



Protocolo de Comparação n.º 003/2010 (Inmetro/Dimci/Dicep)

Comparação Interlaboratorial para Análise de Tensões Residuais

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

Uma comparação interlaboratorial (CI) compreende a organização, o desempenho e a avaliação nos mesmos itens ou em itens de ensaio similares, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições predeterminadas. Uma CI é uma ferramenta utilizada para vários propósitos, dentre estes, o de validação.

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro

Diretoria de Metrologia, Científica e Industrial - Dimci

Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - 25250-020

Contato: Telefone (21) 2679-9745 e e-mail pep-dimci@inmetro.gov.br

COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO

Carlos Alberto Achete (Inmetro/Dimci/Dimat)

Dameres da Silva Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)

Jailton Carreteiro Damasceno (Inmetro/Dimci/Dimat)

Oleksii Kuznetsov (Inmetro/Dimci/Dimat)

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

COMITÊ TÉCNICO

Carlos Alberto Achete (Inmetro/Dimci/Dimat)

Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

Oleksii Kuznetsov (Inmetro/Dimci/Dimat)

Érica Gonçalves Gravina (Inmetro/Dimci/Dimat)

Rodrigo de Santis Neves (Inmetro/Dimci/Dimat)

Rogério Machado (DFI/CCET/UFS)

Thomas Hirsch (IWT/Bremen/Alemanha)

OBJETIVO

O objetivo desta CI é a validação de diferentes condições experimentais para uso no método de medição de tensões residuais pela técnica de difração de raios X (DRX), gerando um ambiente permanente de discussão sobre a aplicação dos elementos do método. Esta CI é organizada pela Divisão de Comparações Interlaboratoriais e Ensaio de Proficiência (Dicep) e pela Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat).

PARTICIPANTES

A comparação será divulgada através da página do Inmetro de modo que os laboratórios nacionais (empresas, institutos de pesquisa, universidades, etc), que se julguem aptos a participar do programa, possam se inscrever.

Para participar é necessário fazer a inscrição no site do Inmetro (<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/compTensao.asp>). No ato da inscrição o laboratório deverá informar o equipamento que utilizará para realizar a medição. Em função do tempo para a conclusão do programa, o número máximo de participantes está limitado em 20 na condição de somente um

equipamento por participante e os laboratórios serão inscritos levando-se em consideração a ordem de chegada da ficha de inscrição. Caso o laboratório deseje realizar o ensaio proposto com mais de um difratômetro de raios X, deverá realizar uma inscrição para cada equipamento e contar como um novo participante. Ressaltamos que a participação nesta CI é gratuita, sendo o prazo de inscrição até 07/04/2010.

DOCUMENTOS DA COMPARAÇÃO

No site do Inmetro (<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/compTensao.asp>) estarão disponíveis todos os documentos e formulários desta CI, que são:

- Protocolo da comparação;
- Ficha de inscrição;
- Formulário de recebimento do item de comparação;
- Formulário de devolução do item de comparação;
- Apresentação “Residual Stress Measurements By X-Ray Diffraction: Critical Evaluation of Error Sources”;

TERMO DE COMPROMISSO

Dos participantes

Ao se inscrever o laboratório assume formalmente os compromissos abaixo:

- Receber e inspecionar o item de comparação, assim como enviar o formulário de recebimento do item de comparação, respeitando o cronograma acordado;
- Realizar o número de medições determinado no protocolo;
- Enviar os resultados, obedecendo ao cronograma pré-estabelecido;
- Enviar o formulário de devolução do item de comparação;
- Devolver o item de comparação para a coordenação após a conclusão das medidas;
- Concordar com a divulgação dos resultados, pelo Inmetro, em relatórios e/ou artigos, desde que se respeitando estritamente a confidencialidade e anonimato do laboratório.

Do Inmetro

- Garantir o anonimato dos dados e resultados de cada participante através de um código de identificação conhecido apenas pelo participante e pela comissão organizadora, código este determinado através de numeração aleatória;
- Fornecer a cada participante uma pré-avaliação e interpretação de seus resultados;
- Respeitar estritamente a confidencialidade dos laboratórios participantes na divulgação de resultados.

ITEM DE COMPARAÇÃO

O item desta comparação é uma placa de aço AISI 1070 com as dimensões aproximadas de 20 mm X 25 mm X 1,4 mm confeccionada como descrito na apresentação, feita no Congresso Internacional de Tensões Residuais em 2008 - ICRS8, com título “Stress measurements By X-Ray Diffraction: Critical Evaluation Of Error Sources”.

Caracterização:

- Composição química em massa: C=0,73%, Si 0,19%, Mn=0,64%, P=0,010%, S=0,001%;
- Dureza Média: 270 HV0,5;
- Microestrutura: Martensita Revenida.

Método de preparação:

- Jateamento por areia (“Sand Blasting”).

RECEBIMENTO E DEVOLUÇÃO DO ITEM DE COMPARAÇÃO

A coordenação desta comparação é responsável pelo envio do item de comparação para cada laboratório participante e o laboratório participante é responsável pela devolução do item de comparação ao Inmetro.

