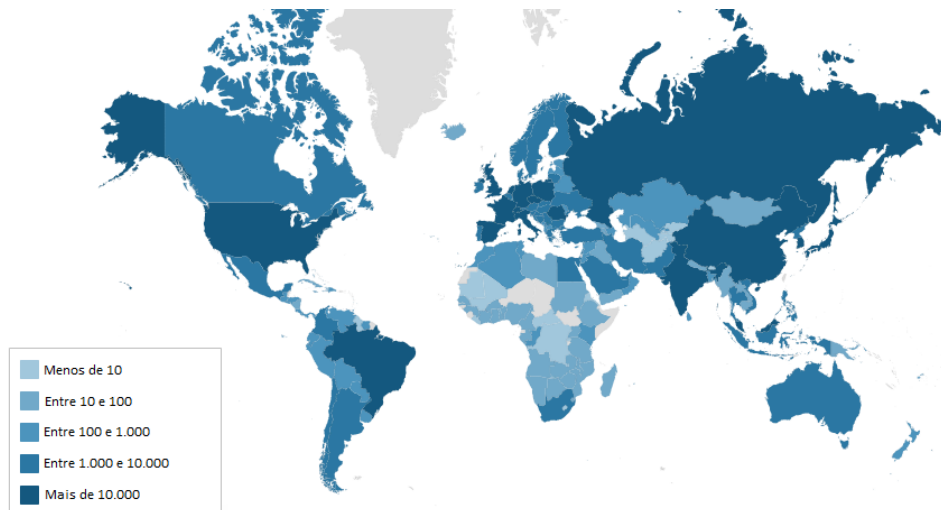
2.2.1 Sistemas de Gestão da Qualidade

Clientes exigem produtos com características que satisfaçam as suas necessidades e expectativas. Estas necessidades e expectativas são expressas nas especificações de produto e, de modo geral, são designadas como requisitos do cliente. A abordagem do sistema de gestão da qualidade incentiva as organizações a analisar os requisitos do cliente, definir os processos que contribuem para a obtenção de um produto que é aceitável para o cliente e manter estes processos sob controle. O sistema de gestão da qualidade representa a parte do sistema de gestão da organização cujo enfoque é alcançar resultados em relação aos objetivos da

qualidade para satisfazer às necessidades, expectativas e requisitos dos clientes e das demais partes interessadas, conforme apropriado (ABNT, 2005a).

A adoção de sistemas de gestão pelas organizações tem sido cada vez mais frequente, o que pode ser atribuído a diversos fatores como a necessidade de melhorar as suas relações com os colaboradores, reduzir não conformidades e atender às demandas do mercado (ZUTSHI e SOHAL, 2005). No final de 2012, haviam 1.101.272 organizações com certificação ISO 9001 no mundo todo, sendo 25.791 apenas no Brasil (ISO, 2014). A Figura 2.10 resume a distribuição mundial de certificações ISO 9001.

Figura 2.10 – Distribuição mundial de certificados ISO 9001 em 2012.



Fonte: ISO (2014).

O aumento da competitividade requer que as organizações aproveitem as oportunidades para evoluírem, e institutos de pesquisa devem ver a implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade como uma oportunidade para melhorar seu desempenho (BIASINI, 2012). A comunidade científica tende a se confrontar mais com a questão do controle da qualidade e gestão da qualidade, devendo intensificar seus esforços para tomar um papel mais ativo nesse processo (CAMMANN e KLEIBÖHMER, 1998).

2.2.2 Acreditação de Laboratórios

A implementação e acreditação de um Sistema da Qualidade em laboratório é uma atividade trabalhosa (HULLIHEN *et al.*, 2008; ZAPATA-GARCIA *et al.*, 2007) e exige uma grande quantidade de recursos (POLI *et al.*, 2014). Ainda assim, laboratórios universitários

podem ser acreditados na NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b), desde que respeitem suas peculiaridades e adotem soluções adaptadas a cada instituição (GROCHAU *et al.*, 2010).

Implantar sistemas de gestão em ambiente laboratorial traz inúmeros benefícios (ABDEL-FATAH, 2010; GROCHAU *et al.*, 2010; RODIMA *et al.*, 2005; ZAPATA-GARCIA *et al.*, 2007), tais como:

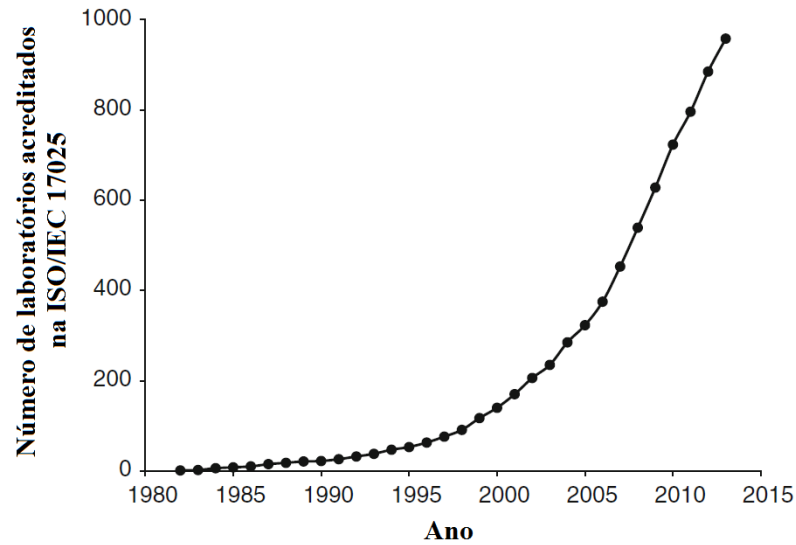
- Garantia da qualidade dos resultados e rastreabilidade das medições;
- Aumento do número de serviços prestados e da satisfação dos clientes;
- Melhoria da eficácia do laboratório, facilitando o trabalho e a integração de novos membros e a conscientização do pessoal;
- Melhoria das atividades de pesquisa;
- Aumento da qualificação da equipe de trabalho.

A acreditação de ensaios e/ou calibrações de laboratórios que prestam esses serviços requer que o laboratório tenha um sistema de gestão implantado para todos os ensaios/calibrações de seu escopo, atendendo também a uma série de requisitos técnicos.

O Decreto 7938 do Governo Federal Brasileiro, de 2013, estabelece a estrutura administrativa e responsabilidades do Inmetro. Cabe à Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre) do Inmetro a atuação como órgão acreditador de organismos de avaliação da conformidade no País (BRASIL, 2014), sendo a Divisão de Acreditação de Laboratórios (Dicla) o departamento da Cgcre responsável pelas atividades relacionadas à concessão e manutenção da acreditação de acordo com os requisitos da NBR ISO/IEC 17025 (INMETRO, 2014).

Nas últimas décadas, houve um crescimento significativo no número de laboratórios de ensaio e calibração brasileiros acreditados pela Cgcre na norma NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b), como pode ser verificado na Figura 2.11. Atualmente, do total de acreditações no Brasil, cerca de 65% se referem a laboratórios de ensaios, enquanto 35% são relacionadas a laboratórios de calibração (SILVA *et al.*, 2014).

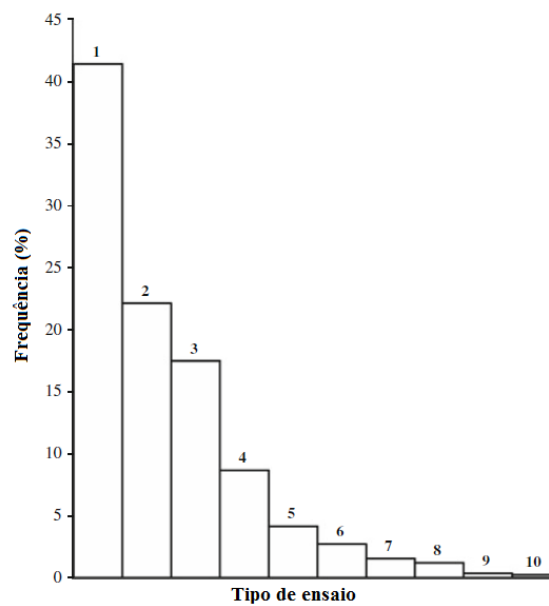
Figura 2.11 – Número de laboratórios de ensaio e calibração acreditados pela Dicla/Cgcre entre 1982 e 2013.



Fonte: SILVA *et al.* (2014).

A Figura 2.12 apresenta a distribuição de laboratórios de ensaio brasileiros acreditados pela Cgcre/Inmetro segundo o tipo de ensaio: químico (1), mecânico (2), biológico (3), elétrico e magnético (4), térmico (5), acústica e vibração (6), óptico (7), não destrutivo (8), clínicos e patológicos (9) e radiações ionizantes (10) (NOGUEIRA e SOARES, 2013).

Figura 2.12 – Distribuição de frequência de laboratórios acreditados pela Cgcre segundo o tipo de ensaio.

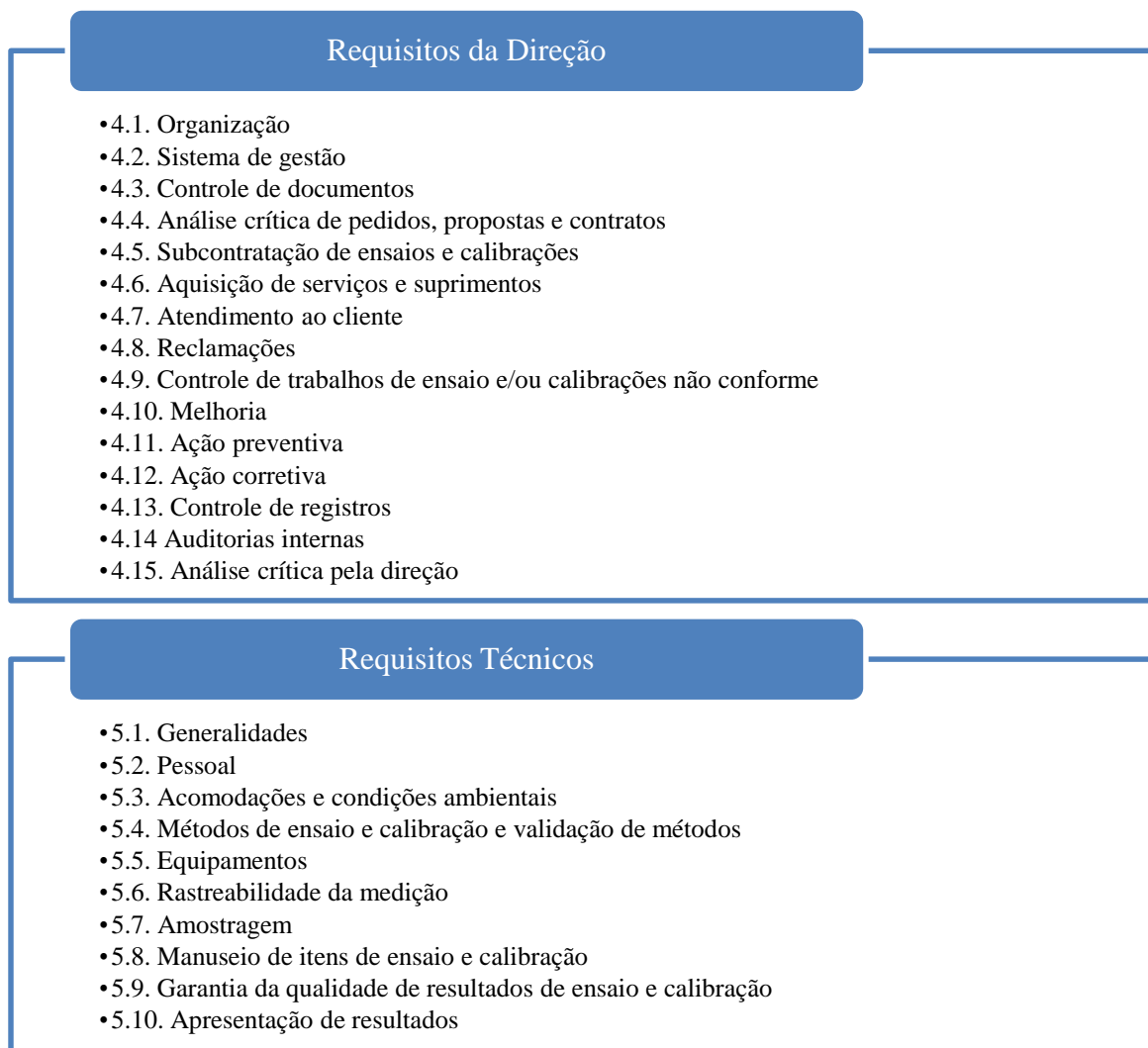


Fonte: NOGUEIRA e SOARES (2013).

A norma NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b) especifica requisitos gerais para a competência em realizar ensaios e/ou calibrações, cobrindo métodos normalizados, não normalizados e métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório. Laboratórios que atendem aos requisitos desta norma operam um sistema de gestão da qualidade que também atende aos requisitos da NBR ISO 9001 (ABNT, 2008).

A NBR ISO/IEC 17025 possui 15 requisitos da direção, os quais se referem à organização do laboratório, estabelecimento do sistema de gestão, controle dos documentos, análises críticas, atendimento ao cliente, reclamações, não conformidades, oportunidades de melhorias, ações corretivas e preventivas, auditorias internas, entre outros. Além desses, possui 10 requisitos técnicos, os quais são voltados aos fatores que afetam diretamente o resultado dos ensaios (ABNT, 2005b). Os requisitos são apresentados na Figura 2.13.

Figura 2.13 – Requisitos da NBR ISO/IEC 17025.



2.3 Garantia da Qualidade de Laboratórios de Ensaios

A garantia da qualidade dos resultados de ensaio é relacionada aos processos internos e externos, podendo incluir, mas não estar limitada ao uso de cartas de controle e de materiais de referência, replicação de ensaios de itens retidos e participação em programas intralaboratoriais e interlaboratoriais (ABNT, 2005b). Tais programas são especialmente importantes quando há pessoal temporário (GROCHAU *et al.*, 2010).

2.3.1 Requisitos da NBR ISO/IEC 17025

A norma NBR ISO/IEC 17025 especifica, em seu item 5.9, os requisitos para garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração (ABNT, 2005b, p. 21-22):

5.9.1 O laboratório deve ter procedimentos de controle da qualidade para monitorar a validade dos ensaios e calibrações realizados. Os dados resultantes devem ser registrados de forma que as tendências sejam detectáveis e, quando praticável, devem ser aplicadas técnicas estatísticas para a análise crítica dos resultados. Esse monitoramento deve ser planejado e analisado criticamente e pode incluir, mas não estar limitada, ao seguinte:

- a) uso regular dos materiais de referência certificados e/ou controle interno da qualidade, utilizando materiais de referência secundários;
- b) participação em programas de comparação interlaboratorial ou de ensaios de proficiência;
- c) ensaios ou calibrações replicadas, utilizando-se dos mesmos métodos ou de métodos diferentes;
- d) reensaio ou recalibração de itens retidos;
- e) correlação de resultados de características diferentes de um item.

NOTA Convém que os métodos selecionados sejam apropriados para o tipo e o volume do trabalho realizado.

5.9.2 Os dados do controle de qualidade devem ser analisados e, quando estiverem fora dos critérios pré-definidos, deve ser tomada ação planejada para corrigir o problema e evitar que resultados incorretos sejam relatados.

2.3.2 Requisitos da NIT-DICLA-026

A Dicla/Cgcre estabelece requisitos sobre a participação de laboratórios em atividades de ensaio de proficiência através da norma NIT-DICLA-026 (INMETRO, 2011). O não atendimento aos requisitos da NIT-DICLA-026 por laboratórios acreditados na NBR ISO/IEC 17025 configura não conformidade, pois essa última indica, em seu item 4.1.2, que é “responsabilidade do laboratório realizar suas atividades de ensaio e calibração de modo a atender aos requisitos dessa Norma e satisfazer as necessidades dos clientes, das autoridades regulamentadoras ou das organizações que fornecem reconhecimento” (ABNT, 2005b, p. 2).

