

RAFAEL MARQUES BORGES PACHECO

**AVALIAÇÃO DA INCERTEZA ASSOCIADA À
TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL- FRÁGIL
OBTIDA VIA ENSAIOS DE IMPACTO CHARPY**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2024

RAFAEL MARQUES BORGES PACHECO

**AVALIAÇÃO DA INCERTEZA ASSOCIADA À
TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL- FRÁGIL
OBTIDA VIA ENSAIOS DE IMPACTO CHARPY**

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

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientadora: Profa. Dra Rosenda Valdés Arencibia

UBERLÂNDIA - MG

2024

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

P116
2024 Pacheco, Rafael Marques Borges, 1999-
AVALIAÇÃO DA INCERTEZA ASSOCIADA À TEMPERATURA DE
TRANSIÇÃO DÚCTIL- FRÁGIL OBTIDA VIA ENSAIOS DE IMPACTO
CHARPY [recurso eletrônico] / Rafael Marques Borges
Pacheco. - 2024.

Orientadora: Rosenda Valdés Arencibia.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de
Uberlândia, Pós-graduação em Engenharia Mecânica.
Modo de acesso: Internet.
Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2024.674>
Inclui bibliografia.
Inclui ilustrações.

1. Engenharia mecânica. I. Arencibia, Rosenda Valdés,
1969-, (Orient.). II. Universidade Federal de
Uberlândia. Pós-graduação em Engenharia Mecânica. III.
Título.

CDU: 621

Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:

Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091
Nelson Marcos Ferreira - CRB6/3074



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica

Av. João Naves de Ávila, nº 2121, Bloco 1M, Sala 212 - Bairro Santa Mônica, Uberlândia-
MG, CEP 38400-902

Telefone: (34) 3239-4282 - www.posmecanicaufu.com.br - secposmec@mecanica.ufu.br



ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	Dissertação de Mestrado, nº 651, PPGEM				
Data:	20/09/2024	Hora de início:	14:00	Hora de encerramento:	16:40
Matrícula do Discente:	12322EMC008				
Nome do Discente:	Rafael Marques Borges Pacheco				
Título do Trabalho:	Avaliação da Incerteza Associada à Temperatura de Transição Dúctil- Frágil Obtida Via Ensaios de Impacto Charpy				
Área de concentração:	Materiais e Processos de Fabricação				
Linha de pesquisa:	Tribologia e Materiais				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Desenvolvimento de Ensaio Charpy Convencional e Miniaturizado para Arames de Dutos Flexíveis				

Reuniu-se por meio de videoconferência a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, assim composta: Professores Doutores: Waldek Wladimir Bose Filho - USP; Antonio Piratelli Filho - UNB; e Rosenda Valdés Arencibia - UFU, orientador(a) do candidato. Também participou da banca como convidado o Engenheiro MSc. Daniel Correia Freire Ferreira - Petrobras.

Iniciando os trabalhos, o presidente da mesa, Rosenda Valdés Arencibia, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público, e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir o senhor(a) presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos(às) examinadores(as), que passaram a arguir o(a) candidato(a). Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu o resultado final, considerando o(a) candidato(a):

Aprovado.

Esta defesa faz parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre.

O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU.

Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.



Documento assinado eletronicamente por **Rosenda Valdes Arencibia, Professor(a) do Magistério Superior**, em 23/09/2024, às 10:56, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Waldek Wladimir Bose Filho, Usuário Externo**, em 26/09/2024, às 11:09, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Antonio Piratelli Filho, Usuário Externo**, em 26/09/2024, às 13:46, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **5707378** e o código CRC **10E734A3**.

Referência: Processo nº 23117.061844/2024-09

SEI nº 5707378

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por me proporcionar pessoas especiais ao meu lado durante toda a minha vida. Agradeço também à minha família, meus pais, Adriana e Fábio, por se esforçarem ao máximo sempre para me proporcionar uma vida melhor e mais confortável.

Aos meus irmãos, Felipe e João Antônio, por sempre serem ótimos companheiros de vida e tornarem os dias mais divertidos e a vida mais leve.

À minha namorada, Júlia Durães, pela resiliência nos momentos de ausência. Agradeço por todos os momentos de afeto e companheirismo. Obrigado por confiar em mim sempre e ser corajosa para embarcar nas mais extraordinárias aventuras ao meu lado. Sem você a vida não tem graça.

À professora Dra. Rosenda Valdés Arencibia por aceitar me orientar neste trabalho e estar presente em todos os momentos de necessidade. Agradeço a paciência, disponibilidade e todas as orientações que me fizeram construir um trabalho sólido em tempo recorde, sem o seu amparo não seria possível.

Aos colegas de projeto engenheiros e alunos de iniciação científica, agradeço os bons momentos, o apoio técnico e constantes discussões sobre o trabalho. Estendo os agradecimentos à toda a Equipe do LTAD pela disponibilidade durante todo o projeto, partindo da extração de corpos de prova até execução dos ensaios.

Ao amigo Rodrigo Freitas pela confiança, apoio técnico e emocional, por sempre acreditar no potencial do meu trabalho e por abrir caminhos. A você dedico esse mestrado.

Ao engenheiro da PETROBRAS Daniel Ferreira que acompanhou esse trabalho sempre fornecendo importantes sugestões que implicaram em significativas melhorias.

À Universidade Federal de Uberlândia pela infraestrutura e ao programa de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica pela oportunidade. Ainda, a todos os professores e professoras que tive o prazer de ver lecionar durante toda a formação. Obrigado por me incentivarem a ter pensamento crítico e lógico, assim como fomentar a curiosidade.

Ao LTAD pela oportunidade de trabalho e por disponibilizar os recursos de infraestrutura necessários.

À FAPEMIG pelo incentivo financeiro concedido pela bolsa de estudos.

À PETROBRAS pelo apoio financeiro e material.

PACHECO, R. M. B. **Avaliação da Incerteza Associada à Temperatura de Transição Dúctil-Frágil Obtida Via Ensaio de Impacto Charpy**. 2024. 114 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

O ensaio de impacto Charpy é um método eficiente para avaliação de propriedades mecânicas de materiais aplicados a diversos tipos de indústria, como a nuclear, naval e de óleo e gás. A mudança de comportamento destes materiais em função da temperatura, regida pela curva de transição dúctil-frágil, auxilia na escolha correta do material de acordo com a temperatura de operação. Mesmo que a determinação da temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) seja difundida na literatura, é necessário entender como as fontes de erro podem impactar no resultado obtido. Nesse sentido, este trabalho tem como objetivo avaliar a incerteza associada à TTDF obtida via ensaio Charpy convencional pelo método de Monte Carlo. Para tanto foi efetuado o ajuste da curva de transição pelo método da tangente hiperbólica assimétrica (AHT) e foram obtidos resultados acerca do comportamento dos materiais avaliados. Em seguida foram determinadas as incertezas associadas tanto à energia absorvida (KV) quanto à temperatura de ensaio (T) pelo método GUM para os três meios de condicionamento térmico utilizados. Os resultados obtidos mostraram que a incerteza expandida associada à temperatura de transição dúctil-frágil para o aço AISI 4340-34 HRC é 2,85 °C enquanto para o aço AISI 4340-40 HRC é 0,63 °C, representando 3,24 % e 1,74 % do valor de TTDF para 95,45 % de probabilidade de abrangência. Analisando dados da temperatura foi possível observar que avaliações que consideram apenas a variabilidade das leituras podem subdimensionar o valor da incerteza de medição calculada, justificando então uma avaliação mais detalhada dos equipamentos utilizados, como a máquina de ensaio e meios de condicionamento térmico.

Palavras-Chave: Incerteza de Medição. Método de Monte Carlo. Temperatura de Transição Dúctil-Frágil. Ensaio de Impacto Charpy.

PACHECO, R. M. B. **Assessment of Uncertainty Associated with Ductile to Brittle Transition Temperature Obtained via Charpy Impact Test** 2024. 114 p. M. Sc. Dissertation, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

The Charpy impact test is an efficient method for evaluating the mechanical properties of materials applied in various industries, such as nuclear, naval, and oil and gas. The change in material behavior as a function of temperature, indicated by the ductile-to-brittle transition curve, helps in the proper selection of materials according to the operating temperature. Although the determination of the ductile-to-brittle transition temperature (DBTT) is widely discussed in the literature, it is necessary to understand how sources of error can impact the obtained result. In this context, this study aims to assess the uncertainty associated with DBTT obtained through conventional Charpy testing using the Monte Carlo method. To achieve this, the transition curve was fitted using the asymmetric hyperbolic tangent (AHT) method, and results regarding the behavior of the evaluated materials were obtained. Subsequently, uncertainties associated with both the absorbed energy (KV) and the test temperature (T) were determined using the GUM method for the three thermal conditioning methods employed. The results showed that the expanded uncertainty associated with the ductile-to-brittle transition temperature for AISI 4340-34 HRC steel is 2,85 °C, while for AISI 4340-40 HRC steel, it is 0,63 °C, representing 3,24% and 1,74% of the DBTT value with a 95,45% coverage probability. Analyzing the temperature data revealed that assessments considering only the variability of readings may underestimate the calculated measurement uncertainty, thereby justifying a more detailed evaluation of the equipment used, such as the testing machine and thermal conditioning methods.

Keywords: Measurement Uncertainty. Monte Carlo Method. Ductile-to-Brittle Transition Temperature. Charpy Impact Testing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Posições inicial e final do pêndulo consideradas pelo método tradicional.....	08
Figura 2.2 - Exemplo de curva tipo E, caracterizada por mecanismos estáveis e instáveis de propagação de trinca determinados pelos valores característicos apresentados, ISO 14556 (ISO, 2023).....	10
Figura 2.3 - Exemplo de curva de transição com a separação das diferentes regiões e temperatura de transição (TTDF).....	11
Figura 2.4 - Fator de Intensidade de Tensão Crítico (K_{IC}) em função da temperatura (Wang et al., 2021).....	11
Figura 2.5 - Diferentes comportamentos transitórios de acordo com a estrutura cristalina (Adaptado de Jordan (2016)).....	12
Figura 2.6 - Exemplo de curva de transição utilizando modelo AHT com valores de D positivo e negativo	15
Figura 2.7 - Definição dos coeficientes do método AHT (Adaptado de EricksonKirk et al., 2009).	15
Figura 2.8 - Distribuição normal.....	18
Figura 2.9 - Distribuição retangular (INMETRO, 2012b modificada).....	19
Figura 2.10 - Fluxograma simplificado do método MC (FERNANDES, 2014).....	22
Figura 3.1 - Microestrutura obtida por microscopia ótica dos materiais. a) AISI 4340 – 34 HRC; b) AISI 4340 – 40 HRC.....	27
Figura 3.2 - Microestrutura obtida por microscopia eletrônica de varredura dos materiais a) AISI 4340 – 34 HRC; b) AISI 4340 – 40 HRC.....	28
Figura 3.3 - Aglomerado de inclusões de MnS na microestrutura do aço 4340 - 34 HRC e sua respectiva qualificação química feita via mapeamento.....	28
Figura 3.4 - EDS para regiões 1 (Inclusão) acima e 2 (Matriz) abaixo.....	29
Figura 3.5 - Aglomerado de inclusões de MnS na microestrutura do aço 4340 - 40 HRC e sua respectiva qualificação química feita via mapeamento.....	30
Figura 3.6 - EDS para regiões 1 (Inclusão) acima e 2 (Matriz) abaixo.....	30
Figura 3.7 - Dimensões e geometria dos corpos de prova Charpy convencional (ISO 148 - 1, 2016).....	31

Figura 3.8 - Esquema de retirada de corpos de prova de uma barra cilíndrica de aço AISI 4340.	33
Figura 3.9 - Máquina de impacto Charpy instrumentada modelo HIT450P, Zwick Roell.....	34
Figura 3.10 - Regiões de utilização de cada meio de condicionamento: i) Nitrogênio líquido; ii) Banho termostático e iii) Óleo vegetal.	35
Figura 3.11 - Sistema de aquecimento dos corpos de prova Charpy.....	37
Figura 3.12 - Banho termostático para controle de temperatura entre -80 °C e 40 °C.	37
Figura 3.13 - Determinação das temperaturas entre - 190 °C e -80 °C em função do tempo.....	38
Figura 3.14 - Procedimento para ajuste da curva de transição (fitting).....	39
Figura 3.15 - Diagrama de Ishikawa com os fatores de influência associados à medição de KV8.	41
Figura 3.16 - Exemplo da influência das incertezas associadas à temperatura (U(T)) e à energia absorvida (U(KV)) nos eixos x e y, respectivamente.....	43
Figura 3.17 - Montagem experimental para calibração do banho termostático.	44
Figura 4.1 - Curvas de transição dúctil-frágil para os materiais AISI 4340 – 34 HRC (acima) e 40 HRC (abaixo), considerando os valores de KV8.....	51
Figura 4.2 - Valores da DBTT para ambos os materiais. As barras de erro retornam o erro . -padrão (<i>Standard Error</i>) fornecido pelo software utilizado.	52
Figura 4.3 - Valores de energia absorvida dos patamares inferior e superior para ambos os materiais. As barras de erro retornam o desvio padrão para um nível de confiança de 95 %.....	53
Figura 4.4 - Curvas instrumentadas para o material AISI 4340 no menor nível de dureza.....	54
Figura 4.5 - Curvas de Erros para as Idas (esquerda) e para as Voltas (direita). A linha central em azul representa o erro, as linhas das extremidades representam o erro $\pm 2s$ (roxo e verde).	59
Figura 4.6 - Erro de indicação para o banho termostático atingidos por valores crescentes e decrescentes.	60
Figura 4.7 - Curva de erro (azul) e reta de regressão (vermelho) para a Ida.	60
Figura 4.8 - Influência das incertezas associadas à temperatura (U(T)) e à energia absorvida (U(KV)) nos eixos x e y, respectivamente.	63
Figura 4.9 - Temperatura do banho termostático ao longo do tempo	64
Figura 4.10 - Histogramas dos valores simulados da DBTT para os aços AISI 4340 - 34 HRC e AISI 4340 - 40 HRC.....	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Valores médios resultantes da análise de composição química dos materiais ensaiados (% em peso).	26
Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas do material de referência 4340 (LAMEF).	31
Tabela 3.3 - Dimensões, tolerâncias dimensionais e acabamento do CP Charpy convencional entalhados em V (ISO 148-1, 2016).	32
Tabela 3.4 - Matriz de ensaios executados.	36
Tabela 3.5 - Incerteza padrão combinada ($u(KV_V)$) associada aos valores de erro obtidos na verificação indireta da máquina Charpy HIT450P e o número de graus de liberdade efetivos correspondente ($\nu(KV_V)$).	42
Tabela 3.6 - Incertezas padrão associadas a todas as variáveis de entrada.....	44
Tabela 3.7 - Cálculo das incertezas padrão das variáveis de entrada	47
Tabela 4.1 - Resumo dos resultados de ensaio de impacto Charpy para o material AISI 4340 - 34 HRC.	49
Tabela 4.2 - Resumo dos resultados de ensaio de impacto Charpy para o material AISI 4340 - 40 HRC.	50
Tabela 4.3 - Resumo das variáveis de saída após fitting utilizando método AHT... ..	52
Tabela 4.4 - Resumo dos parâmetros do método AHT.	53
Tabela 4.5 - Resultados obtidos para valores de Energia Absorvida (KV_8).	55
Tabela 4.6 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida considerando o nível inferior de verificação indireta.	56
Tabela 4.7 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida considerando o nível intermediário de verificação indireta.	56

Tabela 4.8 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida para pontos com $n > 1$	57
Tabela 4.9 - Contribuição das variáveis de entrada para o cálculo da incerteza associada à energia absorvida.	57
Tabela 4.10 - Resultados da calibração sentido crescente de -40 °C a $+40\text{ °C}$	58
Tabela 4.11 - Resultados da calibração no sentido decrescente de $+40\text{ °C}$ a -40 °C	59
Tabela 4.12 - Resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada com óleo aquecido.	61
Tabela 4.13 - Resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada via nitrogênio para a temperatura de -90 °C	62
Tabela 4.14 - Valores médios e incertezas das variáveis de entrada para o cálculo da incerteza associada à DBTT.	64
Tabela 4.15 - Resultados teste de normalidade.	66

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

Lista de siglas:

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIC	<i>Akaike Information Criterion</i>
AIISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
AHT	Modelo da Tangente Hiperbólica Assimétrico
ACT	Modelo do arcotangente – simétrico
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BIC	<i>Bayesian Information Criterion</i>
CP	Corpo de Prova
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
CVN	<i>Charpy V-notch</i>
CTOD	<i>Crack Tip Opening Displacement</i>
DBTT	<i>Ductile-to-Brittle Transition Temperature</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>
EL	Expansão Lateral
FDP	Função Densidade de Probabilidade
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
GUM	<i>Guide to the expression of Uncertainty in Measurement</i>
HRC	<i>Rockwell-C Hardness</i>
HT	Modelo da Tangente Hiperbólica Simétrico
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
JCGM	<i>Joint Committee for Guides in Metrology</i>
KHT	Modelo de Kohout assimétrico
LS	<i>Lower-shelf</i>
MC	Monte Carlo
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i>

SNTT	<i>Spiral Notch Torsion Test</i>
SFA	<i>Shear Fracture Appearance</i>
TTDF	Temperatura de Transição Dúctil-Frágil
US	<i>Upper-shelf</i>
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

Lista de símbolos:

C	Parâmetro método AHT referente à faixa de transição
D	Parâmetro método AHT referente à assimetria da curva
F_{gy}	Força Limite de Escoamento
F_m	Força Máxima
F_{iu}	Força de Início de Trinca Instável
F_a	Força de Aprisionamento de Trinca
k	Fator de abrangência
K	Fator de Intensidade de Tensão
K_{IH}	Fator de Intensidade de Tensão Limite
KV	Energia Absorvida
KV_8	Energia Absorvida (raio do cutelo igual a 8 mm)
n	Número de leituras
R	Resolução do sistema de medição
s	Desvio-padrão da variável
T	Temperatura
T_{27J}	Temperatura de referência
u_c	Incerteza-padrão combinada da variável
$u(x)$	Incerteza-padrão da variável x
U	Incerteza expandida
$U(x)$	Incerteza expandida da variável x
v_{eff}	Graus de liberdade efetivos
W_t	Energia Absorvida via Curva Instrumentada
\bar{x}	Média aritmética dos valores obtidos durante a medição

SUMÁRIO

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO	01
1.1. Objetivo Principal	03
1.2. Objetivos Específicos	04
1.3 Justificativa	04
1.4. Contribuição técnico-científica do trabalho	06
CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	08
2.1. Ensaio Charpy	08
2.2. Temperatura de Transição Dúctil-Frágil e métodos de ajuste	10
2.2.1. <i>Método da tangente hiperbólica assimétrica - AHT</i>	14
2.3. Incerteza de medição – Método GUM	16
2.3.1. <i>Avaliação do Tipo A da incerteza padrão</i>	17
2.3.2. <i>Avaliação do Tipo B da incerteza padrão</i>	18
2.3.3. <i>Incerteza-padrão combinada</i>	19
2.4. Incerteza de medição – Método de Monte Carlo (MC)	20
2.4.1. <i>Avaliação da incerteza associada à resultados de ensaios mecânicos</i>	22
CAPÍTULO III – METODOLOGIA	25
3.1. Caracterização dos materiais	25
3.1.1. <i>Análise de composição química</i>	26
3.1.2. <i>Análise metalográfica</i>	27
3.1.3. <i>Propriedades mecânicas</i>	31
3.2. Fabricação dos corpos de prova para ensaios Charpy convencional	31
3.2.1. <i>Verificação dimensional dos corpos de prova</i>	33
3.3. Ensaio Charpy	33
3.4. Ajuste da curva de transição (<i>fitting</i>)	38
3.4.1. <i>Determinação dos patamares superior e inferior</i>	39
3.4.2. <i>Determinação dos parâmetros iniciais e RMSE</i>	40
3.5. Cálculo da incerteza associada à energia absorvida	41
3.6. Cálculo da incerteza associada à temperatura de ensaio	42
3.6.1. <i>Calibração do banho termostático</i>	43
3.7. Cálculo da incerteza associada à temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT)	46

CAPÍTULO IV – RESULTADOS E DISCUSSÕES	48
4.1 Resultados dos ensaios Charpy convencional	48
4.2 Resultados do cálculo de incerteza associada à energia absorvida	54
4.3 Resultados do cálculo de incerteza associada à temperatura de ensaio	58
4.3.1 Incerteza associada à calibração do banho termostático ($u_c(T_B)$)	58
4.3.2 Incerteza associada à temperaturas materializadas via óleo aquecido e nitrogênio líquido	61
4.3.3 Estabilidade do banho termostático	63
4.4 Resultados do cálculo de incerteza associada à temperatura de ensaio	64
4.4.1 Teste de Kolmogorov-Smirnov	66
 CAPÍTULO V – CONCLUSÃO	 69
 CAPÍTULO VI – PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS	 71
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 72
 ANEXOS	
ANEXO A – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (ROCKWELL)	77
ANEXO B – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE IMPACTO CHARPY HIT450P	78
ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA TERMORESISTÊNCIA PT100	84
 APÊNDICES	
APÊNDICE A – VERIFICAÇÃO DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA	86
APÊNDICE B – FRACTOGRAFIAS DOS CORPOS DE PROVA	90
APÊNDICE C – RELATÓRIO DO AJUSTE DA CURVA DE TRANSIÇÃO PARA O AÇO AISI 4340 – 34 HRC	91
APÊNDICE D – RELATÓRIO DO AJUSTE DA CURVA DE TRANSIÇÃO PARA O AÇO AISI 4340 – 40 HRC	93
APÊNDICE E – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO BANHO TERMOSTÁTICO	95

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

A avaliação da integridade de um material é crucial, especialmente quando sua falha prematura pode causar acidentes com riscos ao meio ambiente e à vida humana, além de interromper grandes linhas de produção com consequências econômicas consideráveis. Em aspecto histórico, o rápido aumento da malha ferroviária entre os anos de 1830 e 1900 ao redor do mundo – em especial na Europa e nos Estados Unidos da América (EUA) – trouxe consigo grande desenvolvimento de ensaios mecânicos. Dentre estes, o ensaio de impacto Charpy, têm sido amplamente utilizado para determinar, principalmente, a energia absorvida por um corpo de prova (CP) durante o impacto de um pêndulo (TÓTH; ROSSMANITH; SIEWERT, 2002).

Ensaio de impacto por pêndulo são utilizados há mais de 120 anos. Russel (1898) aponta que a resposta de um material a um impacto pode ser denominada como a energia absorvida. O trabalho do americano S. Bent Russel não levou em consideração corpos de prova entalhados. Já Charpy (1901) estabeleceu a padronização dos corpos de prova, definindo as suas dimensões, geometria e a presença de entalhe. No passado, de acordo com a limitação tecnológica, a análise dos resultados foi restrita em grande parte à classificação de materiais com base na sua energia absorvida (ou resiliência).

Entretanto, com o avanço tecnológico, o ensaio de impacto por pêndulo utilizando corpos de prova Charpy pôde ser executado por um pêndulo instrumentado, possibilitando análises mais detalhadas dos resultados do ensaio. Realizando ensaios em diferentes temperaturas, é possível determinar a curva de transição dúctil frágil e a partir desta verificar qual é a temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) do material. Este é um importante parâmetro a ser considerado quando se deseja entender seu comportamento na temperatura

de operação especificada, especialmente para metais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC).

Vale destacar que os aços ferríticos apresentam uma mudança de comportamento de acordo com a temperatura (curva de transição). Tal curva é composta por dois patamares – superior e inferior – e a região entre eles é chamada de faixa de transição. Ambos os níveis de energia dos patamares são definidos com base nos mecanismos de fratura, que mudam de acordo com a temperatura. Modelos matemáticos de regressão são utilizados para realizar o ajuste da curva à nuvem de pontos levantados durante os ensaios. Lucon et al. (2021) afirmam que diversas maneiras podem ser utilizadas para determinar a TTDF a partir deste ajuste, mas definitivamente a mais utilizada é aquela que corresponde à temperatura equidistante do patamar superior (dúctil) e inferior (frágil), em outras palavras, é o momento em que mecanismos frágeis e dúcteis ocorrem na mesma proporção.

Os pontos utilizados no ajuste podem representar os valores de energia absorvida (KV) em função da temperatura de ensaio (T), da expansão lateral (EL) em função de T ou da porcentagem de fratura dúctil (SFA) em função de T. Sendo que a KV é a mais utilizada e são várias causas que justificam esta escolha, quais sejam: KV é um mensurando melhor definido do que a EL e a SFA; a EL depende da protuberância formada na lateral do CP durante o impacto, sendo caracterizada por certa aleatoriedade; a EL assume valores pequenos e para os materiais em estudo pode ser zero ou muito próxima de zero; o resultado de medição da SFA é muito dependente do operador que é quem determina o que é fratura dúctil e frágil na superfície de fratura. Desta forma, em geral a variabilidade e a incerteza padrão associada aos valores de SFA são expressivos.

Para que as decisões tomadas a partir do valor de TTDF obtido para um determinado material via ensaios Charpy sejam adequadas é necessário que os resultados de medição sejam confiáveis. A confiabilidade metrológica pode ser alcançada se os resultados forem rastreáveis. De acordo com o Vocabulário Internacional de Metrologia (INMETRO, 2012), a rastreabilidade metrológica é definida como a propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.

Contudo, ao medir uma determinada grandeza é encontrado um valor que não corresponde ao valor verdadeiro, isto ocorre porque toda medição está sujeita a erros. Vale destacar ainda que na região de transição a maioria dos materiais exibe uma dispersão expressiva dos valores de KV, EL ou SFA. Essa dispersão impacta diretamente a incerteza associada à TTDF. Dessa forma, para que os resultados de medição possam ser comparados é obrigatório que seja dada alguma indicação quantitativa da qualidade dos mesmos, de forma

tal que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade. O parâmetro metrológico utilizado para esta finalidade é a incerteza de medição.

O Vocabulário Internacional de Metrologia – VIM (INMETRO, 2012) define a incerteza de medição como o parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas. A incerteza é o resultado da soma da dúvida que resta da correção imperfeita dos erros sistemáticos e os erros aleatórios.

A comparação entre resultados de medição entre si ou com valores de referência especificados em normas técnicas, em manuais dos fabricantes ou em documentos emitidos por órgãos regulamentadores são impossíveis de serem realizadas sem que a incerteza seja determinada (BIPM et al., 2008).

O *Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM) publicado pela ISO, 1993, estabeleceu as regras gerais e os critérios para expressar e combinar as incertezas individuais que afetam o processo de medição e, assim, determinar a incerteza padrão combinada ou a expandida. Este documento foi aceito pela comunidade metrológica internacional e é amplamente utilizado para avaliar a incerteza de medição em diversas áreas do conhecimento. Entretanto, a aplicação do método de propagação de incertezas torna-se limitada para garantir resultados confiáveis em muitas aplicações. Por este motivo, em 2004 foi publicado um documento, popularmente conhecido como GUM S1, que apresenta o método de Monte Carlo (BIPM et al., 2004) e tem como principal objetivo aumentar o campo de aplicação do GUM. O GUM S1 baseia-se na simulação de Monte Carlo (MC) e está livre da maioria das limitações do GUM, além disso, não contradiz as recomendações nele apresentadas.

1.1. Objetivo Principal

O objetivo da dissertação de mestrado é avaliar a incerteza associada à temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF), em inglês *ductile-to-brittle transition temperature* (DBTT), obtida via ensaios Charpy convencional. Vale destacar que são considerados apenas os valores de DBTT obtidos a partir de valores de KV em função da temperatura para corpos de prova padrão Charpy 10 mm × 10 mm × 55 mm.

1.2. Objetivos Específicos

- Avaliar a incerteza associada à temperatura dos três meios utilizados para condicionar corpos de prova Charpy convencional, sendo imersão em nitrogênio líquido para temperaturas de -196 °C até -80 °C, banho térmico para temperaturas de -80 °C até 40 °C e aquecimento em óleo para temperaturas de 40 °C até 200 °C;
- Avaliar a incerteza associada à energia absorvida seguindo as determinações da ISO 148-2 (ISO, 2008).
- Calibrar o banho térmico visando a avaliação do desempenho metrológico deste, bem como contribuir para a rastreabilidade metrológica dos valores de T medidos;
- Desenvolver e validar uma metodologia, utilizando os métodos GUM e Monte Carlo, para avaliar a incerteza associada à DBTT;
- Identificar os fatores que mais contribuem para a incerteza associada à DBTT e propor alternativas para reduzir seus efeitos.
- Contribuir para a rastreabilidade metrológica dos resultados dos ensaios Charpy.

1.3. Justificativa

De acordo com Makhutov et al. (2002), a partir de 1985 diversos estudos acerca de vasos de pressão outrora aplicados à indústria nuclear focaram principalmente na verificação dos efeitos do tempo de serviço nas propriedades mecânicas dos materiais. O ensaio Charpy também foi utilizado na avaliação da degradação de aços inoxidáveis austeníticos, fabricados por fundição, por Byun et al. (2020), o objetivo dos autores foi mensurar o efeito da fragilização térmica (envelhecimento) em virtude do tempo de serviço aplicado ao sistema de refrigeração de um reator nuclear.

A geometria do corpo de prova padrão Charpy é 10 mm × 10 mm × 55 mm, mas outras geometrias são determinadas como *subsize* – 5 mm × 10 mm × 55 mm e 2,5 mm × 10 mm × 55 mm - e miniaturizada 3 mm × 4 mm × 27 mm, de acordo com a norma ISO 14556 (ISO, 2023). A correlação entre resultados de ensaios realizados em corpos de prova de diferentes geometrias apresentada por normas ainda não está bem estabelecida e é limitada a alguns intervalos de aplicação, principalmente por não abrangerem toda a curva de transição (WALLIN, 2020). Corpos de prova não convencionais, i.e., fora da geometria 10 mm × 10 mm × 55 mm, podem ser utilizados para avaliar componentes e peças compactos ou fraturados, em especial para indústrias de tecnologia de ponta, como o ramo de óleo e gás e a indústria

aeroespacial, que está em alta neste século XXI. Portanto, a avaliação da incerteza associada à DBTT obtida via ensaios Charpy convencional pode ser utilizada como fundamento para avaliações posteriores em corpos de prova não convencionais.