No ato do recebimento do item de comparação, o participante deverá inspecioná-lo, preencher e enviar o formulário de recebimento do mesmo. Após os ensaios, o participante deverá devolver a amostra recebida e enviar o formulário de devolução do item de comparação. Os formulários de recebimento e devolução do item de comparação devem ser enviados diretamente através do site do Inmetro (<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/compTensao.asp>).

O item de comparação deverá ser devolvido para o seguinte endereço:

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro
Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci
Divisão de Comparações Interlaboratoriais e Ensaios de Proficiência - Dicep
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Prédio 6 - Xerém – Duque de Caxias - RJ - 25250-020
Aos cuidados de Heloísa Conceição de Oliveira Assunção

Observação: No caso do item de comparação não estar em condições adequadas para o ensaio (ex: superfície danificada), o participante deverá imediatamente notificar a coordenação da comparação (tel.: 21 2679-9745, e-mail: pep-dimci@inmetro.gov.br) para obtenção de instruções específicas.

CRONOGRAMA

Prazo final para inscrição dos participantes	07/04/2010
Divulgação do roteiro da comparação	16/04/2010
Prazo final para aprovação ou discordância acerca do roteiro	23/04/2010
Confirmação do laboratório como participante oficial desta CI e envio do roteiro final	30/04/2010
Envio do código de participação	04/05/2010
Prazo máximo para realização das medidas após recebimento do item de comparação (conforme o roteiro)	10 dias úteis
Prazo para devolução do item de comparação, juntamente com o formulário de devolução	Imediatamente após a realização das medidas
Prazo máximo para envio dos dados conforme o protocolo, após a devolução do item de comparação	10 dias úteis
Prazo máximo para o INMETRO enviar ao participante uma análise prévia de seus respectivos dados	30 dias após recebimento dos dados
Disponibilização do relatório preliminar desta CI	60 dias após recebimento dos dados do último participante
Prazo final para os laboratórios participantes enviarem suas considerações sobre o relatório preliminar à coordenação desta CI	30 dias após divulgação do relatório preliminar
Disponibilização do relatório final e envio do certificado de participação na CI aos participantes.	A ser definido

ROTEIRO

Após a inscrição dos laboratórios, o comitê de organização e o comitê técnico irão elaborar um roteiro para a circulação do item de comparação desta CI. Cada participante receberá via e-mail seu roteiro específico para aprovação. O participante deverá, obrigatoriamente, manifestar-se quanto à aceitação ou discordância do roteiro, no prazo determinado no cronograma. Em caso de não aprovação do roteiro específico, um novo roteiro será estudado pelo comitê técnico desta CI de acordo com as disponibilidades de todos os laboratórios participantes. Todas as comunicações em relação ao roteiro deverão ser encaminhadas para o e-mail pep-dimci@inmetro.gov.br.

Observação: A não manifestação, dentro do prazo estipulado, com relação ao roteiro será interpretada como desistência do laboratório desta CI.

MÉTODO E PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO

Há um grande número de excelentes informações em relação a procedimentos de medida de tensões residuais por difração de raios X. O comitê técnico decidiu usar como guia desta CI a metodologia descrita na recomendação NPL MGP-52 "Determination of residual stress by X-ray diffraction". O arquivo desta recomendação pode ser obtido na página http://resource.npl.co.uk/cgi-bin/download.pl?area=npl_publications&path_name=/npl_web/pdf/mgpg52.pdf, após registro do interessado.

As especificações de ensaio descritas a seguir indicam as condições de experimentos a serem utilizadas pelos laboratórios participantes. Devido ao fato de que muitos parâmetros não influenciam, *a priori*, o valor da tensão residual medido, as especificações de experimento contêm três tipos de itens:

- D – itens (configurações) determinados: aqueles que não podem ser mudados, são compulsórios;
- M – itens (configurações) de múltipla escolha: aqueles que podem ser escolhidos pelo participante, dentro de um número de opções pré-estabelecidas pelo comitê técnico;
- F – itens (configurações) flexíveis (com ou sem restrições): aqueles cujos valores podem ser escolhidos livremente pelo participante ou escolhidos dentro de uma faixa especificada pelo comitê técnico, quando for o caso.

Tabela 1. Exemplo

	Item	Valor	Recomendações/Observações
D	Equipamento, Item de Comparação	Difratômetro de Raios X, Aço AISI1070	Figura 1
M	Fonte de Raios X, Geometria de trabalho	Tubos de Raios X: Cr, Co, Cu, Mo.	Alvo de Cr; $\lambda=2,2897 \text{ \AA}$
		Outras Fontes: Sincrotron: λ entre 0,7 \AA a 2,5 \AA	No caso de tubo de Cu a presença de sistema de monocromatização secundária é obrigatória (Figura 1).
		Geometria de Análise: PSI (Ψ) ou OMEGA (Ω)	Modo Ψ (Figura 2)
F	Colimação Primária, Secundária e Sistema de Detecção	 \AA escolha do participante	Fenda de divergência entre 0,5 mm e 2 mm. Essas aberturas em unidades angulares dependerão da geometria do equipamento utilizado (0,25° a 1°). (Figura 1)

Equipamento de difração de raios X.