O item 9.1 da NIT-DICLA-026 (INMETRO, 2011, p. 3-5) estabelece a política geral para participação em ensaios de proficiência, indicando que os laboratórios devem demonstrar

a competência técnica na realização dos ensaios e calibrações acreditados por meio da participação satisfatória em ensaios de proficiência (EP), onde estes estiverem disponíveis. Caso não haja atividades de EP disponíveis na frequência necessária, o laboratório deve demonstrar por outros mecanismos que possui competência técnica (por exemplo: controle interno da qualidade, uso regular de materiais de referência, repetição de ensaios ou calibrações utilizando métodos iguais e diferentes, reensaio ou recalibração de itens retidos, correlação dos resultados, comparações internas entre os técnicos do laboratório, entre outros). Após a obtenção da acreditação o laboratório deve participar em pelo menos uma atividade de EP para cada parte significativa do seu escopo de acreditação, a cada quatro anos.

2.3.3 Ensaio de Proficiência

A realização de ensaios de proficiência (EP) através de comparação interlaboratorial é uma ferramenta utilizada para determinar e monitorar continuamente o desempenho de laboratórios para ensaios ou medições específicas. Segundo a norma ISO 13528 (ISO, 2005), uma comparação interlaboratorial consiste na avaliação de ensaios ou medições de itens de ensaio idênticos ou similares por dois ou mais laboratórios, conforme condições pré-determinadas (ISO, 2005).

O principal objetivo de ensaios de proficiência é fornecer uma evidência independente da competência dos laboratórios (ALBANO e CATEN, 2014). Os EP são utilizados para verificar o atendimento de normas, para o monitoramento contínuo do desempenho de laboratórios, para a demonstração da competência e para a avaliação do desempenho dos procedimentos de medição, servindo também como ferramenta para educação e melhoria contínua. Além disso, ensaios de proficiência consistem uma ferramenta fundamental para o sucesso operacional de sistemas nacionais e globais de metrologia, padronização e acreditação (THOLEN, 2011).

Ensaio de proficiência e comparações interlaboratoriais são ferramentas essenciais, também, para identificar problemas sistemáticos relacionados aos procedimentos de ensaio/calibração. A frequência de participação em EP depende da disponibilidade dos programas e de fatores externos como o envio de materiais, que envolvem custos (NOGUEIRA e SOARES, 2013). A norma ISO/IEC 17043 (ISO, 2010) especifica requisitos técnicos e gerenciais que os provedores de ensaios de proficiência devem seguir. De acordo com essa norma, comparações interlaboratoriais são utilizadas para o monitoramento contínuo da qualidade; identificação de problemas em laboratórios e implantação de melhorias;

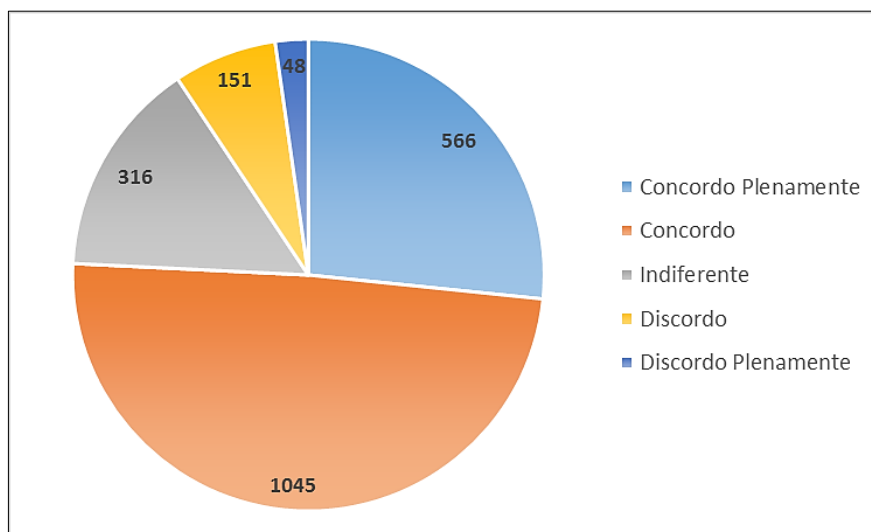
estabelecimento da efetividade dos métodos de ensaio/calibração; provimento de confiança aos clientes; identificação de diferenças interlaboratoriais; propósitos educacionais para os laboratórios participantes e validação da incerteza declarada (ISO, 2010).

Albano e Caten (2014) realizaram uma revisão sistemática sobre ensaios de proficiência em 147 artigos, normas, recomendações e documentos de institutos de metrologia. Algumas das principais conclusões que os autores obtiveram são:

- Os EP são aplicados na avaliação de desempenho de laboratórios, sendo utilizados para confirmar mudanças ou melhorias nos métodos de medição;
- Há uma relativa harmonização no uso de índices como Escore-z e Erro Normalizado (E_n) para análise de desempenho;
- EP podem ser utilizados na validação de métodos que foram modificados de sua proposta original, para evidenciar que as alterações foram consistentes e adequadas;
- As amostras de EP podem ser utilizadas no controle interno de qualidade, visando reduzir os impactos financeiros dos procedimentos de garantia da qualidade;
- A implementação de EP possui uma área ampla de aplicação, desde a área de calibração até a área médica, química, biológica, geológica, agrícola e veterinária;
- A demanda por EP em diversas áreas é maior do que a disponibilidade que os organismos de acreditação possuem em fornecê-los;
- Os provedores de EP têm tido de se adaptar e melhorar o gerenciamento de suas atividades, buscando o atendimento de normas como a ISO/IEC 17043.

O *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC) realizou uma pesquisa com 2126 laboratórios acreditados na ISO/IEC 17025. Entre os assuntos abordados, está a importância que os laboratórios dão aos ensaios de proficiência. A Figura 2.14 apresenta o grau de concordância dos laboratórios com a seguinte afirmação: “Estou satisfeito com a importância de ensaios de proficiência e outras formas de comparações interlaboratoriais nas quais nosso laboratório está envolvido” (ILAC, 2004, p. 11). Concluiu-se que os laboratórios valorizam as comparações interlaboratoriais, apesar do custo e do atraso para receber os resultados. O principal motivo para os laboratórios insatisfeitos é a não disponibilidade de EP para os participantes. Ainda assim, os comentários reforçam que os gerentes dos laboratórios veem tais comparações como um item importante para acreditação e profissionalismo (ILAC, 2004).

Figura 2.14 – Grau de concordância de laboratórios acreditados com a importância da participação em EP.



Fonte: Adaptado de ILAC (2004).

2.3.4 Comparações Bilaterais e Intralaboratoriais

Por diversos motivos, especialmente pela falta de disponibilidade de ensaios de proficiência por organismos acreditados, os laboratórios podem recorrer a métodos alternativos para monitorar a qualidade dos ensaios. Uma das possibilidades, que atende aos requisitos da NBR ISO/IEC 17025, é a execução de ensaios replicados, utilizando-se dos mesmos métodos ou métodos diferentes dentro do mesmo laboratório (intralaboratorial) ou entre dois laboratórios (bilateral).

A literatura apresenta diversos casos de monitoramento da qualidade de ensaios em laboratórios utilizando comparações intralaboratoriais/bilaterais. Costa *et al.* (2008) realizaram um bilateral através do método do erro normalizado (E_n) para medição de impressões de dureza Brinell e Vickers, concluindo que as metodologias apresentaram características suficientes para a medição de blocos de dureza. Marques *et al.* (2008) apresentam os resultados de um interlaboratorial através de erro normalizado para a verificação de Máquinas de Medir por Coordenadas, visando confirmar a necessidade de homogeneização dos procedimentos para a verificação das mesmas. Couto *et al.* (2009) relatam os resultados de um intralaboratorial para calibração de pistões cilindro de referência, utilizando ANOVA e erro normalizado, concluindo que existe a possibilidade de se ampliar a periodicidade de recalibração dos conjuntos pistão-cilindro de referência. Por fim, Brionizio *et al.* (2005) relatam os resultados de um intralaboratorial utilizando o método do erro

normalizado para a medição de higrometria, concluindo que as medições dos higrômetros foram consideradas aceitáveis.

2.4 Métodos de Análise e Critérios de Aceitação

A execução de ensaios de proficiência e de comparações intralaboratoriais para monitoramento da qualidade de ensaios passa pela análise estatística dos resultados obtidos. Nesse trabalho, são abordados três métodos amplamente utilizados nesse tipo de análise: escore-z, erro normalizado e análise de variância.

2.4.1 Escore-z

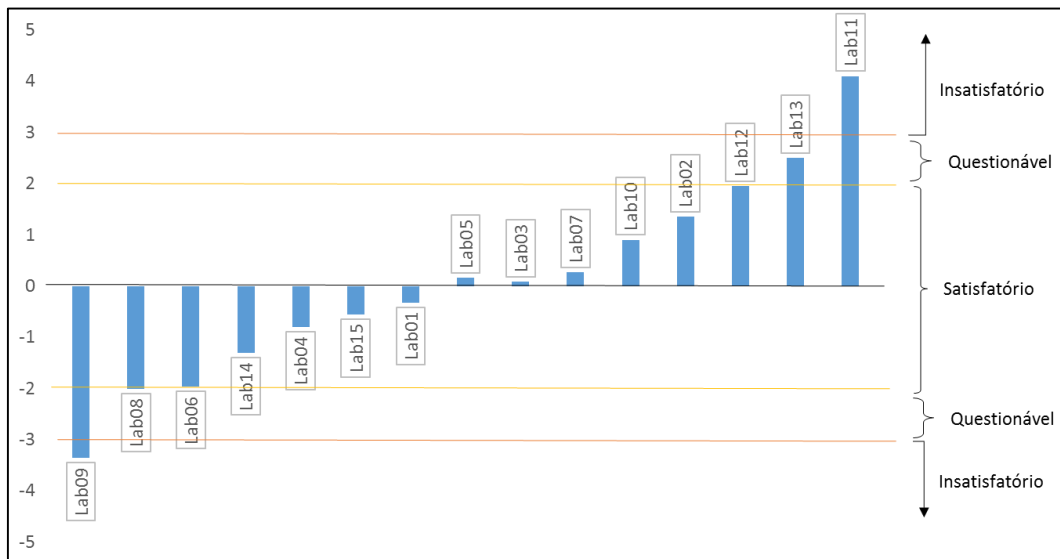
O teste do escore-z é amplamente utilizado em ensaios de proficiência (ALBANO e CATEN, 2014). O escore-z de cada laboratório participante é calculado segundo a Equação 2.12, onde σ representa o desvio padrão do ensaio de proficiência, X representa o valor medido pelo laboratório participante e μ representa o valor médio atribuído para o ensaio de proficiência (ISO, 2005).

$$z = \frac{x - \mu}{\sigma}$$

Equação 2.12

O resultado do laboratório é considerado satisfatório quando o valor absoluto do escore-z é menor ou igual a 2. Quando esse valor está entre 2 e 3, é emitido um alerta e o resultado é considerado questionável. Se o valor do laboratório participante for maior ou igual a 3 em valor absoluto, é necessária a tomada de ação, pois o resultado é considerado insatisfatório (ALBANO e CATEN, 2014; ISO, 2005). A Figura 2.15 ilustra a interpretação de resultados de ensaios de proficiência através de escore-z. Neste exemplo, os laboratórios 'Lab09' e 'Lab11' têm resultados insatisfatórios, os laboratórios 'Lab08' e 'Lab13' possuem resultados questionáveis, e os demais possuem resultados satisfatórios.

Figura 2.15 – Interpretação de resultados de ensaios de proficiência através de escore-z.



O valor atribuído para a média (μ) é obtido pela média de consenso do programa interlaboratorial, ou pode ser utilizado um valor de referência, quando disponível. Koch e Baumeister (2012) ressaltam que o uso de valores de consenso deve ser utilizado com cautela, pois pode existir tendência na média do valor dos laboratórios participantes. O tamanho da tendência pode ser verificado através da análise do desvio padrão dos participantes, e caso o desvio padrão seja elevado, o valor médio não deve ser usado como consenso.

2.4.2 Erro Normalizado

O método do Erro Normalizado (E_n) testa a compatibilidade dos resultados das medições do laboratório com relação a um valor de referência. O valor de E_n pode ser calculado pela Equação 2.13 (INMETRO, 2010). O resultado é considerado aceitável quando o módulo do erro normalizado é menor ou igual à unidade (ALBANO e CATEN, 2014; BRIONIZIO *et al.*, 2005; COSTA *et al.*, 2008; COUTO *et al.*, 2009; MARQUES *et al.*, 2008).

$$E_n = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{u_1^2 + u_2^2}}$$

Equação 2.13

Onde

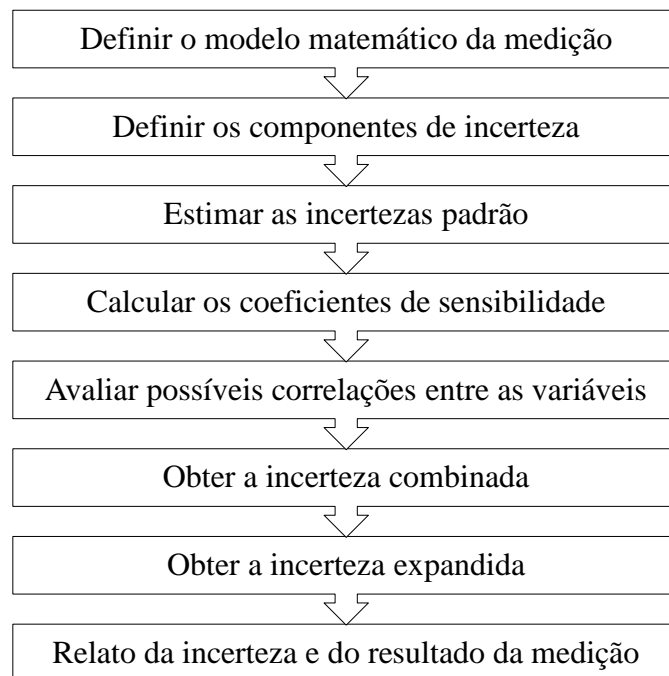
- X_1 = média do resultado para o primeiro parâmetro;
- X_2 = média do resultado para o segundo parâmetro;

- u_1 = incerteza expandida dos resultados obtidos para o primeiro parâmetro;
- u_2 = incerteza expandida dos resultados obtidos para o segundo parâmetro.

A incerteza de medição expandida, presente no denominador da Equação 2.13, pode ser calculada por meio de diversos métodos. HACK e CATEN (2012) realizaram uma revisão da literatura sobre o assunto e concluíram que, de 114 trabalhos publicados entre 2004 e 2010, 63 utilizaram o Guia para Expressão da Incerteza de Medição (GUM), 10 seguiram o método de variáveis difusas, 8 utilizaram simulação de Monte Carlo e os demais utilizaram outros métodos ou métodos próprios.

Segundo o Vocabulário Internacional de Metrologia, a incerteza de medição é “um parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas” (JCGM, 2012, p. 25). A Norma ISO/IEC 17025 recomenda o uso do GUM (JCGM, 2008) no cálculo da incerteza de medição, cujas etapas são resumidas na Figura 2.16. O GUM é um procedimento baseado em análise estatística e observação experimental dos valores medidos

Figura 2.16 – Etapas do GUM.



Fonte: Adaptado de RMRS (2013).

O cálculo da incerteza de medição através de planilhas permite visualizar onde e como a incerteza pode ser reduzida, se necessário, através da comparação das contribuições de

incerteza do mensurando (KUHINEK *et al.*, 2011), indicando também quais ações podem ser mais eficazes para a melhoria do sistema de medição: treinamento de quem realiza a medição, maior controle das condições ambientais, seleção de fornecedores de calibrações mais confiáveis, uso de instrumentos com melhor resolução, entre outros. Os Apêndices A e B desse trabalho apresentam o desenvolvimento do cálculo da incerteza de medição para os ensaios de impacto e anisotropia, respectivamente.

2.4.3 Análise de Variância

A análise de variância (ANOVA) é uma metodologia estatística que permite avaliar a significância de diversos fatores e interações. A ANOVA de um fator (*one-way* ANOVA) compara as variâncias entre os valores médios de uma variável a diferentes níveis de um fator com a variância dentro do mesmo nível, resultando em uma razão de variâncias ($F_{\text{calculado}}$). Em seguida, comparam-se os valores calculados de F com os valores tabelados da distribuição estatística F (F_{tabelado}), utilizando-se um nível de significância específico (RIBEIRO e CATEN, 2012).