Dito isso, a rastreabilidade metrológica dos resultados de medição obtidos via ensaios Charpy garante que as decisões tomadas com base em tais resultados sejam adequadas. De acordo com a ISO/IEC 17025 (ISO, 1997), a garantia da rastreabilidade requer avaliação e declaração da incerteza de medição. Em um trabalho recente Désefant e Priel (2017) formulam que tanto a apresentação do resultado de medição quanto a declaração da incerteza associada a este possuem importância equivalente.

O ensaio Charpy é amplamente utilizado na qualificação de materiais, seja via normas regulamentadoras ou especificações técnicas de operação, dessa forma a validação entre os resultados de medição e seus respectivos valores de referência só pode ser executada caso a incerteza seja determinada (INMETRO, 2008). Ainda, a qualidade dos resultados é indicada pela incerteza de medição. Dessa maneira, a confiabilidade e rastreabilidade metrológicas dos resultados podem ser avaliadas de acordo com o usuário (INMETRO 2008). Como mencionado, corpos de prova Charpy podem assumir diversas geometrias que influenciam diretamente o resultado do ensaio Charpy, portanto, o controle dimensional e geométricos dos corpos de prova seguindo as tolerâncias indicadas pela norma ISO 14556 (ISO, 2023) são necessárias. Wen et al (2013) ressaltam que a avaliação da incerteza de medição aplicada ao controle dimensional também é importante.

De acordo com Graba (2021), os trabalhos científicos que tratam da determinação de grandezas físicas como características de materiais de forma geral não quantificam a incerteza associada. O autor justificou esse fato pelo seguinte: a avaliação da incerteza é baseada em cálculos detalhados na área de cálculo diferencial, os cálculos são demorados e trabalhosos. Somam-se a esses fatores a falta de cultura metrológica e a dificuldade de entendimento e aplicação do Guia para Expressão da Incerteza de Medição.

Seja qual for o método utilizado para determinação da DBTT, a avaliação da incerteza associada não é uma tarefa simples devido principalmente ao número significativo de mensurandos envolvidos no cálculo. Cada um destes mensurandos é determinado de forma diferente, utilizando modelos matemáticos distintos. Adicionalmente, alguns desses métodos matemáticos são de média complexidade impossibilitando a aplicação do método GUM. Isso torna o cálculo de incerteza associada à DBTT um desafio difícil de ser superado por muitos.

As curvas de transição provêm importantes informações sobre a mudança de comportamento dúctil-frágil dos materiais, sejam estes metais puros ou ligas. Ainda, uma vez que o ajuste da curva de transição via algum dos métodos matemáticos existentes é feito, diversos parâmetros são avaliados, entre os mais importantes estão a DBTT e os patamares

inferior e superior. A incerteza associada aos patamares pode ser calculada com base no desvio padrão dos valores medidos.

O *software* utilizado para ajuste das curvas de transição, fornecido pelo *National Institute of Standard and Technology* (NIST), utiliza o método de mínimos quadrados não linear para realizar o ajuste e adicionalmente apresenta os intervalos de confiança tanto para valores de DBTT como para os parâmetros de cada modelo matemático escolhido pelo usuário. Os erros-padrão (*standard erros*) são estimados pelo método paramétrico de *bootstrap* e representam apenas as fontes de incerteza provenientes de efeitos aleatórios, indicando que fontes sistemáticas não são consideradas (LUCON et al., 2021).

Tanto a análise de *bootstrap* quanto o método de Monte Carlo são métodos de simulação que podem ser utilizados na análise da incerteza associada ao resultado de uma determinada medição. A primeira é uma técnica baseada nos dados observados, reamostrando-os repetidas vezes com reposição, sempre criando novos conjuntos de dados baseados no original. Seu uso é indicado quando não há uma clareza acerca da distribuição dos dados. Já o método de Monte Carlo realiza a amostragem com base em uma distribuição teórica conhecida ou pelo menos inferida.

O uso do método de Monte Carlo na avaliação da incerteza associada à DBTT não é difundido na literatura estudada. Alguns estudos determinam a incerteza padrão do Tipo A associada à KV no patamar superior, bem como aquela associada à DBTT. Entretanto, não consideram os fatores de influência que levam ao aparecimento de incertezas padrão do Tipo B, quais sejam: resolução dos equipamentos utilizados, como os meios de condicionamento térmico, incerteza associada à verificação e o erro sistemático da máquina de ensaio.

1.4. Contribuição técnico-científica do trabalho

Os resultados obtidos neste trabalho ampliam o estado atual de conhecimento sobre a DBTT obtida via ensaios Charpy convencional possibilitando avaliar a qualidade dos valores deste importante mensurando. De forma pioneira é apresentado o cálculo completo da incerteza associada à DBTT considerando os principais fatores de influência. Adicionalmente se espera desenvolver, documentar e validar uma metodologia para o cálculo da incerteza associada à DBTT obtida via ensaios Charpy convencional, além de contribuir para a rastreabilidade metrológica dos valores de DBTT e para a tomada de decisões de previsão da vida remanescente dos componentes em uso.

Esta metodologia servirá de referência para calcular a incerteza associada à DBTT obtida para CPs *sub-size* e de pequenas dimensões ou mini-Charpy. Vale ressaltar que

embora o ensaio Charpy seja normatizado, não há uma metodologia estabelecida para determinar a incerteza associada à DBTT. Também será possível adaptar esta metodologia para outros parâmetros de saída do ensaio Charpy como EL e SFA.

A dissertação apresentada é constituída de mais cinco capítulos. Seus respectivos conteúdos estão divididos da seguinte forma:

No Capítulo II, é apresentada uma revisão bibliográfica sobre o assunto dando ênfase nos ensaios Charpy, modelos matemáticos de ajuste de curva de transição, definição dos parâmetros do ensaio Charpy e na incerteza de medição.

No Capítulo III, é apresentado o desenvolvimento das metodologias para determinação da temperatura de transição dúctil-frágil e o cálculo da incerteza de medição associada a esta. Em seguida são definidos os modelos matemáticos necessários para avaliação da incerteza de medição via GUM ou Monte Carlo.

No Capítulo IV, apresentam-se os resultados obtidos acompanhados das respectivas discussões, avaliando o efeito da mudança do nível de dureza na curva de transição e conseqüentemente os níveis de energia absorvida nas diferentes regiões. Também são apresentadas as incertezas associadas tanto a energia absorvida quanto a temperatura de ensaio para os pontos analisados.

No Capítulo V, se encontram as principais conclusões do trabalho e no capítulo VI as propostas para trabalhos futuros.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Ensaio Charpy

O ensaio de impacto Charpy é amplamente utilizado na caracterização mecânica de materiais, assim como na avaliação da degradação de suas propriedades mecânicas após um tempo de serviço. Outra aplicação deste é a qualificação de novos fornecedores de materiais proporcionando um ótimo custo-benefício em relação ao tempo de ensaio.

O ensaio Charpy avalia a energia que um corpo de prova (CP) absorve durante o impacto de um pêndulo. O método tradicional de medição desta energia absorvida (KV) se dá pela diferença de energia potencial antes e depois do ensaio, eliminando as perdas por atrito como mostrado na Figura 2.1.

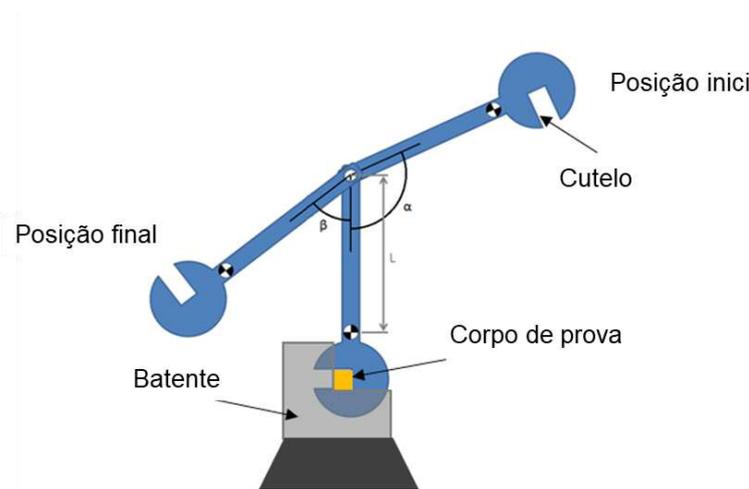


Figura 2.1 - Posições inicial e final do pêndulo consideradas pelo método tradicional.

Com o avanço tecnológico foi possível instrumentar o pêndulo, desta forma outros parâmetros importantes do comportamento ao impacto podem ser extraídos para cada ensaio, como Força Limite de escoamento (F_{gy}), Força Máxima (F_m) e outros, os significados físicos destes parâmetros foram inicialmente estudados por Fcarneough e Hoy (1964). De acordo com Lucon (2016), as máquinas de impacto Charpy instrumentadas permitem a aquisição e o armazenamento de valores de tempo, força, deslocamento e energia absorvida. Este fato trouxe uma versatilidade significativa ao campo de ensaios mecânicos.

Geralmente são avaliadas curvas Força (kN) \times Deslocamento (mm) ou Força (kN) \times Tempo (ms). Nesse sentido a energia absorvida pelo corpo de prova durante o impacto é dada pela integral da curva instrumentada, ou em outras palavras é equivalente à área sob a curva, denominada agora por Wt. A norma ISO 14556 (ISO, 2023) ainda estabelece que a diferença entre KV e Wt não deve ser superior a ± 5 J.

As curvas instrumentadas são utilizadas em diversas análises, principalmente através de seus valores característicos de força e energia absorvida. Por exemplo, as normas ISO 14556 (ISO, 2023) e ASTM E2298 (ASTM, 2018) além de fornecerem diretrizes de como a instrumentação deve ser feita, indicam quatro equações empíricas para o cálculo da superfície de fratura dúctil (*Shear Fracture Appearance* – SFA) com base nos valores característicos de força. Com base nisso, Server (2002) estabeleceu que a avaliação dos diferentes comportamentos das curvas instrumentadas variando-se as temperaturas de ensaio podem ajudar a fornecer mais informações sobre a transição dúctil-frágil do que somente a avaliação da energia absorvida.

De acordo com a norma ISO 14556 (ISO, 2023) existem seis formatos característicos de curvas instrumentadas Força \times Deslocamento:

- Tipos A e B: comportamento frágil (patamar inferior);
- Tipos C, D e E: comportamento transitório dúctil-frágil;
- Tipo F: comportamento dúctil (patamar superior).

Os extremos, curvas do tipo A e F apresentam somente um modo de propagação de trinca, instável (fratura frágil) para o Tipo A e estável (fratura dúctil) para o Tipo F. Já para os Tipos B, C, D e E há uma mescla a respeito do comportamento da trinca, ocorrendo tanto de forma instável (frágil) quanto de forma estável (dúctil). Desse modo, comparativamente curvas do Tipo B apresentam predominância de propagação instável enquanto curvas do Tipo E apresentam majoritariamente mecanismos estáveis de propagação da trinca.

A Figura 2.2 mostra um exemplo de curva Tipo E, onde valores característicos de força são apresentados. Sendo eles Força Limite de escoamento (*general yield force* - F_{gy}), Força

Máxima (*maximum force* - F_m), Força de Início de Trinca Instável (*unstable crack initiation force* - F_{iu}) e também a Força de Aprisionamento de Trinca (*crack arrest force* - F_a).

Destaca-se ainda a presença da curva real, obtida pela instrumentação, marcada pelas oscilações inerciais do equipamento e a curva ajustada obtida durante a análise dos dados.

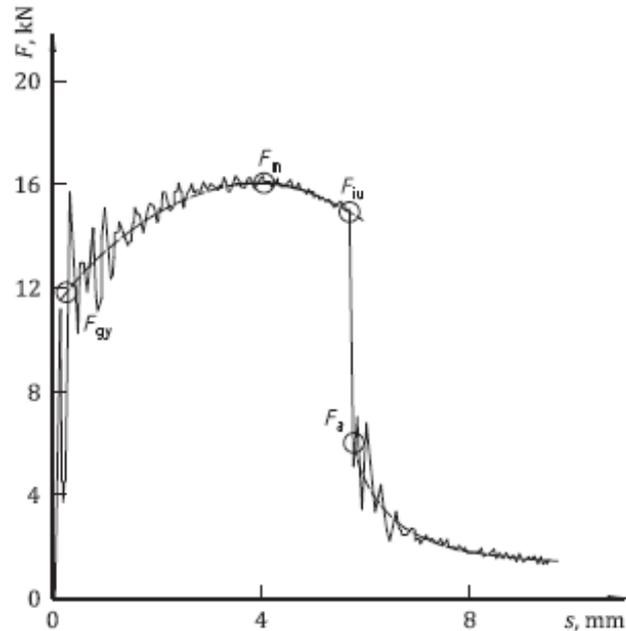


Figura 2.2 - Exemplo de curva tipo E, caracterizada por mecanismos estáveis e instáveis de propagação de trinca determinados pelos valores característicos de força apresentados, ISO 14556 (ISO, 2023).

2.2. Temperatura de Transição Dúctil-Frágil e métodos de ajuste

A curva Energia Absorvida (KV) \times Temperatura (T) representa a variação da energia absorvida em relação à temperatura de ensaio. Em geral, essa curva é obtida por meio de métodos matemáticos utilizando os resultados individuais dos ensaios. A forma da curva e a dispersão dos valores de KV dependem do material, da forma e dimensões do CP e da velocidade de impacto. Os parâmetros de expansão lateral e porcentagem de fratura dúctil também podem ser considerados para determinar a curva, mas não serão abordados nesse trabalho.

No caso de uma curva com zona de transição dúctil-frágil, é feita uma distinção entre a região do patamar superior (direita) determinada por um intervalo de temperatura onde a fratura apresenta somente comportamento dúctil, região de transição (meio) e patamar inferior (esquerda) onde a fratura é totalmente frágil, conforme apresentado pela Fig. 2.3. É válido

ressaltar que para ambos os patamares a curva de transição de mantém horizontal, ou seja, a energia absorvida pode ser considerada constante (LUCON et al., 2021).

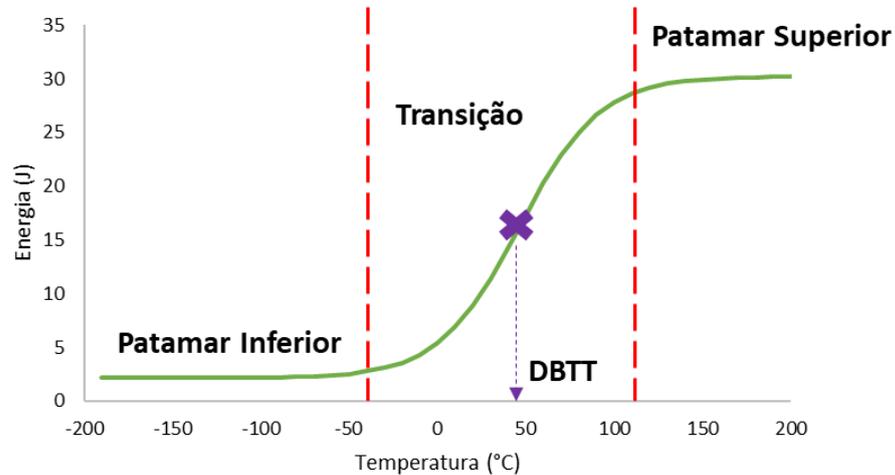


Figura 2.3 - Exemplo de curva de transição com a separação das diferentes regiões e temperatura de transição (DBTT).

Lucon et al. (2021) afirmam que curvas de transição similares também podem ser utilizadas para mostrar a mudança de comportamento em função da temperatura para diferentes parâmetros relacionados à tenacidade como o Fator de Intensidade de Tensão (K , dado em $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) e o Integral J (dado em kJ/m^2). A Figura 2.4 mostra uma curva mestra para uma liga utilizada em vasos de pressão aplicados à indústria nuclear (*Reactor Pressure Vessel* - RPV) ilustrando a dependência em relação à temperatura.

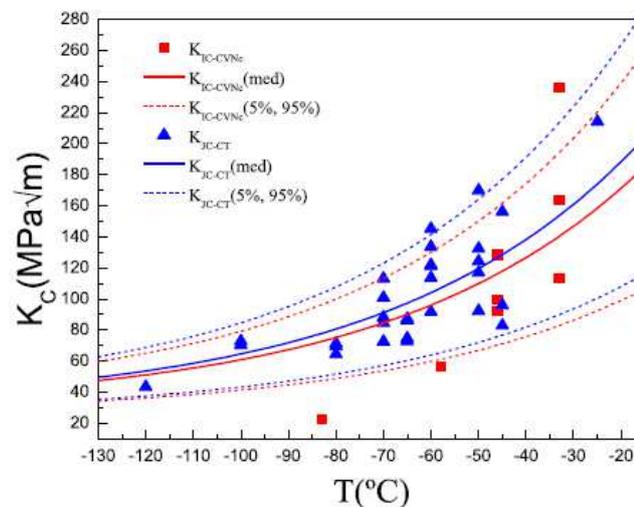


Figura 2.4 - Fator de Intensidade de Tensão Crítico (K_{IC}) em função da temperatura (Wang et al., 2021).

Mouritz (2012) afirma que a transição dúctil-frágil é causada através do desenvolvimento de zonas plásticas em alguns materiais, processo este que é intrinsicamente dependente da temperatura. Observa-se nessa região, com a diminuição da temperatura uma mudança de micromecanismos de fratura dúctil (por coalescência de microcavidades) para frágil (clivagem). Em altas temperaturas (patamar superior) a estrutura cristalina possui energia térmica suficiente para facilitar o movimento das discordâncias quando uma tensão é aplicada externamente. A facilidade de movimentação proporciona o desenvolvimento da zona plástica na ponta da trinca, estabilizando a propagação da trinca por fratura dúctil. No entanto, à medida que a temperatura diminui, a energia térmica disponível para ajudar no movimento das discordâncias diminui, dificultando o desenvolvimento de uma zona plástica (LUCON et al, 2021).

A diferença de comportamento transitório de metais pode ser justificada de acordo com sua estrutura cristalina. Metais com estrutura cristalina Cúbica de Face Centrada (CFC) não apresentam transição dúctil-frágil uma vez que sua estrutura possibilita diversos planos de escorregamentos mesmo em baixas temperaturas. Já metais com estrutura Cúbica de Corpo Centrado (CCC) possuem o comportamento transitório, já que seus planos compactos não permitem a movimentação de discordâncias. Nesse caso, tal movimento necessita de ativação térmica (altas temperaturas) ou até mesmo de quebra de ligações (baixas temperaturas) para acomodação da tensão aplicada durante o ensaio (JORDAN, 2016).

A Figura 2.5 mostra diferentes comportamentos de curvas de Energia Absorvida em função da Temperatura para metais com estrutura cristalina CFC (os quais não apresentam transição) e metais com estrutura cristalina CCC (com transição dúctil-frágil).

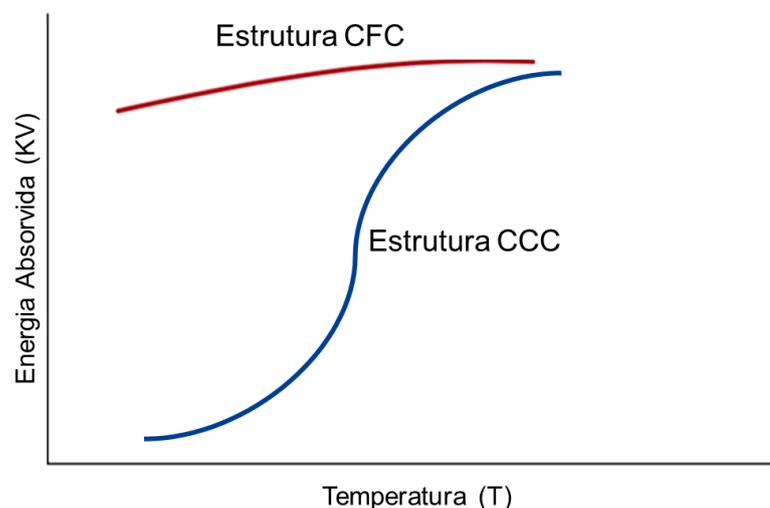


Figura 2.5 - Diferentes comportamentos transitórios de acordo com a estrutura cristalina (Adaptado de Jordan (2016)).

A DBTT caracteriza a posição do aumento acentuado na curva $KV \times T$. Como o aumento acentuado geralmente se estende por uma faixa de temperatura – ampla ou curta de acordo com o material – não há uma definição geral aplicável da temperatura de transição. A norma ISO 148-1 Anexo D (ISO, 2016) apresenta quatro critérios que podem ser utilizados para a definição da temperatura de transição. A norma ainda ressalta que outros métodos podem ser utilizados de acordo com o material avaliado. A primeira maneira, de acordo com a norma, é estabelecer como DBTT a temperatura a qual é alcançada uma energia absorvida de 27 J ou algum outro valor de energia absorvida pré-estabelecido. Essa temperatura característica pode receber a simbologia de T_{27J} . Diferentes indústrias utilizam essa metodologia. Pisarski et. al (2002) e Marini (2020) determinaram o nível de energia em 28 J para definição de temperatura de transição. Já Orynyak; Zarazovskii; Bogdan (2013) utilizaram o valor de energia absorvida igual a 47 J em um estudo aplicado à indústria nuclear.

O segundo critério define a DBTT como a temperatura onde a energia absorvida corresponde a 50 % do valor atingido no patamar superior. O terceiro critério utiliza como base a SFA, sendo a temperatura de transição definida quando a partes iguais de comportamento dúctil e frágil ocorrem (SFA igual a 50 %), por exemplo. Projetos de construção naval utilizam esse critério, por exemplo no estudo conduzido por François et. al (2002). Contudo, de acordo com criticidade determinada em projeto o valor pré-estabelecido é alterado. Na indústria de dutos (*pipeline industry*), comportamentos dúcteis são assumidos somente para ensaios os quais a SFA é maior ou igual a 85 %, como definido por Switzner et. al (2023). Vale destacar que o segundo critério e terceiro estão interligados uma vez que os patamares podem ser assumidos com base no valor de SFA, de acordo com a norma ASTM E185 (2021). Por fim, a DBTT pode ser estabelecida quando um determinado valor de LE é atingido.

Neste trabalho, a DBTT é definida como a temperatura onde a energia absorvida corresponde a 50 % da diferença de energia absorvida no patamar superior e no patamar inferior. Para Lucon et al (2021) abaixo da DBTT, a mobilidade das discordâncias e o tamanho da zona plástica diminuem rapidamente, resultando em uma grande perda de tenacidade à fratura. Quando o deslizamento das discordâncias se torna praticamente impossível, o metal fratura por propagação de trinca frágil (instável).

Diferentes métodos matemáticos são utilizados para ajustar a curva de transição dúctil-frágil. Dependendo do comportamento das regiões de transição próxima aos patamares (denominadas de transição superior e inferior), os métodos podem ser classificados em simétricos, quando essas regiões são semelhantes e simétricas em relação a DBTT, ou assimétricos, quando o formato dessas regiões é diferente.

De uma forma geral, os métodos mais utilizados são:

- Modelo da tangente hiperbólica simétrico (HT);
- Modelo da tangente hiperbólica assimétrico (AHT);
- Modelo de Burr (assimétrico);
- Modelo do arcotangente – simétrico (ACT);
- Modelo de Kohout assimétrico (KHT).

O modelo de ajuste mais comumente utilizado para curvas de transição é o modelo de ajuste de tangente hiperbólica (ISO 148-1, 2016). Outros métodos podem ser encontrados na literatura, porém são mais complexos e dependentes de um maior poder computacional:

- Função de Boltzmann – uma versão simplificada do modelo de Burr;
- Distribuição de Weibull;
- Equação de Avrami para a região de transição;
- Modelos exponenciais para a região de transição.

2.2.1. Método da tangente hiperbólica – assimétrico (AHT)

O método AHT é derivado do método da tangente hiperbólica simétrico (HT) e inclui o parâmetro D que está relacionado ao formato da curva nas regiões de transição superior e inferior (Fig. 2.6). Caso $D < 0$ a curvatura na região de transição inferior é maior que a superior, o oposto ocorre quando $D > 0$. Observa-se que quando D é aproximadamente igual a zero, o modelo se assemelha ao HT.

A Equação (2.1) apresenta o método AHT. Y refere-se a variável ajustada, podendo ser KV, EL ou SFA, enquanto T é a temperatura. LS e US são os patamares inferior e superior respectivamente, conforme Fig. 2.7. C e D são parâmetros do modelo, o primeiro retorna metade do valor da faixa de transição, em °C. Ainda, a DBTT é definida pela temperatura onde a variável de saída é a média dos patamares.

$$Y = \frac{US + LS}{2} + \frac{US - LS}{2} \cdot \tanh\left(\frac{T - DBTT}{C + D \cdot T}\right) \quad (2.1)$$

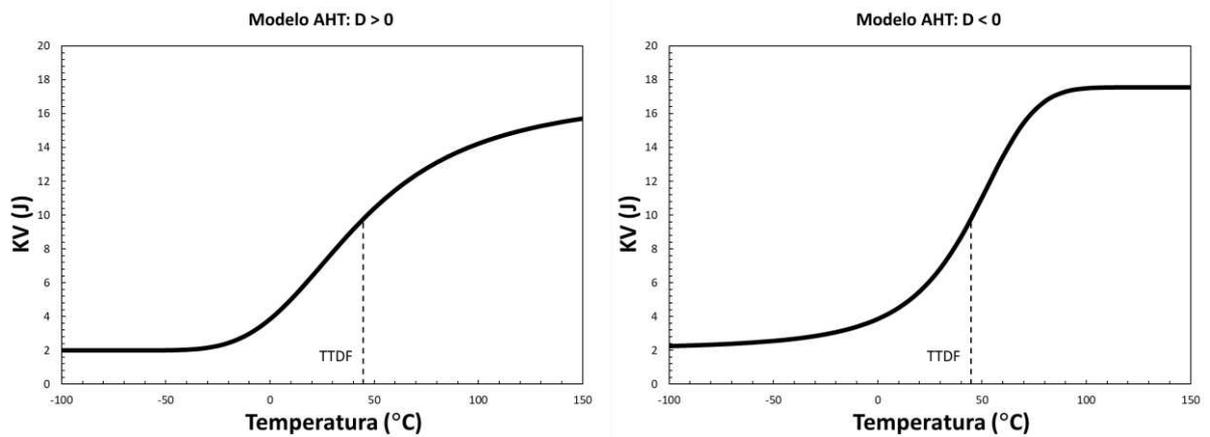


Figura 2.6 - Exemplo de curva de transição utilizando modelo AHT com valores de D positivo e negativo.

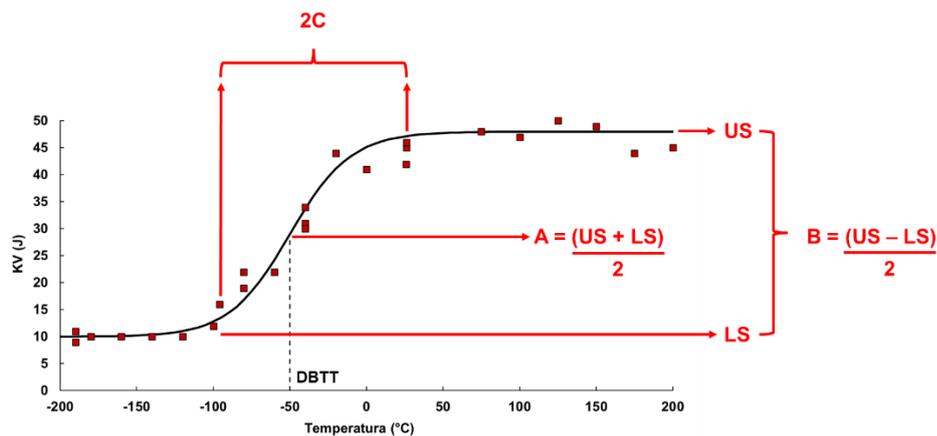


Figura 2.7 - Definição dos coeficientes do método AHT (Adaptado de EricksonKirk et al., 2009).

A partir da curva ajustada podem ser extraídos parâmetros de interesse, quais sejam: a DBTT, o patamar superior (US) e o patamar inferior (LS) (LUCON et al., 2021). Outros parâmetros podem ser, também, retirados a partir de necessidades particulares para um dado material como a temperatura à uma determinada energia. Dentre elas a T_{27J} , amplamente utilizada na literatura.

Devido às características do comportamento dos materiais metálicos (principalmente os CCC), as equações que melhor definem as curvas de transição são não lineares. Por este motivo, o método de mínimos quadrados não linear é utilizado para realizar a adequação dessas equações aos dados experimentais que servem de entrada. Pelo exposto, pode-se

inferir que determinar a DBTT dos metais a partir de dados experimentais decorrentes de ensaios Charpy não é trivial.

A qualidade da DBTT depende de diversos fatores, que incluem, mas não se limitam ao método matemático utilizado para ajustar a curva aos dados experimentais e a máquina de ensaio. Lont (2000) destaca que o desempenho das máquinas de impacto Charpy estão relacionadas a vários fatores principais, que incluem: máquina, ambiente, corpo de prova e procedimento de ensaio.