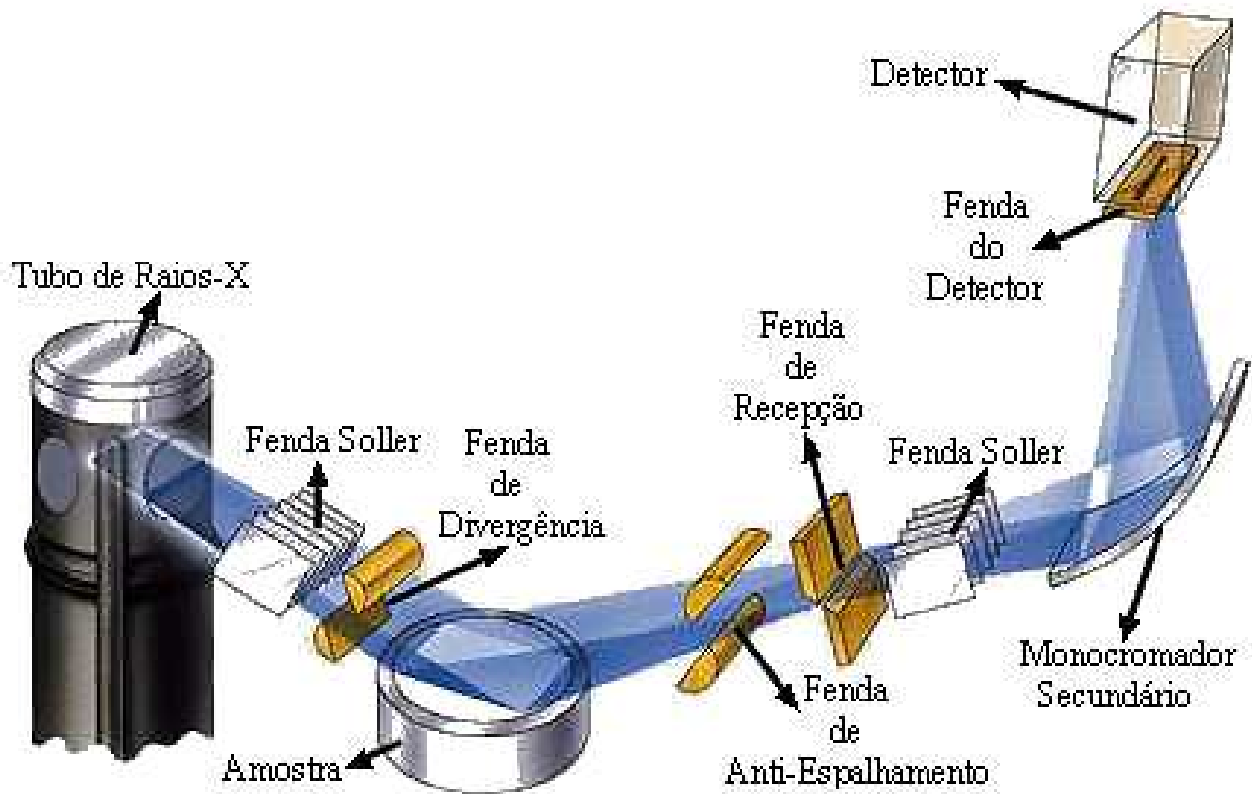


Figura 1. Nomenclatura básica dos componentes de um difratômetro de raios X

Geometrias de Análise:

Geometria Ψ ("Side Inclination") ou Ω ("Iso Inclination"), conforme a disponibilidade do participante.