No teste da ANOVA, os ensaios realizados em cada nível do fator controlável configuram um grupo. O objetivo é identificar se os valores da variável de resposta medidos nos diversos níveis do fator controlável (grupos) diferem entre si em relação ao erro aleatório (RIBEIRO e CATEN, 2000). Se os valores $F_{\text{calculado}}$ forem maiores que os valores críticos F_{tabelado} , então a variabilidade provocada pelo termo correspondente é significativa frente ao erro residual. Os dados dos ensaios são dispostos em uma estrutura segundo a Figura 2.17.

Figura 2.17 – Disposição dos dados na ANOVA de um fator.

Fator A	A ₁	A ₂	...	A _k		
	y ₁₁	y ₂₁	...	y _{k1}		
	y ₁₂	y ₂₂	...	y _{k2}		
	:	:	:	:		
	:	:	y _{ij}	:		
	:	:	:	:		
	y _{1,n1}	y _{2,n2}	...	y _{k,nk}		
Totais	T _{i.}	T _{1.}	T _{2.}	...	T _{k.}	T _{..} =
No.Obs.	n _i	n ₁	n ₂	...	n _k	N =
Médias	\bar{Y}_i	Y _{1.}	Y _{2.}	...	Y _{k.}	$\bar{Y}_{..}$ =

Fonte: RIBEIRO e CATEN (2000).

A partir dos dados dos ensaios (Figura 2.17), procede-se ao cálculo das somas quadradas (SQ), segundo as Equações a seguir:

$$TC = \frac{T_{..}^2}{N} \quad (\text{Termo de Correção}) \quad \text{Equação 2.14}$$

$$SQT = \left(\sum Y_{ij}^2 \right) - TC \quad \text{Equação 2.15}$$

$$SQG = \left(\sum \frac{T_{i.}^2}{n_i} \right) - TC \quad \text{Equação 2.16}$$

$$SQR = SQT - SQG \quad \text{Equação 2.17}$$

Os cálculos associados à Análise de Variância são apresentados em uma tabela, comumente chamada de Tabela ANOVA, conforme representado na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Tabela ANOVA de um fator.

Fonte de Variação	SQ	GDL	MQ	Teste F
Entre Grupos	SQG	k-1	MQG	MQG/MQR
Dentro Grupos	SQR	N-k	MQR	
Total	SQT	N-1		

Fonte: RIBEIRO e CATEN (2000).

Na Tabela ANOVA, os valores das médias quadradas (MQ) são calculados segundo a Equação 2.18 e a Equação 2.19, onde N representa o número total de ensaios e k representa o número de grupos (número de níveis do fator controlável).

$$MQG = \frac{SGQ}{k - 1} \quad \text{Equação 2.18}$$

$$MQR = \frac{SQR}{N - k} \quad \text{Equação 2.19}$$

Por fim, o valor obtido do teste F, que é a razão entre a MQ do grupo e a MQ do resíduo, é comparado com o valor estatístico F_{tabelado} ($F_{\alpha, (k-1), (N-k)}$). O valor $F_{\alpha, (k-1), (N-k)}$ é obtido a partir de tabelas da distribuição de probabilidade de Fisher-Snedecor, onde α representa o nível de significância desejado (usualmente, 5%). Caso o valor $F_{\text{calculado}}$ for maior que o F_{tabelado} , conclui-se que a variabilidade provocada pelo fator controlável é significativa frente ao erro residual.

3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo são apresentados os procedimentos experimentais realizados neste trabalho.

3.1 Estrutura Laboratorial e Sistema de Gestão

O LAMEF implementou um Sistema de Gestão da Qualidade a partir do ano de 2008, inicialmente na sede localizada no Campus Central da UFRGS (LAMEF-Centro) e, em seguida, no espaço físico localizado no Campus do Vale (LAMEF-CDT), ambas na cidade de Porto Alegre. Desde 2010, o Laboratório possui duas creditações pela Cgcre/Inmetro, sendo uma para o LAMEF-Centro e outra para o LAMEF-CDT. O processo de implantação do Sistema da Qualidade no LAMEF-CDT é descrito por Mendes (2010), assim como as não conformidades identificadas nesse processo.

Em 2013, tendo passado por um processo de aumento de escopo de acreditação, o LAMEF-Centro passou a contar com 13 ensaios mecânicos de materiais metálicos e juntas soldadas no escopo, incluindo os ensaios abordados nesse trabalho. A Tabela 3.1 apresenta o escopo de acreditação abordado nesse trabalho, assim como as normas de referência dos ensaios.

Além de possuir acreditação pelo Cgcre/Inmetro desde 2010, o Sistema da Qualidade do LAMEF é reconhecido pela Rede Metrológica do RS na área de ensaios mecânicos. Em 2012, o Sistema de Gestão foi reconhecido com o prêmio do Programa Gaúcho da Qualidade e Produtividade (PGQP) na categoria Compromisso com a Excelência. O Laboratório também é habilitado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) para análises, especialmente as de natureza fiscal, estudos e pesquisas para avaliação da qualidade de próteses, implantes ortopédicos, demais produtos e materiais para a saúde, bem como seus insumos, especialmente matérias-primas.

Tabela 3.1 – Ensaios mecânicos de materiais metálicos no escopo de acreditação do LAMEF-Centro.

Descrição do Ensaio	Norma e/ou Procedimento
Ensaio de tração à temperatura ambiente	NBR ISO 6892-1/2013 ASTM E8/E8M:2013a ISO 6892-1:2009 Petrobras N-1678:2009 Petrobras N-1859:2005 ASTM A370:2012 – Seção 5 a 12
Ensaio de dobramento	DIN EN ISO 7438/2012 ASTM A370:12a – Seção 14 ASTM E290:2009
Ensaio de tenacidade à fratura CTOD	BS 7448-1:1991 BS EN ISO 15653:2010 ASTM E1290:2008e1 ASTM E1820:2011 Petrobras N-1678:2009 Petrobras N-1859:2005
Ensaio de tenacidade à fratura K_{IC}	BS 7448-1:1991 BS EN ISO 15653:2010 ASTM E399:2009e2 ASTM E1820:2011
Ensaio de impacto de -40°C até a temperatura ambiente	ASTM A370:2012 – Seção 19 a 28 ASTM E23:2007ae1 ASTM E2298:2009 Petrobras N-1678:2009 Petrobras N-1859:2005
Ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia	ASTM E517:2010
Ensaio de fadiga	ASTM E466:2007 ASTM E739:2010

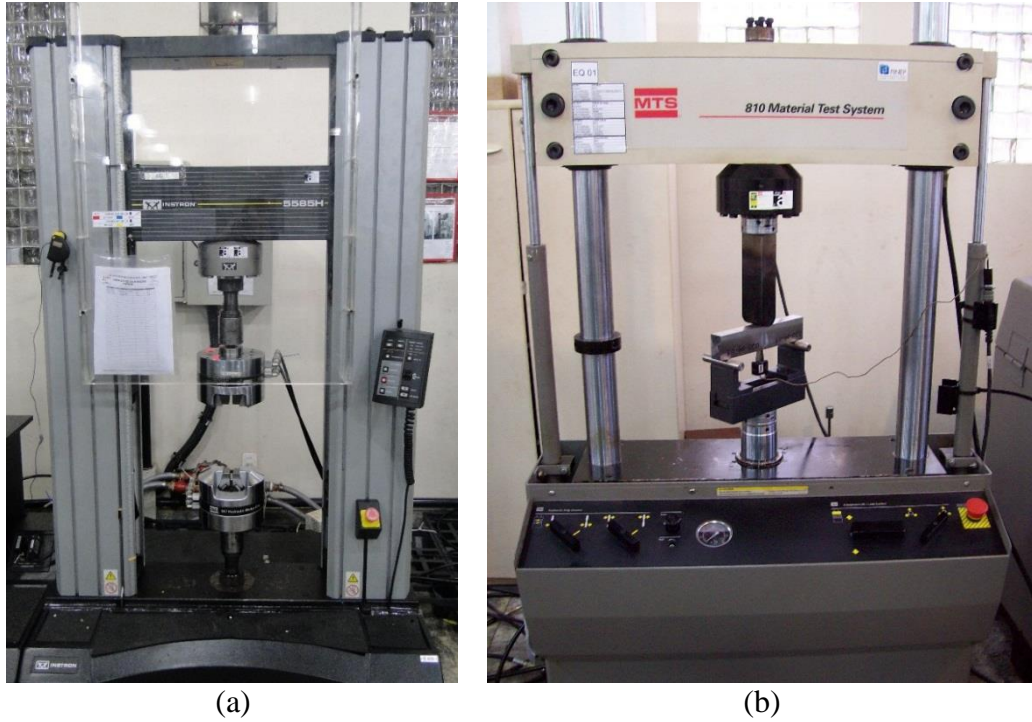
Fonte: INMETRO (2014).

3.2 Equipamentos e Sistemas de Medição

Na execução dos ensaios que requerem carregamentos monotônicos, tais como tração, anisotropia e dobramento, é utilizada uma máquina de ensaios eletromecânica INSTRON 5585H, como a da Figura 3.1.a. O equipamento possui capacidade de 250 kN e uma célula de carga com resolução de 1 N.

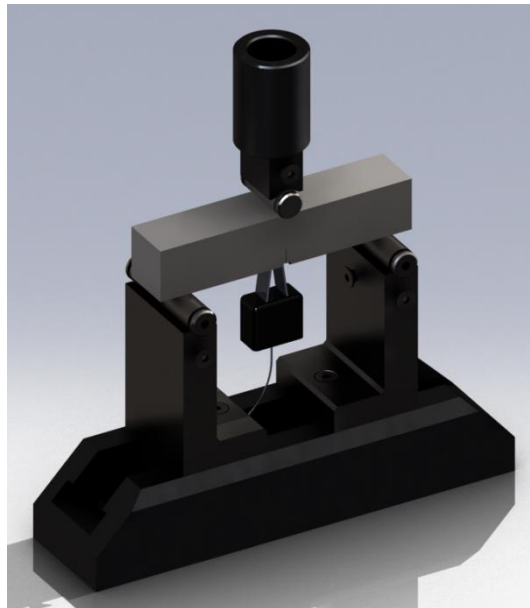
Para os ensaios que utilizam carregamento dinâmico, como o de fadiga, e para ensaios que exigem pré-trincamento do material, como os de mecânica da fratura, utilizam-se duas máquinas de ensaio servo-hidráulicas MTS 810 como a da Figura 3.1.b. As máquinas possuem capacidade de 100 kN e células de carga com resolução de 1 N, possuindo a capacidade de executar esforços cíclicos senoidais, quadrados, triangulares, entre outros.

Figura 3.1 – Máquina de ensaios: (a) eletromecânica e (b) servo-hidráulica.



Para cada tipo de ensaio, utilizam-se dispositivos específicos, os quais são acoplados aos equipamentos. A Figura 3.2 apresenta um exemplo de dispositivo de ensaio.

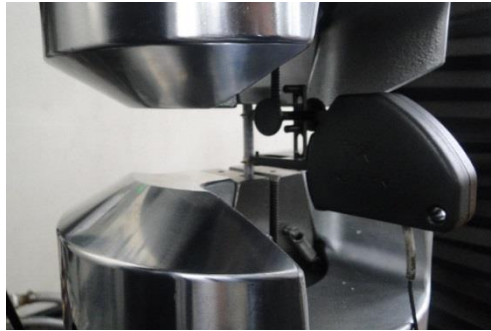
Figura 3.2 – Dispositivo para ensaio de CTOD do tipo flexão em três pontos.



Para os ensaios que exigem medição do alongamento do corpo de prova, como o de tração, e para os ensaios que exigem monitoramento de trinca, como os de tenacidade à

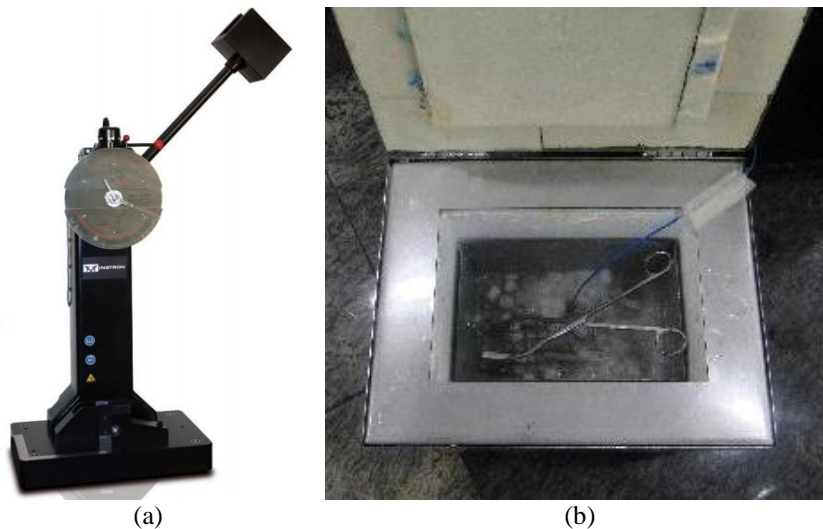
fratura, utilizam-se também extensômetros como o da Figura 3.3, cujo intervalo de medição varia entre 3 e 12 mm.

Figura 3.3 – Extensômetro utilizado na medição do alongamento.



Os ensaios de impacto são executados em um equipamento instrumentado Charpy da marca INSTRON, modelo SI-1D3 (Figura 3.4.a), com capacidade de 400 J e velocidade de impacto do pêndulo igual a 5,19 m/s. A medição da energia absorvida é analógica, com resolução de 2 J. Para execução de ensaios de impacto a baixas temperaturas, visando identificar a transição dúctil-frágil do material, é utilizada uma cuba criogênica para resfriamento do material (Figura 3.4.b), desenvolvida especialmente para esse fim (COSTA, 2014).

Figura 3.4 – (a) Máquina de ensaios de impacto. (b) Cuba criogênica.

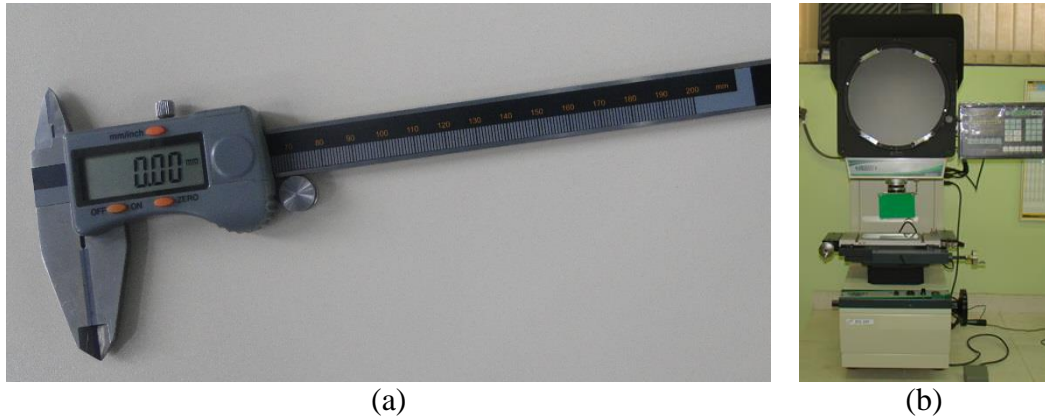


Fonte: Adaptado de COSTA (2014).

As medições dimensionais são realizadas através de paquímetros digitais com capacidade de até 200 mm e resolução de 0,01 mm (Figura 3.5.a). Para medições

dimensionais que exigem maior precisão, especialmente na medição de trincas para ensaios de mecânica da fratura, recorre-se a um projetor de perfil (Figura 3.5.b), com capacidade de 150 mm e resolução de 0,5 μm .

Figura 3.5 – (a) Paquímetro digital. (b) Projetor de perfil.



Os equipamentos utilizados nos ensaios acreditados são calibrados periodicamente em laboratórios membros da Rede Brasileira de Calibração (RBC), segundo um cronograma de calibração do LAMEF.

3.3 Etapas de Trabalho

O trabalho foi dividido em quatro etapas, conforme a Figura 3.6.

Figura 3.6 – Etapas de trabalho.