A exatidão e a precisão dos resultados dos ensaios Charpy instrumentados depende não apenas da qualidade dimensional e geométrica das peças mecânicas da máquina, mas também da qualidade do sistema de instrumentação e pelo programa computacional disponível que controla o sistema como um todo. Em relação à máquina de impacto Splett et al. (2007) destacam que as fontes de erros relacionadas à máquina incluem batentes e suportes, falta de homogeneidade do material, centro de percussão, operador, centro de impacto, energia potencial, perdas por atrito, repetibilidade, altura de queda do pêndulo, resolução da escala, velocidade de impacto e temperatura de ensaio.

2.3. Incerteza de medição – Método GUM

Uma boa prática em qualquer medição de propriedades mecânicas de materiais de engenharia é avaliar e relatar as incertezas associadas. Uma declaração de incerteza pode ser exigida por um cliente que deseja saber os limites dentro dos quais o resultado relatado pode cair. Além disso, o próprio laboratório de ensaio pode desejar ter um melhor entendimento de quais aspectos específicos do procedimento de ensaio e sistema de medição têm maior efeito nos resultados (GABAUER, 2000) para que estratégias possam ser adotadas e esses efeitos eliminados ou reduzidos.

A necessidade de indicar quantitativamente a qualidade de um resultado da medição levou ao estabelecimento de critérios para determinar um valor que representa a incerteza de medição. Este parâmetro pode ser considerado como um indicador do desempenho dos instrumentos de medição e da confiabilidade do resultado da medição (BIPM et al., 2008a). A avaliação e declaração da incerteza contribuem para a rastreabilidade dos valores e à adequação das medidas às normas técnicas em vigor, como a ABNT ISO/ IEC 17025 (ABNT, 2017).

INMETRO (2012a) define incerteza de medição como um parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas. Se a incerteza não for declarada, os resultados das medições não podem ser

comparados, entre si ou com valores de referência indicados em uma especificação ou norma técnica (BIPM et al., 2008b).

A avaliação da incerteza de medição é crucial durante o controle dimensional e geométrico de peças, sendo um dos conceitos mais importantes na especificação da geometria do produto (WEN et al., 2013). WECKENMANN et al. (2001) mostrou como a incerteza expandida associada ao resultado da medição afeta os valores limites que definem a tolerância dimensional reduzindo a zona de especificação. Ainda é possível identificar quais fatores contribuem mais para a incerteza de uma medição e, conseqüentemente seus efeitos podem ser reduzidos. É, portanto, necessário que haja um procedimento prontamente implementado, facilmente compreendido e de aceitação geral para caracterizar a qualidade do resultado de uma medição, isto é, para avaliar e expressar sua incerteza (BIPM et al., 2008b).

O INMETRO (2012b) conceitua três tipos de incerteza: a incerteza-padrão, a incerteza-padrão combinada e a incerteza expandida. A incerteza-padrão está relacionada a cada grandeza de influência e é obtida através da análise individual de cada variável considerada, através de uma avaliação do Tipo A (avaliação com auxílio de métodos estatísticos) ou do Tipo B (outros métodos que não a análise estatística de séries de observações). Ao compreender o efeito dessas grandezas, é possível relacioná-las por meio da lei de propagação de incertezas obtendo-se assim, a incerteza padrão combinada. Por sua vez, a incerteza expandida consiste no resultado da multiplicação do valor da incerteza padrão combinada por um fator, definido de acordo com o nível de abrangência desejado.

2.3.1. Avaliação do Tipo A da incerteza padrão

A avaliação do tipo A da incerteza padrão é obtida a partir de uma função densidade de probabilidade derivada da observação de uma distribuição de frequência, isto é, baseada em uma série de observações da grandeza. O conjunto de leituras realizadas no instrumento de medição constitui um exemplo de variável cuja incerteza é classificada como do tipo A, apresentando distribuição normal ou *T-student* com $n-1$ graus de liberdade. Segundo o INMETRO (2008), a avaliação do Tipo A da incerteza padrão é aquela obtida de uma análise estatística de uma série de observações de um mensurando, Eq. (2.2), assumindo uma distribuição normal, Fig. 2.8, ou outra qualquer. Um componente de incerteza obtido por uma avaliação do Tipo A é caracterizado por um desvio-padrão que considera as flutuações aleatórias e as influências consideradas constantes dos resultados de um dado experimento.

$$u(x) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (2.2)$$

Na Equação (2.2), s é o desvio-padrão experimental e n é o número de elementos da amostra.

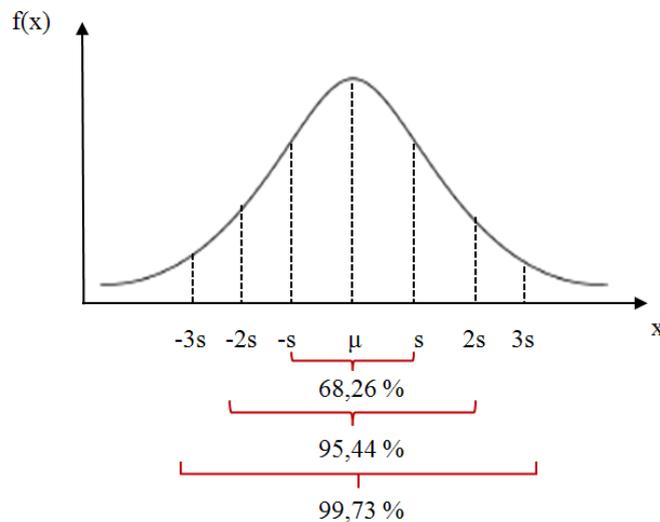


Figura 2.8 - Distribuição normal.

2.3.2. Avaliação do Tipo B da incerteza padrão

Em uma situação onde a estimativa x_i de uma grandeza de entrada X_i não tenha sido obtida por meio de observações repetidas, a variância estimada associada $u^2(x_i)$ ou a incerteza padrão $u(x_i)$ é avaliada por julgamento científico, baseado em todas as informações disponíveis sobre a possível variabilidade dos valores de X_i . O correto uso dessas informações exige o discernimento baseado na experiência e no conhecimento geral, sendo esta uma habilidade que pode ser adquirida com o tempo e a prática.

Em muitos casos é possível encontrar declarado que a incerteza citada define um intervalo tendo um nível de confiança de 90, 95 ou 99 %. Quando não for especificada uma distribuição diferente, pode ser utilizada a distribuição normal para calcular a incerteza padrão. Para tanto basta dividir a incerteza declarada pelo fator apropriado, que pode assumir valores, respectivamente, de 1,64, 1,96 e 2,58 para os três níveis de confiança citados.

Em outros casos, é possível estimar apenas os limites superior e inferior para X_i e estabelecer que a probabilidade de que o valor X_i pertença ao intervalo $(-a, +a)$ é um e a probabilidade para que o valor X_i esteja fora desse intervalo é zero. Para tais situações deve ser utilizada a distribuição retangular ou uniforme, Fig. 2.9.

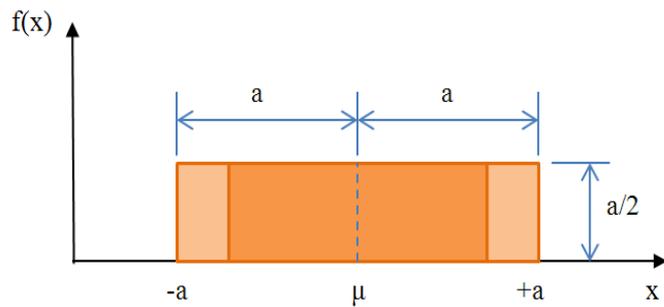


Figura 2.9 - Distribuição retangular (INMETRO, 2012b modificada).

Se não houver conhecimento específico de possíveis valores de X_i dentro do intervalo, pode-se assumir que é igualmente provável que X_i esteja em qualquer ponto do intervalo. Ainda X_i pode assumir infinitos valores e conseqüentemente o seu grau de liberdade é infinito (LINK, 1997). Caso a diferença entre os limites, $[+a, -a]$, designada por $2a$, então a variância estimada é calculada a partir da Eq. (2.3).

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (2.3)$$

O uso da distribuição retangular é recomendado quando se dispõe de pouca informação sobre uma determinada variável.

2.3.3. Incerteza-padrão combinada

A fim de estimar a incerteza de medição, os conceitos e recomendações apresentadas no GUM (INMETRO, 2012b) devem ser conhecidos. O método proposto no referido documento requer a utilização de uma expansão da série de Taylor de primeira ordem para a propagação das incertezas-padrão. No entanto, quando o modelo matemático do mensurando é não linear, esta aproximação pode ser inadequada (WEN et al., 2013).

O entendimento do GUM (INMETRO, 2012b) não é uma tarefa simples, porque a sua interpretação e aplicação correta requer capacitação técnica especializada. A metodologia apresentada pode ser aplicada só para aqueles casos em que é possível formular um modelo matemático para descrever a variável de saída como uma função das variáveis de entrada, como mostrado na Eq. (2.4).

$$Y = f(W_1, W_2, \dots, W_N) \quad (2.4)$$

Na Equação (2.4), Y representa a variável de saída e W_1, W_2, \dots, W_N são as variáveis de entrada.

A lei de propagação de incerteza pode ser aplicada no modelo matemático para determinar a incerteza padrão combinada associada à variável de saída Y, Eq. (2.5).

$$u_c^2(Y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right)^2 u^2(w_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \frac{\partial f}{\partial w_j} u(w_i) \cdot u(w_j) \cdot r(w_i, w_j) \quad (2.5)$$

O valor de y é a estimativa da variável de saída Y, w_i é a estimativa da variável W_i , $u^2(w_i)$ é a variância associada a w_i , para i variando de 1 a N, N é o número de variáveis que afetam o resultado da medição Y, $u(w_i)$ é a incerteza associada com a fonte de erro representada pela estimativa w_i e $r(w_i, w_j)$ é o coeficiente de correlação entre a estimativa w_i e w_j . O segundo termo da Eq. (2.5) expressa a correlação entre as duas fontes de incerteza w_i e w_j , $i \neq j$.

A correta obtenção de tal modelo nem sempre é uma tarefa fácil (NIELSEN, 2003). A principal razão disso radica, muitas vezes, na complexidade do sistema de medição, na falta de conhecimento sobre o seu princípio de funcionamento, os erros de medição e suas fontes. Neste sentido, Sommer e Siebert (2006) destacam a importância de identificar as grandezas de influência para o bom desenvolvimento do modelo matemático de medição, a criação deste modelo matemático é essencial para determinar corretamente os valores da incerteza associada à medição. De acordo com Arencibia et al. (2019), este é um dos maiores desafios enfrentados por aqueles que precisam calcular a incerteza associada a um determinado mensurando.

2.4. Incerteza de medição – Método de Monte Carlo (MC)

Apesar de sua ampla aceitação, o método GUM apresenta limitações. São elas: é mais específico para modelos explícitos com apenas uma variável de saída; e requer que o modelo matemático que descreve o processo de medição seja linear; a variável de saída deve ter uma distribuição normal; exige a determinação dos graus de liberdade da incerteza padrão combinada; as derivadas parciais, que representam os coeficientes de sensibilidade devem ser calculadas analiticamente; e a incerteza-padrão quando calculada por meio de uma avaliação do Tipo A depende do tamanho amostral.

Para superar essas limitações, o “*Joint Committee for Guides in Metrology*” (JCGM) publicou dois documentos de orientação específicos: “*Evaluation of Measurement Data - Supplement 1 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement - Propagation of distributions using a Monte Carlo method*” (BIPM et al., 2008a) e “*Evaluation of Measurement*

Data - Supplement 2 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement-Extension to any number of output quantities" (BIPM et al., 2011).

As informações de entrada para aplicação do método de Monte Carlo (MC) são similares às aquelas usadas na abordagem do GUM (BIPM et al., 2008a), ou seja, parte-se de um modelo matemático descrevendo o mensurando em função das variáveis de entrada e de suas informações estatísticas. A diferença fundamental é que as informações estatísticas de entrada usadas no GUM são basicamente a média, o desvio padrão e o número de graus de liberdade de cada distribuição. Já no método de MC, como mostrado na Fig. 2.10, as próprias Funções Densidade de Probabilidade (FDP) das distribuições de entrada são utilizadas, fornecendo informações mais completas sobre tais distribuições (LANDGRAF; STEMPIAK, 2004).

Conhecidas as distribuições de probabilidade de cada uma das variáveis de entrada é possível determinar o respectivo valor numérico, bem como a incerteza-padrão associada a esta. Com estas informações pode-se simular a distribuição dos valores da variável de saída ou mensurando, de onde é possível obter-se a incerteza-padrão combinada.

Segundo o INMETRO (2008), as principais etapas para a avaliação da incerteza através da aplicação do método de MC são: formulação, propagação e resumo. Na formulação é definido o mensurando Y (variável de saída), são identificadas as grandezas de influência X_i com (X_1, \dots, X_W) (variáveis de entrada) das quais Y depende. Desenvolve-se então um modelo matemático que relaciona a variável de saída e as variáveis de entrada e com base no conhecimento disponível atribui-se uma Função Densidade de Probabilidade (gaussiana, retangular, triangular, etc.) para cada X_i .

Na etapa de propagação, cada grandeza de entrada X_i possui uma FDP, com um intervalo no qual o limite inferior é definido pelo valor mais provável da fonte subtraído da sua respectiva incerteza-padrão estimada, e o limite superior é calculado pelo valor mais provável da mesma fonte de entrada adicionado da incerteza-padrão estimada. Em seguida é utilizado um programa computacional para realização de uma prova aleatória, obtendo-se desta forma um valor da variável de entrada em questão. Depois esta prova repete-se M vezes de modo que cada experimento seja independente dos outros. Assim é obtido um vetor de saída com M valores para cada variável de entrada X_i ($X_i(1), \dots, X_i(M)$). Finalmente são propagadas as FDPs de cada variável X_i através do modelo matemático para se obter M valores de saída Y ($Y(1), \dots, Y(M)$), bem como sua FDP.

O número de iterações a ser efetuado em cada simulação de Monte Carlo deve ser selecionado a priori. O GUM S1 recomenda que M inicial seja igual a 1 000 000. Assim sendo, não existe controle direto sobre o grau de aproximação dos resultados obtidos por meio da aplicação deste método. A razão disso é que o número de simulações necessário para

proporcionar um grau prescrito de aproximação dependerá da forma da função densidade de probabilidade da grandeza de saída e da probabilidade de abrangência requerida. Pode-se adicionar que os cálculos são de natureza estocástica, baseados em uma amostragem aleatória.

O valor M pode, ainda, não ser especificado com antecedência, mas determinado pela aplicação de uma regra de parada durante o cálculo. A regra de parada é aplicada periodicamente, a fim de decidir se a qualidade desejada dos resultados foi alcançada e, se este for o caso, o cálculo é encerrado (HARRIS; COX, 2014).

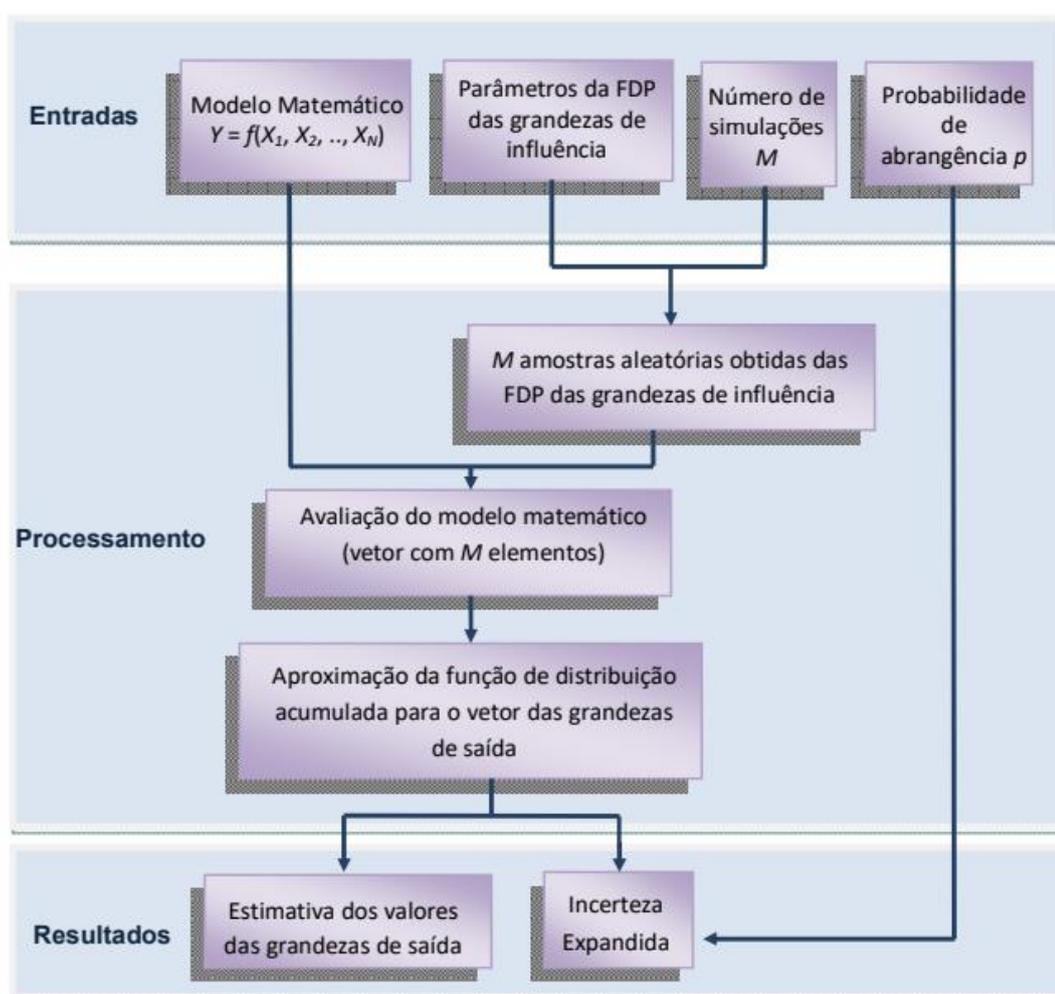


Figura 2.10 – Fluxograma simplificado do método MC (FERNANDES, 2014).

2.4.1. Avaliação da incerteza associada à resultados de ensaios mecânicos

Cada vez são mais frequentes os trabalhos que avaliam e declaram a incerteza associada aos parâmetros de saída de ensaios mecânicos. Modelos simplificados foram utilizados na avaliação da incerteza de medição associada à ensaios de tração via métodos

não-convencionais. Jeon et al (2009) obtiveram incertezas da aproximadamente 19 % para resistência ao escoamento e 10 % para resistência à tração. O ensaio de tração ainda foi foco de estudos mais recentes, como o de Kostic et al. (2021), que avaliaram a incerteza associada ao módulo de elasticidade a partir do método GUM para dois diferentes equipamentos de ensaio, o equipamento convencional acoplado de extensômetro (*Conventional Tensile Testing Device* - CTTD) e um equipamento em escala reduzida (*Small Laboratory Tensile Testing Device* - SLTTD). O primeiro apresentou valores médios de incerteza de 1,97 % enquanto o segundo apresentou valores ligeiramente menores, na faixa de 1,56 % para o módulo de elasticidade. Reis (2022) também avaliou a incerteza associada ao módulo de elasticidade a partir de ensaio de tração para corpos de prova cilíndricos e retangulares pelo método GUM. Nesse estudo foi utilizada uma máquina de teste universal da fabricante Instron® modelo 8801. Seus resultados foram da mesma ordem de grandeza do estudo de 2021. Para CPs cilíndricos a incerteza expandida representa 1,38 % da média, enquanto para corpos de prova retangulares esse valor é de 1,55 %.

O método GUM também foi utilizado para o cálculo de incerteza de medição referente ao ensaio de K_{Ic} por Fabricio et al. (2015). Tal estudo comprovou que a variabilidade dimensional dos corpos de prova proporcionou a maior contribuição dentre as demais variáveis de entrada. O método MC foi aplicado ao mesmo ensaio em um estudo posterior. Fabricio et al. (2017) obtiveram incertezas de medição associadas a K_{Ic} na ordem de 1 %, o que não se apresenta como significativo, de acordo com os autores.

Rodrigues (2020) avaliou a incerteza associada à tenacidade à fratura do aço AISI 4340 temperado e revenido (45 HRC) obtida por meio de ensaios SNTT utilizando os métodos de Monte Carlo e GUM. Como resultado deste estudo tem-se que a média do K_{Ic} foi de 102,2 MPa \sqrt{m} e a incerteza expandida de 1,8 MPa \sqrt{m} . Esta incerteza representa 1,8 % da média, indicando uma excelente qualidade dos valores de K_{Ic} .

Silva (2023) avaliou a incerteza associada à tenacidade à fratura obtida via método da Integral J. Para tanto foram utilizados os métodos GUM e MC. Os resultados obtidos mostraram que a incerteza expandida associada à tenacidade à fratura, considerando três corpos de prova fabricados em aço AISI 4340 (28 HRC), é 12,91 kJ/mm² representando 8,5 % do valor médio de J (152,18 J/mm²) com probabilidade de abrangência de 95,45 %. Foi constatado também que o cálculo da incerteza associada à tenacidade à fratura é um grande desafio considerando que foi necessário avaliar 19 mensurandos para obter o valor de J.

Marini (2020) apresenta uma estimativa empírica da incerteza de medição da DBTT que depende apenas das temperaturas de ensaio e do número de ensaios realizados a cada uma destas respectivas temperaturas. Foram executados 142 ensaios com faixa de temperaturas de - 196 °C a + 300 °C, o ajuste da curva de transição foi feito pelo método HT. O método

MC foi utilizado. Quatro diferentes definições de temperatura de transição foram avaliadas (T_{28J} , T_{41J} , T_{56J} e T_{68J}) e seus resultados de medição são, respectivamente: $-49,13 \pm 4,68$ °C, $-38,24 \pm 3,52$ °C, $-28,25 \pm 3,21$ °C e $-21,18 \pm 3,53$ °C. É verificado então que a incerteza de medição é proporcionalmente maior na T_{68J} , sendo igual a 16,67 % do valor médio. Também foi avaliada a incerteza de medição associada ao patamar superior, sendo igual a 2,74 % (4,47 J) do valor médio (163,00 J).

Switzner et. al (2023) desenvolveram três algoritmos para ajuste da curva de transição baseados no modelo da tangente hiperbólica. Para tanto, os autores tomaram como base valores de energia absorvida e porcentagem de fratura dúctil de 12 ensaios Charpy realizados em corpos de prova *sub-sized* (largura igual a 4,5 mm) do aço API-5L X52. Foram avaliadas seis temperaturas diferentes com dois ensaios em cada. O estudo ainda avaliou a incerteza de medição associada tanto à DBTT quanto ao patamar superior utilizando o método MC. Para valores de SFA o desvio-padrão foi determinado como 5 % do valor observado, definido como a média. Para KV, definiram o desvio-padrão mínimo de 0,6 J. Os resultados afirmam que o modelo escolhido para determinar o ajuste da curva influencia diretamente na incerteza associada à DBTT. Os autores verificaram que para o material avaliado o resultado de medição da DBTT é igual a $-64,5 \pm 3,5$ °C para o pior ajuste feito, com a incerteza representando 5,43 % do valor médio.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Neste capítulo, é apresentada a metodologia proposta para a avaliação da incerteza associada à temperatura de transição dúctil-frágil obtida via ensaio Charpy convencional, cuja geometria é 10 mm × 10 mm × 55 mm. Vale destacar que será considerada apenas a curva de transição construída a partir dos valores de KV_8 versus T. Para um melhor entendimento este capítulo foi dividido em sete tópicos: caracterização dos materiais, fabricação dos corpos de prova e verificação dimensional; realização dos ensaios Charpy convencional para determinar a energia absorvida (ou tenacidade ao impacto), ajuste da curva de transição dúctil-frágil e posterior determinação da temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT), avaliação da incerteza associada à energia absorvida e à temperatura de ensaio. Por fim foi realizada a avaliação da incerteza associada à DBTT. Para tanto, serão identificados os mensurandos que influenciam a incerteza associada à DBTT, assim como os sistemas de medição utilizados. Os modelos matemáticos para a avaliação da incerteza via método GUM e Monte Carlo também são apresentados. O detalhamento do cálculo das incertezas padrão associada às variáveis de entrada, assim como da incerteza padrão combinada e da expandida associada à DBTT é apresentado.

3.1. Caracterização dos materiais

A energia absorvida é influenciada por diversos parâmetros do material em questão, como sua composição química, fases microestruturais, presença de inclusões, entre outros. Dessa forma a caracterização se torna importante na análise do comportamento dúctil-frágil dos aços.

3.1.1. Análise de composição química

A composição química foi analisada via espectrometria por descarga luminescente, utilizando o espectrômetro da marca LECO, modelo GDS 500, com resolução de 0,001 % em peso. Os valores médios de composição química decorrentes das três medições realizadas podem ser observados na Tab. 3.1. Nesta tabela são apresentados ainda os valores do desvio padrão amostral para um nível de confiança de 95 %.

Tabela 3.1 - Valores médios resultantes da análise de composição química dos materiais ensaiados (% em peso).

Elemento	Material	
	AISI 4340 - 34 HRC	AISI 4340 - 40 HRC
Fe	Balanço	Balanço
C	0,425 ± 0,002	0,422 ± 0,002
Mn	0,717 ± 0,016	0,719 ± 0,014
Si	0,318 ± 0,004	0,315 ± 0,004
P	0,008 ± 0,000	0,008 ± 0,000
S	0,012 ± 0,002	0,015 ± 0,002
Cr	0,809 ± 0,004	0,820 ± 0,002
Ni	1,670 ± 0,012	1,670 ± 0,000
Mo	0,244 ± 0,010	0,246 ± 0,004
Al	0,019 ± 0,000	0,020 ± 0,000
Cu	0,111 ± 0,002	0,112 ± 0,002
Ti	0,004 ± 0,000	0,004 ± 0,000
V	0,005 ± 0,000	0,004 ± 0,000
B	0,001 ± 0,000	0,002 ± 0,000
Nb	-	-

O aço 4340 é classificado como tal de acordo com a norma ASTM A322 (ASTM, 2018) devido à sua composição química. Os dois níveis de dureza são consequência do tratamento térmico aplicado às barras. Ambas foram austenitizadas a 1000 °C por 1 hora, seguido de duplo revenimento em ciclos de 2 h cada, sendo a 500 °C para a maior dureza e 600 °C para a menor dureza. Ainda, a análise de composição química revela que o teor de enxofre (S) é relativamente alto, isto é, acima de 0,01 %. A concentração deste elemento pode levar à formação de inclusões não metálicas e consequentemente à influência nos valores de energia absorvida.

3.1.2. Análise metalográfica

A análise microestrutural da seção transversal das barras do aço AISI 4340 foi realizada utilizando microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para a primeira etapa foi utilizado o microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX51M, objetiva de 100 x de aumento, equipado com câmera digital Zeiss modelo AxioCam ICc5 para aquisição de imagens. Já para a segunda etapa foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – *Field Emission Gun*) da marca Zeiss, modelo Supra 40 acoplado com um espectrômetro de raios-X por energia dispersiva (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* - EDS) do fabricante Bruker, modelo XFLash 630M.

Para cada material foi retirada e analisada uma amostra. A preparação metalográfica das amostras utilizadas na análise microestrutural foi feita de forma usual, com lixamento e polimento. Durante o lixamento foram utilizadas lixas abrasivas SiC de 220, 600 e 1200 *mesh* e água como lubrificante. Posteriormente, foi realizado o polimento com pastas de diamante com granulometrias médias de 9 μm , 6 μm , 3 μm e 1 μm , em uma politriz manual Arotec, modelo E. O acabamento superficial foi obtido por polimento com sílica coloidal. Por fim, foi realizado um ataque químico utilizando Nital 2 %, por aproximadamente dez segundos.

As imagens decorrentes das análises possibilitam a determinação dos constituintes microestruturais, orientação de grãos e até presença de inclusões. As Figuras 3.1 e 3.2 apresentam a microestrutura observada para ambos os níveis de aumento, sendo predominantemente marstensítica e não é visível uma orientação dos grãos, como esperado. O processo fabril dos materiais analisados, fundidos a vácuo, é responsável pelo aumento da qualidade microestrutural, diminuindo a quantidade de inclusões que poderiam aumentar a dispersão dos resultados nos ensaios Charpy.

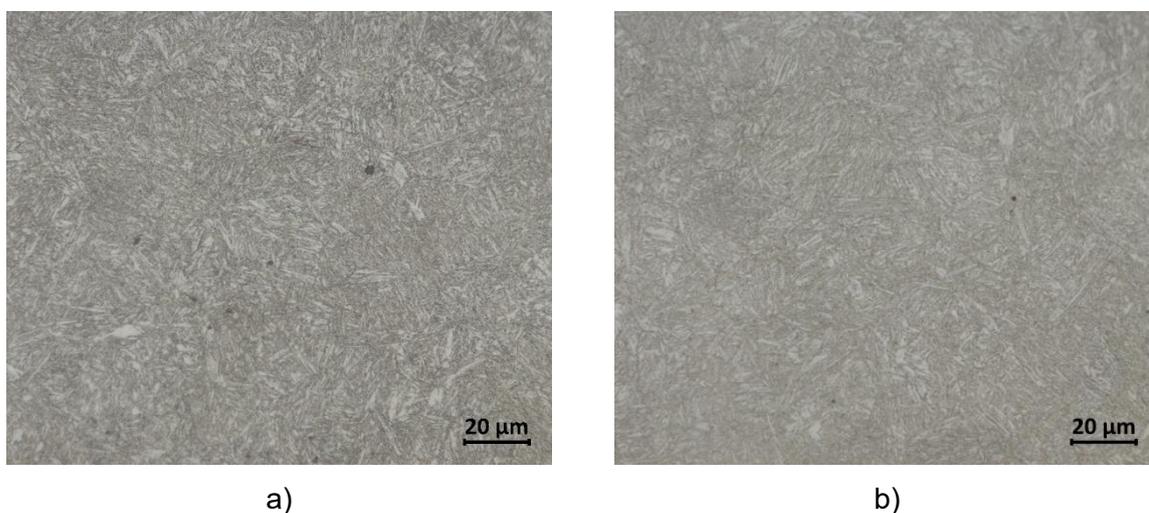


Figura 3.1 - Microestrutura obtida por microscopia ótica dos materiais. a) AISI 4340 – 34 HRC; b) AISI 4340 – 40 HRC.