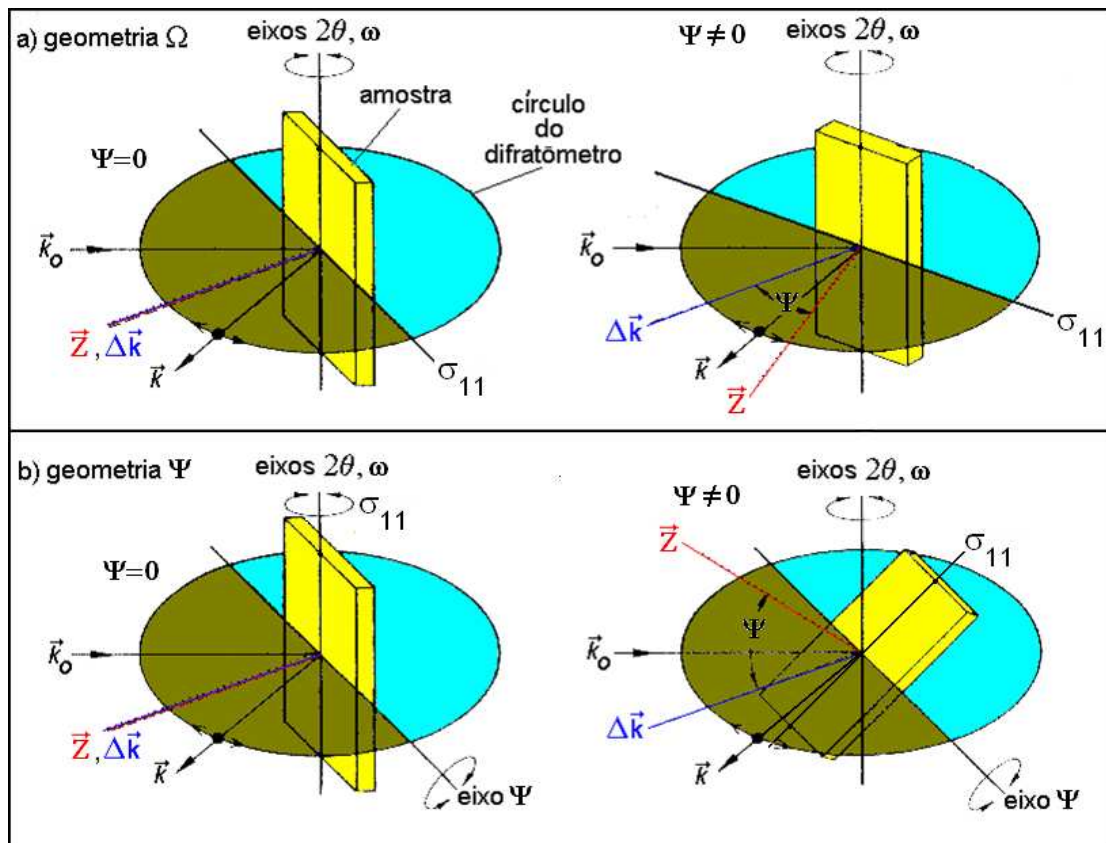


Figura 2. Esquemas genéricos das geometrias Ω e Ψ para medida de tensões residuais. Z é a normal da amostra; Δk é o vetor de espalhamento; k_0 é a direção do feixe incidente e k é a direção do feixe difratado. Observação: Círculo do difratômetro está localizado no Plano Equatorial, também chamado de Plano Horizontal.

Colimação do feixe de raios X:

No caso da geometria Ψ , para reduzir as aberrações ópticas é necessária a limitação do tamanho do feixe de raios X incidente na direção axial (perpendicular ao plano equatorial). Embora o valor desta limitação dependa muito dos parâmetros geométricos do difratômetro e da colimação primária escolhida, a recomendação do comitê técnico é limitar o tamanho do feixe na direção axial a, pelo menos, 1 mm. A melhor forma de providenciar esta colimação é o uso das fendas, de preferência simétricas, circulares ou quadradas, que colimam o feixe incidente de raios X restringindo a área irradiada da amostra.

Orientação física da amostra:

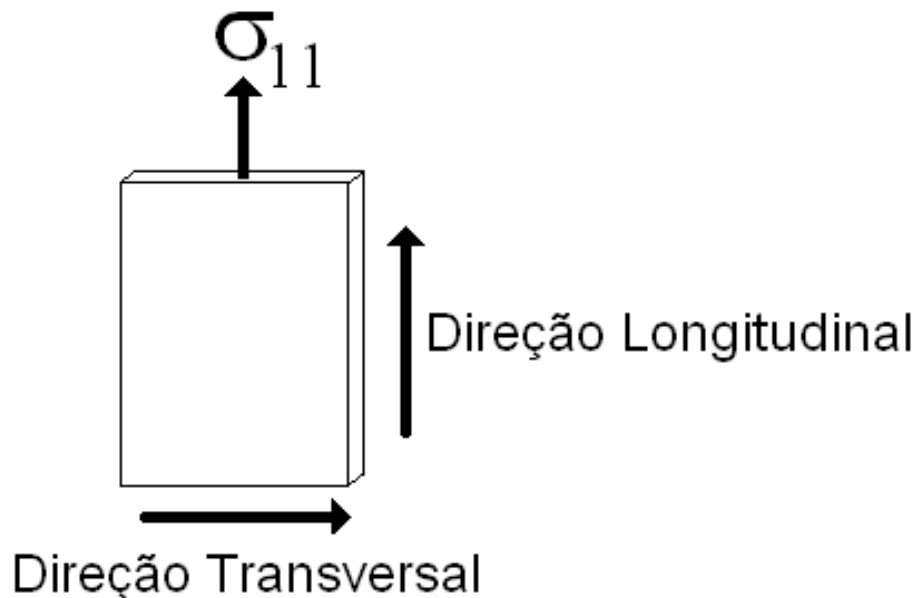


Figura 3. Geometria da Amostra mostrando a direção da componente de tensão residual (σ_{11}) a ser determinada.

- Para Geometria Ω : direção longitudinal (eixo maior) PARALELA ao plano equatorial do difratômetro (Figura 4).
- Para Geometria Ψ : direção longitudinal (eixo maior) PERPENDICULAR ao plano equatorial do difratômetro (Figura 4).