A Auditoria Externa, que serviu de motivação para este trabalho, foi realizada por uma equipe auditora designada pela Cgcre/Inmetro, em agosto de 2013. A partir das não conformidades identificadas em termos de garantia da qualidade e ensaios de proficiência, realizou-se a investigação de causa raiz para a execução de um Plano de Ação, visando à tomada de ação corretiva. O método utilizado para investigação da causa foi o método dos 5 Porquês, uma técnica que parte do princípio de que, perguntando ‘Por que’ repetitivamente

(usualmente, cinco vezes), será possível aprofundar as causas pontuais de um problema, levando à causa raiz do mesmo (CYGER *et al.*, 2014).

O Plano de Ação foi executado, através da implantação de ensaios de proficiência e outras formas de garantia da qualidade (comparações intralaboratoriais ou bilaterais), segundo descrito na etapa de Execução e Resultados. Os resultados de tais programas foram analisados através dos métodos estatísticos descritos no item 2.4. Ressalta-se que tais comparações não se limitaram apenas aos ensaios solicitados pela equipe avaliadora na descrição não conformidade, sendo o programa expandido aos demais ensaios.

Por fim, para os casos em que os critérios de aceitação não foram atendidos, foi realizada análise de causa para a tomada de ações e implantação de melhorias nos métodos de ensaio e de medição.

3.4 Classificação do Método de Pesquisa

A presente pesquisa pode ser classificada, segundo Gil (2002), como de natureza aplicada, pois busca o estudo e a aplicação de conhecimentos teóricos sobre metrologia e a sua aplicação em um laboratório, pretendendo transformar em ação concreta os resultados de seu trabalho. A abordagem é ora qualitativa, quando da análise de requisitos normativos e elaboração de plano de ação, ora quantitativa, quando da aplicação de métodos estatísticos de controle de qualidade. Quanto ao objetivo, esse trabalho é classificado como explicativo, pois visa identificar os fatores que contribuem para a ocorrência dos fenômenos. Por fim, em relação aos procedimentos de pesquisa, pode ser classificada como uma pesquisa-ação, pois o trabalho visa implantar melhorias através da análise crítica dos sistemas de medição.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, os resultados do trabalho são apresentados e discutidos segundo as etapas descritas no Procedimento Experimental: Auditoria Externa; Plano de Ação; Execução e Resultados; e Análise e Melhoria.

4.1 Auditoria Externa

Em 2013, a equipe avaliadora da Cgcre/Inmetro realizou auditoria para aumento do escopo de acreditação do LAMEF. Foram registradas três não conformidades relacionadas aos itens de garantia da qualidade e ensaios de proficiência (Tabela 4.1).

Tabela 4.1 – Não conformidades da auditoria externa.

Nº	Descrição da não conformidade	Requisito
01	O GEM não monitora a qualidade de seus resultados adequadamente. Evidência: No período de 2012 a 2013, foi constatado o registro de apenas uma comparação intralaboratorial (comparação entre diferentes operadores) somente para o ensaio de tração e de um estudo de R&R para o ensaio de dobramento, considerando que o GEM tem vários outros ensaios acreditados.	Item 5.9 da NBR ISO/IEC 17025
02	O Laboratório não apresentou evidência de participação satisfatória em ensaio de proficiência nos últimos dois anos em partes significativas do seu escopo do pedido de extensão, apesar da disponibilidade dos mesmos.	Item 9.1.5.1 da NIT-DICLA-026, rev. 08
03	O laboratório não evidenciou dados de controle de qualidade para monitorar os ensaios do escopo (ensaios de tenacidade à fratura, determinação de anisotropia e impacto Charpy).	Item 5.9.1 da NBR ISO/IEC 17025

4.2 Plano de Ação

Para investigação da causa das não conformidades, foi utilizado o método dos 5 porquês visando encontrar a causa raiz (Figura 4.1). Dado que as três não conformidades eram relacionadas ao mesmo critério (garantia da qualidade), realizou-se a investigação de causa através de um mesmo plano de ação. Identificou-se que as não conformidades eram sistêmicas, dado que o procedimento gerencial do laboratório sobre garantia da qualidade (PG

004) não estava claro quanto aos métodos e a quantidade mínima de ensaios que deveriam ser monitorados.

Figura 4.1 – Investigação de causa das não conformidades para elaboração de Plano de Ação.

A) Método dos 5 Por quês?

Ocorrência: O laboratório não evidenciou dados de controle de qualidade nem evidências de participação em ensaios de proficiência para monitorar os ensaios do escopo.

1) Por quê? Porque não apresenta comparações intralaboratoriais para alguns de seus ensaios já acreditados.

2) Por quê? Porque o PG 004 não estava claro quanto às formas de garantia da qualidade.

3) Por quê? _____

4) Por quê? _____

5) Por quê? _____

Causa-raiz: O PG 004 não estava claro quanto às formas de garantia da qualidade.

Dessa forma, como correção pontual, foi proposta a realização de comparações intralaboratoriais ou bilaterais para os ensaios, além da participação em ensaios de proficiência segundo a disponibilidade dos mesmos.

Como ação corretiva para combate à causa raiz, foi proposta a revisão do procedimento gerencial do LAMEF relacionado ao item de garantia da qualidade. O plano de ação foi submetido para validação da equipe avaliadora, sendo aceita pela Cgcre/Inmetro tanto a proposta de correção como a ação corretiva.

4.3 Execução e Resultados

Foram realizados os programas de comparação intralaboratorial e ensaios de proficiência descritos na Tabela 4.2, muitos dos quais foram implantados após o envio da documentação para a Cgcre/Inmetro, visando o atendimento contínuo aos requisitos.

Tabela 4.2 – Matriz de ensaios de garantia de qualidade.

Ensaio	Parâmetros	Programa	Método de Análise
Tração	Resistência de prova (R_p) Resistência à tração (R_m) Redução de área (Z) Alongamento após a fratura (A)	Interlaboratorial	Escore-z
Fadiga	Número de ciclos para a ruptura (N)	Bilateral	ANOVA
Tenacidade à Fratura	Fator intensidade de tensões (K_Q)	Intralaboratorial	ANOVA
Impacto Charpy	Energia absorvida (KV_2)	Intralaboratorial Interlaboratorial	ANOVA/ E_n Escore-z
Dobramento	Presença ou não de defeitos	Interlaboratorial	Qualitativa
Anisotropia	Índice de anisotropia (r)	Intralaboratorial	E_n

A escolha dos programas e métodos de análise para cada ensaio da Tabela 4.2 se justifica da seguinte forma:

- Para os programas interlaboratoriais (ensaios de proficiência) utilizou-se o escore-z, pois é um dos métodos mais usados para esse tipo de análise segundo a literatura. A exceção foi o EP do ensaio de dobramento. Como nesse caso a variável de resposta é qualitativa, realizou-se a comparação direta entre os resultados.
- Para o ensaio de fadiga, optou-se por uma comparação bilateral, pois esse ensaio é executado tanto no LAMEF-Centro como no LAMEF-CDT. Utilizou-se ANOVA para a análise dos resultados.
- Para os demais ensaios, em que não estavam disponíveis ensaios de proficiência ou bilaterais, optou-se por análises intralaboratoriais. Foi utilizado o método do erro normalizado, no caso dos ensaios em que foi estruturado procedimento para o cálculo de incerteza de medição (Apêndices A e B). Para os demais ensaios (que já possuíam procedimento para estimativa da incerteza antes do trabalho), utilizou-se ANOVA.

Os critérios de aceitação para a aplicação dos métodos foram baseados na literatura:

- Escore-z: $|\text{escore-z}| \leq 2$;
- ANOVA: $F_{\text{calculado}} \leq F_{\text{tabelado}}$ para o fator em análise (laboratório e/ou operador);
- Erro normalizado: $E_n \leq 1$.

Além disso, o procedimento interno de garantia da qualidade (PG 004) foi revisado e apresentado para os colaboradores do Laboratório, prevendo um programa de verificações periódicas anual para todo o escopo de acreditação.

Para a execução desse trabalho, fez-se necessária a estruturação de planilhas para o cálculo da incerteza de medição dos ensaios de impacto e anisotropia, pois o método do erro normalizado requer uma estimativa da incerteza. Dada a importância do tema, os cálculos desenvolvidos são apresentados nos Apêndices A e B.

4.3.1 Ensaio de Tração

O Laboratório participou de um Programa de Ensaio de Proficiência de tração em 2014, o qual foi organizado pela Rede Metrológica RS em parceria com o LAMEF. Outros 19 laboratórios participaram do Programa, tendo cada um deles ensaiado 3 corpos de prova homogêneos confeccionados a partir de aços SAE 8620 (Figura 4.2).

Figura 4.2 – Corpos de prova para ensaios de tração no interlaboratorial de 2014.

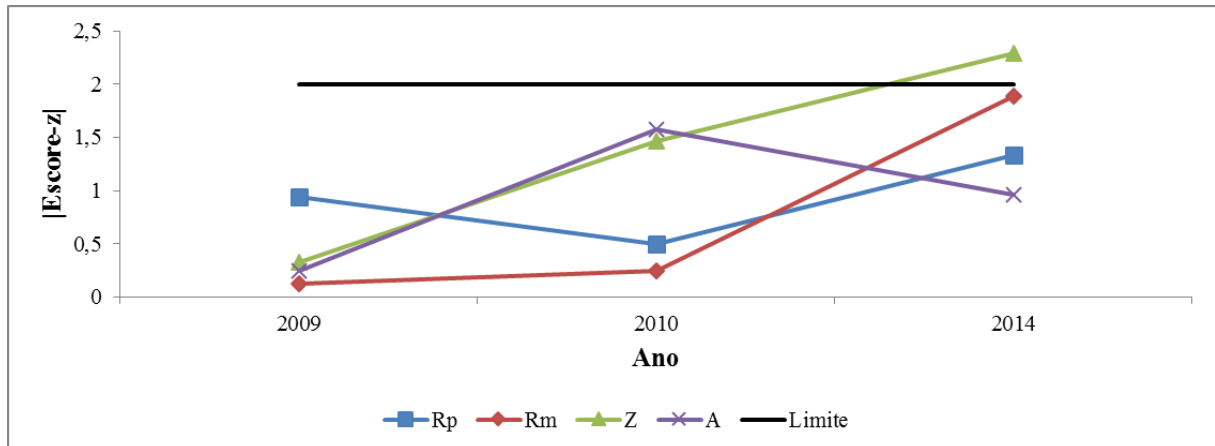


Cada laboratório recebeu a instrução de ensaiar e relatar os valores de Resistência de prova (R_p), Resistência à tração (R_m), Redução de área (Z) e Alongamento após a fratura (A), assim como a média de valores e a incerteza de medição de cada propriedade.

No caso do LAMEF, o resultado foi questionável ($2 < |\text{escore-z}| < 3$) para o parâmetro redução de área, gerando a investigação de causa descrita no item 4.4.1. Os demais parâmetros medidos pelo LAMEF resultaram em um escore-z satisfatório.

Por se tratar de um ensaio mecânico tradicional, o LAMEF possui um histórico de participação em ensaios de proficiência de tração. Os resultados (escore-z) dos EP de tração que o LAMEF participou desde 2009 são apresentados na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Resultados da participação do LAMEF em ensaios de proficiência de tração.



4.3.2 Ensaio de Fadiga

Para o ensaio de fadiga, foi realizada uma comparação bilateral entre dois laboratórios (LAMEF-Centro e LAMEF-CDT), utilizando ANOVA como método de análise. Como não estavam disponíveis as propriedades mecânicas dos corpos de prova, foi realizado um ensaio de tração em um corpo de prova do mesmo lote, obtendo-se uma resistência à tração de 584,7 MPa. Sabendo-se o limite de resistência aproximado do material, foram realizados ensaios de fadiga em seis corpos de prova (três no LAMEF-Centro e três no LAMEF-CDT), segundo a Figura 4.4. Os corpos de prova foram ensaiados até a ruptura, utilizando um mesmo nível de carregamento. Cada um dos laboratórios recebeu as seguintes instruções para os ensaios:

- Tensão máxima: 467,8 MPa (80% do limite de resistência);
- Tensão mínima: 46,8 MPa (razão de fadiga = 0,1);
- Frequência: 20 Hz;
- Tipo de onda: senoidal;
- Condição de parada do ensaio: ruptura do material.

Figura 4.4 – Corpos de prova para ensaios de fadiga.



A Tabela 4.3 apresenta os principais resultados obtidos nos ensaios de fadiga pelos dois laboratórios.

Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios de fadiga.

Amostra	Seção transversal [mm ²]	Carga máxima [N]	Carga mínima [N]	Número de ciclos para a ruptura	Laboratório
01	122,13	57134,3	5713,4	259177	Centro
02	122,33	57226,0	5722,6	80139	Centro
03	122,33	57226,0	5722,6	152632	Centro
04	123,90	57962,0	5796,2	189473	CDT
05	124,10	58054,3	5805,4	191923	CDT
06	123,70	57869,8	5786,9	196742	CDT

A Tabela 4.4 resume o número de ciclos até a fratura, a partir dos quais foi realizado o teste ANOVA.

Tabela 4.4 – Número de ciclos até a ruptura.

Repetição	LAMEF - Centro	LAMEF - CDT
1	259177	189473
2	80139	191923
3	152632	196742
Média	163982,7	192712,7

Os resultados da ANOVA de um fator (considerando o laboratório como fator controlável) são apresentados na Tabela 4.5. O valor $F_{\text{calculado}} = 0,30$ para a variância entre os laboratórios foi menor que o $F_{\text{tabelado}} = 7,71$. Assim, a um nível de confiança de 95%, não foi possível provar que há diferenças significativas entre os laboratórios frente ao erro aleatório.

Tabela 4.5 – ANOVA do ensaio de fadiga para o fator laboratório.

Fonte da variação	SQ	GDL	MQ	$F_{\text{calculado}}$	Valor-P	F_{tabelado}
Operador	1,24E+09	1	1,24E+09	0,30	0,61	7,71
Resíduo	1,62E+10	4	4,06E+09			
Total	1,75E+10	5				

Notou-se que os corpos de prova ensaiados no LAMEF-Centro tiveram grandes diferenças entre si em relação ao número de ciclos para a fratura, resultando em um erro aleatório muito elevado ($MQR \sim 10^9$ ciclos²), o que pode ter mascarado diferenças entre os laboratórios. Assim, foi realizada a investigação de causa descrita no item 4.4.2 deste trabalho.

4.3.3 Ensaio de Tenacidade à Fratura

Para os ensaios de tenacidade à fratura, foi realizada uma comparação intralaboratorial variando o operador (executante do ensaio). Dez corpos de prova de um mesmo material foram ensaiados, sendo cinco para cada operador. Os corpos de prova foram obtidos de um aço inoxidável martensítico AISI 420, tendo sido submetidos previamente a um mesmo tratamento térmico (temperado e revenido a 540°C).

Por se tratar do ensaio de um material de baixa tenacidade, foi utilizada a abordagem de Mecânica da Fratura Linear Elástica para quantificar a tenacidade, sendo calculado o parâmetro K_Q . Os resultados do ensaio constam na Tabela 4.6, onde P_Q indica uma carga provisória utilizada no cálculo de K_Q , P_m representa a carga máxima, B a espessura do corpo de prova, W a largura, a_0 o tamanho original da trinca e Y o fator de forma.

Tabela 4.6 – Resultados do ensaio de K_{IC} .

Amostra	Operador	P_Q [N]	P_m [N]	B [mm]	W [mm]	a_0 [mm]	Y [-]	K_Q [MPa.m ^{1/2}]
01	Operador 1	1784	1809	6,08	11,86	5,93	2,66	28,87
02	Operador 1	1725	1928	6,07	11,88	5,97	2,68	28,08
03	Operador 1	1725	1922	6,04	11,97	5,99	2,67	27,76
04	Operador 1	1825	1882	6,03	11,96	6,00	2,68	29,57
05	Operador 1	1866	1866	6,05	11,83	5,92	2,67	30,52
06	Operador 2	1713	1768	6,09	11,93	6,28	2,90	29,91
07	Operador 2	1700	1839	6,07	12,05	6,33	2,89	29,20
08	Operador 2	1777	1777	6,08	11,98	6,61	3,16	33,63
09	Operador 2	1726	1792	6,08	11,96	6,16	2,79	28,93
10	Operador 2	1735	1735	6,07	11,99	6,34	2,92	30,39

Ao final, foram compilados os valores de K_Q obtidos, segundo a Tabela 4.7, para execução da análise de variância.