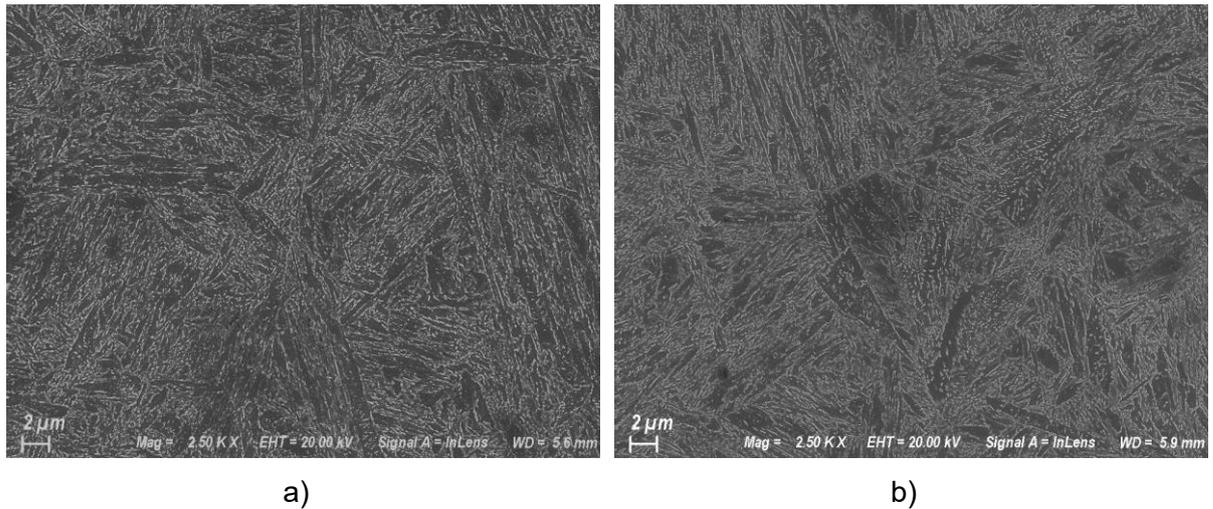


Figura 3.2 - Microestrutura obtida por microscopia eletrônica de varredura dos materiais a) AISI 4340 – 34 HRC; b) AISI 4340 – 40 HRC.

Durante a análise microestrutural, foram observadas inclusões de sulfeto de manganês (MnS) em ambos os aços, como apontando pela alta presença de S e Mn. Para o material AISI 4340-34 HRC, a Fig. 3.3 apresenta uma região de concentração dessas inclusões, assim como a qualificação química realizada via mapeamento de EDS. A contagem de raios-X ilustrada pela Fig. 3.4 confirma a composição química para as regiões 1 e 2, respectivamente, inclusão e matriz.

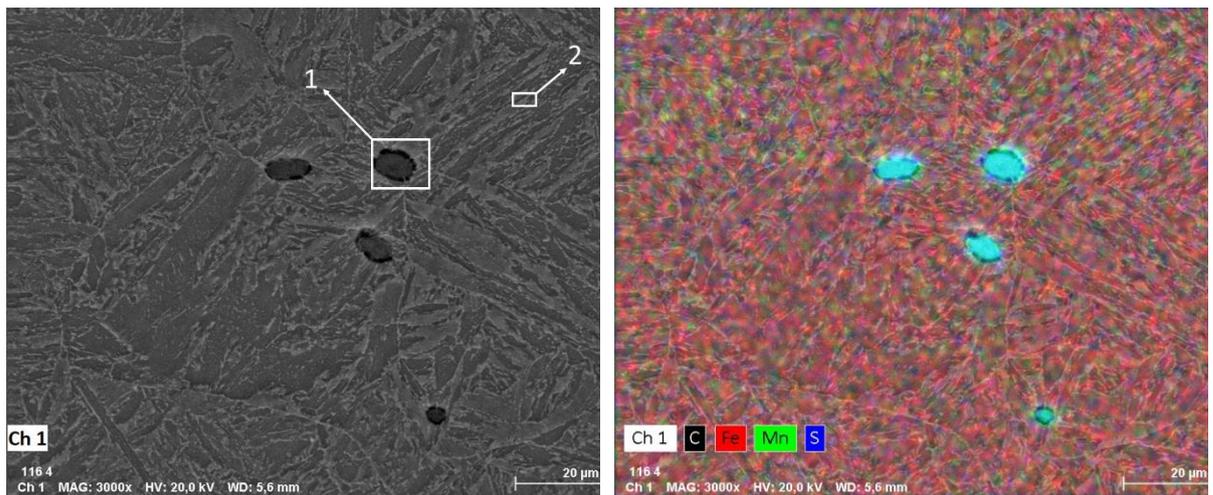


Figura 3.3 - Aglomerado de inclusões de MnS na microestrutura do aço 4340 - 34 HRC e sua respectiva qualificação química feita via mapeamento.

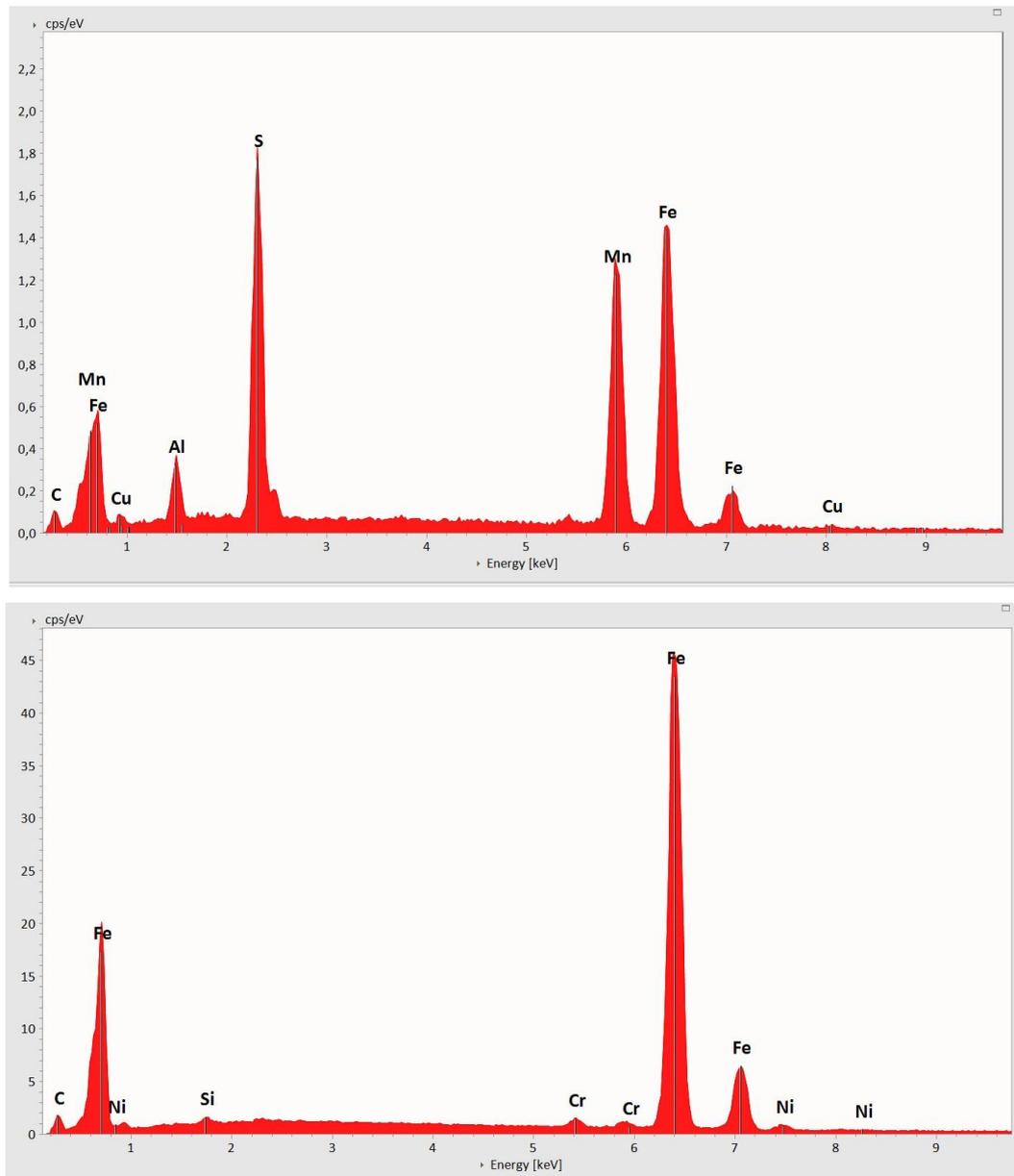


Figura 3.4 - EDS para regiões 1 (Inclusão) acima e 2 (Matriz) abaixo.

Para o aço AISI 4340-40 HRC também foram observadas inclusões de MnS. Dessa forma, a Fig. 3.5 apresenta uma região que ilustra um aglomerado de inclusões e seu respectivo mapeamento via EDS. Enquanto a Fig. 3.6 ilustra a contagem de raios-X característicos para as regiões 1 e 2, inclusão e matriz, respectivamente.

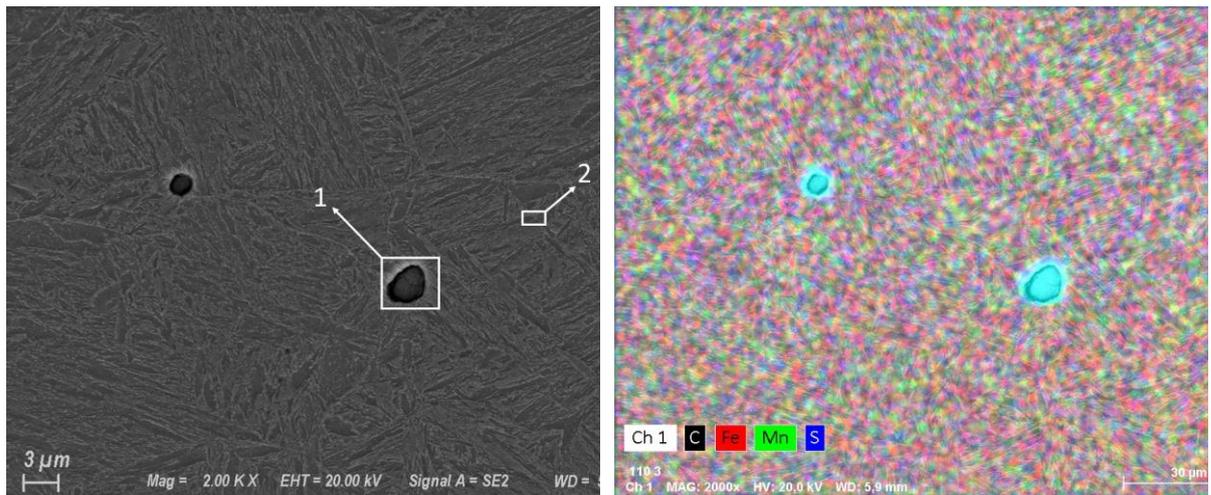


Figura 3.5 - Aglomerado de inclusões de MnS na microestrutura do aço 4340 - 40 HRC e sua respectiva qualificação química feita via mapeamento.

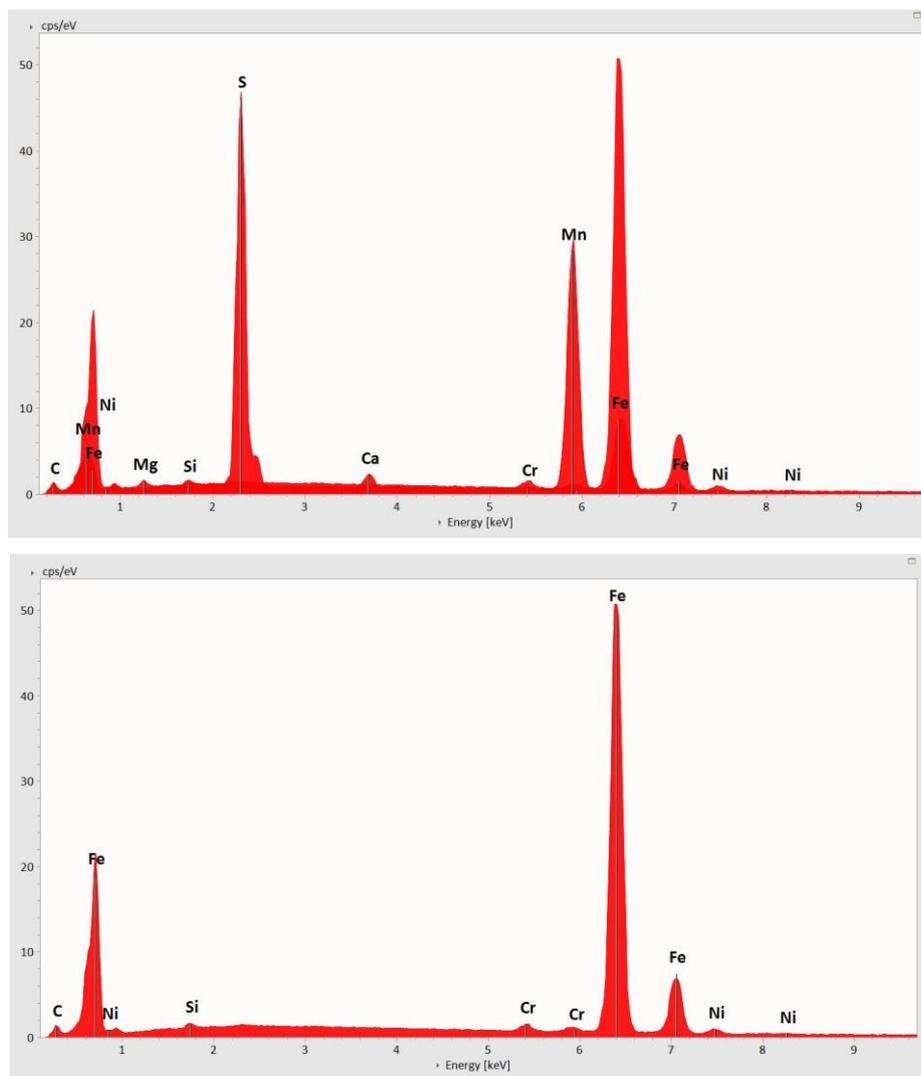


Figura 3.6 - EDS para regiões 1 (Inclusão) acima e 2 (Matriz) abaixo.

3.1.3. Propriedades mecânicas

A dureza Rockwell C foi medida com um durômetro Mitutoyo, da série Twintype Plus, modelo DT-20, com resolução de 0,1 HRC de acordo com a norma ASTM E18 (ASTM, 2020). O certificado de inspeção do durômetro se encontra no Anexo A, o qual declara uma incerteza de 0,4 HRC. Para cada material foram efetuadas cinco medições de dureza à temperatura ambiente de 20 ± 1 °C.

A Tabela 3.2 mostra os valores médios e o desvio padrão para um nível de confiança de 95 % da dureza Rockwell C para os aços avaliados. Como o material recebido é escasso, os valores de limite de escoamento foram fornecidos pelo Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF).

A partir dos resultados apresentados na Tab. 3.2 se conclui que a dureza do material é em média 2,2 HRC menor que o desejado em ambas as condições avaliadas. Entretanto, nesta dissertação, para esses materiais será considerada a nomenclatura inicialmente proposta: 4340 - 34 HRC e 4340 - 40 HRC.

Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas do material de referência 4340 (LAMEF).

Propriedades	4340 – 34 HRC	4340 – 40 HRC
Dureza (HRC)	$31,8 \pm 1,1$	$37,8 \pm 2,2$
Limite de Escoamento (MPa)	$928,9 \pm 5,1$	$1175,6 \pm 3,1$

3.2. Fabricação dos corpos de prova para ensaios Charpy convencional

A Figura 3.7 mostra a geometria e as dimensões dos corpos de prova Charpy convencional com entalhe em V, chamados de *Charpy V-notch* (CVN). As dimensões e respectivas tolerâncias estão dispostas na Tab. 3.3 conforme especificado pela norma ISO 148-1 (ISO, 2016).

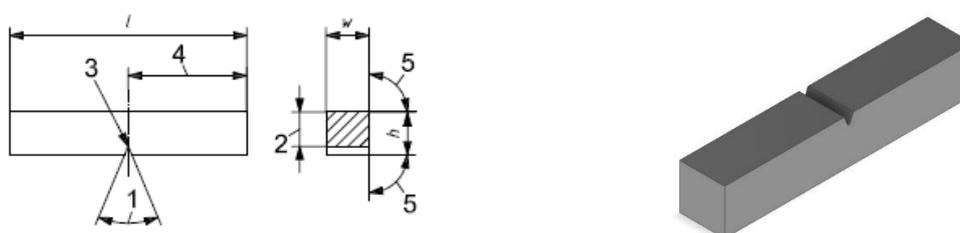


Figura 3.7 - Dimensões e geometria dos corpos de prova Charpy convencional (ISO 148-1, 2016). Os símbolos l , h , w e os números de 1 a 5 são referenciados na Tab. 3.3.

Tabela 3.3 - Dimensões, tolerâncias dimensionais e acabamento do CP Charpy convencional entalhados em V (ISO 148-1, 2016).

	Unidade	Símbolo e N°	Dimensão Nominal	Tolerância
Comprimento	mm	L	55	± 0,60
Largura	mm	W	10	± 0,075
Espessura	mm	B	10	± 0,11
Ângulo do entalhe	°	1	45	± 2
Comprimento do ligamento	mm	2	8	± 0,075
Raio do entalhe	mm	3	0,25	± 0,025
Centralização do entalhe	mm	4	27,5	± 0,42
Ângulo entre o plano de simetria do entalhe e o eixo longitudinal	°	-	90	± 2
Ângulo entre as faces longitudinais adjacentes	°	5	90	± 2
Rugosidade da superfície entalhada do CP e da oposta (Ra)	µm	-	≤ 5 Nota: menos para as extremidades do CP	-

Os corpos de prova foram retirados de barras cilíndricas do aço AISI 4340 em dois níveis de dureza (34 HRC e 40 HRC), com diâmetro de 63,5 mm, na direção L-R, sendo L a direção longitudinal e R a direção radial, referindo-se ao comprimento do corpo de prova e à direção do entalhe, respectivamente, de acordo com a norma ASTM E1823 (ASTM, 2021), considerando a fabricação em ¼ do raio a partir da superfície, conforme mostra a Fig. 3.8. A fabricação foi conduzida em uma máquina de eletroerosão a fio, modelo FW2U da fabricante AgieCharmilles.

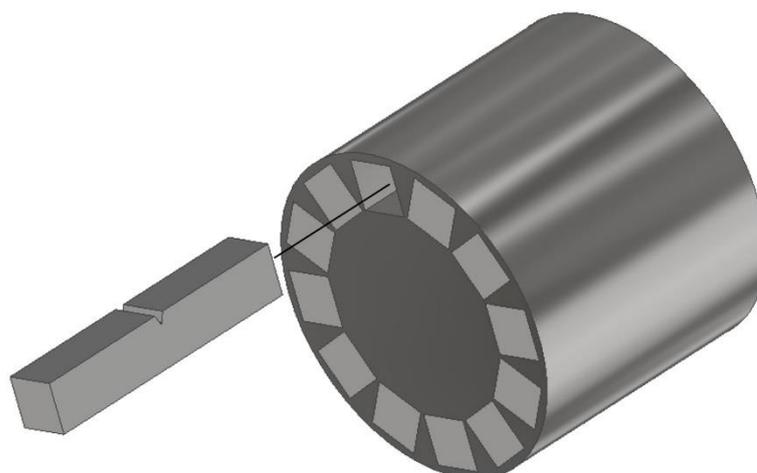


Figura 3.8 - Esquema de retirada de corpos de prova de uma barra cilíndrica de aço AISI 4340.

Com a finalidade de obtenção das tolerâncias previamente especificadas, as faces dos corpos de prova foram retificadas utilizando uma retífica tipo Blanchard modelo RG-280 da fabricante S. A. Yadoya. Os entalhes foram usinados por meio de uma brochadeira de bancada da fabricante RJW Ltd.

3.2.1. Verificação dimensional dos corpos de prova

A verificação dimensional dos corpos de prova foi realizada para verificar o atendimento das tolerâncias apresentadas anteriormente. Para tanto, a medição da profundidade, do raio e do ângulo do entalhe foi feita por meio de um microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX51M, equipado com câmera Carl Zeiss AxioCam ICc5 e *software* Carl Zeiss AxioVs40 V4.8.2. As medições da altura e da largura dos corpos de prova foram realizadas com um micrômetro para medidas externas digital com resolução de 0,001 mm e faixa nominal de 25 mm. O comprimento foi medido com paquímetro digital com resolução de 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm. Todas as medições foram executadas à temperatura ambiente de $22 \pm 1^\circ$. Para todos os mensurandos três ciclos de medição foram efetuados. Os resultados decorrentes das medições se encontram no Apêndice A.

3.3. Ensaio Charpy

Os ensaios Charpy foram realizados na máquina de impacto Charpy, modelo HIT450P, da fabricante Zwick Roell. Esta máquina tem capacidade máxima de 450 J e resolução 0,01 J. Possui um cutelo instrumentado com raio de 8 mm e faixa nominal para a força de 50 kN (Figura 3.9). O certificado de verificação da máquina de impacto se encontra no Anexo B.

Os ensaios de impacto Charpy foram executados de acordo com a norma ISO 14556 (ISO, 2023), também foram seguidos os procedimentos das normas ASTM E23a (ASTM, 2024), ASTM 2298 (ASTM, 2018), ISO 148-1 (ISO, 2016). Vale destacar que foi respeitado o intervalo máximo de 5 s entre a retirada do CP do meio de condicionamento e a execução do ensaio, levando em consideração que todos os meios utilizados são líquidos.



Figura 3.9 – Máquina de impacto Charpy instrumentada modelo HIT450P, Zwick Roell.

Os ensaios Charpy foram realizados na faixa de temperatura de $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $+200\text{ }^{\circ}\text{C}$ visando à obtenção das curvas de transição. Para condicionar os CPs foram utilizados três meios térmicos diferentes, como mostra a Fig. 3.10. Em ensaios realizados a temperaturas diferentes da ambiente, os CPs foram submersos nos diferentes meios de condicionamento térmico por, no mínimo, 5 minutos, juntamente com a pinça e transferidos para a máquina de ensaio dentro de 5 segundos. Esse procedimento seguiu as diretrizes propostas pela norma ISO 148-1 (ISO, 2016).

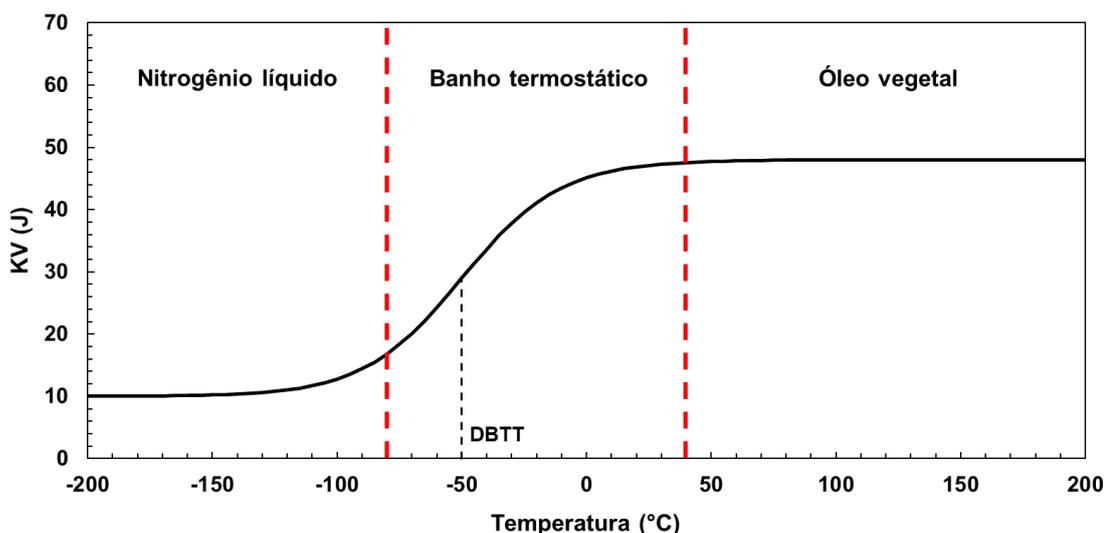


Figura 3.10 - Regiões de utilização de cada meio de condicionamento: i) Nitrogênio líquido; ii) Banho termostático e iii) Óleo vegetal.

Durante os ensaios foram medidos e registrados os valores de KV_8 e de temperatura. Também foram determinados os valores característicos de força que são utilizados no cálculo da SFA de acordo com as normas ISO 14556 (ISO, 2023) e ASTM E2298 (ASTM, 2018). Foram ensaiados 21 CPs para o aço de menor dureza (AISI 4340 – 34 HRC) e 20 CPs para o AISI 4340 – 40 HRC.

A Tabela 3.4 apresenta a quantidade de ensaios executados em cada temperatura. Vale destacar que não há uma metodologia definida e aceita para a determinação das temperaturas de ensaio, sendo altamente dependente da experiência do operador. Modelos computacionais estão sendo desenvolvidos para indicação de tais temperaturas. Contudo, neste trabalho o seguinte método foi adotado. Inicialmente foram executados ensaios a temperatura ambiente (26 °C) para ambos os materiais. Foi verificada em qual região da curva de transição o ensaio estaria, com base no seu valor de SFA. Para ambos a temperatura ambiente já identificava patamar superior ($SFA \geq 95 \%$). Então ensaios exploratórios foram feitos a fim de determinar o patamar inferior ($SFA \leq 5 \%$) em temperaturas de – 190 °C até – 100 °C. Considerando que a maior dispersão e, portanto, a maior incerteza associada à KV_8 é esperada na faixa de transição, nesta faixa foi realizada a maior quantidade de ensaios. Ainda, foram executados ensaios aquecidos para verificação da estabilidade no valor de KV_8 . Os meios de condicionamento estão detalhados a seguir.

Tabela 3.4 – Matriz de ensaios executados

Temperatura (°C)	Quantidade de ensaios (n)	
	4340 – 34 HRC	4340 – 40 HRC
26	3	5
0	1	1
-20	1	1
-40	3	1
-60	1	1
-80	1	1
-95	1	0
-100	1	1
-120	1	1
-140	1	1
-160	1	1
-180	1	1
-190	2	1
50	1	1
75	1	1
120	0	1
200	0	1

A faixa superior de temperaturas (40 °C até 200 °C) foi materializada utilizando óleo vegetal aquecido por meio de chapa de aquecimento modelo SP-167, da fabricante SP-Labor, com potência de 1600 W e capacidade de agitação de 20 L para homogeneização da temperatura por meio de barra magnética. Um sensor de temperatura modelo TM-210, com faixa nominal de -200 °C a 1760 °C e resolução de 0,1 °C foi utilizado para monitorar a temperatura. Seu certificado de calibração está disponível no Anexo C. A montagem do sistema é apresentada na Figura 3.11.

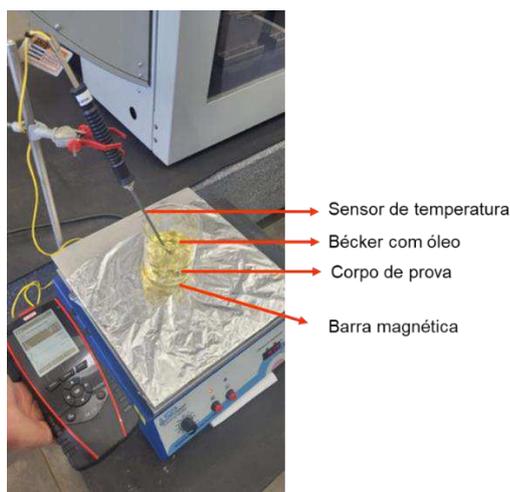


Figura 3.11 - Sistema de aquecimento dos corpos de prova Charpy.

Para temperaturas intermediárias ($-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $40\text{ }^{\circ}\text{C}$) foi utilizado álcool líquido em banho termostático como mostra a Figura 3.12. O banho térmico é do modelo DWY-80A classe 0.5, da fabricante Time Group Inc. Um sensor de temperatura com resolução de $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi utilizado para monitorar a temperatura do banho.



Figura 3.12 - Banho termostático para controle de temperatura entre $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

As temperaturas de $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ foram obtidas por meio da imersão dos CPs em nitrogênio líquido por 5 min. Em seguida, estes foram transferidos para a base do equipamento e um intervalo de tempo foi aguardado até o CP atingir a temperatura de interesse.

Há uma limitação em relação à materialização das temperaturas de interesse utilizando nitrogênio, uma vez que somente se tem controle em relação a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Desta forma o CP é resfriado até esta temperatura e um intervalo de tempo deve ser aguardado até que ele atinja a temperatura de interesse. Para definir os intervalos de tempo, um estudo foi

conduzido. Para tanto um CP Charpy convencional fabricado em aço AISI 4340, com furo central de 2,5 mm de diâmetro e 15 mm de profundidade, foi resfriado com nitrogênio líquido e sua temperatura foi monitorada por 250 segundos por meio de dois termopares do tipo K posicionados na superfície e no centro (próximo à raiz do entalhe). Dois ciclos de medição foram executados a temperatura ambiente (22 °C). Os resultados obtidos são mostrados na Figura 3.13.