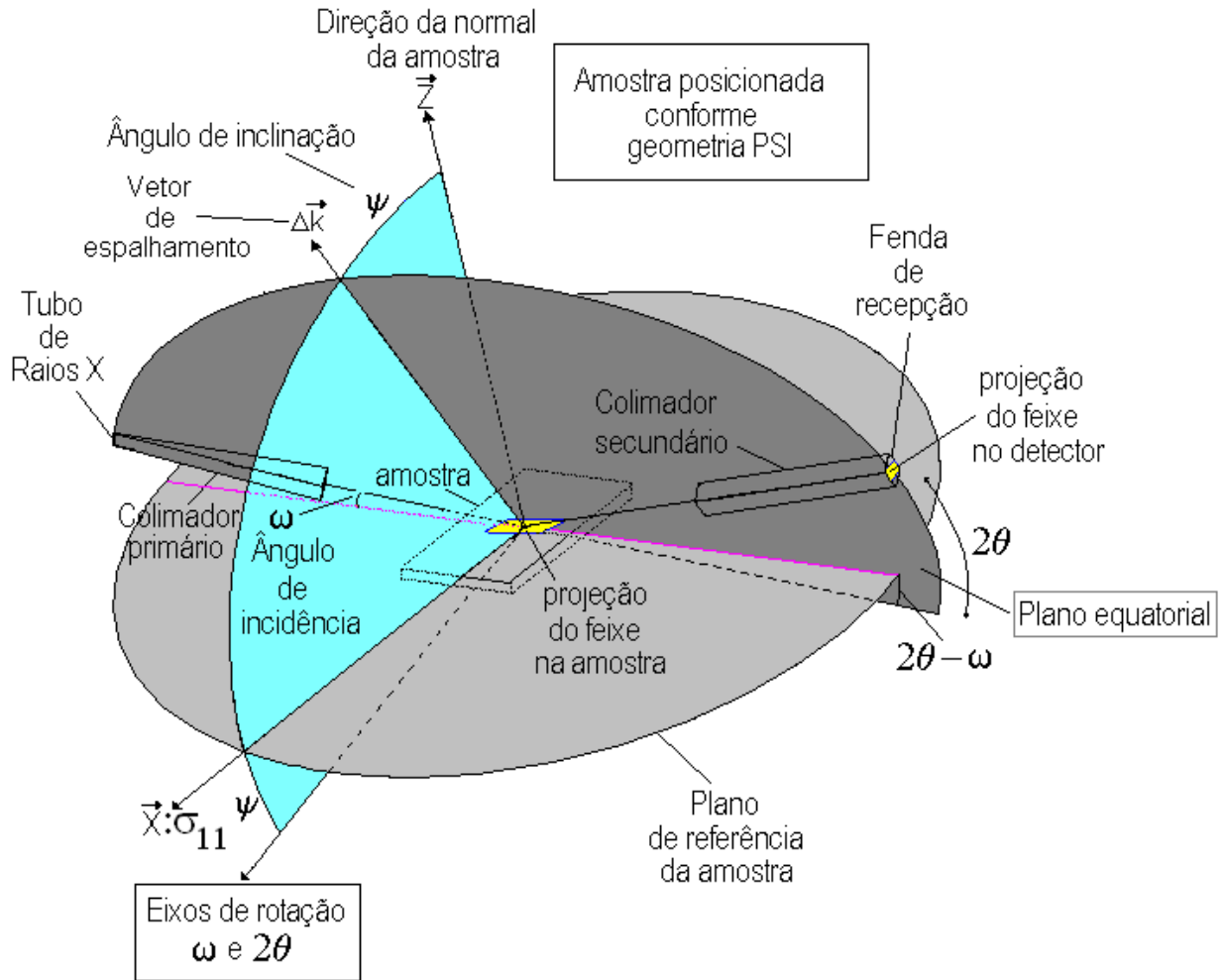


Figura 4. Descrição dos elementos geométricos envolvidos na medida.

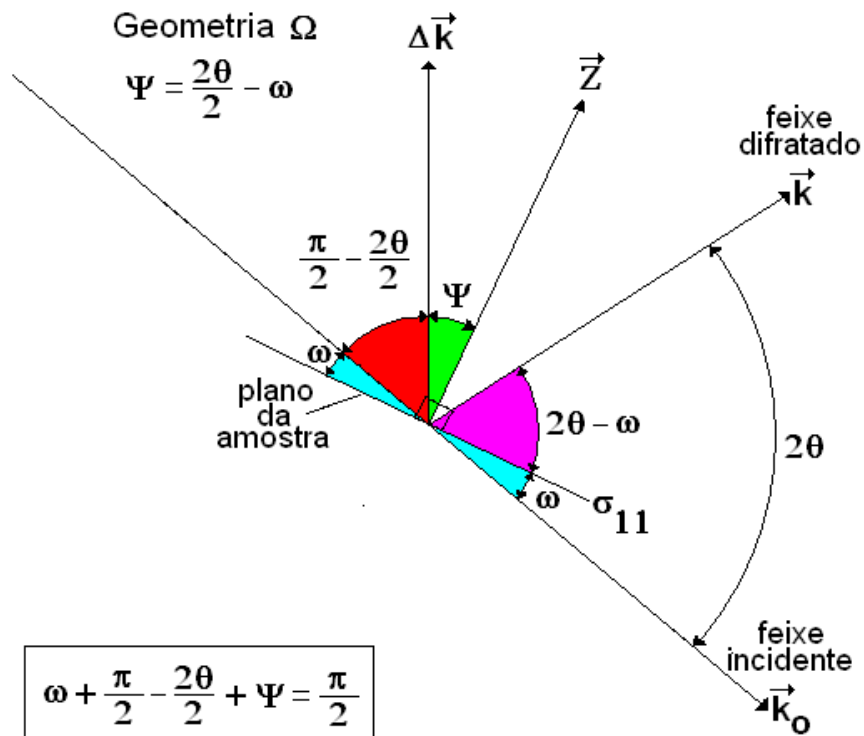


Figura 5. Descrição dos elementos geométricos envolvidos na medida na geometria Ω .