Tabela 4.7 – Valores de K_Q variando operador.

Repetição	Operador 1 [MPa.m ^{1/2}]	Operador 2 [MPa.m ^{1/2}]
1	28,9	29,9
2	28,1	29,2
3	27,8	33,6
4	29,6	28,9
5	30,5	30,4
Média	29,0	30,4

Foi realizado um teste ANOVA para o fator operador, a um nível de significância de 5%, cujos resultados são apresentados na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 – ANOVA do ensaio de K_{IC} para o fator operador.

Fonte da variação	SQ	GDL	MQ	$F_{calculado}$	Valor-P	$F_{tabelado}$
Operador	4,99	1	4,99	2,20	0,18	5,32
Resíduo	18,12	8	2,27			
Total	23,12	9				

Como o valor $F_{calculado}$ foi menor que o $F_{tabelado}$, não foi possível comprovar, a um intervalo de confiança de 95%, que há diferenças significativas entre operadores frente ao erro aleatório. Para esse trabalho, tal resultado foi considerado satisfatório.

4.3.4 Ensaio de Impacto Charpy-V

Para o ensaio de impacto, foram realizadas duas análises distintas: primeiramente, foi realizado um estudo intralaboratorial variando-se o executante do ensaio. Em seguida, o LAMEF participou de um Programa de Ensaio de Proficiência para esse ensaio.

De todos os ensaios abordados nesse trabalho, o ensaio de impacto é o mais recente, visto que o equipamento de ensaio (Figura 3.4) foi instalado no ano de 2012. Dessa forma, o ensaio de impacto possui grande campo para análise e implantação de melhorias.

4.3.4.1 Comparação Intralaboratorial

A comparação intralaboratorial foi realizada controlando-se o operador do ensaio. O material em análise se tratou de um aço API 5L, sendo confeccionados corpos de prova com entalhe em V. Foram ensaiados três corpos de prova por operador ('Operador 1' e 'Operador 2') sob as mesmas condições de ensaios. Sua influência foi quantificada por ANOVA de um fator e pelo método do erro normalizado (HAAG *et al.*, 2014). O resultado dos ensaios para essa primeira análise e o valor de E_n calculado são apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Resultados do ensaio Charpy-V variando operador.

Energia Absorvida (KV2)	Operador 1	Operador 2
Valores Medidos [J]	148,00	160,00
	142,00	150,00
	144,00	152,00
Média [J]	144,67	154,00
Incerteza de Medição [J]	8,47	14,11
Erro Normalizado	0,57	

Fonte: Adaptado de HAAG *et al.* (2014).

A incerteza de medição utilizada no cálculo do erro normalizado foi baseada nas etapas do GUM, sendo estruturada uma planilha eletrônica para facilitar a replicação. O cálculo detalhado da incerteza é apresentado no Apêndice A.

A partir dos valores de energia absorvida de cada operador, foi realizada ANOVA para o fator operador a um intervalo de confiança de 95%, obtendo-se os valores apresentados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – ANOVA do ensaio Charpy-V para o fator operador.

Fonte da variação	SQ	GDL	MQ	F _{calculado}	Valor-P	F _{tabelado}
Operador	130,67	1,00	130,67	7,00	0,06	7,71
Resíduo	74,67	4,00	18,67			
Total	205,33	5,00				

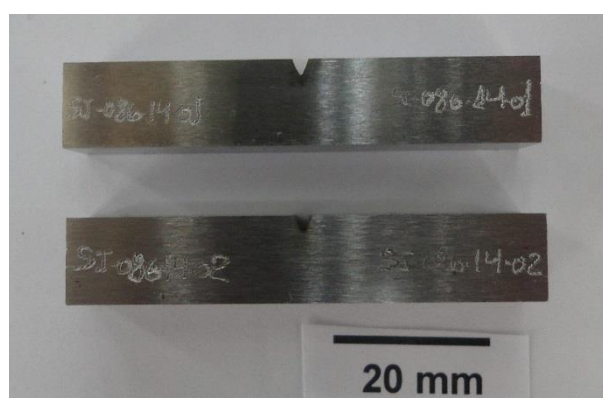
Fonte: HAAG *et al.* (2014).

Nessa análise, notou-se que o valor de E_n foi menor que 1 e o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi menor que o F_{tabelado} . Ou seja, pelo método do erro normalizado, comprovou-se que a variação entre operadores não foi significativa frente à incerteza de medição associada, e pelo método da ANOVA, não foi possível comprovar, a um intervalo de confiança de 95%, que as diferenças entre operadores foram significativas. Assim, o resultado da comparação intralaboratorial foi considerado satisfatório.

4.3.4.2 Ensaio de Proficiência

O Laboratório participou de um Programa de Ensaio de Proficiência para o ensaio de impacto Charpy-V em 2014, o qual foi organizado pela Rede Metrológica RS em parceria com o LAMEF. Além do LAMEF, outros 19 laboratórios participaram do Programa, tendo cada um ensaiado dois corpos de prova homogêneos (Figura 4.5).

Figura 4.5 – Corpos de prova para ensaios de impacto Charpy tipo V.



Os corpos de prova do Programa foram confeccionados segundo a norma ASTM E23-12c (ASTM, 2012a), utilizando o corpo de prova padrão do tipo A (entalhe em V). O posicionamento do entalhe se deu na orientação L-R, prevista na norma, e o material ensaiado tratou-se de um aço SAE 8620. Cada laboratório recebeu a instrução de relatar a energia

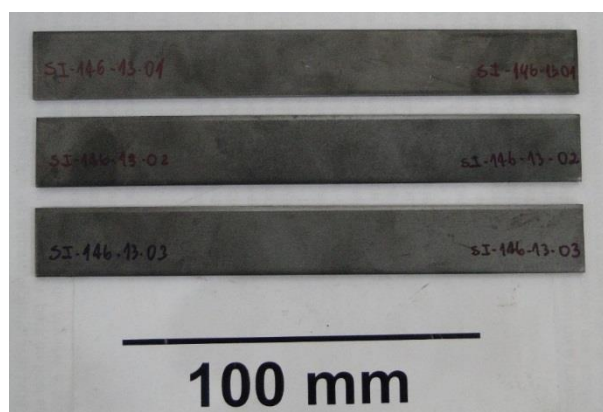
absorvida (KV2) de cada corpo de prova, assim como a média de valores e a incerteza de medição.

O LAMEF obteve um escore-z menor que 1, em módulo, para o parâmetro energia absorvida. Esse valor esteve dentro do critério de aceitação ($|\text{escore-z}| \leq 2$), sendo o resultado considerado satisfatório.

4.3.5 Ensaio de Dobramento

O resultado do ensaio de dobramento é qualitativo, do tipo ‘aprova’, no caso de ausência de trincas visíveis, ou ‘reprova’, no caso de presença de trincas visíveis. O LAMEF participou de ensaio de proficiência para esse ensaio em 2014. Cada laboratório participante recebeu três corpos de prova obtidos de uma chapa metálica de aço carbono para ensaiar (Figura 4.6), não tendo sido fornecidas informações adicionais sobre o material.

Figura 4.6 – Corpos de prova para ensaios de dobramento.



A cada um dos corpos de prova recebidos foi imposto um ângulo de dobramento de 180°, sem o retorno elástico. Ao final, foi realizada análise macroscópica (olho nu) da presença de trincas, não sendo detectados defeitos em nenhum dos corpos de prova ensaiados no LAMEF.

Todos os laboratórios participantes obtiveram o mesmo resultado (ausência de trincas) para os seus corpos de prova. Assim, o resultado do programa interlaboratorial foi considerado satisfatório.

4.3.6 Ensaio de Anisotropia

O ensaio para determinação do índice de anisotropia consiste em impor uma deformação plástica pré-definida em corpos de prova, medindo as dimensões antes e após a aplicação da deformação. Para monitorar a qualidade desse ensaio, foi realizado um estudo intralaboratorial utilizando-se dois operadores.

Como as medições dimensionais antes da deformação e após a deformação, por si só, são não-destrutivas (ou seja, pode-se repetir as medidas dimensionais), para esse estudo foi ensaiado apenas um corpo de prova.

As medidas dimensionais de largura inicial (w_o) e comprimento inicial (L_o) foram realizadas por dois operadores, sendo que cada um repetiu as medições três vezes. Em seguida, o corpo de prova foi deformado plasticamente, sofrendo uma alongação longitudinal da ordem de 10%. Depois de alongada, foram realizadas as medidas de largura final (w_f) e comprimento final (L_f) seguindo-se o mesmo procedimento.

A partir dos valores das medições dimensionais, o índice r foi calculado segundo a Equação 2.10, e a incerteza expandida foi estimada a partir das etapas do GUM. O procedimento utilizado para a execução do cálculo de incerteza para esse ensaio é descrito detalhadamente no Apêndice B. Os resultados obtidos no estudo são apresentados na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 – Resultados do estudo intralaboratorial para o ensaio de anisotropia.

Operador	Variável	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Índice r	Incerteza r
Operador 1	L_o [mm]	164,44	164,44	164,44	-1,68	0,06
	L_f [mm]	179,04	179,04	179,04		
	w_o [mm]	12,73	12,77	12,79		
	w_f [mm]	10,39	10,33	10,30		
Operador 2	L_o [mm]	164,25	164,26	164,33	-1,41	0,02
	L_f [mm]	174,13	174,19	174,18		
	w_o [mm]	12,77	12,78	12,75		
	w_f [mm]	10,46	10,48	10,44		

Para análise estatística dos resultados do estudo intralaboratorial, foi utilizado o método do erro normalizado (Equação 4.1), obtendo-se um valor de $E_n = 4,16$.

$$E_n = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{u_1^2 + u_2^2}} = \frac{|-1,68 - (-1,41)|}{\sqrt{(0,06)^2 + (0,02)^2}} = 4,16 \quad \text{Equação 4.1}$$

Como esse valor esteve fora do critério de aceitação ($E_n \leq 1$), realizou-se a investigação de causa descrita no item 4.4 deste trabalho.

4.4 Análise e Melhoria

Para cada um dos ensaios cujos resultados foram insatisfatórios ou questionáveis, foi realizada investigação de causa para tomada de ação.

4.4.1 Ensaio de Tração

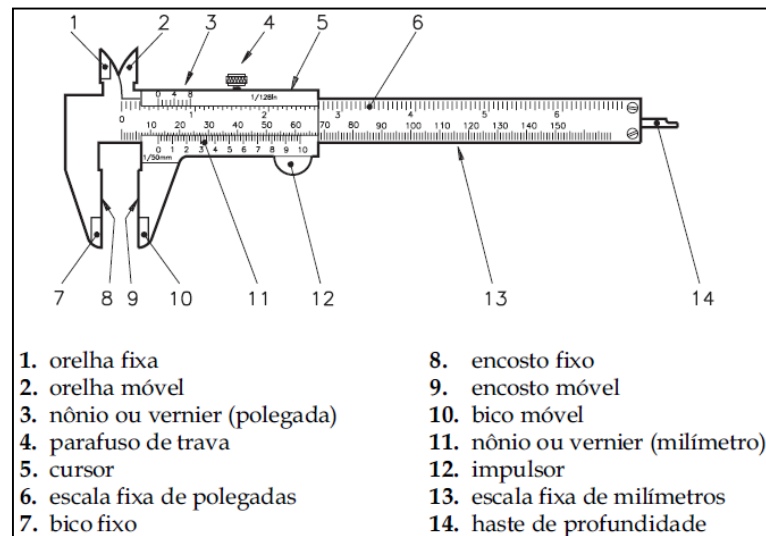
O ensaio de proficiência de 2014 resultou questionável para o parâmetro redução de área ($2 < |\text{escore-z}| < 3$). Ainda que esse resultado não seja insatisfatório, é importante investigar a causa, tendo em vista que o uso do escore-z através de valores de consenso deve ser realizado com cautela, conforme destacado por Koch e Baumeister (2012) e descrito no item 2.4.1 desse trabalho.

O coeficiente de variação (CV) entre os 20 laboratórios participantes do EP foi da ordem de 1% para o parâmetro. A norma de ensaio de tração ASTM E8/E8M-13a apresenta os resultados de um programa de comparação interlaboratorial realizado para avaliar a precisão do método de ensaio. Nesse programa, obteve-se um $CV = 4,6\%$ para a variação do parâmetro redução de área entre os laboratórios (ASTM, 2013).

Dessa forma, o coeficiente de variação do ensaio de proficiência realizado pela Rede Metrológica RS foi relativamente baixo se comparado com o valor obtido na validação do método de ensaio ASTM E8/E8M-13a. Pequenos desvios dos laboratórios em relação à média robusta resultaram em um escore-z maior que 2, sendo que no total 25% dos laboratórios participantes tiveram resultados questionáveis ou insatisfatórios.

Adicionalmente, foi realizado um estudo interno para uma amostra de tração similar à do interlaboratorial, visando verificar o procedimento de medição dimensional através de diferentes partes do paquímetro. Utilizando o procedimento mais adequado de medição, com os bicos do paquímetro (itens 7 e 10 da Figura 4.7), obteve-se uma redução de área (Z) de 45,05%. Usando os encostos do paquímetro digital (itens 8 e 9 da Figura 4.7), o resultado foi $Z = 50,87\%$. Isso reforça a importância de manusear o paquímetro de forma correta para evitar essa diferença.

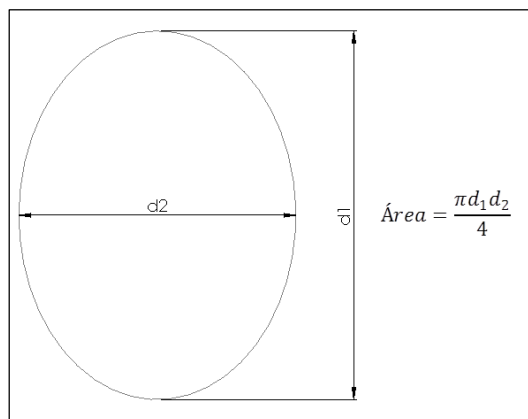
Figura 4.7 – Partes de um paquímetro universal.



Fonte: LUZ (2014).

Outro ponto levantado no decorrer da análise é relacionado à forma da seção final de corpos de prova de seção circular. A norma ASTM E8/E8M-13a informa que, devido ao comportamento anisotrópico do corpo de prova durante o ensaio, a seção final do corpo de prova tende a ser elíptica (Figura 4.8). Já a norma NBR ISO 6892-1 (ABNT, 2013) infere que a seção final permanece circular (FABRICIO *et al.*, 2014c).

Figura 4.8 – Cálculo da área da seção final em corpos de prova circulares segundo a ASTM E8/E8M-13a.



Fonte: Adaptado de Fabricio *et al.* (2014c).

Desse modo, dependendo do procedimento utilizado pelos laboratórios participantes do programa interlaboratorial, podem ter ocorrido diferenças no cálculo da área da seção final, o que influencia o cálculo da redução de área. Ainda assim, essa diferença tende a ser pequena, pois usualmente $d_1 \approx d_2$.

4.4.2 Ensaio de Fadiga

A comparação bilateral entre os laboratórios LAMEF-Centro e LAMEF-CDT para o ensaio de fadiga resultou satisfatória pelo método da ANOVA. No entanto, notou-se que houve um grande desvio entre os valores obtidos para os corpos de prova ensaiados no LAMEF-Centro. Para investigar a dispersão entre os resultados, foi realizada uma análise dos dados de força e ciclagem adquiridos pelos laboratórios durante o ensaio de cada corpo de prova, para verificar o erro na aquisição da força durante os ciclos de fadiga.

Cada laboratório utilizou uma taxa diferente de aquisição de dados de força, deslocamento e ciclagem da onda senoidal para suas amostras, segundo seus próprios procedimentos. Em ambos os casos, a aquisição foi realizada nos picos e vales. O LAMEF-Centro realizou a aquisição de um pico e de um vale a cada 100 ciclos, enquanto o LAMEF-CDT utilizou uma taxa de aquisição mais elevada, adquirindo um pico e um vale a cada ciclo.