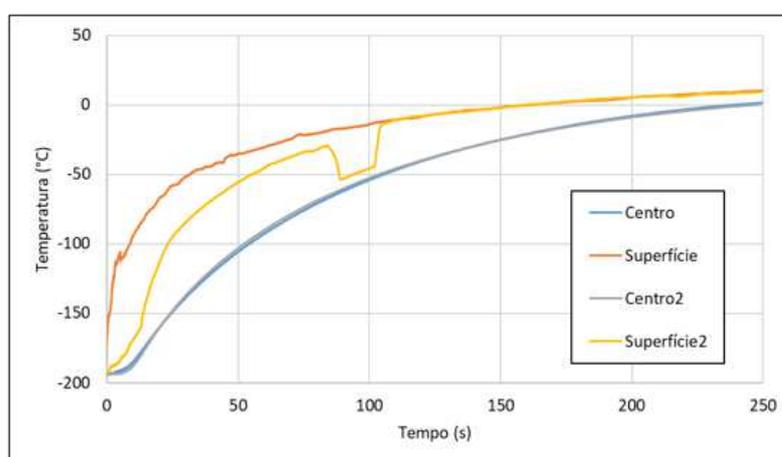


Figura 3.13 - Determinação das temperaturas entre - 190 °C e -80 °C em função do tempo.

A partir da Figura 3.13 se conclui que o CP aquece mais na superfície que no centro. Este resultado era esperado. Ainda, a temperatura do centro varia de forma similar para os dois ciclos realizadas, exibindo uma excelente repetibilidade, dada pela sobreposição das curvas. Por sua vez, a temperatura na superfície varia de forma diferenciada até os 100 segundos, muito provavelmente pelas influências aleatórias do ambiente. Após 100 segundos de retirada do CP do nitrogênio o comportamento de aumento da temperatura é similar. É visível uma falha na instrumentação para a segunda curva da temperatura na superfície entre 85 s e 105 s. Desta forma, para determinar os intervalos de tempo para cada temperatura foi considerada a média para os dados adquiridos no centro do CP.

3.4. Ajuste da curva de transição (*fitting*)

O ajuste da curva de transição (*fitting*) foi feito utilizando o *software* “*Transition Curve Fitting Tool*”, disponibilizado pelo *National Institute of Standards and Technology* (NIST). Cinco modelos podem ser utilizados para determinar a DBTT, entre eles o AHT, escolhido por proporcionar o menor RSME (*root mean square error* – somatório da raiz dos erros quadrados) referente ao formato da curva.

Lucon et al (2021) apontam que de acordo com o método escolhido AHT é necessário definir os parâmetros iniciais, sendo LS, US, DBTT, C e D para o método escolhido neste trabalho. Os parâmetros iniciais são determinados via planilha eletrônica (*Microsoft Excel*), também disponibilizada pelo NIST. Sua determinação assertiva garante a convergência do modelo, proporcionando um ajuste coerente mediante aos valores de $KV_8 \times T$. Dessa maneira, os procedimentos apontados pela Figura 3.14 foram seguidos para obtenção das respectivas curvas de transição.

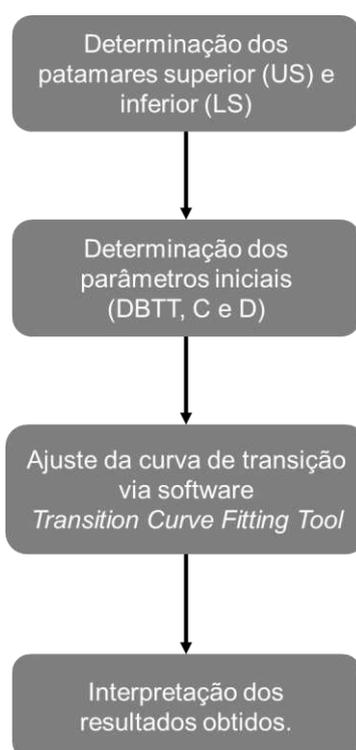


Figura 3.14 – Procedimento para ajuste da curva de transição (*fitting*)

3.4.1. Determinação dos patamares superior e inferior

Como apresentando na Fig. 3.14, o primeiro procedimento na determinação da curva de transição é a determinação dos patamares inferior e superior. No *software* utilizado, os valores definidos dos patamares podem ser fixados com valor fornecido pelo usuário ou podem ser variáveis, definidos então com base nas iterações realizadas. De acordo com o manual do *software*, indicado por Lucon et al (2021), os patamares foram definidos como fixos em todas as curvas ajustadas.

As normas que padronizam o ensaio Charpy em todas suas especificidades, como ASTM E23a (ASTM, 2023) e ISO 14556 (ISO, 2023) não determinam de forma clara como os patamares devem ser definidos. Porém, a norma E185 (ASTM, 2021), a qual refere-se à indústria nuclear, traz recomendações quanto à definição destes. Dessa forma, o patamar

inferior (LS) é definido como a média das energias absorvidas dos CPs cuja SFA foi menor ou igual a 5 %, ou seja, cuja fratura apresentou no mínimo 95 % de mecanismos frágeis. Já o patamar superior (US) foi definido como a média das energias absorvidas quando o cenário é o oposto, ou seja, para corpos de prova cuja SFA foi maior ou igual a 95 %. As Equações. (3.1 e 3.2) apresentam as médias especificadas, indicando que pelo menos em três temperaturas devem ser ensaiados CPs nos patamares superior e inferior. Por sua vez, $T_{5\%SFA}$ é a maior temperatura na qual todos os CPs apresentaram SFA menor que 5 %, sendo então o início do patamar inferior, já $T_{95\%SFA}$ é a menor temperatura na qual todos os CPs apresentaram SFA maior que 95 %, portanto é igual à temperatura de início do patamar superior. K_i é a média das energias em determinada temperatura enquanto n é o número de temperaturas ensaiadas.

$$US = \frac{\sum_{T_{95\%SFA}}^{T_{95\%SFA} + 83^{\circ}C} K_i}{n}, n \geq 3 \quad (3.1)$$

$$LS = \frac{\sum_{T_{5\%SFA}}^{T_{5\%SFA} - 83^{\circ}C} K_i}{n}, n \geq 3 \quad (3.2)$$

3.4.2. Determinação dos parâmetros iniciais e RMSE

Os parâmetros iniciais que devem ser inseridos no *software* são determinados através da planilha eletrônica *Establishment of initial values for Charpy regressions*, também disponibilizada pelo NIST. Seu uso se dá por um ajuste inicial feito de forma manual pelo usuário, determinando C, D e DBTT (parâmetros do modelo AHT) incrementalmente a fim de encontrar o conjunto que proporciona o menor RSME, resultando num ajuste mais assertivo.

Três parâmetros estatísticos (RMSE, *Akaike Information Criterion* - AIC e *Bayesian Information Criterion* - BIC) são apresentados pelo *software*, vale ressaltar que não há um critério para determinar se o modelo matemático escolhido está adequado ou não, mas aquele que apresentar o menor valor de RMSE é preferido. Também é fornecido um diagnóstico estatístico completo dos resultados obtidos ao final do ajuste da curva. São apresentados gráficos ilustrando os resíduos em virtude dos valores preditos pelo modelo, assim como em função da temperatura. Também é apresentado o gráfico resultante do teste de normalidade de Shapiro-Wilk e seus valores característicos de W e p. O relatório de *fitting* para os materiais analisados é apresentado nos Apêndices C e D.

3.5. Cálculo da incerteza associada à energia absorvida

A norma ISO 148-1 Anexo E (ISO, 2016) apresenta uma metodologia para o cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida para CPs Charpy. Nessa metodologia a geometria do CP não é levada em consideração, sendo o foco a máquina de impacto utilizada para o ensaio. A Figura 3.15 apresenta os fatores de influência associados à energia absorvida de acordo com esta norma.

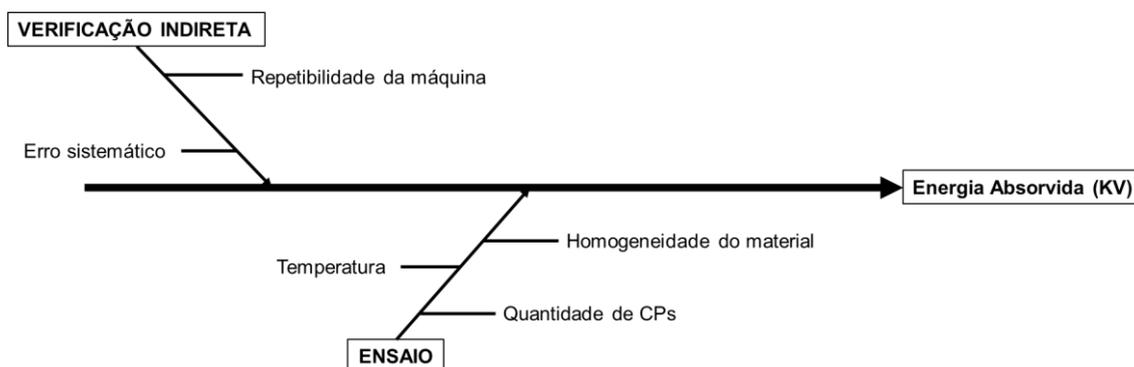


Figura 3.15 - Diagrama de Ishikawa com os fatores de influência associados à medição de KV_8 .

Na Figura 3.15 se observa que dois fatores principais devem ser considerados no cálculo da incerteza associada à \overline{KV} , quais sejam: variabilidade dos valores de energia obtidos durante os ensaios com os CPs do material em questão e a incerteza associada à verificação da máquina de impacto. Esta última é declarada no certificado de verificação da máquina Charpy HIT450P.

A incerteza padrão associada à \overline{KV} pode ser estimada pela Eq. (3.3). Para tanto uma avaliação do Tipo A é efetuada, considerando uma distribuição T-student e n-1 graus de liberdade. O desvio padrão dos valores de energia absorvida obtidos durante os ensaios dos CPs do material em questão é representado por s e n o número de ensaios efetuados.

$$u(\overline{KV}) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (3.3)$$

Importante ressaltar que apenas algumas temperaturas tiveram mais de um corpo de prova ensaiados. Para o aço AISI 4340 – 40 HRC apenas a temperatura ambiente (26 °C) possui $n > 1$, enquanto para o aço AISI 4340 – 34 HRC as temperaturas são: 26 °C, - 40 °C e - 190 °C. Nas demais, a incerteza associada à variabilidade das leituras foi calculada de acordo com a Eq. (3.4).

$$u(\overline{KV}) = \frac{R}{\sqrt{3}} \quad (3.4)$$

A incerteza associada à resolução da máquina de impacto (R) é calculada por meio de uma avaliação do Tipo B, considerando uma distribuição retangular e infinitos graus de liberdade, como indicado na Eq. (3.5).

$$u(R) = \frac{R}{2\sqrt{3}} \quad (3.5)$$

A incerteza padrão combinada associada à verificação indireta da máquina Charpy HIT450P ($u(KV_v)$) para os três níveis de energia avaliados é mostrada na Tab. 3.5. O número de graus de liberdade efetivos correspondente (ν_{KV_v}) também é declarado.

Tabela 3.5 - Incerteza padrão combinada ($u(KV_v)$) associada aos valores de erro obtidos na verificação indireta da máquina Charpy HIT450P e o número de graus de liberdade efetivos correspondente (ν_{KV_v}).

Nível de energia (J)	$u(KV_v)$ (J)	ν_{KV_v}	k_{KV_v}
18,2 (SRM 2113)	0,45	6,12	2,45
105,3 (SRM 2112)	0,87	5,08	2,57
197,8 (SRM 2098)	3,93	4,41	2,78

Por fim, a incerteza padrão combinada associada aos valores de energia ($u(KV)$) obtidos durante os ensaios é determinada pela Eq. (3.6).

$$u_c(KV) = \sqrt{\left(\frac{s}{\sqrt{n}}\right)^2 + \left(\frac{R}{2\sqrt{3}}\right)^2 + u_{KV_v}^2} \quad (3.6)$$

3.6. Cálculo da incerteza associada à temperatura de ensaio

A norma ISO 148-1 Anexo E (ISO, 2016) indica que a incerteza associada à temperatura de ensaio deve ser avaliada em separado e não em contribuição direta com a incerteza associada à KV, mesmo que ambas possuem relação direta. É importante ressaltar que os

cálculos de incertezas padrão de um conjunto de ensaios Charpy são comumente aplicados a conjuntos de ensaios realizados a uma mesma temperatura e não à curva de transição como um todo. A Figura 3.16 mostra que cada ponto (KV versus T) tem uma região de incerteza com formato de elipse. No eixo horizontal está a incerteza associada à temperatura e no eixo vertical a incerteza associada à KV₈.

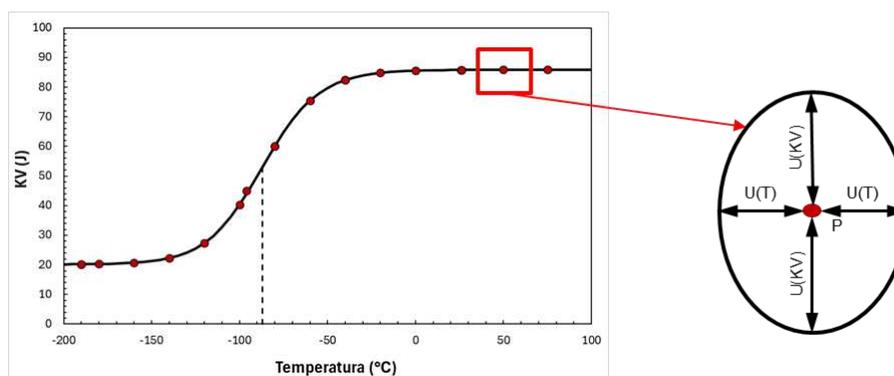


Figura 3.16 – Exemplo da influência das incertezas associadas à temperatura ($U(T)$) e à energia absorvida ($U(KV)$) nos eixos x e y, respectivamente.

Como mencionado, três meios de condicionamento térmico são utilizados e, portanto, as incertezas associadas às temperaturas materializadas pelos diferentes meios devem ser calculadas de forma diferenciada. Toda a instrumentação utilizada nos ensaios estava calibrada com exceção do banho termostático, utilizado para materializar as temperaturas na faixa de -80 °C a $+40\text{ °C}$. Desta forma, este foi previamente calibrado.

3.6.1. Calibração do banho termostático

O banho termostático foi calibrado de -40 °C a $+40\text{ °C}$ em intervalos igualmente espaçados de 10 °C . Para tanto utilizou-se como referência um termômetro, do fabricante Salcas, modelo TM-210, calibrado pelo Laboratório de Termometria da Consistec (CR-02153/19). Este foi acoplado com a termoresistência TR PT100, como mostra a Fig. 3.17. O conjunto tem resolução de $0,01\text{ °C}$ e faixa nominal de -40 °C a $+1760\text{ °C}$, o mesmo utilizado para monitorar a temperatura durante o aquecimento dos CP. A ponteira da termoresistência foi imersa em álcool líquido utilizado como meio de condução do banho.

Durante a calibração, a temperatura de interesse foi selecionada no banho e foi efetuada a leitura no termômetro de referência 5 minutos após o banho termostático acusar a temperatura desejada. Foram executados três ciclos de medição (3 idas e 3 voltas) para avaliação da tendência, da repetibilidade, da histerese, da não linearidade e da incerteza.

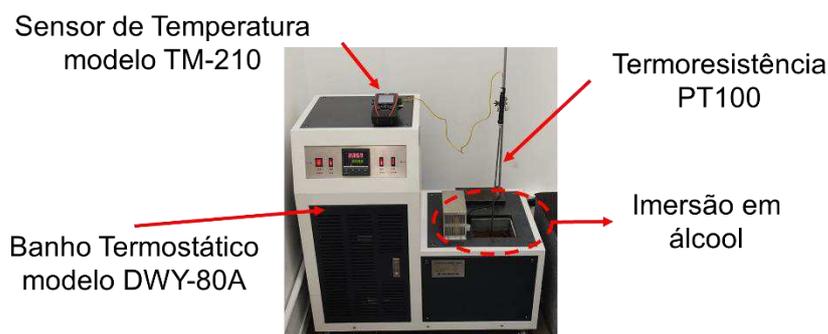


Figura 3.17 - Montagem experimental para calibração do banho termostático.

A incerteza associada à calibração do banho também foi calculada de acordo com o método GUM. Três variáveis de entrada foram identificadas com influência no mensurando - temperatura do banho (T_B), sendo elas: \bar{x}_B (variabilidade dos valores de temperatura), R_B (resolução do banho termostático) e C_{ref} (incerteza da calibração do sistema de referência). O modelo matemático é apresentado na Eq. (3.7).

$$T_B = \bar{x}_B + \Delta R_B + \Delta C_{ref} \quad (3.7)$$

A Tabela 3.6 apresenta as informações mais importantes sobre o cálculo da incerteza-padrão das variáveis de entrada, sendo: equação para cálculo, distribuição de probabilidade (DP) e número de graus de liberdade (ν). O desvio-padrão é representado por s , enquanto n representa o número de observações do mensurando, $U(C_{ref})$ é a incerteza expandida declarada no certificado de calibração do termômetro referência e $k(C_{ref})$ é o fator de abrangência correspondente.

Tabela 3.6 - Incertezas padrão associadas a todas as variáveis de entrada

Variável de entrada	Incerteza-padrão	FDP	Tipo de avaliação	ν
Variabilidade das leituras	$u_c(\bar{x}) = \frac{s}{\sqrt{n}}$	t-student	A	$n-1 = 2$
Resolução do sistema de medição	$u_c(\Delta R_B) = \frac{R}{2 \cdot \sqrt{3}}$	retangular	B	∞
Incerteza da calibração do sistema de referência	$u_c(\Delta C_{ref}) = \frac{U(C_{ref})}{k(C_{ref})}$	t-student	B	∞

Em seguida aplicou-se a lei de propagação de incertezas no modelo matemático, desta forma a Eq. (3.8) foi obtida.

$$u_c(T_B) = \sqrt{u_c^2(\bar{x}_B) + u_c^2(\Delta R_B) + u_c^2(\Delta C_{ref})} \quad (3.8)$$

Também foram calculados a incerteza padrão combinada associada a cada valor de T_B e o número de graus de liberdade efetivos para posteriormente determinar o fator de abrangência (k_B) para uma probabilidade de abrangência de 95 %. Por fim, foi efetuado o cálculo da incerteza expandida ($U_c(T_B)$), multiplicando-se a incerteza-padrão combinada pelo fator de abrangência.

Com a calibração do banho feita e seu certificado emitido (Apêndice E), é possível avaliar a incerteza associada às temperaturas de ensaio contempladas nesta faixa de operação. Três fatores de influência são identificados: i) variabilidade das leituras (\bar{T}); ii) resolução do banho (R_B) e iii) incerteza associada à calibração ($u_c(T_B)$). Desta forma, a Eq. (3.9) apresenta a incerteza-padrão combinada para medição de temperaturas materializadas via banho termostático.

$$u(T_B) = \sqrt{u^2(\bar{T}) + u^2(R_B) + u_c^2(T_B)} \quad (3.9)$$

Para as outras temperaturas, materializadas por diferentes meios, também tiveram suas incertezas de medição calculadas de maneira similar como efetuado para o banho termostático. Os fatores de influência considerados em ambos os casos foram as mesmas. Contudo, para o aquecimento em óleo vegetal apenas uma medição foi efetuada, desta forma a parcela referente à variabilidade das leituras foi substituída pela resolução do termômetro TM-210 (R_{TM}) dividida por $\sqrt{3}$. Com isso, para o cálculo da incerteza associada às temperaturas contempladas via aquecimento com óleo vegetal e resfriamento com N_2 (liq.), tomou-se como base as Eqs. (3.10) e (3.11), respectivamente.

$$u(T_{TM}) = \sqrt{\left(\frac{R_{TM}}{\sqrt{3}}\right)^2 + u^2(R_{TM}) + u_c^2(TM)} \quad (3.10)$$

$$u(T_{N_2 \text{ liq}}) = \sqrt{u^2(\bar{T}) + u^2(R_{Term_k}) + u_c^2(Term_k)} \quad (3.11)$$

3.7. Cálculo da incerteza associada à temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT)

A incerteza associada à DBTT foi calculada utilizando o método de Monte Carlo. Para tanto a equação do método da AHT foi tomada como base, Eq. (2.1). Esta equação permite determinar a KV em função da T. Como o mensurando de interesse neste estudo é a DBTT foi necessário fazer as devidas manipulações de forma a obter a Equação (3.12). Se observa que este modelo é de média complexidade o que justifica a utilização deste método.

$$DBTT = T - \left[\frac{1}{2} \cdot \ln \left(\frac{1 + \left(\frac{KV - A}{B} \right)}{1 - \left(\frac{KV - A}{B} \right)} \right) \right] \cdot (C - D \cdot T) \quad (3.12)$$

Para efeitos de simplificação, na Eq. (3.12) foi proposta a utilização de duas variáveis A e B. Estas são calculadas em função de LS e US como mostram as Eqs. (3.13) e (3.14).

$$A = \frac{US + LS}{2} \quad (3.13)$$

$$B = \frac{US - LS}{2} \quad (3.14)$$

O *software* Microsoft Excel® foi utilizado para efetuar a simulação. Foram realizadas 1 000 000 de iterações e os valores simulados foram propagados utilizando a Eq. (3.12). Quando os valores simulados de todas as variáveis de entrada forem gerados, é necessário propagá-los utilizando o modelo matemático da medição. Desta forma são obtidos os valores do mensurando. Em seguida, deve ser construído um histograma para verificar se os valores simulados do mensurando estão normalmente distribuídos.

A normalidade dos valores do mensurando foi verificada, ainda por meio do coeficiente de assimetria e da curtose. Considerando uma distribuição normal ideal, os valores do coeficiente de assimetria e da curtose assumem 0 e 3, respectivamente. Adicionalmente neste trabalho o teste de Kolmogorov-Smirnov foi utilizado para verificar a normalidade. Para tanto o *software* Microsoft Excel® foi utilizado.

Na Tabela 3.7 são mostradas as principais informações relacionadas às variáveis presentes na Eq. (3.12) e que foram utilizadas no cálculo da incerteza padrão.

Tabela 3.7 – Cálculo das incertezas padrão das variáveis de entrada

Variável	Incerteza padrão	FDP
LS	$u_{KV}(LS) = \sqrt{\left(\frac{s_{LS}}{\sqrt{n_{LS}}}\right)^2 + \left(\frac{R}{2\sqrt{3}}\right)^2 + u_V^2}$	Normal
US	$u_{KV}(US) = \sqrt{\left(\frac{s_{US}}{\sqrt{n_{US}}}\right)^2 + \left(\frac{R}{2\sqrt{3}}\right)^2 + u_V^2}$	Normal
T	De acordo com o meio utilizado	Normal
KV	$u_c(KV) = \sqrt{\left(\frac{s}{\sqrt{n}}\right)^2 + \left(\frac{R}{2\sqrt{3}}\right)^2 + u_{KV_v}^2}$	Normal
C	5 %	Retangular
D	5 %	Retangular

Se a normalidade dos valores simulados for confirmada, então, basta calcular o desvio padrão populacional para determinar a incerteza-padrão combinada associada ao mensurando (DBTT). A incerteza expandida, com nível de abrangência de 95,45 % é obtida ao multiplicar a incerteza-padrão combinada pelo fator de abrangência igual a 2,00.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos e suas respectivas discussões. Inicialmente são apresentados os resultados decorrentes dos ensaios Charpy, em seguida os resultados do ajuste da curva de transição e assim obtenção do valor de temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT) via modelo AHT. A seguir, os resultados de incerteza associada tanto à energia absorvida (KV_8) quanto à temperatura de ensaio (T), ambos calculados via método GUM. Por fim, são apresentados os resultados referentes ao cálculo da incerteza associada à DBTT via método de Monte Carlo.

São apresentados os valores de medição, suas respectivas médias e desvios padrão para mensurandos cuja incerteza foi determinada via GUM. Também são apresentadas tabelas resumo contendo informações cruciais sobre o cálculo da incerteza, mostrando suas respectivas contribuições no cálculo final. Já para a avaliação da DBTT via MC, apresenta-se os histogramas, seus valores de *skewness* e de *kurtoses*, bem como a incerteza expandida associada. Por fim é apresentado o teste de *Kolmogorov-Smirnov*, confirmando a normalidade dos dados

4.1. Resultados dos ensaios Charpy convencional

As Tabelas 4.1 e 4.2 apresentam os resultados Charpy convencional para ambos os materiais avaliados. Apresenta-se o valor de energia absorvida, temperatura de ensaio e também de SFA, sendo esta avaliada tanto via instrumentação quanto via óptica ($SFA_{opt.}$ e $SFA_{inst.}$). O Apêndice B apresenta algumas fractografias obtidas. Também é identificado em qual região da curva de transição dúctil-frágil o ensaio está localizado.

Tabela 4.1 - Resumo dos resultados de ensaio de impacto Charpy para o material AISI 4340 - 34 HRC.

Temperatura de Ensaio (°C)	Energia Absorvida (KV₈) (J)	SFA (%)	Região
-190,0	15,86	0	LS
	16,21	0	LS
-180,0	18,60	3	LS
-160,0	23,73	10	Transição
-140,0	26,28	10	Transição
-120,0	26,58	15	Transição
-100,0	36,36	20	Transição
-95,0	44,56	70	Transição
-80,0	67,60	90	Transição
-60,0	76,76	100	US
-40,0	81,67	100	US
	82,28	100	US
	78,93	100	US
-20,0	82,61	100	US
0,0	88,59	100	US
26,0	91,47	100	US
	88,29	100	US
	87,96	100	US
50	93,44	100	US
75	93,27	100	US

Tabela 4.2 - Resumo dos resultados de ensaio de impacto Charpy para o material AISI 4340 - 40 HRC.

Temperatura de Ensaio (°C)	Energia Absorvida (KV₈) (J)	SFA (%)	Região
-190,0	9,35	3	LS
-180,0	15,60	5	LS
-160,0	18,62	5	LS
-140,0	18,67	5	LS
-120,0	17,76	5	LS
-100,0	18,12	5	LS
-80,0	22,05	20	Transição
-60,0	23,12	20	Transição
-40,0	31,47	40	Transição
-20,0	36,36	100	US
0,0	41,07	100	US
26,0	44,31	100	US
	46,46	100	US
	46,69	100	US
	45,93	100	US
	45,12	100	US
50	46,05	100	US
75	48,32	100	US
120,0	54,34	100	US
200,0	57,40	100	US

Nas Tabelas 4.1 e 4.2 algumas considerações devem ser feitas. Para ambos os materiais verifica-se que poucos ensaios foram executados na faixa de transição, o que é uma dificuldade observada durante o planejamento experimental, que por sua vez é feito ao longo do trabalho com base em ensaios já executados. Também é notável a diferença entre a quantidade de ensaios executados no patamar superior e inferior. Ensaios realizados com

CPs aquecidos são facilitados pela montagem utilizando chapa aquecida e óleo vegetal, enquanto ensaios resfriados via N_2 (líq.) são dificultados pela falta de controle de temperatura em tempo real.

As respectivas curvas de transição dúctil-frágil para os materiais, levando em conta os valores de KV_8 são mostrados na Fig. 4.1. Vale destacar que o ajuste foi feito utilizando o método AHT.

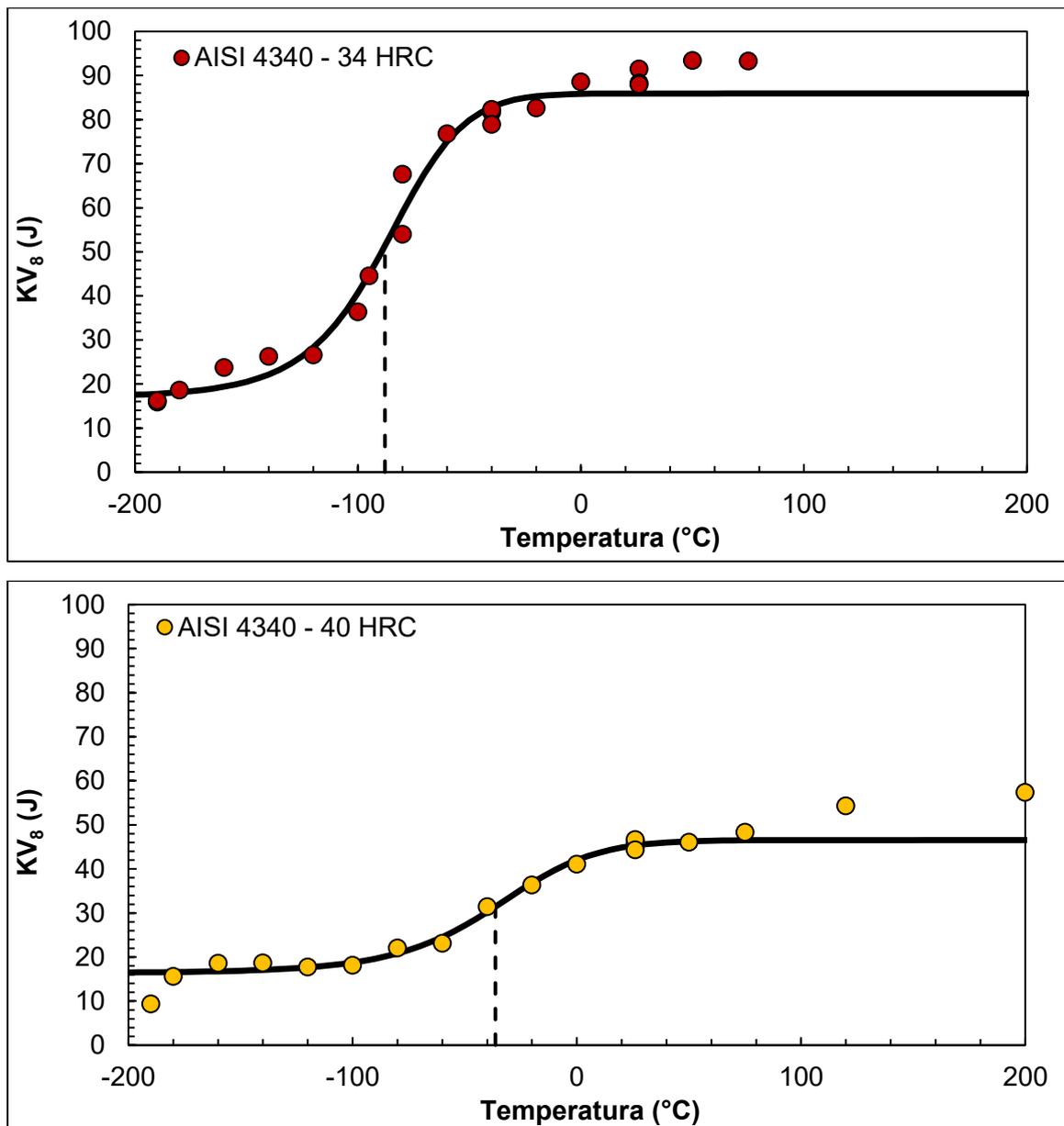


Figura 4.1 - Curvas de transição dúctil-frágil para os materiais AISI 4340 – 34 HRC (acima) e 40 HRC (abaixo), considerando os valores de KV_8 .