A Figura 5 apresenta a descrição bidimensional dos elementos geométricos envolvidos na geometria Ω . Como definido anteriormente, ψ é o ângulo entre a normal da amostra Z e o vetor de espalhamento Δk . Este ângulo relaciona-se aos ângulos 2θ e ω (o último é o ângulo entre a direção longitudinal da amostra e o feixe incidente k_0), pela equação mostrada na figura 5.

Observação: Antes da realização dos ensaios, é recomendado que cada participante envie uma foto da amostra montada em seu suporte de amostra para esclarecer possíveis dúvidas em relação à orientação da mesma.

Índices de Miller do plano de difração: Escolher nas tabelas 2, 3 e 4 e/ou conforme a figura 6.

Tabela 2. Posições das linhas de difração para as radiações de Co e Cr.

d (Å)	I/I _{max}	(HKL)	Co K β	Co K α_1	$\Psi_{max}(^\circ)$	Cr K β	Cr K α_1	$\Psi_{max}(^\circ)$
			1,6208 Å	1,7890 Å		2,0849 Å	2,2897 Å	
1,1700	31,4	(211)	87,68	99,72	± 47	125,98	156,18	± 78
1,0133	8,9	(220)	106,22	123,95	± 59			
0,9063	11,3	(310)	126,80	161,47	± 77			

Tabela 3. Posições das linhas de difração para a radiação Cu.

d (Å)	I/I _{max}	(HKL)	Cu K β	Cu K α_1	$\Psi_{max}(^\circ)$
			1,3922 Å	1,5406 Å	
1,0133	8,9	(220)	86,78	98,96	± 46
0,9063	11,3	(310)	100,36	116,40	± 55
0,8273	2,6	(222)	114,57	137,19	± 66

Tabela 4. Posições das linhas de difração para a radiação Mo.

d (Å)	I/I _{max}	(HKL)	Mo K β	Mo K α_1	$\Psi_{max}(^\circ)$
			0,6323 Å	0,7093 Å	
0,3640	2,6	(732),(651)	120,59	154,00	± 74