Para cada um dos corpos de prova ensaiados, foi realizada uma análise do valor absoluto da diferença entre o valor adquirido e o valor nominal (programado para o equipamento) para cada um dos ciclos. Essa análise é ilustrada na Tabela 4.12, que demonstra a análise dos dados adquiridos da amostra 01 de fadiga (LAMEF-Centro). Como critério de aceitação, estabeleceu-se que cada uma das diferenças não deveria ser superior a 2%.

Tabela 4.12 – Análise dos dados adquiridos para um dos corpos de prova de fadiga.

Contagem Axial	Tipo	Carga Adquirida [N]	Carga Nominal ¹ [N]	Diferença [%]	Fora do critério?
98	Vale	5792,4	5713,4	1,4%	Sim
99	Pico	55306,9	57134,3	3,2%	
198	Vale	5703,6	5713,4	0,2%	Não
199	Pico	57103,6	57134,3	0,1%	
298	Vale	5732,6	5713,4	0,3%	Não
299	Pico	57118,4	57134,3	0,0%	
...
518198	Vale	5672,8	5713,4	0,7%	Não
518199	Pico	57093,8	57134,3	0,1%	
518298	Vale	5661,9	5713,4	0,9%	Não
518299	Pico	57117,8	57134,3	0,0%	

¹ Valores segundo a Tabela 4.3.

Ao final, foi realizada a contagem de quantos ciclos tiveram um pico e/ou um vale fora do critério de aceitação de 2%. A Tabela 4.13 apresenta o total de ciclos fora desse critério para cada corpo de prova. Note-se que, no caso dos corpos de prova 01, 02 e 03, a aquisição dos dados no LAMEF-Centro foi amostral (uma aquisição a cada 100 ciclos). Assim sendo, no final, o valor calculado foi extrapolado através de multiplicação por 100. Já para os corpos de prova 04, 05 e 06 a aquisição dos dados foi integral, não sendo necessária a extrapolação.

Tabela 4.13 – Análise dos erros na aquisição de força nos ensaios de fadiga.

Amostra	Número de ciclos até a ruptura	Ciclos fora do critério de aceitação	Percentual do valor total
01	259177	350	0,14%
02	80139	650	0,81%
03	152632	900	0,59%
04	189473	784	0,41%
05	191923	136	0,07%
06	196742	85	0,04%

A partir da Tabela 4.13, nota-se que a ordem de grandeza do erro na aquisição dos ciclos foi da mesma ordem tanto para o LAMEF-Centro como para o LAMEF-CDT. Em ambos os casos, a quantidade de ciclos que estiveram abaixo do critério de aceitação foi inferior a 1,00%. Assim, conclui-se que a execução dos ensaios foi satisfatória nos dois laboratórios, estando a diferença entre o número de ciclos até a ruptura associada ao acabamento superficial dos corpos de prova, o qual era grosseiro. De fato, a norma ASTM E466-07 indica que a rugosidade máxima de amostras de fadiga deve ser $R_a = 0,2 \mu\text{m}$ na direção longitudinal (ASTM, 2007), e foi verificado que as amostras ensaiadas possuíam rugosidade da ordem de $R_a = 2,2 \mu\text{m}$, muito superior ao indicado.

A influência de um acabamento superficial grosseiro na vida em fadiga é condizente com a literatura. Segundo Garcia *et al.* (2012), defeitos de superfície, como ranhuras, trincas de usinagem e mau acabamento superficial constituem os principais fatores para a nucleação de trincas, sendo essa a primeira etapa para a ruptura por fadiga do componente.

4.4.3 Ensaio de Anisotropia

O valor do erro normalizado na comparação intralaboratorial do ensaio de anisotropia foi muito maior que 1, sendo esse resultado insatisfatório. As variáveis no cálculo do índice de anisotropia plástica são dimensionais, segundo a Equação 2.10. Assim, a diferença entre

operadores provavelmente está associada ao procedimento de medição com paquímetro digital.

De fato, conforme descrito em Fabricio *et al.* (2013), o modelo de medição de r é sensível a pequenas variações nas medições dimensionais, e essa sensibilidade se reflete em altos valores de incerteza no resultado do ensaio.

Realizou-se um estudo comparando o paquímetro digital utilizado para o dimensional do ensaio de anisotropia (Figura 3.5.a), o qual possui menor divisão de escala de 0,01 mm, com um equipamento alternativo com menor resolução (projetor de perfil – Figura 3.5.b). A menor divisão de escala do projetor de perfil é de 0,5 μm , ou seja, 1/20 da resolução do paquímetro.

Nesse estudo, foram utilizadas 6 peças similares à da Figura 4.9, realizando-se a medida da largura da menor seção (segundo indicado na Figura) através de cada um desses equipamentos. Cada medida foi repetida 3 vezes, pelo mesmo operador, sendo os resultados apresentados na Tabela 4.14.

Figura 4.9 – Exemplo de peça utilizada no estudo dimensional, com destaque para a região medida.



Tabela 4.14 – Comparação de valores dimensionais obtidos em paquímetro e projetor de perfil.

Equipamento	Repetição	Peça 1 [mm]	Peça 2 [mm]	Peça 3 [mm]	Peça 4 [mm]	Peça 5 [mm]	Peça 6 [mm]
Paquímetro	1	12,75	12,79	12,68	12,75	12,61	12,67
	2	12,75	12,80	12,68	12,76	12,61	12,67
	3	12,75	12,78	12,68	12,77	12,62	12,68
	Média	12,7500	12,7900	12,6800	12,7600	12,6133	12,6733
Projetor de perfil	1	12,6030	12,6720	12,5245	12,6255	12,5125	12,5030
	2	12,6150	12,7585	12,5400	12,6225	12,5165	12,5055
	3	12,6045	12,6565	12,5300	12,6360	12,5010	12,5200
	Média	12,6075	12,6957	12,5315	12,6280	12,5100	12,5095

Para a análise estatística das diferenças entre os valores obtidos, foi realizada ANOVA de dois fatores: (a) equipamento e (b) peça. Os resultados da ANOVA são apresentados na Tabela 4.15.

Tabela 4.15 – ANOVA das medidas de largura para os fatores equipamento e peça.

Fonte da variação	SQ	GDL	MQ	F _{calculado}	Valor-P	F _{tabelado}
Equipamento	0,15	1	0,1539	514,08	1,02E-17	4,26
Peça	0,15	5	0,0294	98,09	3,61E-15	2,62
Interação Equipamento x Peça	0,01	5	0,0011	3,64	0,01	2,62
Resíduo	0,01	24	3,00E-4			
Total	0,31	35				

Nota-se que o valor $F_{\text{calculado}}$ para o fator equipamento foi muito superior ao F_{tabelado} . Isso indica que houve diferença significativa entre os diferentes equipamentos de medição. Além disso, houve diferença significativa entre as peças, sendo esse resultado já esperado, além de interação significativa entre equipamento de medição e peça.

Assim, para essa aplicação, o projetor de perfil seria um equipamento mais adequado, por possuir resolução menor. Para analisar a reprodutibilidade do processo de medição nesse equipamento, foi realizado um estudo comparativo entre dois operadores, conforme Fabricio *et al.* (2014b). Dois operadores (Operador A e Operador B) realizaram a medição da profundidade do entalhe de 4 corpos de prova no projetor de perfil. Os resultados são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 – Análise da reprodutibilidade do projetor de perfil.

Corpo de Prova	Operador A	Operador B
01	0,89	0,94
02	0,89	0,89
03	1,06	1,08
04	1,07	1,07
Média	0,978	0,994
Incerteza	0,17	0,16

Fonte: Adaptado de Fabricio *et al.* (2014b).

O teste do erro normalizado entre operadores resultou em $E_n = 0,07$ (Equação 4.2), valor dentro do critério de aceitação.

$$E_n = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{u_1^2 + u_2^2}} = \frac{|0,978 - 0,994|}{\sqrt{(0,17)^2 + (0,16)^2}} = 0,0685 \quad \text{Equação 4.2}$$

Além disso, foi realizada análise de variância do fator operador, cujos resultados são apresentados na Tabela 4.17. Obteve-se um valor $F_{\text{calculado}} = 0,05 < F_{\text{tabelado}} = 5,99$, confirmando que a variação entre operadores não foi superior às diferenças entre os corpos de prova (FABRICIO *et al.*, 2014b).

Tabela 4.17 – ANOVA do fator operador para medições dimensionais no projetor de perfil.

Fonte da variação	SQ	GDL	MQ	$F_{\text{calculado}}$	Valor-P	F_{tabelado}
Operador	5,00E-4	1	5,00E-4	0,05	0,83	5,99
Resíduo	0,06	6	0,01			
Total	0,06	7				

Fonte: Adaptado de Fabricio *et al.* (2014b).

A diferença média entre os operadores no projetor de perfil foi 0,016 mm, sendo esse valor aproximadamente 10% da tolerância (incerteza) associada ao equipamento. Assim, considera-se que o projetor de perfil possui boa reprodutibilidade.

Desse modo, dadas as diferenças entre os equipamentos, e considerando a boa reprodutibilidade do processo de medição no projetor de perfil, indica-se a execução de medições dimensionais do ensaio de anisotropia utilizando esse equipamento.

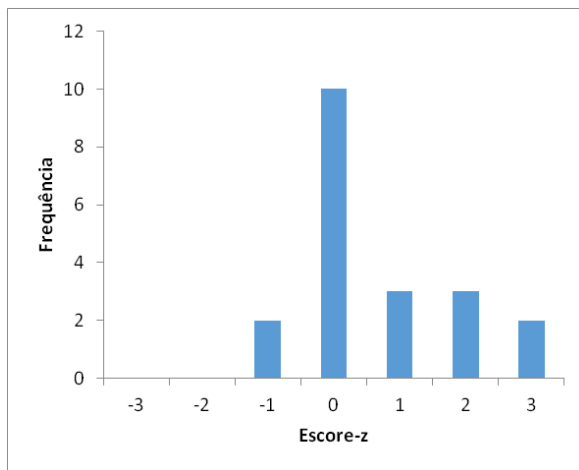
4.4.4 Limitações no Uso dos Métodos

No decorrer do trabalho, alguns pontos merecem destaque em relação ao uso dos métodos estatísticos para garantia da qualidade dos ensaios.

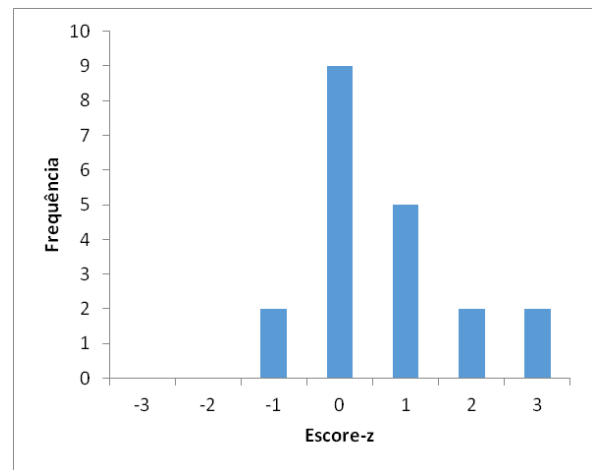
A Análise de Variância é utilizada, de modo geral, para avaliar a significância de fatores e interações com relação ao resíduo. Nos casos em que $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$, o teste ANOVA conclui que o fator em estudo é significativo frente ao resíduo. No entanto, nos casos em que $F_{\text{calculado}} \leq F_{\text{tabelado}}$, o teste ANOVA não é conclusivo. Nesta situação, o resultado deveria ser interpretado como ‘não é possível provar que há diferenças significativas devido ao fator em estudo’. Para este trabalho, resultados do tipo $F_{\text{calculado}} \leq F_{\text{tabelado}}$ foram considerados satisfatórios e suficientes, desde que o resíduo não fosse excessivamente elevado, como foi o caso do ensaio de fadiga.

O método do escore-z, utilizado em ensaios de proficiência, é aplicável desde que os valores dos laboratórios sigam uma distribuição aproximadamente normal (ISO, 2005). Para verificar a distribuição dos interlaboratoriais que constam neste trabalho, foram construídos os histogramas dos valores dos escore-z de todos os laboratórios. A Figura 4.10a-d apresenta o histograma dos resultados dos participantes nos ensaios de proficiência de tração, e a Figura 4.10e o histograma do ensaio de impacto Charpy. No caso do EP de dobramento, não é necessária a plotagem de histograma, pois os resultados são qualitativos.

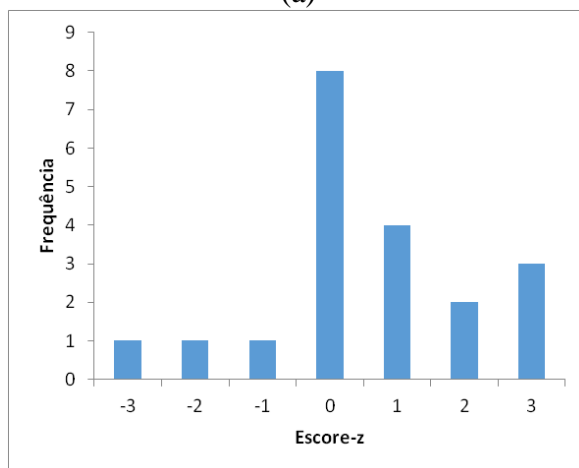
Figura 4.10 – Histogramas dos EP para: (a) Resistência de prova; (b) Resistência à tração; (c) Redução de área; (d) Alongamento após a fratura; (e) Energia absorvida.



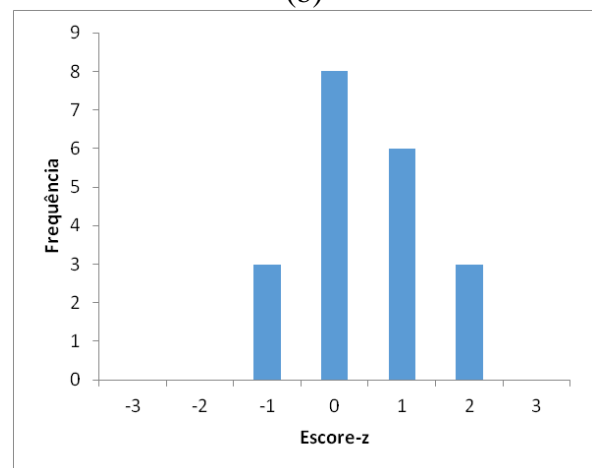
(a)



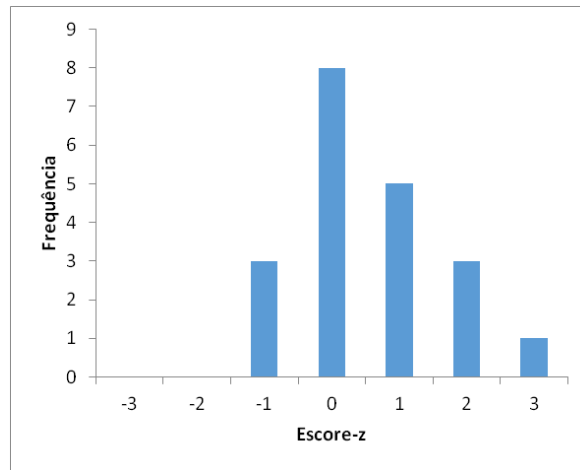
(b)



(c)



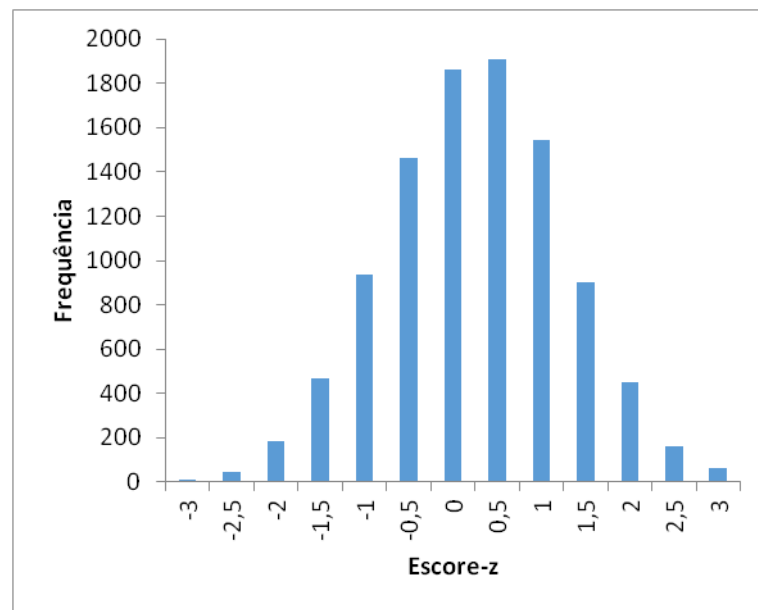
(d)



(e)

O histograma de uma distribuição normal padrão, com média $\mu = 0$ e desvio padrão $\sigma = 1$, é apresentado na Figura 4.11.