A Tabela 4.3 apresenta um resumo das variáveis de saída após o ajuste da curva de transição, i.e., DBTT, US e LS. A validação do ajuste da curva é feita por meio do RSME conforme Tab. 4.4, que é menor para o material cuja dureza é 40 HRC.

Destaca-se que o nível de energia absorvida no patamar inferior para ambos os materiais é muito próximo, sendo diferente no patamar superior. A diferença entre o material de menor dureza (maior tenacidade) é de 3,20 % e 46,99 %, para os respectivos patamares (Fig. 4.3). O desvio padrão para um nível de confiança de 95 % também é indicado pela Tab. 4.3. Ainda, a DBTT para o aço de menor dureza foi 57,75 % menor como visto na Fig. 4.2, e ambos apresentaram comportamento completamente dúctil à temperatura ambiente.

Tabela 4.3 - Resumo das variáveis de saída após *fitting* utilizando método AHT.

Material	DBTT (°C)	LS (J)	US (J)
AISI 4340 - 34 HRC	- 87,86	16,89 ± 1,49	85,93 ± 11,55
AISI 4340 - 40 HRC	-36,62	16,35 ± 7,22	45,55 ± 11,37

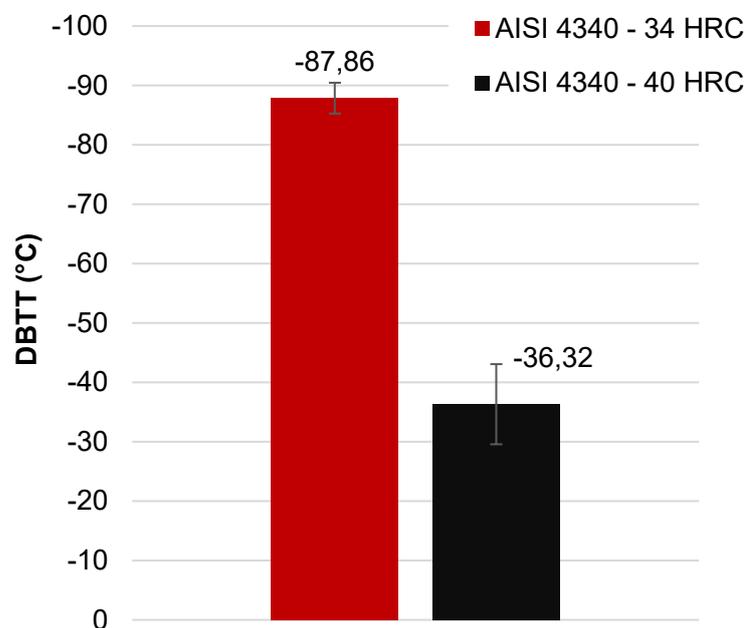


Figura 4.2 - Valores da DBTT para ambos os materiais. As barras de erro retornam o erro-padrão (*Standard Error*) fornecido pelo *software* utilizado.

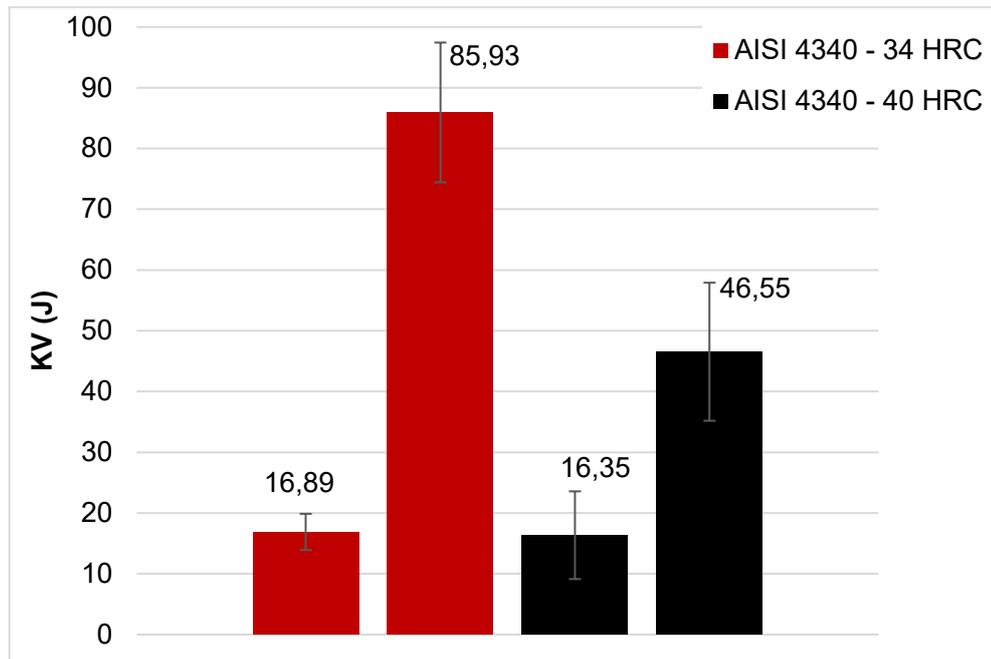


Figura 4.3 – Valores de energia absorvida dos patamares inferior e superior para ambos os materiais. As barras de erro retornam o desvio padrão para um nível de confiança de 95 %.

Tabela 4.4 - Resumo dos parâmetros do método AHT.

Material	RSME (J)	C (°C)	D (°C ⁻¹)
AISI 4340 - 34 HRC	4,402	27,19	-0,1055
AISI 4340 - 40 HRC	3,847	41,78	-0,0996

O parâmetro C auxilia na compreensão da largura da faixa de transição, que por sua vez é maior para o aço AISI 4340 – 40 HRC, sendo de aproximadamente 82 °C, enquanto para o aço AISI 4340 – 34 HRC é de 54 °C.

Algumas curvas instrumentadas são apresentadas na Fig. 4.4, como exemplo prático. Destaca-se para a diferença do comportamento entre os patamares superior (tipo F), inferior (tipo A) e transição (tipo C), assim como a relação destas com as apresentadas pela norma ISO 14556 (ISO, 2023).

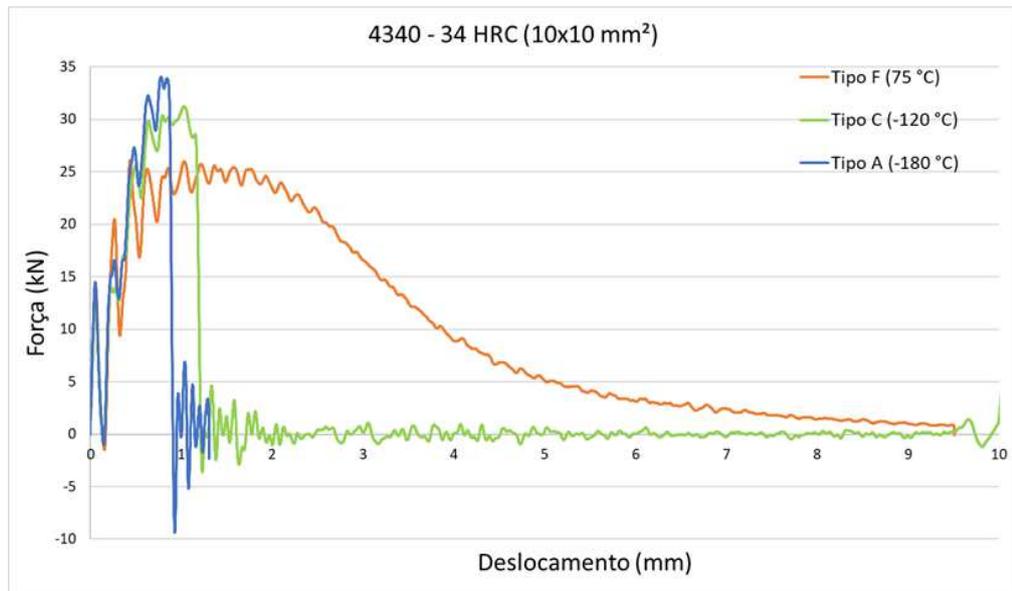


Figura 4.4 - Curvas instrumentadas para o material AISI 4340 no menor nível de dureza.

4.2. Resultados do cálculo de incerteza associada à energia absorvida

A incerteza associada à energia absorvida foi avaliada de acordo com a metodologia indicada pela norma ISO 148-1 Anexo E (ISO, 2016). Para tanto, os fatores de influência se resumem à variabilidade das leituras, resolução da máquina Charpy HIT450P e incerteza associada à verificação indireta. A Tabela 4.5 mostra os resultados obtidos para o cálculo da incerteza associada à energia absorvida para as temperaturas mencionadas. Para valores de energia atrelados a somente um ensaio, $u(\overline{KV}) = 0,06 \text{ J}$.

Os valores da incerteza associada à variabilidade das leituras ($u(\overline{KV})$) apresentados pela Tab. 4.5 são pelo menos uma ordem de grandeza maior que a avaliação nos pontos onde $n = 1$. Dessa forma, é importante que haja replicação de ensaios a uma mesma temperatura sempre que possível, mesmo que a fabricação de corpos de prova e disponibilidade de material sejam desafios constantes em projetos de engenharia.

Tabela 4.5 - Resultados obtidos para valores de Energia Absorvida (KV₈).

Material	Temperatura (°C)	KV ₈ (J)	Média (J)	s (J)	u(KV) (J)
AISI 4340 - 34 HRC	-190	15,86	16,04	0,2475	0,1750
		16,21			
	-40	81,67	80,96	1,7843	1,0301
		82,28			
		78,93			
		91,47			
26	88,29	89,24	1,9383	1,1191	
	87,96				
AISI 4340 - 40 HRC	26	44,31	45,70	0,9848	0,4404
		46,46			
		46,69			
		45,93			
		45,12			

A segunda parcela do cálculo da incerteza associada à energia absorvida, resolução da máquina ($u(R)$), se mantém constante para todos os ensaios uma vez que o equipamento de ensaio não é alterado, Eq. (4.1). A norma menciona que tal parcela pode ser desconsiderada quando a resolução é de um valor aceitável.

$$u(R) = \frac{R}{2\sqrt{3}} = \frac{0,01}{2\sqrt{3}} = 0,0029 \text{ J} \quad (4.1)$$

Já a incerteza padrão associada à verificação indireta apresenta três níveis, conforme Tab. 3.5. Para valores de energia medidos até 61,75 J utilizou-se $u_{V_{18,20J}} = 0,45 \text{ J}$. Para valores acima dessa marca, medidos somente para o patamar superior do aço AISI 4340 – 34 HRC, utilizou-se $u_{V_{105,30J}} = 0,87 \text{ J}$.

Portanto, as Tabs. 4.6 e 4.7 apresentam um resumo dos valores de incerteza associada à energia absorvida para pontos onde somente um ensaio foi executado considerando os dois níveis de verificação. Ainda é válido mencionar que nesses pontos o fator material não é

levado em consideração, podendo ser uma fonte de erros em tal avaliação. A contribuição é calculada para verificação de qual variável de entrada apresenta maior influência.

Tabela 4.6 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida considerando o nível inferior de verificação indireta.

Variável de Entrada	TA	DP	GL	CS	u (J)	Contribuição (%)
\bar{KV}	A	T	1	1	0,0577	1,62
R	B	R	∞	1	0,0029	0,01
$KV_{18,20J}$	A	T	6,12	1	0,4500	98,37
Incerteza padrão combinada ($u_c(KV)$), em J					0,4537	
Graus de liberdade efetivos da medição ($v_{eff}(KV)$)					6,32	
Fator de abrangência da medição ($k_{95\%}(KV)$)					2,45	
Incerteza expandida, em J					1,1115	

Tabela 4.7 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida considerando o nível intermediário de verificação indireta.

Variável de Entrada	TA	DP	GL	CS	u (J)	Contribuição (%)
\bar{KV}	A	T	1	1	0,0577	0,44
R	B	R	∞	1	0,0029	0,00
$KV_{105,30J}$	A	T	5,08	1	0,8700	99,56
Incerteza padrão combinada ($u_c(KV)$), em J					0,8719	
Graus de liberdade efetivos da medição ($v_{eff}(KV)$)					6,32	
Fator de abrangência da medição ($k_{95\%}(KV)$)					2,45	
Incerteza expandida, em J					2,1362	

Já a incerteza de medição de energia absorvida para os pontos onde foram executados mais do que um ensaio é apresentada na Tab. 4.8 de acordo com o material e temperatura de ensaio. Vale destacar que todas as incertezas associadas às variáveis de entrada estão em Joules (J), assim como a incerteza-padrão combinada e a incerteza expandida (U (KV)). A Tabela 4.9. ilustra, em separado, a contribuição de cada variável de entrada para fins de melhor disponibilidade dos dados.

Tabela 4.8 - Resumo com os dados referentes ao cálculo da incerteza de medição associada à energia absorvida para pontos com $n > 1$.

Material	Temp. (°C)	$u(\overline{KV})$	$u(R)$	u_V	$u_c(KV)$	v_{eff}	$k_{95\%}$	$U (KV)$
	-190	0,1750	0,0029	0,4500	0,4828	7,12	2,36	1,1395
AISI 4340 - 34 HRC	-40	1,0301	0,0029	0,4500	1,3484	5,80	2,45	3,3035
	26	1,1191	0,0029	0,4500	1,4175	5,10	2,57	3,6429
AISI 4340 - 40 HRC	26	0,4404	0,0029	0,4500	0,6297	8,17	2,26	1,4230

Tabela 4.9 – Contribuição das variáveis de entrada para o cálculo da incerteza associada à energia absorvida.

Material	Temp. (°C)	Contribuição (%)			
		$u(\overline{KV})$	$u(R)$	u_V	$u_c(KV)$
AISI 4340 - 34 HRC	-190	13,14	0,00	86,87	100
	-40	58,36	0,00	11,14	100
	26	62,33	0,00	10,08	100
AISI 4340 - 40 HRC	26	48,91	0,00	51,07	100

Avaliando os dados das Tabs. 4.6, 4.7 e 4.9 algumas considerações acerca das diferentes contribuições de cada variável de entrada podem ser feitas. Em todas é verificada a contribuição irrisória da resolução da máquina. Dessa maneira, segundo a indicação da norma ISO 148-1 Anexo E (ISO, 2016) tal parcela pode ser desconsiderada, já que a resolução da máquina é classificada como grande o suficiente. Nas duas primeiras são avaliados apenas pontos com uma única medição, o reflexo direto deste fato é a baixa contribuição da incerteza associada à variabilidade das leituras. Em contrapartida, a última avalia pontos com $n = 2$ até $n = 5$. Nesse segundo cenário, mais representativo, há uma

melhoria considerável na distribuição das contribuições entre as variáveis de entrada, sendo a maior aquela referente à variabilidade das leituras, exceto para o ponto $T = -190\text{ °C}$, quando apenas dois ensaios foram avaliados.

4.3. Resultados do cálculo de incerteza associada à temperatura de ensaio

As curvas de transição apresentadas contemplam o uso de três diferentes meios de condicionamento térmico. A faixa inferior (-190 °C a -80 °C) é materializada via banho em Nitrogênio Líquido. O banho termostático, cuja calibração foi feita, contempla a faixa intermediária (-80 °C a $+40\text{ °C}$). Já temperaturas aquecidas foram verificadas de acordo com óleo aquecido junto ao sensor de temperatura TM-210.

4.3.1. Incerteza associada à calibração do banho termostático ($u_c(T_B)$)

A Eq. (3.8) apresenta o modelo matemático para o cálculo da incerteza associada à temperatura de ensaios executados na faixa de uso do banho termostático. O termo referente à calibração foi determinado neste trabalho e é apresentado a seguir. As Tabelas. 4.10 e 4.11 apresentam os resultados obtidos para valores crescentes (ida) e decrescentes (volta).

Tabela 4.10 - Resultados da calibração sentido crescente de -40 °C a $+40\text{ °C}$

Temperatura indicada pelo Banho Termostático (°C)	Temperatura Medida (°C)	Erro (°C)	ν_{eff}	k	U (°C)
40,0	39,25	0,75	2	4,30	0,7820
30,0	29,32	0,68	25	2,06	0,0716
20,0	19,58	0,42	3	3,18	0,2691
10,0	10,02	-0,02	4	2,78	0,1496
0,0	0,43	-0,43	5	2,57	0,1244
-10,0	-8,97	-1,03	3	3,18	0,2775
-20,0	-18,53	-1,47	2	4,30	0,5919
-30,0	-28,26	-1,74	2	4,30	0,8641
-40,0	-38,03	-1,97	4	2,78	0,1523

Tabela 4.11 - Resultados da calibração no sentido decrescente de + 40 °C a – 40 °C

Temperatura indicada pelo Banho Termostático (°C)	Temperatura Medida (°C)	Erro (°C)	ν_{eff}	k	U (°C)
-40,0	-37,82	-2,18	3	3,18	0,2410
-30,0	-28,36	-1,64	2	4,30	0,4415
-20,0	-18,78	-1,22	2	4,30	0,8049
-10,0	-8,96	-1,04	2	4,30	0,4426
0,0	0,67	-0,67	2	4,30	0,4820
10,0	10,18	-0,18	188	1,96	0,0610
20,0	19,95	0,05	34	2,03	0,0688
30,0	29,66	0,34	297	1,96	0,0603
40,0	39,36	0,64	2	4,30	1,0645

A distribuição dos erros (sistemáticos e aleatórios) é descrita pela curva de erros (Fig. 4.5). Estes são representados pela linha central. Em ambas as curvas é possível verificar que para temperaturas próximas à ambiente, isto é, de 0 °C a 30 °C o desvio-padrão é menor, indicando maior repetibilidade dos valores obtidos para a temperatura. Em contrapartida, a repetibilidade é comprometida nos limites da faixa avaliada.

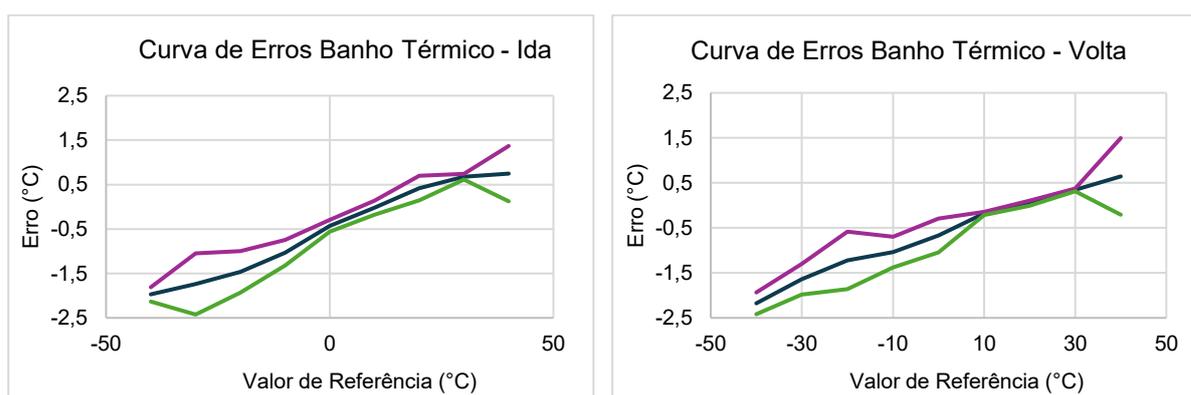


Figura 4.5 - Curvas de Erros para as Idas (esquerda) e para as Voltas (direita). A linha central em azul representa o erro, as linhas das extremidades representam o erro $\pm 2s$ (roxo e verde).

Já a diferença entre a indicação para um valor do mensurando medido num ciclo crescente e decrescente é chamada de histerese. A Figura 4.6 mostra os erros de indicação do banho termostático para a ida e para volta. As barras de erro apresentadas para a curva em azul (ida) representam o desvio-padrão para um nível de confiança de 68,27 %. A partir

desta figura se conclui que a histerese assume seu máximo valor de 1,7 °C na temperatura de 20 °C.

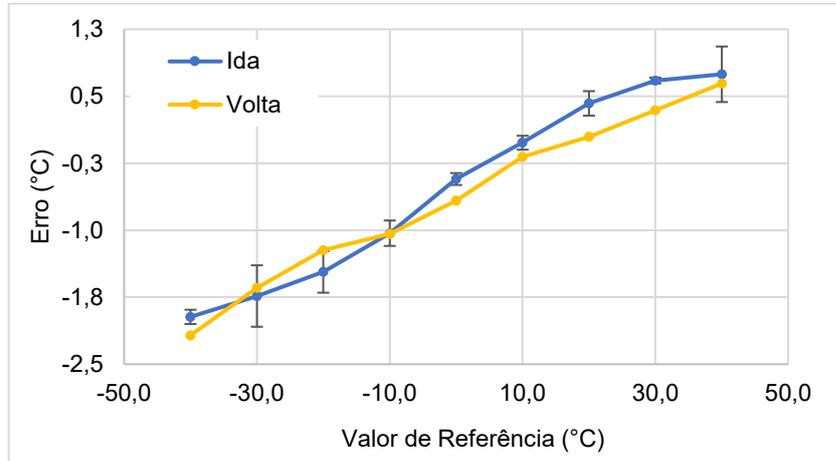


Figura 4.6 - Erro de indicação para o banho termostático atingidos por valores crescentes e decrescentes.

Por fim é avaliado o erro de não linearidade, parâmetro que exprime o quanto a Curva de Resposta Real (CRR) afasta-se de uma reta. Para tanto faz-se necessário ajustar uma reta à curva de erros obtida utilizando o Método dos Mínimos Quadrados. Com isso, a não-linearidade se dá pelo maior afastamento entre a curva de erros sistemáticos e a reta de regressão. A Figura 4.7 mostra a curva de erros para a ida juntamente com sua respectiva reta de regressão descrita pela equação apresentada no gráfico. O ajuste obteve um R^2 satisfatório de 0,9793. O maior erro de não linearidade é 0,25 °C a 40 °C.

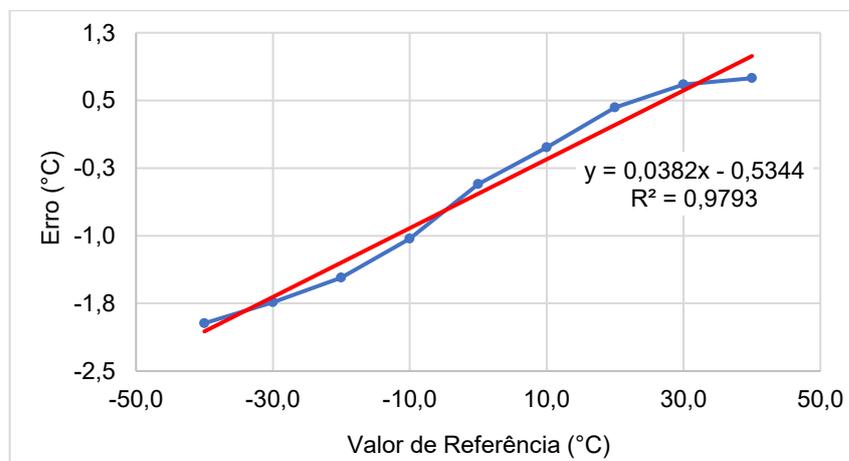


Figura 4.7 - Curva de erro (azul) e reta de regressão (vermelho) para a Ida

4.3.2. Incerteza associada à temperaturas materializadas via óleo aquecido e nitrogênio líquido

Os dois outros meios de condicionamento além do banho termostático já estavam calibrados e sua incerteza padrão combinada são calculadas de acordo com as Eqs. (3.10) e (3.11). A Tabela 4.12 mostra um resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada com óleo aquecido. Nota-se uma boa divisão de contribuição entre a calibração do sensor de referência e a parcela referente à variabilidade das leituras. Já a resolução do sistema contribui pouco para a incerteza final, indicando uma boa adequação do sistema utilizado.

Tabela 4.12 - Resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada com óleo aquecido.

Variável de Entrada	TA	DP	GL	CS	u (J)	Contribuição (%)
\bar{x}	B	T	1	1	0,0058	46,35
R_{TM-210}	B	R	∞	1	0,0029	11,59
C_{TM-210}	A	R	∞	1	0,0055	42,06
Incerteza padrão combinada ($u(TM)$), em °C					0,0085	
Graus de liberdade efetivos da medição (v_{eff})					4,65	
Fator de abrangência da medição ($k_{95\%}$)					2,78	
Incerteza expandida, em °C					0,0236	

O cálculo da incerteza associada à temperaturas na faixa inferior da curva de transição, via N2(líqu.), foi feito para cada ponto, uma vez que para esse estudo, $n = 2$. A Tabela 4.13 apresenta o resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada via nitrogênio para a temperatura de -90 °C, como exemplo. As contribuições também são apresentadas e pode ser visto que a variabilidade das leituras é a parcela que mais contribui para a incerteza padrão combinada final, confirmando que a falta de controle nesta faixa de operação é um problema a ser atacado em trabalhos futuros.

Tabela 4.13 - Resumo dos resultados obtidos para o cálculo da incerteza de medição associada à temperatura materializada via nitrogênio para a temperatura de $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$

Variável de Entrada	TA	DP	GL	CS	u (J)	Contribuição (%)
\bar{T}	A	T	1	1	0,8795	85,65
$R_{\text{Term.K}}$	B	R	∞	1	0,0003	0,00
$C_{\text{Term. K}}$	B	N	∞	1	0,3600	14,35
Incerteza padrão combinada ($u(T_{\text{N}_2 \text{ liq}})$), em $^{\circ}\text{C}$					0,9503	
Graus de liberdade efetivos da medição (v_{eff})					1,4	
Fator de abrangência da medição ($k_{95\%}$)					4,3	
Incerteza expandida, em $^{\circ}\text{C}$					4,0864	

A Figura 4.8 apresenta como as incertezas se alteram para as respectivas regiões da curva de transição. Para tanto o material AISI 4340 – 34 HRC foi utilizado como exemplo. Importante destacar que as elipses representam um aumento da região demarcada para melhor visualização. É confirmado que para a transição e patamar superior a maior incerteza é atribuída a valores de energia absorvida quando comparada à incerteza calculada para a temperatura de ensaio. Para o ponto localizado no US, $U(\text{KV}) = 158 \times U(\text{T})$, enquanto para a transição essa proporção é um menor $U(\text{KV}) = 11,4 \times U(\text{T})$ para valores absolutos, demonstrando uma boa confiabilidade atrelada aos valores de temperatura informados. Já para a região do patamar inferior essa relação é oposta. Como visto, a montagem estabelecida para materialização de temperaturas via nitrogênio líquido pode e será melhorada. Para tanto, é proposto um equipamento de condicionamento térmico via recirculamento de nitrogênio chamado de criostato. No ponto localizado no LS, $U(\text{T}) = 3,6 \times U(\text{KV})$. Também é válido dizer que a dispersão de resultados é razoavelmente menor para o patamar inferior.