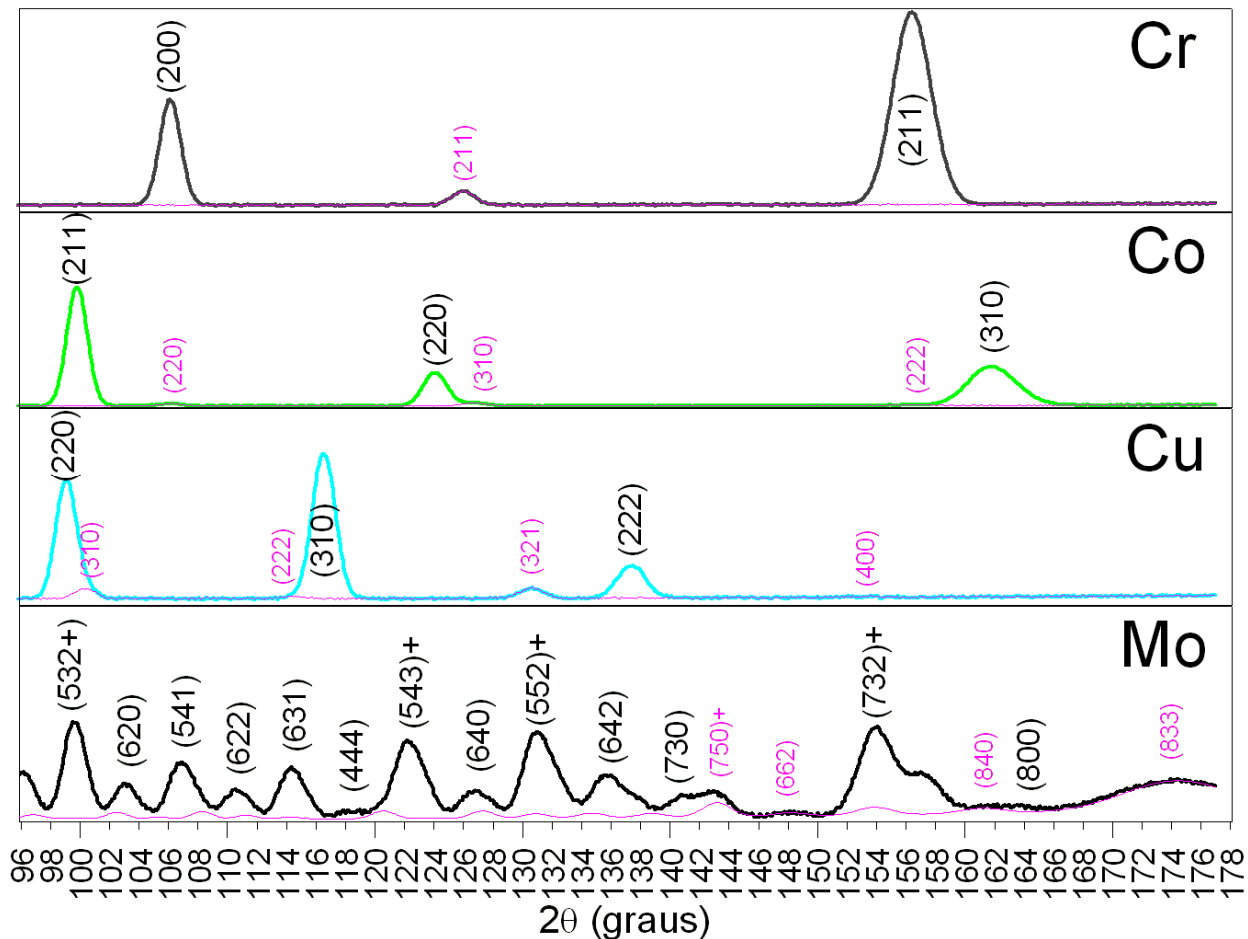


Figura 6. Comparação entre os difratogramas (simulados) para as radiações Cr,Co,Cu e Mo.

Observação: Os valores de Ψ_{\max} apresentados nas tabelas referem-se às limitações para a geometria Ω . Para a geometria Ψ , os valores das inclinações são limitados basicamente pelo efeito de defocalização.

Parâmetros para as medições:

Intervalo angular de inclinações: $|\Psi_{\max}| \geq 45^\circ$, passo $\Delta\Psi \leq 10^\circ$ ou número de inclinações ≥ 10 (**observação:** o número de ângulos de inclinação influencia diretamente o erro estatístico do resultado final);

- Lado negativo de Ψ : simétrico ao lado positivo de Ψ , se possível;
- Modo de varredura: $\theta/2\theta$ acoplado;
- Passo angular em 2θ : para $2\theta \geq 140^\circ$ usar passo de $0,1^\circ$. Para $2\theta < 140^\circ$, usar passo de $0,05^\circ$;
- Intervalo 2θ : conforme a disponibilidade do equipamento do participante;

Importante: o passo e o intervalo 2θ devem ser escolhidos de tal forma que o pico de difração seja definido por pelo menos 10 pontos e totalmente registrado. A escolha de fendas de divergência maiores resultará em maior intensidade do pico de difração, como também, em maior alargamento do pico, exigindo um maior intervalo de varredura 2θ .

- Filtragem da radiação conforme a disponibilidade do participante em acordo com as configurações sugeridas pelos fabricantes;
- Tempo por passo: conforme a disponibilidade do participante;
(observação: o tempo influencia diretamente a distribuição estatística das intensidades).

Exemplo para alvo de Cromo: Intervalo 2θ de 152° a 160° para fenda de divergência primária em torno de 1 mm, (linha de difração em torno de $156,18^\circ$), passo de $0,1^\circ$, tempo de exposição de 10 segundos, $-45^\circ \leq \Psi \leq +45^\circ$, $\Delta\Psi = 5^\circ$.

Exemplo para outros alvos: O intervalo 2θ deve ser escolhido conforme o critério da completa cobertura da linha de difração em análise, até a região de ruído (“background”). No caso de dúvida, aplicar a regra: iniciar em 3° antes da posição de máximo e terminar a 3° após essa posição. Neste caso, o passo deve ser ajustado em $0,05^\circ$ e o tempo de exposição deve ser ajustado para a melhor razão sinal/ruído.

Número de medições

10 (dez) repetições sem remoção da amostra.

Observação: É importante que o número de medições n de cada laboratório seja igual para todos como evidenciado na seção ANÁLISE DOS RESULTADOS.

ENVIO DE RESULTADOS

Os dados obtidos nas medições deverão ser enviados em dois formatos: no formato original do arquivo de dados do equipamento e no formato de arquivo TEXTO (ASCII) correspondente. O arquivo TEXTO, geralmente, é obtido via conversão dos arquivos originais pelo *software* de aquisição de dados (vide especificações do fabricante para essa opção). Devido a eventuais diferenças no registro dos dados pelos diferentes *softwares* de aquisição de dados, recomenda-se adotar o seguinte esquema para estabelecimento da correspondência entre o arquivo de dados e as condições de inclinação Ψ da amostra:

1 Para o caso de arquivo de dados contendo medidas do pico de difração para todas as inclinações Ψ especificadas na tabela 5:

Nome do arquivo = CC_NN.EXT, em que CC é o código do laboratório (03, 18, 01, 11), NN é o número da medida (01, 02, 03,..., 10), EXT representa a extensão original do arquivo (exemplo: .raw, .txt, .dat, .dif, etc).

2 Para o caso de arquivo de dados contendo medidas do pico de difração para uma inclinação específica Ψ :

Nome do arquivo = CC_NN_PSI.EXT, em que CC é o código do laboratório (03, 18, 01, 11), NN é número da medida (01, 02, 03,..., 10), PSI é a inclinação Ψ , em graus, precedida da letra “p” para valores positivos ou da letra “n” para valores negativos (p34, p10, n23, n5 etc.), EXT representa a extensão original do arquivo (exemplo: .raw, .txt, .dat, .dif, etc).