Figura 4.11 – Histograma de uma distribuição normal.



A análise gráfica dos histogramas da Figura 4.10 mostra que eles são aproximadamente normais com escore-z médio igual a zero. Quanto à simetria, nota-se que os mesmos possuem leve assimetria à esquerda. A existência dessa assimetria pode influenciar os resultados dos escore-z.

5.0 CONCLUSÕES

Foram implantados com sucesso métodos estatísticos para monitoramento da qualidade dos ensaios mecânicos de materiais metálicos no LAMEF. Nos casos em que os critérios de aceitação dos métodos não foram atendidos, foi realizada investigação de causa e, em seguida, foram implantadas ações para melhoria dos sistemas de medição. Sendo assim, a acreditação do laboratório foi revalidada e ampliada, atendendo-se aos requisitos da NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b) e da norma NIT-DICLA-026 (INMETRO, 2011).

Para realizar o cálculo do erro normalizado em comparações intralaboratoriais, foram estruturados formulários para a estimativa da incerteza de medição dos ensaios de impacto Charpy e de anisotropia, atendendo-se também aos requisitos do item 5.4 da NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005b). A memória de cálculo é apresentada nos Apêndices A e B.

O monitoramento da qualidade dos ensaios manteve-se para que, além do solicitado na auditoria externa, seja possível o acompanhamento periódico da qualidade das análises. Foram utilizados os métodos *score-z*, erro normalizado e análise de variância, os quais são reconhecidos e amplamente utilizados, segundo a literatura. No entanto, alguns cuidados mostraram-se necessários na aplicação dos métodos estatísticos. O teste ANOVA revela-se inconclusivo nos casos em que $F_{\text{calculado}} \leq F_{\text{tabelado}}$, sendo necessária uma análise do resíduo para validar o resultado nos casos em que esta situação ocorre. O método do *score-z* só pode ser utilizado em ensaios de proficiência nos casos em que os valores dos laboratórios sigam uma distribuição normal. Assim, uma análise da normalidade dos valores medidos é necessária.

Ainda que ensaios de proficiência sejam um mecanismo amplamente utilizado no monitoramento da qualidade de ensaios, o uso de valores de consenso deve ser realizado com cautela. Nesse contexto, a realização de comparações intralaboratoriais e bilaterais revela-se como uma ferramenta complementar ou até mesmo alternativa aos programas interlaboratoriais.

O ensaio de impacto Charpy passou tanto por um ensaio de proficiência como por estudos internos no decorrer do trabalho, visto que este ensaio, dentre todos os abordados neste trabalho, foi implantado mais recentemente, em 2012, tendo maior campo de estudos

para análise e implantação de melhorias. Os resultados do ensaio de proficiência e da análise intralaboratorial convergiram para a mesma conclusão, gerando um resultado satisfatório.

Realizou-se um estudo comparativo dos resultados do ensaio de anisotropia comparando os valores obtidos com um paquímetro e projetor de perfil. Concluiu-se que as diferenças entre equipamentos foram significativas, tendo o projetor de perfil uma menor resolução. Realizou-se, também, um estudo variando o operador no projetor de perfil, sendo as diferenças entre operadores da ordem de 10% da incerteza associada. Desse modo, dadas as diferenças entre os equipamentos, e considerando que as diferenças entre operadores no uso do projetor não foram consideradas significativas, indica-se a execução de medições dimensionais do ensaio de anisotropia utilizando este equipamento.

Esse trabalho permitiu, também, reforçar a importância do manuseio correto do paquímetro, especialmente na medição da redução de área em ensaios de tração. Verificou-se que o manuseio inadequado do equipamento resultaria em uma diferença de aproximadamente 13% do valor final da redução de área.

Por fim, o trabalho foi importante no aumento do escopo de acreditação do Laboratório, o qual foi consolidado no início de 2014, passando a abranger, além dos ensaios acreditados anteriormente (tração e dobramento), ensaios de tenacidade à fratura, impacto, fadiga e o ensaio para a determinação do coeficiente de anisotropia. A acreditação pela Cgcre/Inmetro dos ensaios de tenacidade à fratura e de anisotropia é inédita no Brasil, tendo sido o LAMEF pioneiro ao incluir tais ensaios em seu escopo.

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

As recomendações para desenvolver trabalhos futuros nesta área são:

- Manter o programa de garantia da qualidade no LAMEF, priorizando a busca pela participação em programas de Ensaio de Proficiência em institutos nacionais e internacionais;
- Atentar aos requisitos de acabamento superficial (rugosidade) para amostras de ensaios de fadiga;
- Revisar o procedimento de ensaio para a determinação do índice de anisotropia, prevendo o uso de projetor de perfil para as medições dimensionais;
- Realizar um estudo mais amplo comparado o efeito sobre a incerteza de medição de instrumentos dimensionais: projetor de perfil, paquímetro, micrômetro e máquina tridimensional;
- Calcular a incerteza de medição dos ensaios mecânicos através do método de Monte Carlo;
- Executar ensaios de impacto em Charpy instrumentado, visando obter os coeficientes de tenacidade à fratura dinâmica (K_{ID} e J_{ID});
- Buscar incluir no escopo de acreditação do LAMEF o ensaio de Mecânica da Fratura aplicada à fadiga (da/dN).

7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDEL-FATAH, H. T. M. ISO/IEC 17025 accreditation: between the desired gains and the reality. **The Quality Assurance Journal**. Malden, v. 13, p. 21–27, 2010.

ALBANO, F. D.; CATEN, C. S. T. Proficiency tests for laboratories: a systematic review. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 19, p. 245-257, 2014.

ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics** – fundamentals and applications. 3rd ed. New York: CRC, 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E8/E8M-13a**: standard test methods for tension testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM, 2013.

_____. **ASTM E23-12c**: Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM, 2012a.

_____. **ASTM E399-12e3**: Standard test method for linear-elastic plane-strain fracture toughness K_{IC} of metallic materials. West Conshohocken: ASTM, 2012b.

_____. **ASTM E466-07**: Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials. West Conshohocken: ASTM, 2007.

_____. **ASTM E517-00**: Standard test method for plastic strain ratio r for sheet metal. West Conshohocken: ASTM, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 9000**: Sistemas de gestão da qualidade – fundamentos e vocabulário. Rio de Janeiro: ABNT, 2005a.

_____. **NBR ISO/IEC 17025**: requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2005b.

_____. **NBR ISO 6892**: materiais metálicos – ensaio de tração. Parte 1: método de ensaio à temperatura ambiente. Rio de Janeiro: ABNT, 2013.

_____. **NBR ISO 9001**: sistemas de gestão da qualidade – requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2008.

BIASINI, V. Implementation of a quality management system in a public research centre. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 17, p. 621–626, 2012.

BRASIL. Presidência da República. **Decreto nº 7.938 de 19 de fevereiro de 2013**. Brasília. Disponível em: <www.planalto.gov.br/ccivil_03/_Ato2011-2014/2013/Decreto/D7938.htm>. Acesso em: 12 agosto 2014.

BRIONIZIO, J.; LIMA, S.; MAINIER, F. **Comparação intralaboratorial em higrometria**. In: ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2005. São Paulo, 2005.

BRITISH STANDARD INSTITUTION. **BS 7448-1**: Fracture mechanics toughness tests – method for determination of K_{IC} , critical CTOD and critical J values of metallic materials. The BSI Group, London, 1991.

CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering**: an introduction. 7. ed. New York: John Wiley & Sons, 2007.

CAMMANN, K.; KLEIBÖHMER, W. **Need for quality management in research and development. Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 3, p. 403–405, 1998.

CROSBY, P. B. **Qualidade é Investimento**. New York: McGraw-Hill, 1986.

COSTA, P.; MUNIZ, B.; MACHADO, R.; KOCH, C.; BARROS, W. **Comparação entre métodos para medição de impressões de dureza Brinell e Vickers**. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE METROLOGIA MECÂNICA, 1., Rio de Janeiro, 2008.

COSTA, V. M. **Análise da tenacidade de uma junta soldada de um aço resistente à abrasão da série 450 HB**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

COUTO, P.; OLIVEIRA, L.; OLIVEIRA, J.; SILVA, W.; SOARES, R. **Comparação intralaboratorial do Lapre-Inmetro na faixa de medição de 1,4 kPa a 7 MPa**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE METROLOGIA, 5., Salvador, 2009.

CYGER, M.; DUCCESCHI, E.; BARRY, K.; SITEANU, L. **Determine the root cause: 5 whys**. Disponível em: <www.isixsigma.com/tools-templates/cause-effect/determine-root-cause-5-whys>. Acesso em: 04 setembro 2014.

DEMING, W. E. **Dr. Deming: o americano que ensinou a qualidade total aos japoneses**. Rio de Janeiro: Record, 1993.

DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. **DIN EN ISO 7438**: metallic materials – bend test. Berlin: DIN 2005.

FABRICIO, D. A. K. **Cálculo da incerteza de medição do ensaio de anisotropia**. Trabalho de Conclusão (Graduação). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

FABRICIO, D. A. K.; HAAG, J.; HACK, P. S.; CATEN, C. S. T.; SANTOS, B. P.; STROHAECKER, T. R. **Cálculo da incerteza de medição para acreditação do ensaio de anisotropia**. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM – INTERNACIONAL, 68., Belo Horizonte, 2013.

FABRICIO, D. A. K.; HAAG, J.; REGULY, A.; STROHAECKER, T. R. **Implantação de sistema da qualidade para o ensaio de anisotropia**. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM – INTERNACIONAL, 69., São Paulo, 2014a.

FABRICIO, D. A. K.; ROCHA, C. L. F.; REGULY, A.; STROHAECKER, T. R. **Comparação intralaboratorial na medição do entalhe em corpos de prova Charpy**. In: CONGRESSO ENQUALAB_RESAG, 14., São Paulo, 2014b.

FABRICIO, D. A. K.; HAAG, J.; STROHAECKER, T. R. **Incerteza de medição da redução de área em ensaios de tração**. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE METROLOGIA MECÂNICA, 3., Gramado, 2014c.

FALCONI, V. **TQC – Controle da Qualidade Total**. 5 ed. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni, 1992.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GIL, A.C.7. **Como elaborar projetos de pesquisa**. 4. ed. São Paulo: Atlas, 2002.

GROCHAU, I. H.; FERREIRA, T. A.; FERREIRA, J. P.; CATEN, C. S. T. Implementation of a quality management system in university test laboratories: a brief review and new proposals. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 15, p. 681–689, 2010.

GROCHAU, I. H.; CATEN, C. S. T. A process approach to ISO/IEC 17025 in the implementation of a quality management system in testing laboratories. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 17, p. 519–527, 2012.

HAAG, J. **Propagação de trincas por fadiga em arames de alta resistência mecânica**. Trabalho de Conclusão (Graduação), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

HAAG, J.; FABRICIO, D. A. K.; REGULY, A. **Análise estatística dos resultados do ensaio de impacto Charpy**. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE METROLOGIA MECÂNICA, 3., Gramado, 2014.

HACK, P. S.; CATEN, C. S. T. Measurement uncertainty: literature review and research trends. **IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement**. New York, v. 61, p. 2116-2124, 2012.

HULLIHEN, K.; FITZSIMMONS, V.; FISCH, M. R. **Establishing an ISO 17025 compliant laboratory at a University**. In: IAJC-IJME INTERNATIONAL CONFERENCE, paper 059, IT 305. Nashville, 2008.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **DOQ-CGCRE-008**: orientação sobre validação de métodos analíticos. Brasília: Coordenação Geral de Acreditação, Revisão 03, Fev. 2010.

_____. **NIT-DICLA-026**: requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência. Brasília: Dicla, revisão nº 08, outubro 2011.

_____. **Site institucional**. Disponível em: <www.inmetro.gov.br>. Acesso em: 12 agosto 2014.

INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION. **Report of the ILAC laboratory survey on conversion to ISO/IEC 17025**. Sydney: ILAC, 2004.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 13528**: statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneva: ISO, 2005.

_____. **ISO/IEC 17043**: conformity assessment – general requirements for proficiency testing. Geneva: ISO, 2010.

_____. **The ISO survey 2012**. Disponível em: <www.iso.org/iso/home/standards/certification/iso-survey.htm>. Acesso em: 12 agosto 2014.

ISHIKAWA, K. **Controle de Qualidade Total: à maneira japonesa**. Rio de Janeiro: Campus, 1993.

JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY. **Evaluation of measurement data: guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)**. JCGM 100, 1. ed. Geneva: BIPM, 2008.

_____. **International vocabulary of metrology (VIM): basic and general concepts and associated terms**. JCGM 200, 3. ed. Geneva: BIPM, 2012.

KOCH, M.; BAUMEISTER, F. On the use of consensus means as assigned values. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 17, p. 395-398, 2012.

KUHINEK, D.; ZORIĆ, I.; HRŽENJAK, P. Measurement uncertainty in testing of uniaxial compressive strength and deformability of rock samples. **Measurement Science Review**. Berlin, v. 11, n. 4, p. 112-117, 2011.

LIANG, Y.; MORONUKI, N.; FURUKAWA, F. Calculations of the effect of material anisotropy on microcutting processes. **Precision Engineering**. Amsterdam, v. 16, p. 132-138, 1994.

LOPES, I.; SANTOS, L.; PEREIRA, M. F.; VAZ, P.; ALVES, J. G. Implementation of the quality management system at the Laboratory of Radiological Protection and Safety (LPSR) in Portugal. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 19, p. 355-360, 2014.

LUZ, G. **Instrumentos e técnicas de medida: paquímetro**. Disponível em: <www.inspetordesoldagem.com.br/curso/instrumentos/paquimetro>. Acesso em: 27 outubro 2014.

MARQUES, A.; ALVES, J.; COSTA, P.; BARROS, W. **Comparação interlaboratorial de métodos de verificação de máquinas de medir por coordenadas (MMC)**. CONGRESSO INTERNACIONAL DE METROLOGIA MECÂNICA, 1., Rio de Janeiro, 2008.

MENDES, E. B. **Ensaio de avaliação da conformidade de produto com vistas à certificação**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

NOGUEIRA, R.; SOARES, M. A. Accreditation and recognition programs in Brazil: current situation and perspectives. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 18, p. 217-223, 2013.

POLI, M.; PETRONI, D.; BERTON A.; CAMPANI, E.; FELICINI, C.; PARDINI, S.; MENICHETTI, L.; SALVADORI, P. A. The role of quality management system in the monitoring and continuous improvement of GMP-regulated short-lived radiopharmaceutical manufacture. **Accreditation and Quality Assurance**. Berlin, v. 19, p. 343-354, 2014.

POOK, L. P. **Metal Fatigue: What it is, what it matters**. 1. ed. Dordrecht: Springer, 2007.

REDE METROLÓGICA RS. **RM 68 – Incerteza de medição: guia prático do avaliador de laboratórios**. Porto Alegre: RMRS, Revisão 05, 2013.

RIBEIRO, J. L. D.; CATEN, C. S. T. **Estatística industrial**. Série Monográfica Qualidade. PPGEP/UFRGS, Porto Alegre, 2000.

_____. **Controle estatístico do processo:** cartas de controle para variáveis, cartas de controle para atributos, função de perda quadrática, análise de sistemas de medição. Série Monográfica Qualidade. FEENG/UFRGS, Porto Alegre, 2012.

ROCHA, C. L. F.; FABRICIO, D. A. K.; HAAG, J.; STROHAECKER, T. R. **Análise da confiabilidade na determinação das propriedades mecânicas em ensaios de tração.** CONGRESSO ANUAL DA ABM – INTERNACIONAL, 69., São Paulo, 2014.