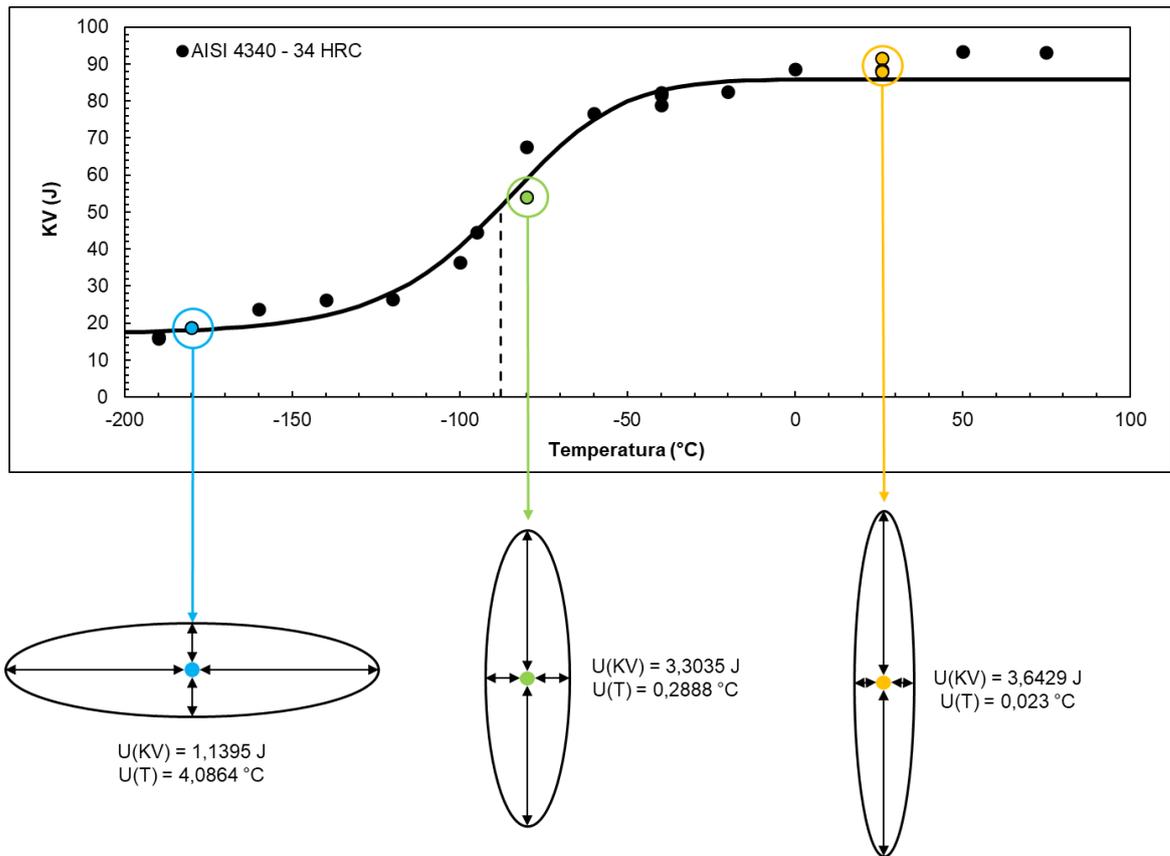


Figura 4.8 - Influência das incertezas associadas à temperatura ($U(T)$) e à energia absorvida ($U(KV)$) nos eixos x e y, respectivamente.

4.3.3. Estabilidade do banho termostático

Um estudo adicional foi realizado para verificar a estabilidade do banho termostático. Para tanto foi definida a temperatura de interesse no sistema do equipamento. Assim que a temperatura foi atingida, seu valor foi medido pelo mesmo sistema de referência utilizado na calibração durante 30 minutos, com medições a cada 3 minutos. A Figura 4.9 apresenta a análise de estabilidade e pode ser visto que a partir de 9 minutos a temperatura do banho termostático se estabiliza em aproximadamente $-38,30 \text{ °C}$. Dessa forma, para futuros ensaios utilizando o mesmo equipamento, fica indicado a espera desse intervalo de tempo para garantir a homogeneidade do CP. A norma ISO 14556 (ISO, 2023) indica que pelo menos 5 minutos são suficientes.

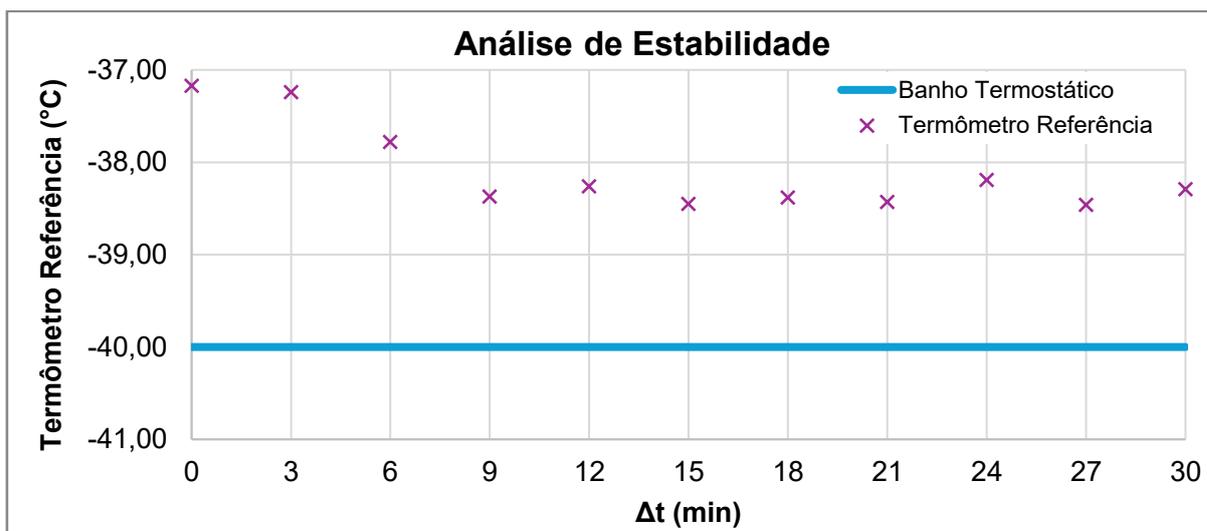


Figura 4.9 - Temperatura do banho termostático ao longo do tempo

4.4. Resultados do cálculo de incerteza associada à DBTT

A incerteza associada à DBTT foi avaliada de acordo com o método de Monte Carlo (MC) para 1 000 000 iterações, para ambos os materiais. A Tabela 4.14 apresenta os valores médios de cada uma das variáveis de entrada, assim como sua incerteza-padrão combinada associada e sua FDP para os materiais de menor e maior dureza.

Tabela 4.14 - Valores médios e incertezas das variáveis de entrada para o cálculo da incerteza associada à DBTT

Variável de Entrada	FDP	AISI 4340 – 34 HRC		AISI 4340 – 40 HRC	
		Média	u	Média	u
T (°C)	Normal	- 90,0	1,4267	-34,8	0,2888
KV ₈ (J)	Normal	51,41	1,3484	31,45	0,5691
LS (J)	Normal	16,89	0,9715	16,35	1,6767
US (J)	Normal	85,93	1,9460	46,55	1,7720
C (°C)	Retangular	27,20	1,3598	41,78	2,0892
D (°C ⁻¹)	Retangular	-0,1055	0,0053	-0,0996	0,0049

Os histogramas dos valores simulados da DBTT para ambos os materiais são mostrados na Fig. 4.10. Os valores de *kurtosis* e *skewness* também foram avaliados, sendo 3,0023 e 0,0038 para o material de menor dureza 3,0404 e -0,0036 para o material de maior dureza, respectivamente. Dessa forma, o valor da temperatura de transição para o aço AISI 4340 – 34 HRC é $-87,86 \pm 2,8487$ °C e $-36,32 \pm 0,6317$ °C para o aço AISI 4340 – 40 HRC, para 95,45 % de probabilidade de abrangência e um fator de abrangência $k = 2,00$. Ainda, as incertezas expandidas representam 3,24 % e 1,74 % do valor de DBTT, podendo ser considerada adequada.

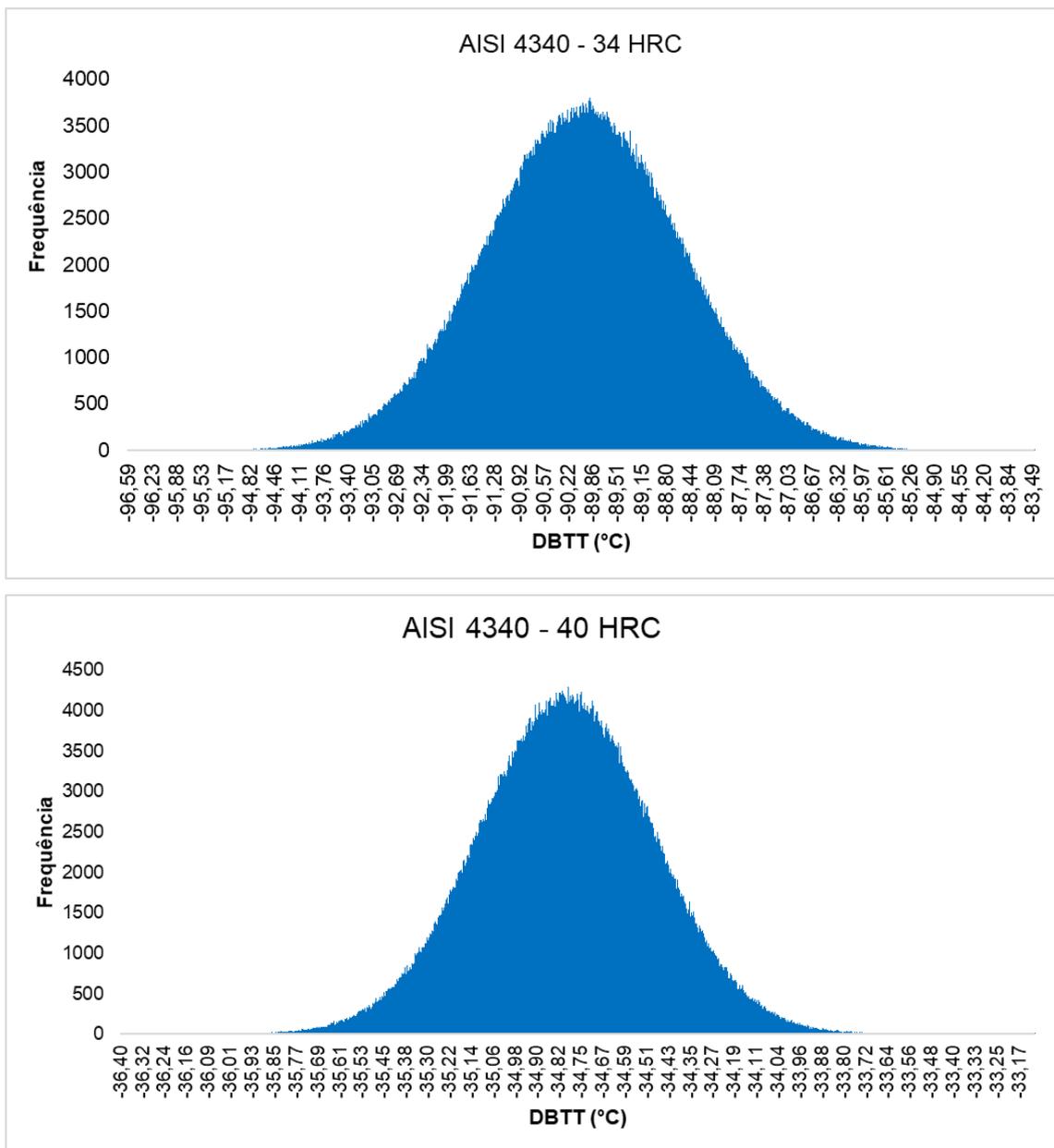


Figura 4.10 - Histogramas dos valores simulados da DBTT para os aços AISI 4340 - 34 HRC e AISI 4340 - 40 HRC.

4.4.1. Teste de Kolmogorov-Smirnov

O teste de normalidade dos dados foi executado a fim de verificar se os dados simulados seguem uma distribuição normal. Para tanto deve-se determinar os desvios (K_i) entre as frequências acumuladas teóricas e observadas. O maior desvio é definido como K_{teste} e deve ser comparado com o K_{tabelado} que é dado pela Eq. (4.2) quando $n > 40$ para um nível de significância $\alpha = 0,05$.

$$K_{\text{tabelado}} = \frac{1,36}{\sqrt{n}} = \frac{1,36}{\sqrt{10^6}} = 0,00136 \quad (4.2)$$

Dessa forma um teste de hipótese foi realizado. As hipóteses nula (H_0) e alternativa (H_1) são apresentadas abaixo.

- H_0 : Os dados seguem uma distribuição normal

$$K_{\text{teste}} < K_{\text{tabelado}}$$

$$K_{\text{teste}} < 0,00136$$

- H_1 : Os dados **não** seguem uma distribuição normal

$$K_{\text{teste}} \geq 0,00136$$

A Tabela 4.15 apresenta os valores dos desvios máximos para ambas amostragens, também é verificado que nos dois casos os dados seguem uma distribuição normal, uma vez que não rejeita-se H_0 para um nível de significância de 5 %.

Tabela 4.15 - Resultados teste de normalidade

Material	K_{teste}	K_{tabelado}	Conclusão
AISI 4340 - 34 HRC	0,00059	0,00136	Não rejeita H_0
AISI 4340 - 40 HRC	0,00123		

Considerando T_{56J} como a temperatura de transição, a estimativa empírica da incerteza de medição associada à DBTT realizada por Marini (2020) retorna um valor de 3,21 °C, sendo 11,4 % do valor obtido de - 28,25 °C. O valor relativo de incerteza é maior ao obtido neste trabalho, 3,24 % e 1,74 % para os materiais AISI 4340-34HRC e AISI 4340-40 HRC. Em comparação com os materiais analisados, ambos apresentam DBTT deslocada à esquerda, ou seja, passam a ter predominância de comportamento frágil em temperaturas menores que o aço aplicado aos vasos de pressão estudados pelo autor. O patamar superior apresentado no estudo é $163,00 \pm 4,41$ J, já os materiais avaliados neste trabalho apresentam comportamento totalmente dúctil a níveis menores de energia, $85,93 \pm 1,95$ J e $46,55 \pm 1,77$ J para os materiais AISI 4340-34 HRC e AISI 4340-40 HRC, destacando que a incerteza associada à energia absorvida é proporcionalmente similar, todas abaixo de 4 % do valor médio, tanto para os valores obtidos neste trabalho quanto para a literatura.

O aço API-5L X52 foi estudado por Switzner et. al (2023), que desenvolveram diferentes algoritmos para realizar o ajuste da curva, considerando apenas 12 ensaios. Vale destacar que corpos de prova *sub-sized* foram utilizados. Na literatura é verificado que a redução da largura de corpos de prova produz um deslocamento à esquerda da DBTT. Os autores obtiveram uma DBTT igual a $- 64,5 \pm 3,5$ °C para o pior ajuste feito, com a incerteza representando 5,43 % do valor médio. Em comparação com os resultados apresentados neste trabalho, o valor relativo apresentados pelos autores é pouco maior.

O *software* para ajuste de curva retorna o erro padrão igual 2,59 °C e 7,51 °C a respeito da DBTT determinado a partir de uma análise de *bootstrap*. Para o material de menor dureza esse erro é próximo à incerteza associada obtida (2,85 °C), mas já para o material de maior dureza o erro padrão é aproximadamente 12 vezes maior, em módulo, que a incerteza associada obtida (0,63 °C).

Uma análise adicional foi conduzida visando a comparação dos valores de incerteza expandida associada à DBTT considerando apenas a incerteza do Tipo A como feito pelos autores Marini (2020) e Switzner et. al (2023) e aquela calculada neste trabalho, que considera também as incertezas do Tipo B. Os resultados obtidos seguindo a abordagem dos autores citados são de 0,46 °C e 2,76 °C para os materiais AISI 4340-34 HRC e AISI 4340-40 HRC, respectivamente. Estes valores são menores que os obtidos neste trabalho em 27,3 % e 3,05 %, respectivamente, para os aços avaliados.

Dessa forma, para os casos em que a variável de entrada que mais contribui para a incerteza final for a variabilidade das leituras a abordagem propostas pelos autores pode ser utilizada, como é o caso do material AISI 4340-40 HRC, uma vez que a incerteza do Tipo A é majoritariamente predominante em relação as demais. Contudo, para o material AISI 4340-34

HRC, a variabilidade das leituras não tem contribuição próxima de 100 %, portanto, nesse caso a incerteza final é subestimada.

Vale destacar ainda, que a instrumentação utilizada neste estudo, bem como a máquina de impacto estão calibrados e todos atendem as especificações determinadas nas normas técnicas pertinentes. Entretanto, para aqueles casos em que máquinas de impacto com menor exatidão e repetibilidade forem utilizadas a contribuição da incerteza do Tipo B deverá ser maior, tornando a necessidade de realizar uma avaliação mais completa da incerteza associada à DBTT, mais relevante.

CAPÍTULO V

CONCLUSÃO

Neste trabalho foi calculada a incerteza associada à temperatura de transição dúctil-frágil de dois materiais (AISI 4340 – 34 HRC e AISI 4340 – 40 HRC) obtida via ensaio Charpy convencional utilizando o método Monte Carlo. Ainda, foi avaliada a incerteza associada tanto à energia absorvida (KV_8) quanto à temperatura de ensaio, que foi materializada por três diferentes meios de condicionamento. A metodologia desenvolvida é documentada e as principais conclusões são elencadas a seguir considerando a ordem de obtenção dos resultados.

- a) O ajuste da curva via método AHT pode ser considerado adequado para ambos os materiais. O RSME obtido foi de 4,40 J e 3,85 J para o AISI 4340 – 34 HRC e para o AISI 4340 – 40 HRC, respectivamente.
- b) A faixa de transição foi consideravelmente diferente, sendo igual a 82 °C para o aço AISI 4340 – 40 HRC, enquanto para o aço AISI 4340 – 34 HRC é de 54 °C. Já os coeficientes de assimetria para ambos foram próximos de zero, sendo $-0,1055 \text{ °C}^{-1}$ e $-0,0996 \text{ °C}^{-1}$, respectivamente.
- c) As curvas de transição obtidas ilustram a diferença de comportamento entre os materiais. A DBTT para o material AISI 4340 – 34 HRC é $-87,86 \text{ °C}$, seus patamares superior e inferior são $85,93 \pm 11,55 \text{ J}$ e $16,89 \pm 1,49 \text{ J}$. Para o material AISI 4340 – 40 HRC a DBTT é $36,62 \text{ °C}$ e seus patamares $45,55 \pm 11,37 \text{ J}$ e $16,35 \pm 7,22 \text{ J}$. É possível verificar o efeito na mudança do nível de dureza tanto para a temperatura de transição quanto para o nível de energia absorvida no patamar superior.

- d) A incerteza associada à energia absorvida (KV_8) para os ensaios à temperatura ambiente é de 3,64 J para o aço AISI 4340 – 34 HRC. Para o aço AISI 4340 – 40 HRC essa incerteza foi de 1,42 J, cerca de 39 % menor. É possível concluir que a quantidade de ensaios realizados para obtenção da curva afeta a incerteza associada à DBTT de forma inversa.
- e) A calibração do banho termostático mostrou que este apresenta erros da ordem de 2,2 °C. A histerese é igual a 0,37 °C e o erro de não linearidade de 0,25 °C. A estabilidade do banho é alcançada em 9 minutos na temperatura de -40,0 °C, com um erro de 1,7 °C.
- f) A incerteza associada à temperatura de ensaios na faixa de – 80 °C e + 40 °C é de 0,29 °C, sendo a variabilidade das leituras a maior contribuinte dentre as variáveis de entrada. Para ensaios acima desta temperatura é de 0,03 °C quando óleo aquecido é utilizado. A incerteza associada à temperaturas de materializadas via nitrogênio líquido é de 4,09 °C. Tanto a variabilidade das leituras quanto a incerteza associada à calibração contribuíram consideravelmente para a incerteza associada à temperatura nos três meios de condicionamento.
- g) A incerteza expandida associada à DBTT é de 2,85 °C para o material de menor dureza e 0,64 °C para o material de maior dureza para 95,45 % de probabilidade de abrangência e um fator de abrangência $k = 2,00$. Ainda, as incertezas expandidas representam 3,24 % e 1,74 % do valor de DBTT.
- h) A incerteza expandida associada à DBTT avaliada considerando apenas a incerteza do Tipo A é de 2,76 °C para o aço AISI 4340-34 HRC e 0,46 °C para o aço AISI 4340-40 HRC, sendo estes valores menores em 3,05 % e 27,3 %, respectivamente para os aços avaliados, que os resultados obtidos pela metodologia proposta neste trabalho.
- i) Os valores de DBTT simulados apresentam comportamento normal. A normalidade foi verificada por meio do formato dos histogramas e do teste de Kolmogorov-Smirnov. A *kurtosis* e *skewness* obtidas são 3,0023 e 0,0038 para o material de menor dureza 3,0404 e -0,0036 para o material de maior dureza, respectivamente.

CAPÍTULO VI

PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Os estudos conduzidos, e conseqüentemente as conclusões, apresentadas nesse trabalho conduzem a indicação das seguintes propostas para trabalhos futuros:

- a) Avaliar a incerteza associada à DBTT obtida em função da EL e da SFA.
- b) Avaliar a incerteza associada à DBTT para corpos de prova subdimensionados e miniaturizados.
- c) Melhorar a estimativa da incerteza associada à DBTT efetuando ensaios em tréplica na temperatura de transição ou para uma temperatura perto desta. Vale ressaltar que neste trabalho somente foram realizados ensaios em triplicata para a temperatura de 20 °C e para ambos os materiais a DBTT está longe desta temperatura. Este fato pode ter levado à subestimar a incerteza associada à DBTT.
- d) Implementar a metodologia de cálculo em programas computacionais, como o *software* MatLab®.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT ISO/IEC 17025. **General requirements for the competence of testing and calibration laboratories**, 2017. 38p.

ASTM A322. **Standard Specification for Steel Bars, Alloy, Standard Grades**. American Society for Testing and Materials., 2018. United States.

ASTM E18. **Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing**. American Society for Testing and Materials., 2021. United States.

ASTM E1823. **Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials., 2020. United States.

ASTM E2298. **Standard Test Methods for Instrumented Impact Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials., 2018. United States.

ASTM E23. **Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials., 2023. United States.

ASTM E185. **Standard Practice for Design of Surveillance Programs for Light-Water Moderated Nuclear Power Reactor Vessels**. American Society for Testing and Materials., 2021. United States.

BIPM; IEC; IFCC; ILAC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. **Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement**. JCGM 100:2008, 2008b. 131p.

BIPM; IEC; IFCC; ILAC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. **Evaluation of Measurement Data Supplement 1 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement—Propagation of distributions using a Monte Carlo method**. Bureau International des Poids et Mesures. JCGM 101, 2008c. 90p.

BIPM; IEC; IFCC; ILAC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. **Evaluation of Measurement Data—Supplement 2 to the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement—Extension to any number of output quantities**. Bureau International des Poids et Mesures. JCGM 102, 2011.

BIPM; IEC; IFCC; ILAC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. **Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) — Supplement 1: Numerical methods for the propagation of distributions**. 2004.

BIPM; IEC; IFCC; ILAC; ISSO; IUPAC; IUPAP; OIML. **International Vocabulary of Metrology—Basic and General Concepts and Associated Terms (IVM)**. JCGM 200, 2008a. 104p.

BYUN, T. S.; COLLINS, D. A.; LACH, T. G.; CARTER, E. L. **Degradation of impact toughness in cast stainless steels during long-term thermal aging**. Journal of Nuclear Materials 542 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152524>

CHARPY, G. **Note sur l'essai des métaux á la flexion par choc de barreaux.** Soc. Ing. Civ. De Français, 1901, 848-877.

DIAS, J. L. D. **Avaliação da incerteza de medição em métodos quantitativos de análise segundo o guia para expressão de incerteza de medição.** Relatório resumido das atividades desenvolvidas pelo Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) (Graduação em Química) – Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 1. 2016.

ERICKSONKIRK, M. A.; ERICKSONKIRK, M. T.; ROSINSKI, S.; SPANNER, J. **A Comparison of the tanh and Exponential Fitting Methods for Charpy V-Notch Energy Data.** Journal of Pressure Vessel Technology 431 (2009). <https://doi.org/10.1115/1.3109987>

FABRICIO, D. A. K. TREVISAN, L. REGULY, A. CATEN, C. S. **Measurement uncertainty of plane-strain fracture toughness KIC testing by the Monte Carlo Method.** Metallurgy and materials. 2017. <http://dx.doi.org/10.1590/0370-4467201771004593>

FABRICIO, D. A. K. TREVISAN, L. STROHAECKER, T. R. **Incerteza de Medicao do Ensaio de Tenacidade à Fratura KIC.** Periodico Tche Quimica. v13, 2015. <https://doi.org/10.5151/1516-392X-24982>

FCARNEHOUGH, G.D. and LLOY, C. J. Journal of. Iron & Steel Institute 202, 1964, pp. 912-920.

FERNANDES, K. A. **Avaliação da Qualidade Dimensional e Geométrica de Cilindros de Blocos de Compressores Herméticos Usinados pelo Processo de Brunimento Flexível.** 2014 188 F. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

FRANCOIS, D.; PINEAU, A.; MORRISON, J.; WU, X. **The Toughness Transition Curve of a Ship Steel.** In From Charpy to Present Impact Testing; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2002; pp. 385–392. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80043-7](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80043-7)

GABAUER, W. **The determination of uncertainties in tensile testing: manual of codes of practice for the determination of uncertainties in mechanical tests on metallic materials.** Code of practice No. 07. Standards Measurement & Testing Project No. SMT4-CT97-2165, 2000.

GRABA, M. **Evaluation of measurement uncertainty in a static tensile test.** Open Engineering, vol. 11, no. 1, 2021, pp. 709-722. <https://doi.org/10.1515/eng-2021-0069>

HARRIS, P. M.; COX, M. G. **On a Monte Carlo method for measurement uncertainty evaluation and its implementation.** Metrologia 51,2014. pp. 177-183. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/4/S176>

INMETRO. **A estimativa da incerteza de medição pelos métodos do ISO GUM 95 e de simulação de Monte Carlo.** INMETRO-DIMCI-DIMEC-LAPRE. Nota técnica, 2008. 34p.

INMETRO. **Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008.** Rio de Janeiro, Brasil, 2012b, 126p.

INMETRO. **Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados.** Rio de Janeiro, Brasil, 2012a. 95p.

ISO 14556. **Steel – Charpy V-notch pendulum impact test – Instrumented test method**, International Standards Organization, 2023.

ISO 148-1. **Metallic materials — Charpy pendulum impact test — Part 1: Test method** International Organization for Standardization, 2016.

ISO 148-2. **Metallic materials — Charpy pendulum impact test — Part 2: Verification of Testing machines**. International Organization for Standardization, 2008.

JEON, S. W.; LEE, K. W.; KIM, J. Y.; KIM, W. J.; PARK, C. P.; KWON, D. **Estimation of fracture toughness of metallic materials using instrumented indentation: critical indentation stress and strain model**, *Experimental Mechanics*, v. 57, n. 7, p. 1013-1025, 2017. <https://doi.org/10.1007/s11340-016-0226-2>

JORDAN, J. **Ductile to brittle transitions in materials**. Disponível em: <https://www.jeremyjordan.me/ductile-to-brittle-transitions-in-materials/> . Acesso em: 10 jun 2024.

KOEPKE, L. WEEKS, T.S. SPLETT, J., **Using Monte Carlo Methods to Compute the Uncertainty of Fracture Toughness and Fracture Resistance Curves**. NIST Technical Note. 2023. <https://doi.org/10.6028/NIST.TN.2212>

KOSTIC, S., MILJOJKOVIC, J., SIMUNOVIC, G., VUKELIC, D., & TADIC, B. **Uncertainty in the determination of elastic modulus by tensile testing**. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2021.05.002>

LANDGRAF, W. R.; STEMPNIAK, C. R. **Simulação de Monte Carlo. E ferramentas para avaliação da incerteza de medição**. IV METROSUL, 2004. Foz de Iguaçu, Paraná. Brasil. 2004.

LINK, Walter. **Metrologia mecânica: expressão da incerteza de medição**. Programa RH-Metrologia, 1997.

LONT, M.A. **The Determination of Uncertainties in Charpy Impact Testing**. Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials, 2000.

LUCON, E.; SPLETT, J.; KOEPKE, A.; NEWTON, D. **NIST Software Package for Obtaining Charpy Transition Curves**. NIST Technical Note 2158 (2021). <https://doi.org/10.6028/NIST.TN.2158>

LUCON, E. Estimating dynamic ultimate tensile strength from instrumented Charpy data. *Materials and Design* 97, 2016, 437-443 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.02.116>

MAKHUTOV, N. A.; MOROZOV, E. M.; MATVIENK, Yu. G. **Some historical aspects and the development of the Charpy Test in Russia**. *From Charpy to Present Impact Testing*, 2002, pp 197-204. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80021-8](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80021-8)

MARINI, B. **Empirical Estimation of Uncertainties of Charpy Impact Testing Transition Temperatures for an RPV Steel**. *EPJ Nucl. Sci. Technol.* 2020, 6, 57. <https://doi.org/10.1051/epjn/2020019>

MOURITZ, A. P. **Introduction to Aerospace materials**. Woodhead Publishing Limited, 2012. <https://doi.org/10.2514/4.869198>

NIELSEN, H.S. **Some limitations in uncertainty evaluation**. Indianapolis, 2003. <http://www.hn-metrology.com/papers.htm>. Visualizado em 15 de junho de 2024.

ORYNYAK, I.; ZARAZOVSKII, M.; BOGDAN, A. **Determination of the Transition Temperature Scatter Using the Charpy Data Scatter**. In Proceedings of the Pressure Vessels and Piping Division PVP, Paris, France, 14–18 July 2013; American Society of Mechanical Engineers: New York, NY, USA, 2013. <https://doi.org/10.1115/PVP2013-97697>

PISARSKI, H.; HAYES, B.; OLBRICHT, J.; LICHTER, P.; WIESNER, C. **Validation of Idealised Charpy Impact Energy Transition Curve Shape**. In From Charpy to Present Impact Testing; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2002; pp. 333–340. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80037-1](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80037-1)

REIS, F.S. **Avaliação da Incerteza Associada ao Módulo de Elasticidade no Ensaio de Tração**. 2022. 72 f. Projeto de Conclusão de Curso, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG

RODRIGUES, G. B. **Avaliação da tenacidade à fratura: método Teste de Torção em Entalhe Helicoidal**. 2020. 137 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

RODRIGUES, G. B., FREITAS, M. A. F. M., HWANG, H. F., FRANCO, S. D., FILHO, W. W. B., ARENCIBIA, R. V., **Evaluation of uncertainty associated with fracture toughness of Inconel 718 using the SNTT method**. COBEM 25th International Congress of Mechanical Engineering, 2019. <https://doi.org/10.26678/ABCM.COBEM2019.COB2019-0439>

RUPA, N.; BACHÉ, A.; BOURGOIN, J.; BUISINE, D. **An application of Charpy V Testing: the pressure vessel surveillance program of nuclear pressurized water reactor in operation**. From Charpy to Present Impact Testing, 2002, pp 365-375.