Juntamente com os arquivos de dados deverá ser enviada a descrição da configuração do equipamento e as condições de medidas, conforme tabela 5.

Todos os arquivos (os que contêm os registros de resultados e descrição da configuração do equipamento e as condições de medidas) devem ser compactados (Winzip ou Rar) e este arquivo deve ser enviado à coordenação desta Comparação Interlaboratorial para o e-mail pep-dimci@inmetro.gov.br

Tabela 5. Exemplo da tabela de configuração de medidas

Parâmetro	Valor	Observações
Tipo de Fonte de Raios X	Tubo de Raios X convencional	
Alvo (Ânodo) ou Energia	Cromo	
Tipo de Foco e "Take Off"	Foco Ponto, 3 graus	
Geometria de Difração	Bragg Brentano	Se diferente, especificar os componentes da óptica de raios X
Fenda "Soller" Primária	Ausente	
Fenda de Divergência Horizontal	1 mm	
Fenda de Divergência Vertical – "Fenda Schulz" (p/minimização do efeito de defocalização geométrica)	1 mm	Somente usada para Geometria Ψ . Como alternativa pode-se utilizar fendas simétrica (circular ou quadrada).
Geometria de Análise	Ψ ("Side Inclination")	
Fenda de Anti-espalhamento	Ausente	
Fenda "Soller" Secundária	Ausente	
Filtro K_{β}	Ausente	
Monocromador Secundário	Ausente	Se presente, especificar a fenda do monocromador.
Fenda do Detector	Ausente	
Tipo de Detector	Cintilador NaI(Tl+)	
Modo de Varredura	$2\theta/\theta$ Acoplado, passo a passo	Idem para difratômetros θ/θ
Pico de Difração	(211)	
Intervalo 2θ	152° a 160°	
Passo 2θ	$0,1^{\circ}$	
Tempo de Exposição por Passo ou Velocidade de Varredura	10 segundos por passo	
Intervalo Ψ	-45° a $+45^{\circ}$	
Passo Ψ	5°	Para passos Ψ não regulares, especificar explicitamente os valores de Ψ

ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os resultados de cada medição de cada laboratório participante serão inseridos em um programa comercial para cálculo do valor das tensões residuais, que irá gerar um valor de tensão residual para cada medição. Ao final desse cálculo, cada laboratório terá um número de valores de tensão residual correspondentes ao número de medidas enviadas, os quais serão analisados estatisticamente para a validação das condições de medida utilizadas.

Seguindo as orientações da norma ISO 5725:1994 "Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results", serão utilizadas as ferramentas estatísticas mais adequadas para verificar a existência de valores dispersos ou *outliers*. Por isso é necessário que os laboratórios participantes tenham o mesmo número de medições (n).

Após a eliminação de valores dispersos ou *outliers*, será calculado o Desvio Padrão de Repetitividade, o Desvio Padrão de Reprodutibilidade e o Desvio Padrão entre laboratórios, seguindo o item 7.4.5 da norma.

O desvio padrão de repetitividade (S_r) é dado por:

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

O desvio padrão de reprodutibilidade (S_R) é dado por:

$$S_R = +\sqrt{S_r^2 + S_L^2}$$

O desvio padrão entre laboratórios (S_L) é dado por:

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

$$\bar{n} = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right]$$

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

Onde:

- s_i é o desvio padrão de cada laboratório;
- \bar{n} é o fator corresponde ao número de medidas por amostra (única) (n);
- n_i é o número de medidas por laboratório;
- \bar{y}_i é a média de cada laboratório;
- \bar{y} é a média global;
- p é o número de laboratórios participantes no estudo.

RELATÓRIO

O Comitê Técnico irá elaborar um relatório preliminar e um relatório final desta comparação interlaboratorial. Os laboratórios participantes receberão o relatório preliminar do ensaio e terão um prazo para enviarem suas considerações (sugestões, dúvidas, etc.), por correio eletrônico (pepdimci@inmetro.gov.br). As considerações serão avaliadas pelo Comitê Técnico e, quando consideradas pertinentes, serão incorporadas ao relatório final. O relatório final será emitido pelo Inmetro e divulgado em sua página da internet (<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/compTensao.asp>). Os relatórios, preliminar e final, conterão informações tais como:

- Data de emissão dos resultados;
- Identificação do item de comparação;
- Relação dos laboratórios participantes;
- Procedimentos usados para a análise estatística dos dados;
- Resultados com os laboratórios identificados apenas por seus códigos.

CONFIDENCIALIDADE E CERTIFICADO

Os resultados desta CI serão confidenciais e anônimos. Cada laboratório será identificado por um código individual que será conhecido somente pelo próprio laboratório e pela coordenação desta CI. O laboratório participante receberá, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação nesta CI.

Os resultados poderão ser utilizados em publicações via INMETRO, respeitando-se estritamente a confidencialidade e anonimato dos laboratórios. Ao final deste CI, será fornecido um certificado de participação a todos os laboratórios participantes, o qual conterá o código de identificação do laboratório.