RODIMA, A. *et al.* ISO 17025 quality system in a university environment. **Accreditation and Quality Assurance.** Berlin, v. 10, p. 369–372, 2005.

SILVA, G. M. P.; FARIA, A. C. O.; NOGUEIRA, R. The lead assessor role in the ISO/IEC 17025:2005 accreditation of Brazilian calibration and testing laboratories by the General Coordination of Accreditation (Cgcre). **Accreditation and Quality Assurance.** Berlin, v. 9, p. 127-132, 2014.

STROHAECKER, T. R. **Mecânica da Fratura.** Porto Alegre: LAMEF, 2012.

THOLEN, D. Metrology in service of society: the role of proficiency testing. **Accreditation and Quality Assurance.** Berlin, v. 16, p. 603-605, 2011.

ZAPATA-GARCIA, D.; LLAURADÓ, M.; RAURET, G. Experience of implementing ISO 17025 for the accreditation of a university testing laboratory. **Accreditation and Quality Assurance.** Berlin, v. 12, p. 317–322, 2007.

ZIMMER, C. G. **Influência da oxidação térmica sobre as propriedades de fadiga da liga Ti-6Al-4V.** Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

ZUTSHI, A.; SOHAL, A. S. Integrated management system - The experiences of three Australian organisations. **Journal of Manufacturing Technology Management.** West Yorkshire, v. 16, p. 211-232, 2005.

APÊNDICE A – INCERTEZA DE MEDIÇÃO DO ENSAIO DE IMPACTO

Para calcular o erro normalizado do ensaio de impacto Charpy, é necessário estimar a incerteza de medição. Para isso, foi estruturada uma planilha eletrônica segundo as etapas do GUM, descritas na Figura 2.16.

Visando obter uma estimativa mais precisa do valor da energia absorvida, é de prática realizar o ensaio em replicata, utilizando-se $n \geq 3$ corpos de prova de um mesmo material e na mesma condição. Desse modo, a incerteza de medição é estimada para a média das n medições. As etapas de cálculo da incerteza de medição da energia absorvida (KV2) são descritas a seguir.

Definir o modelo matemático da medição:

A medição da energia absorvida no ensaio Charpy (KV2) é medida diretamente em uma escala analógica. Ou seja, assume-se que:

$$KV2 = E_{medida}$$

Onde o valor de E_{medida} representa a média de n corpos de prova, quando o ensaio é replicado.

Definir os componentes de incerteza:

Foram considerados como componentes de incerteza relacionados à variável E_{medida} :

- Incerteza herdada: valor de incerteza herdada do certificado de calibração do equipamento. Conforme o certificado de calibração mais recente do equipamento utilizado nesse trabalho, a incerteza herdada para a faixa de 0 a 400 J é de $u = 0,47$ J, com um coeficiente de abrangência $k = 2,00$ e infinitos graus de liberdade ($\nu_{eff} = \infty$).
- Resolução: resolução do leitor analógico, equivalente a 2,00 J para a faixa de medição de 0 a 400 J. Como estimativa relacionada a esse componente, utiliza-se a metade da menor divisão de escala, ou seja, 1,00 J.

- Desvio padrão de repetitividade: desvio padrão (σ) dos valores de energia absorvida medidos entre n amostras.

Estimar as incertezas padrão:

Para obter as incertezas padrão, deve-se dividir a estimativa de incerteza de cada fonte por um divisor apropriado, o qual está associado à distribuição de probabilidade de cada componente. Os divisores de cada componente de incerteza são apresentados na Tabela A.1.

Tabela A.1 – Estimativa das incertezas padrão do ensaio de impacto.

Componente	Distribuição de Probabilidade	Estimativa	Divisor	Graus de Liberdade
Incerteza herdada	t-Student	$u = 0,47 \text{ J}$	$k = 2,00$	$\nu_{\text{eff}} = \infty$
Resolução	Retangular	resolução = 1,00 J	$\sqrt{3}$	∞
Desvio padrão	t-Student	σ	\sqrt{n}	$n-1$

Calcular os coeficientes de sensibilidade:

O coeficiente de sensibilidade de cada variável do modelo de medição corresponde à derivada parcial do modelo em relação à variável correspondente. Nesse caso, há somente uma variável (E_{medida}), cujo coeficiente de sensibilidade é calculado conforme segue:

$$C_{E_{\text{medida}}} = \frac{\partial KV2}{\partial E_{\text{medida}}} = \frac{\partial E_{\text{medida}}}{\partial E_{\text{medida}}} = 1,00$$

Avaliar possíveis correlações entre as variáveis:

Como a medição é direta, o modelo possui apenas uma variável (E_{medida}). Portanto, não é aplicável o conceito de correlação entre variáveis nesse caso.

Obter a incerteza combinada:

A incerteza combinada é obtida através da Lei de Propagação das Incertezas:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)$$

Na Equação, $u_c(y)$ representa a incerteza combinada; $\partial f/\partial x$ o coeficiente de sensibilidade de cada variável, calculado a partir das derivadas parciais do modelo de medição

em relação a cada variável; $u(x)$ as incertezas padrão de cada variável; e $u(x_i, x_j)$ a covariância estimada com x_i, x_j .

Para o caso em que não há correlação entre as variáveis, o segundo termo da Lei de Propagação das Incertezas pode ser desprezado. Assim, no caso do ensaio de impacto, a equação reduz-se a:

$$\begin{aligned} u_c^2(KV2) &= \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \\ &= (C_{E_{medida}} u_{herdada})^2 + (C_{E_{medida}} u_{resolução})^2 + (C_{E_{medida}} u_{desvio})^2 \end{aligned}$$

Obter a incerteza expandida:

Ao final, a incerteza expandida U é calculada através da multiplicação da incerteza combinada por um fator de abrangência k . O valor de k é obtido a partir dos graus de liberdade efetivos (v_{eff}), os quais são calculados a partir da fórmula de Welch-Satterthwaite, considerando os graus de liberdade de cada componente de incerteza (v_i):

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{(u_i)^4}{v_i}}$$

Com o valor v_{eff} e a probabilidade de abrangência especificada (usualmente, 95,45%), consulta-se a tabela de distribuição de probabilidade t-Student para se obter o valor de k . Esse valor pode ser obtido também automaticamente a partir de planilhas eletrônicas.

Relato da incerteza e do resultado da medição:

O GUM recomenda que a incerteza calculada e o resultado da medição sejam fornecidos com no máximo dois algarismos significativos, devendo-se relatar também a unidade de medida. A incerteza expandida (U) vale para cima ou para baixo do valor medido, ou seja:

$$KV2 = (E_{medida} \pm U) J$$

A Figura A.1.a apresenta o modelo de formulário de incerteza do ensaio de Charpy que foi desenvolvido para esse trabalho. Na Figura A.1.b, é apresentado um exemplo de

aplicação da planilha, utilizando-se os dados de energia absorvida da Tabela 4.9 referentes ao Operador 1.

Figura A.1 – (a) Modelo da planilha de incerteza elaborada para o ensaio de impacto Charpy. (b) Exemplo de aplicação.

nº amostras									
Fonte	Valor nominal	Incerteza	Divisor	Coef sensibilidade	Contribuição incerteza	GDL	u ⁴ /GDL	Incert comb	#DIV/0!
nº amostras									
Incert herdada [J]				1,00	#DIV/0!		#DIV/0!	GDL efetivo	#DIV/0!
Resolução [J]	2	1,0000	1,73205	1,00	0,57735	1E+99	1,1111E-100	Coef. abrang.	#DIV/0!
Desvio [J]	NA		0,00000	1,00	#VALOR!	-1	#VALOR!	Incert expand.	#DIV/0!
(a)									
nº amostras									
Fonte	Valor nominal	Incerteza	Divisor	Coef sensibilidade	Contribuição incerteza	GDL	u ⁴ /GDL	Incert comb	1,8707403
Incert herdada [J]	144,667	0,470	2,000	1,00	0,23500	1E+99	3,0498E-102	GDL efetivo	2,53
Resolução [J]	2	1,0000	1,73205	1,00	0,57735	1E+99	1,1111E-100	Coef. abrang.	4,5265508
Desvio [J]	NA	3,0551	1,73205	1,00	1,76383	2	4,839506173	Incert expand.	8,4680011
(b)									

APÊNDICE B – INCERTEZA DE MEDIÇÃO DO ENSAIO DE ANISOTROPIA

Para calcular o erro normalizado do ensaio de anisotropia, segundo apresentado no item 4.3.6, é necessário estimar a incerteza de medição do ensaio. Para se executar esse cálculo, foi estruturada uma planilha eletrônica segundo as etapas do GUM. O processo de estimativa da incerteza de medição associada ao índice de anisotropia (r) de cada corpo de prova é descrito a seguir.

Definir o modelo matemático da medição:

A partir da Equação 2.10, o modelo de medição de r é dado por:

$$r = \frac{\ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right)}$$

Ou seja, r é uma relação de variáveis dimensionais, as quais são medidas diretamente: largura inicial (w_o), comprimento inicial (l_o), largura final (w_f) e comprimento final (l_f). Para o cálculo do desvio de repetitividade, cada medição dimensional é repetida três vezes, sendo calculada a média e o desvio padrão de cada uma delas.

Definir os componentes de incerteza:

São considerados como componentes de incerteza relacionados à média de cada variável dimensional (l_o , w_o , l_f , w_f):

- Desvio padrão de repetitividade: desvio padrão (σ) entre as $n = 3$ repetições das medidas.
- Incerteza herdada: valor de incerteza herdada ($u_{\text{certificado}}$) do certificado de calibração do equipamento dimensional, com seus respectivos valores de graus de liberdade associados ($v_{\text{certificado}}$) e coeficiente de abrangência ($k_{\text{certificado}}$).

- Resolução: resolução do equipamento dimensional, segundo descrito no item 3.2. Como estimativa relacionada a esse componente, utiliza-se a metade da menor divisão de escala, ou seja, 0,005 mm no caso de paquímetro digital.

Estimar as incertezas padrão:

Para obter as incertezas padrão, deve-se dividir a estimativa de incerteza de cada fonte por um divisor apropriado, o qual está associado à distribuição de probabilidade de cada componente. Os divisores de cada componente de incerteza são apresentados na Tabela B.1.

Tabela B.1 – Estimativa das incertezas padrão do ensaio de anisotropia.

Componente	Distribuição de Probabilidade	Estimativa	Divisor	Graus de Liberdade
Desvio padrão	t-Student	σ	\sqrt{n}	n-1
Incerteza herdada	t-Student	$u_{\text{certificado}}$	$k_{\text{certificado}}$	$v_{\text{certificado}}$
Resolução	Retangular	0,005 mm	$\sqrt{3}$	∞

Calcular os coeficientes de sensibilidade:

O coeficiente de sensibilidade de cada variável do modelo de medição corresponde à derivada parcial em relação às variáveis. O coeficiente de sensibilidade para w_o é dado por:

$$C_{w_o} = \frac{\partial r}{\partial w_o} = \frac{\partial}{\partial w_o} \left[\frac{\ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right)} \right] = \frac{\frac{1}{w_o} \ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) + \frac{1}{w_o} \ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\left[\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) \right]^2}$$

O coeficiente de sensibilidade de w_f é dado por:

$$C_{w_f} = \frac{\partial r}{\partial w_f} = \frac{\partial}{\partial w_f} \left[\frac{\ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right)} \right] = \frac{-\frac{1}{w_f} \ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) - \frac{1}{w_f} \ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\left[\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) \right]^2}$$

O coeficiente de sensibilidade de l_o é dado por:

$$C_{l_o} = \frac{\partial r}{\partial l_o} = \frac{\partial}{\partial l_o} \left[\frac{\ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right)} \right] = \frac{\frac{1}{l_o} \ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\left[\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) \right]^2}$$

O coeficiente de sensibilidade de l_f é dado por:

$$C_{l_f} = \frac{\partial r}{\partial l_f} = \frac{\partial}{\partial l_f} \left[\frac{\ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right)} \right] = - \frac{\frac{1}{l_f} \ln\left(\frac{w_o}{w_f}\right)}{\left[\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_o w_o}\right) \right]^2}$$

Avaliar possíveis correlações entre as variáveis:

Eventuais correlações entre as variáveis foram consideradas desprezíveis.

Obter a incerteza combinada:

A incerteza combinada é obtida através da Lei de Propagação das Incertezas. Como correlações foram desprezadas, a equação reduz-se a:

$$u_c^2(r) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)$$

Onde $u_c(r)$ representa a incerteza combinada; $\partial f/\partial x$ o coeficiente de sensibilidade de cada variável e $u(x)$ as incertezas padrão de cada variável.

Obter a incerteza expandida:

Ao final, a incerteza expandida U é calculada através da multiplicação da incerteza combinada por um fator de abrangência k . O valor de k é obtido a partir dos graus de liberdade efetivos de todas as fontes de incerteza (v_{eff}), os quais são calculados a partir da fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{(u_i)^4}{v_i}}$$

Com o valor v_{eff} e a probabilidade de abrangência especificada (usualmente, 95,45%), consulta-se a tabela de distribuição de probabilidade t-Student para se obter o valor de k . Esse valor pode ser obtido também automaticamente a partir de planilhas eletrônicas.

Relato da incerteza e do resultado da medição:

O GUM recomenda que a incerteza calculada e o resultado da medição sejam fornecidos com no máximo dois algarismos significativos, devendo-se relatar também a unidade de medida. A incerteza expandida (U) vale para cima ou para baixo do valor medido, ou seja:

$$r = (r_{calculado} \pm U)$$

A Figura B.1.a apresenta o modelo de formulário de incerteza do ensaio de anisotropia que foi desenvolvido. Na Figura B.1.b, é apresentado um exemplo de aplicação da planilha, utilizando os dados relativos ao Operador 1 da Tabela 4.11.

Figura B.1 – (a) Modelo da planilha de incerteza elaborada para o ensaio de anisotropia. (b) Exemplo de aplicação.

Variável	Fonte de incerteza	Incerteza padrão	Divisor	Coefficiente de Sensibil	Comp de Incerteza	GDL	u^2 /GDL		
L_o [mm]	Desvio padrão	#DIV/0!	0,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	Incerteza combinada	#DIV/0!
L_o [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!	GDL efetivo	#DIV/0!
L_o [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!	Coef de abrangência	#DIV/0!
L_f [mm]	Desvio padrão	#DIV/0!	0,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	Incerteza expandida	#DIV/0!
L_f [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		
L_f [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		
w_o [mm]	Desvio padrão	#DIV/0!	0,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!		
w_o [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		
w_o [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		
w_f [mm]	Desvio padrão	#DIV/0!	0,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!		
w_f [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		
w_f [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	#DIV/0!	#DIV/0!	1E+99	#DIV/0!		

(a)

Variável	Fonte de incerteza	Incerteza padrão	Divisor	Coefficiente de Sensibil	Comp de Incerteza	GDL	u^2 /GDL		
L_o [mm]	Desvio padrão	0,0000000	1,7320508	0,0813058	0,0000000	1E+99	0	Incerteza combinada	0,0161927
L_o [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	0,0813058	0,0004065	1E+99	2,73E-113	GDL efetivo	3,4730708
L_o [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	0,0813058	0,0002347	1E+99	3,03E-114	Coef de abrangência	3,3068299
L_f [mm]	Desvio padrão	0,0000000	1,7320508	-0,0746756	0,0000000	1E+99	0	Incerteza expandida	0,0535464
L_f [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	-0,0746756	-0,0003734	1E+99	1,94E-113		
L_f [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	-0,0746756	-0,0002156	1E+99	2,16E-114		
w_o [mm]	Desvio padrão	0,0305505	1,7320508	0,4231937	0,0074644	2	1,552E-09		
w_o [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	0,4231937	0,0021160	1E+99	2E-110		
w_o [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	0,4231937	0,0012217	1E+99	2,23E-111		
w_f [mm]	Desvio padrão	0,0458258	1,7320508	-0,5223754	-0,0138208	2	1,824E-08		
w_f [mm]	Incerteza herdada	0,0100000	2,0000000	-0,5223754	-0,0026119	1E+99	4,65E-110		
w_f [mm]	Resolução	0,0050000	1,7320508	-0,5223754	-0,0015080	1E+99	5,17E-111		

(b)