RUSSEL, S. B. **Experiments with a New Machine for Testing Materials by Impact**. Transactions ASCE, 1898, 39:237-250. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80041-3](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80041-3)

SILVA, J. A. **Avaliação da Incerteza associada à tenacidade à fratura obtida via integral J**. 2020 120 F. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80022-X](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80022-X)

SERVER, W. L. **Instrumented Charpy Test review and application to structural integrity**. From Charpy to Present Impact Testing, 2002, pp 205-212. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80022-X](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80022-X)

SOMMER, K.D.; SIEBERT, B.R.L. **Systematic approach to the modelling of measurements for uncertainty evaluation.** Metrologia 43(4),2006. pp. 200-210. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/43/4/S06>

SPLETT, J. D.; IYER, H. K.; WANG, C.-M.; MCCOWAN, C. N. **NIST Recommended Practice Guide: Computing Uncertainty for Charpy Impact Machine Test Results.** Special Publication 960-18 (2008).

SWITZNER, N. T.; ANDERSON, J.; AHMED, L. A.; ROSENFELD, M.; VELOO, P. **Algorithms to Estimate the Ductile to Brittle Transition Temperature, Upper Shelf Energy, and Their Uncertainties for Steel Using Charpy V-Notch Shear Area and Absorbed Energy Data.** Metals 2023, 13, 877. <https://doi.org/10.3390/met13050877>

TÓTH, L.; ROSSMANITH, H.-P.; SIEWERT, T.A. **Historical background and development of the charpy test.** From Charpy to Present Impact Testing, 2002, pp 3-17. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(02\)80002-4](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80002-4)

VALDÉS, R. A. **Estimativa da Incerteza de Medição usando o Método de Monte Carlo.** (Relatório de Pós doutorado). DEF/FEM/UNICAMP, Campinas – SP, 2006.

VALDÉS-ARENCIBIA, R.; DI GIACOMO, B.; PAZIANI, F. T. **Synthesization of thermally induced errors in coordinate measuring machines.** J. Braz. Soc. Mech. Sci. & Eng. 27(2), 2005. pp. 170-177. <https://doi.org/10.1590/S1678-58782005000200009>

WALLIN, K. **Sub-sized and miniature CVN specimen conversion methodology.** International Journal of Pressure Vessels and Piping 183 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2020.104080>

WANG, C. TONG, Z. ZHONG, W. LIN, H. NING, G. ZHANG, C. YU, B. XU, S. YANG, W. **A method for directly measuring fracture toughness and determining reference temperature for RPV steels by Charpy impact test.** Engineering Fracture Mechanics 243 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107526>

WECKENMANN, A.; KNAUER, M.; KILLMAIER, T. **Uncertainty of coordinate measurements on sheet-metal parts in the automotive industry.** J Mater Process Tech 115, 2001. pp. 9-13. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)00758-0](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(01)00758-0)

WEN, X.; ZHAO, Y.; WANG, D.; PAN, J. **Adaptive Monte Carlo and GUM methods for the evaluation of measurement uncertainty of cylindricity error.** Precision Engineering. 37(4) 856-864, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2013.05.002>

ANEXO A – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (ROCKWELL)

PADRÃO DE DUREZA		MÉDIA		DISPERSÃO	
		VERIFICADO	TOLERÂNCIA	VERIFICADO	TOLERÂNCIA
EP08110130	62.1 HRC	62.2	± 1.5	0.4	≤ 0.8
EP09113929	66.7 HR30N	66.9	± 2.0	0.3	≤ 1.2
EP08110338	336.9 HBW 2.5/187.5	336.2	± 6.7	0.1	0.016 mm

Mitutoyo **CERTIFICADO DE INSPEÇÃO**
DURÔMETRO ROCKWELL TWINTYPE PLUS

A Mitutoyo certifica que este Durômetro foi inspecionado e aprovado conforme ensaios e especificações internas da Mitutoyo.

CÓDIGO: 963-103-01 NÚMERO SÉRIE: 0157911
 PENETRADOR DIAMANTE: 0555907 RELÓGIO INDICADOR: LSR008
 PENETRADOR ESFERA \varnothing 1/16" (W): 0356905 PENETRADOR ESFERA \varnothing 2.5 mm (W): 0467906

DATA: NOVEMBRO/2009

 Mitutoyo Sul Americana Ltda.
 Av. João Carlos da Silva Borges, 1240
 Sto. Antero - São Paulo - SP
 CEP 04720-002 - Brasil

Diretor Inspeção 

ANEXO B – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE IMPACTO CHARPY HIT450P



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA EM ATRITO E DESGASTE
Avenida João Naves de Ávila, 2121, bloco 5F, Santa Mônica
38.400-902 – Uberlândia/MG



Certificado de Calibração do Charpy (Verificação Indireta)

Documento do Sistema da Qualidade

Página 1/6

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N. 02/2023

1.1. IDENTIFICAÇÃO DA MÁQUINA

Charpy HIT450P
Fabricante: ZwickRoell GmbH & Co. KG
Modelo: HIT450P
Raio do cutelo: 8 mm
Faixa nominal: 450 J

1.2. PADRÕES UTILIZADOS NA CALIBRAÇÃO

Unidade SRM 2113 de corpos de prova convencionais (força) com a seguinte especificação:

SRM 2113 LL103 (ID: 606)
SRM 2113 LL103 (ID: 955)
SRM 2113 LL103 (ID: 622)
SRM 2113 LL103 (ID: 769)
Certificado de calibração Lot No. LL-103

Unidade SRM 2112 de corpos de prova convencionais (força) com a seguinte especificação:

SRM 2112 LL103 (ID: 270)
SRM 2112 LL103 (ID: 675)
SRM 2112 LL103 (ID: 297)
SRM 2112 LL103 (ID: 506)
Certificado de calibração Lot No. LL-103

Unidade SRM 2098 de corpos de prova convencionais (energia) com a seguinte especificação:

SRM 2098 SH-66 (ID: 1421)
SRM 2098 SH-66 (ID: 1422)
SRM 2098 SH-66 (ID: 1423)
SRM 2098 SH-66 (ID: 1424)
Certificado de calibração Lot No. SH-66

1.3. PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO

A verificação indireta foi conduzida seguindo a ASTM E23 - Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2023 e a ISO 148-2 – Materiais metálicos – Ensaio de impacto por pêndulo Charpy (Parte 2: Verificação de máquinas de ensaio), 2016.

Os valores de energia absorvida e de força máxima indicados pela máquina de ensaio foram comparados com os valores de energia absorvida declarados no certificado de calibração de cada unidade de corpos de prova de referência.

Data da calibração: 03 de outubro 2023

Data de emissão do certificado: 23 de outubro de 2023

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.



1.4. RESULTADOS DA VERIFICAÇÃO

Página 2/6

Tabela 1 – Resultados dos ensaios de verificação indireta (Energia absorvida)

Resultados do ensaio e dados de certificados		Erro e Incerteza	
Identificação dos corpos de prova de referência	KV_{nv}	\overline{KV}_V	17,87 J
SRM 2113 LL103 (ID: 606)	18,15 J	s_V	0,61 J
SRM 2113 LL103 (ID: 955)	18,60 J	n_V	4
SRM 2113 LL103 (ID: 622)	17,36 J	$u(\overline{KV}_V)$	0,30 J
SRM 2113 LL103 (ID: 769)	17,38 J		
Do certificado: Energia de Referência	18,20 J	B_V	-0,33 J
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	71	$u(B_V)$	0,31 J
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k_{RM}=1,9939$	0,10 J	u_V	0,45 J
Incerteza padrão combinada u_{RM}	0,05 J	v_{B_V}	6,12
SRM 2112 LL103 (ID: 270)	105,19	\overline{KV}_V	104,54 J
SRM 2112 LL103 (ID: 675)	104,85	s_V	0,61 J
SRM 2112 LL103 (ID: 297)	104,33	n_V	4
SRM 2112 LL103 (ID: 506)	103,80	$u(\overline{KV}_V)$	0,30 J
Do certificado: Energia de Referência	105,30 J	B_V	-0,76 J
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	70	$u(B_V)$	0,31 J
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k_{RM}=1,9944$	0,60 J	u_V	0,87 J
Incerteza padrão combinada u_{RM}	0,30 J	v_{B_V}	5,08
SRM 2098 SH-66 (ID: 1421)	197,05 J	\overline{KV}_V	194,27 J
SRM 2098 SH-66 (ID: 1422)	193,64 J	s_V	3,12 J
SRM 2098 SH-66 (ID: 1423)	190,12 J	n_V	4
SRM 2098 SH-66 (ID: 1424)	196,25 J	$u(\overline{KV}_V)$	1,57 J
Do certificado: Energia de Referência	197,8 J	B_V	-3,54 J
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	69	$u(B_V)$	1,72 j
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k_{RM}=1,423$	1,423 J	u_V	3,93 j
Incerteza padrão combinada u_{RM}	0,713 J	v_{B_V}	4,41

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.



Tabela 2 – Resultados dos ensaios de verificação indireta (Força máxima)

Página 3/6

Resultados do ensaio e dados de certificados		Cálculo do erro e da incerteza	
Identificação dos corpos de prova de referência	Força máxima		
SRM 2113 LL103 (ID: 606)	32,30 kN	\bar{F}_V	32,30 kN
SRM 2113 LL103 (ID: 955)	32,14 kN	s_{FV}	0,24 kN
SRM 2113 LL103 (ID: 622)	32,64 kN	n_{FV}	4
SRM 2113 LL103 (ID: 769)	32,12 kN	$u(\bar{F}_V)$	0,12 kN
Do certificado: Energia de Referência	33,00 kN	BF_V	-0,70 kN
Do certificado: graus de liberdade, v_{MR}	6	$u(BF_V)$	0,77 kN
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,447$	1,86 kN	uF_V	1,04 kN
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,76 kN	vF_V	8,63
SRM 2112 LL103 (ID: 270)	25,47 kN	\bar{F}_V	25,56 kN
SRM 2112 LL103 (ID: 675)	25,47 kN	s_{FV}	0,12 kN
SRM 2112 LL103 (ID: 297)	25,72 kN	n_{FV}	4
SRM 2112 LL103 (ID: 506)	25,56 kN	$u(\bar{F}_V)$	0,06 kN
Do certificado: Energia de Referência	1,78 kN	BF_V	1,50 kN
Do certificado: graus de liberdade, v_{MR}	6	$u(BF_V)$	0,29 kN
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,447$	0,70 kN	uF_V	1,52 kN
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,29 kN	vF_V	3,23

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.

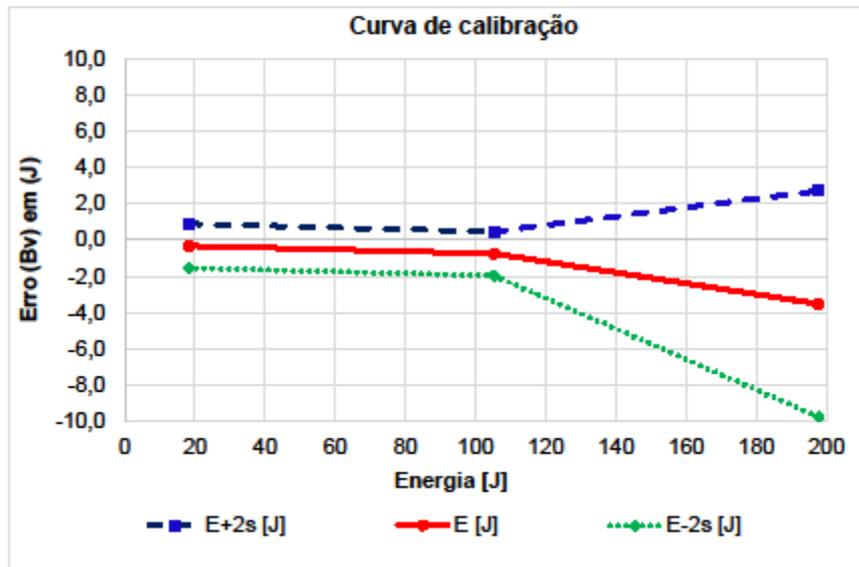


Figura 1 – Curva de calibração (Energia absorvida).

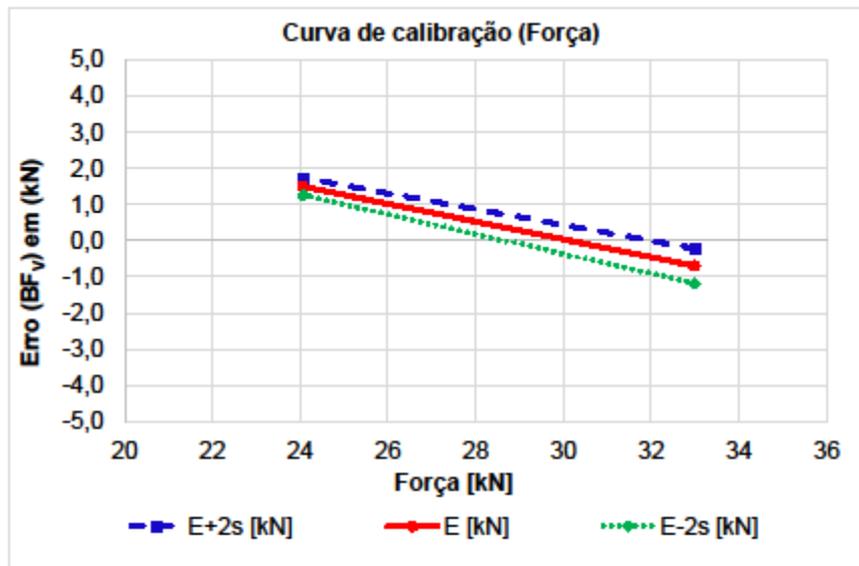


Figura 2 - Curva de calibração (Força máxima).



1.5. ESTABILIDADE

O Charpy HIT450P até a presente data passou por duas verificações indiretas. A primeira verificação foi efetuada em 20 de julho 2022 e a segunda 03 de outubro de 2023. A Tabela 3 mostra os valores dos parâmetros metrológicos (erro, repetibilidade, incerteza e erro máximo) obtidos em ambas as verificações. Vale ressaltar que há diferenças entre os valores de energia absorvida dos corpos de prova de referência utilizados nas duas verificações realizadas, bem como na temperatura dos corpos de prova ensaiados, Tabela 3. Outra diferença digna de nota é que na verificação anterior foram ensaiados cinco corpos de prova de referência por nível de energia e na verificação atual quatro. Ainda, antes da atual verificação o Charpy HIT450P foi instrumentado. Desta forma cutelos diferentes foram utilizados em cada uma das verificações realizadas.

Tabela 31 - Valores de energia absorvida dos corpos de prova de referência ensaiados nas verificações indiretas realizadas. Temperatura dos corpos de prova durante os ensaios.

Nível de energia	KV _R (J)		T (°C)	
	20/07/2022	03/10/2023	20/07/2022	03/10/2023
Baixa	14,9	18,2	-40 ± 1 °C	21 ± 1°C
Alta	94,8	105,3	-40 ± 1 °C	21 ± 1°C
Super alta	222,3	197,8	21 ± 1°C	21 ± 1°C

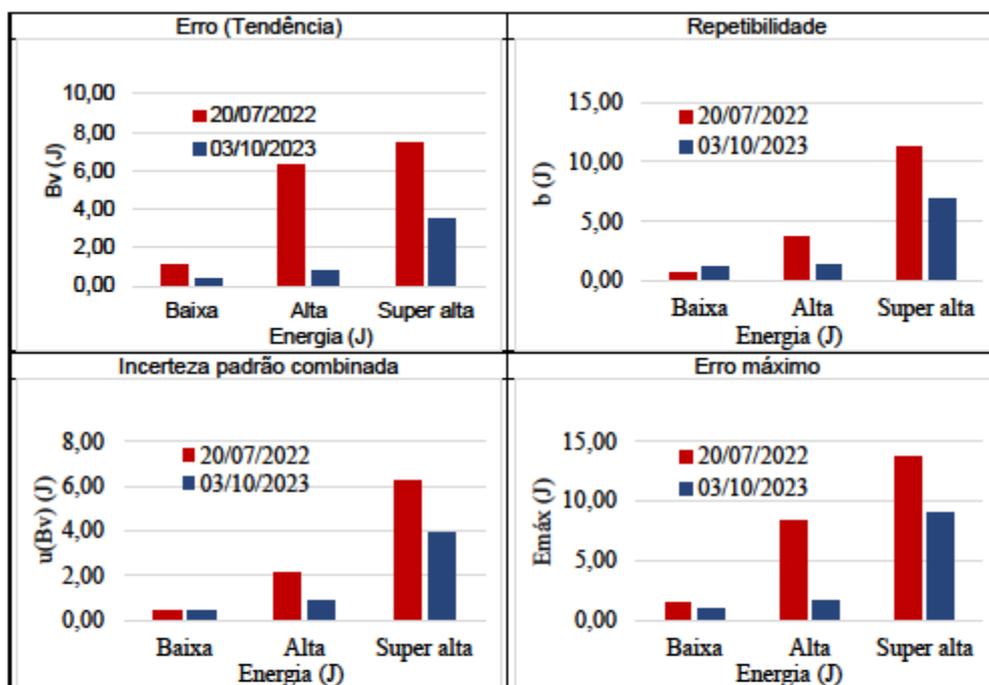


Figura 3 - Comparação dos valores de erro (tendência), repetibilidade (b), incerteza padrão combinada (u(KV)) e Erro máximo obtidos em ambas as verificações indiretas para avaliação da estabilidade do Charpy HIT450P. Energia absorvida.

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
 FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
 LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA EM ATRITO E DESGASTE
 Avenida João Naves de Ávila, 2121, bloco 5F, Santa Mônica
 38.400-902 – Uberlândia/MG



Página 6/6

1.6. INCERTEZA DE MEDIÇÃO

A incerteza padrão combinada relatada foi calculada seguindo as determinações da ISO 128-2 (ISO, 2016) a qual considera a incerteza padrão associada aos valores de energia absorvida obtidos durante os ensaios, a incerteza padrão associada aos valores de energia absorvida de referência e a tendência. Esta última foi adicionada uma vez que a correção dos efeitos sistemáticos não foi realizada.

1.7. TEMPERATURA

Todos os ensaios foram realizados à temperatura ambiente de $23,0 \pm 1,0$ °C. Esta foi a temperatura da máquina Charpy. Os corpos de prova foram ensaiados a $21,0 \pm 1,0$ °C.

Documento assinado digitalmente:
 LUIZ EDUARDO DOS SANTOS PAES
 Data e hora: 2023.11.05 08:28:33 -03'00'

Eng. Guilherme Henrique Alves Andrade
 Operador

Prof. Luiz Eduardo dos Santos Paes
 Líder do projeto

ROSENDA
 VALDES
 ARENCIBIA:2146
 0806808

Assinado de forma digital
 por ROSENDA VALDES
 ARENCIBIA:21460806808
 Dados: 2023.11.05
 08:28:33 -03'00'

Profa Rosenda Valdés Arencibia
 Coordenadora do projeto

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida à verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA TERMORESISTÊNCIA PT100



CONSISTEC
Controladores e Sistemas de Automação Ltda.

LABORATÓRIO DE TERMOMETRIA DA CONSISTEC
Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº 128

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Calibração Calibres



CAL 0128

Número: CR-02153/19 Rev - 00

Revista

Nome do Contratante:	SALCAS INDÚSTRIA E COMÉRCIO LIMITADA		
Endereço:	R. Marilândia, nº 265 - Vl. Primavera - São Paulo - SP		
Nome do Solicitante:	O mesmo		
Pedido Número:	021010		

IDENTIFICAÇÕES E CARACTERÍSTICAS DO OBJETO

Objeto da Calibração:	TERMORRESISTÊNCIA		
Modelo:	Termorresistência Pt100 Ω , 4 fios, simples		
Fabricante:	N/A		
Tipo de Isolação:	Mineral		
Diâmetro:	6 mm		
Comprimento:	360 mm		
Identificação:	TRT-03		

Observações: Sensor com pote, mola interna e 130mm de rabicho tefloníflon com terminal para Lanam. Este certificado contém em anexo 2 páginas referentes às equações de interpolação e constantes além de 06 páginas referentes à sua tabela de resistência x temperatura (ITS-90).

INFORMAÇÕES ADMINISTRATIVAS

Número da OSC:	0655/19	Data da Emissão:	04/04/19
Data da Calibração:	02/04/19	Validade:	

PROCEDIMENTO/MÉTODO DE CALIBRAÇÃO

A calibração foi feita por comparação contra sensor padrão de temperatura, em meio termossítico homogêneo, segundo Instrução de Trabalho TI 003 REV. 02.

CONDIÇÕES AMBIENTAIS

Temperatura: (21 ± 0,5) °C	Umidade Relativa: (50 ± 20) %
----------------------------	-------------------------------



Vander Mariano
Sinalizado Autorizado

Desenvolvido e emitido em conformidade com a Norma Técnica ABNT NBR ISO/IEC 17025
 Sistema de Gestão de Qualidade em Laboratório de Calibração

Este certificado contém os dados de rastreabilidade de acordo com a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. O cliente deve manter este documento em seu arquivo de controle de qualidade. Este certificado contém informações de caráter confidencial e não deve ser divulgado sem a autorização expressa da CONSISTEC. A CONSISTEC não se responsabiliza por danos ou prejuízos decorrentes do uso indevido deste certificado.

Consistec Controladores e Sistemas de Automação Ltda.
 Rua Jurupari, 434 - Jabaquara - 04345-070 - São Paulo - SP | 11 5035-8200 e 11 5036-8206
 CNPJ: 00.392.117/0001-39 | Inscricao Estadual: 110.860.909.110 | consistec@consistec.com.br | www.consistec.com.br



LABORATÓRIO DE TERMOMETRIA DA CONSISTEC

Laboratório de Calibração Acreditado pelo Cgitec de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº 128
 Laboratório de Calibração Acreditado pelo Cgitec de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº 128



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Calibração Comparativa

Número: CR-02153/19 Rev - 00

RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

Exatidão Realizada

Temperatura de Referência (Temperatura do Ambiente)	Temperatura Média (Média das Leitura Realizadas)	Erro (E)	Resistência Elétrica (MGA)	U	K	VMF	Padrão Utilizado (Tipo)	Pré. de Incerteza (k=2)
(°C)	(°C)	(°C)	(Ω)	(Ω)	(Ω)	(Ω)		(Ω)
-59,882	-40,010	-0,128	84,2665	0,012	2,50	INFINITO	03.197-0	200
-19,888	-20,012	-0,124	92,1547	0,012	2,00	INFINITO	03.197-0	200
-0,005	-0,105	-0,100	99,9589	0,011	2,00	INFINITO	03.198-0	200
28,973	28,878	-0,095	111,2383	0,011	2,00	INFINITO	03.197-0	200
35,967	35,813	-0,154	129,4945	0,011	2,00	INFINITO	03.198-0	200
232,993	232,784	-0,209	193,1034	0,017	2,00	INFINITO	03.198-0	200
419,135	418,861	-0,274	253,5716	0,017	2,00	INFINITO	03.198-0	200

VARIAÇÃO NA RESISTÊNCIA ELÉTRICA A 0°C

Resistência Elétrica Realizada a 0°C

R₀ Inicial (Ω) = 89,9869

Ano 01

R₀ Final (Ω) = 99,9889

Ano 02

U (Ω) = 0,0042

Ano 03/04

NOTAS:

- ERRO = Temperatura Média - Temperatura do Padrão
- M.P. = Média das Leituras Realizadas
- As temperaturas estão medidas à luz da International de Temperature of 1990 (ITS 90)

- A incerteza associada da medição realizada (U) é determinada a incerteza padrão de medição, multiplicada pelo fator de cobertura k, o qual para uma distribuição t, com grande liberdade obtém-se através de tabelas estatísticas e a sua probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com o padrão 03-197-0.

NOTAS:

- Nota = Sistema de Referência = Temperatura do Padrão
- M.P. = Média das Leituras Realizadas

Este certificado foi emitido em conformidade com o Regulamento Brasileiro de Metrologia (RBM) sob o nº 17025/03

- As leituras foram obtidas a partir de medições realizadas em condições ambientais controladas e em conformidade com o padrão 03-197-0. A incerteza associada da medição foi determinada de acordo com o padrão 03-197-0.

IDENTIFICAÇÃO E RASTREABILIDADE DOS INSTRUMENTOS UTILIZADOS

Identification and Traceability of the Instruments

Identificação (Identification)	Instrumento (Instrument)	Certificado (Certificado)	Validade (Validade)	Rastreabilidade (Traceability)
05.0264	Resistor Padrão 500 Ohms	13796-101	março-19	SI - INMETRO
01.1210 A	Super-Termômetro	CI-0000578	março-19	SI - INMETRO
05.1324 B	Super-Termômetro	CI-0000418	março-19	SI - INMETRO
15.0574	Termômetro de Resistência SPRT - M	DMC-171317	junho-21	SI - INMETRO
15.0594	Termômetro de Resistência SPRT - M	DMC-171817	junho-21	SI - INMETRO
03.2110	Resistor Padrão 25 Ohms	LIT06-LI100-C-10495	junho-20	SI - INMETRO

2019-04-04 10:55:22
 ASSINATURA
 FRENCH

Assinatura Autorizada

Assinatura Autorizada para Representar o Laboratório de Calibração da CONSISTEC

Resposta técnica em português registrada sob o Certificado de Calibração 02153/19

Este certificado foi emitido em conformidade com o Regulamento Brasileiro de Metrologia (RBM) sob o nº 17025/03. A incerteza associada da medição foi determinada de acordo com o padrão 03-197-0. A incerteza associada da medição foi determinada de acordo com o padrão 03-197-0.

Consistec Controles e Sistemas de Automação Ltda.

Rua Jacupó, 434 - Jacupó - 04345-070 - São Paulo - SP | 11 5035-8200 | 11 5035-8205

CNPJ 09.392.117/0001-35 Inscricao Estadual 110.850.809.110 consistec@consistec.com.br www.consistec.com.br

APÊNDICE A – VERIFICAÇÃO DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA

Neste apêndice são apresentados os resultados do controle dimensional e geométrico dos corpos de prova Charpy convencional. As Figuras A1 a A3 mostram os valores médios obtidos durante a medição da altura e da largura dos corpos de prova com dimensões 10 mm x 10 mm x 55 mm, assim como a profundidade do entalhe para o material AISI 4340 - 34 HRC, enquanto as Figs. A4 a A6 mostram os resultados obtidos para o material AISI4340 - 40 HRC. A incerteza padrão associada à variabilidade dos valores do mensurando em questão, para probabilidade de abrangência de 68,27 %, é representada pela barra de erros. Os limites inferior e superior determinados pela ISO 14556 (ISO, 2015) são também apresentados.

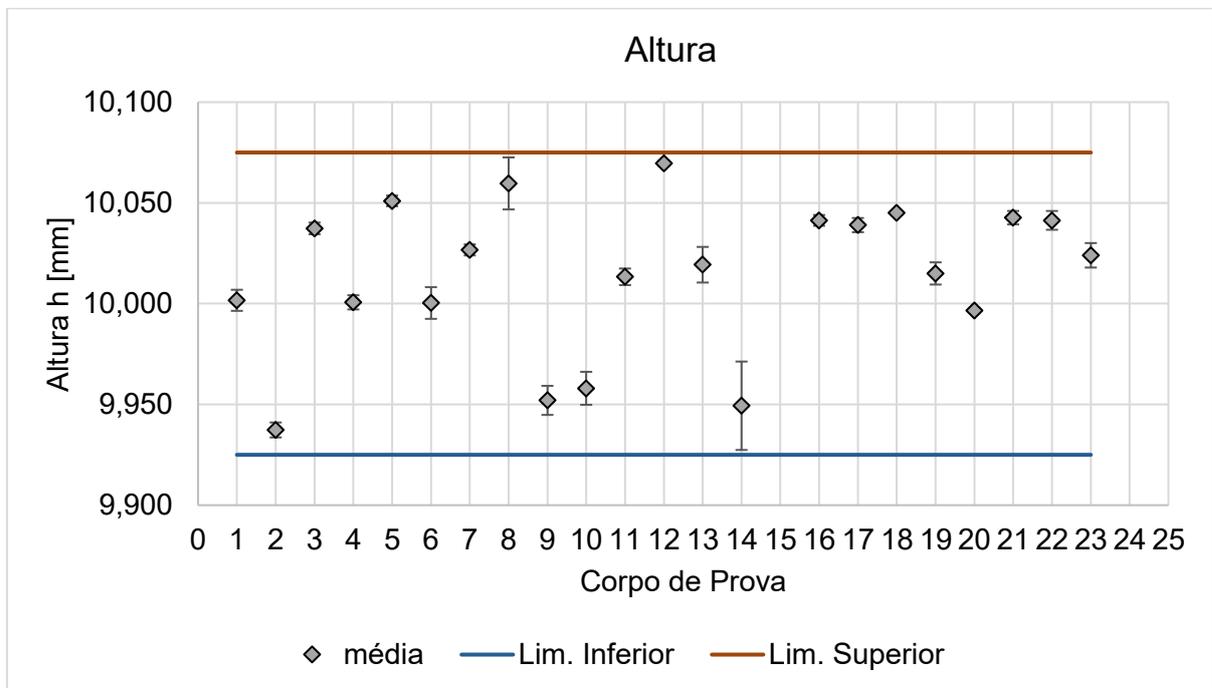


Figura A1 – Valores médios da altura dos corpos de prova CVN (10 x 10 x 55 mm³) do material AISI 4340 – 34 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

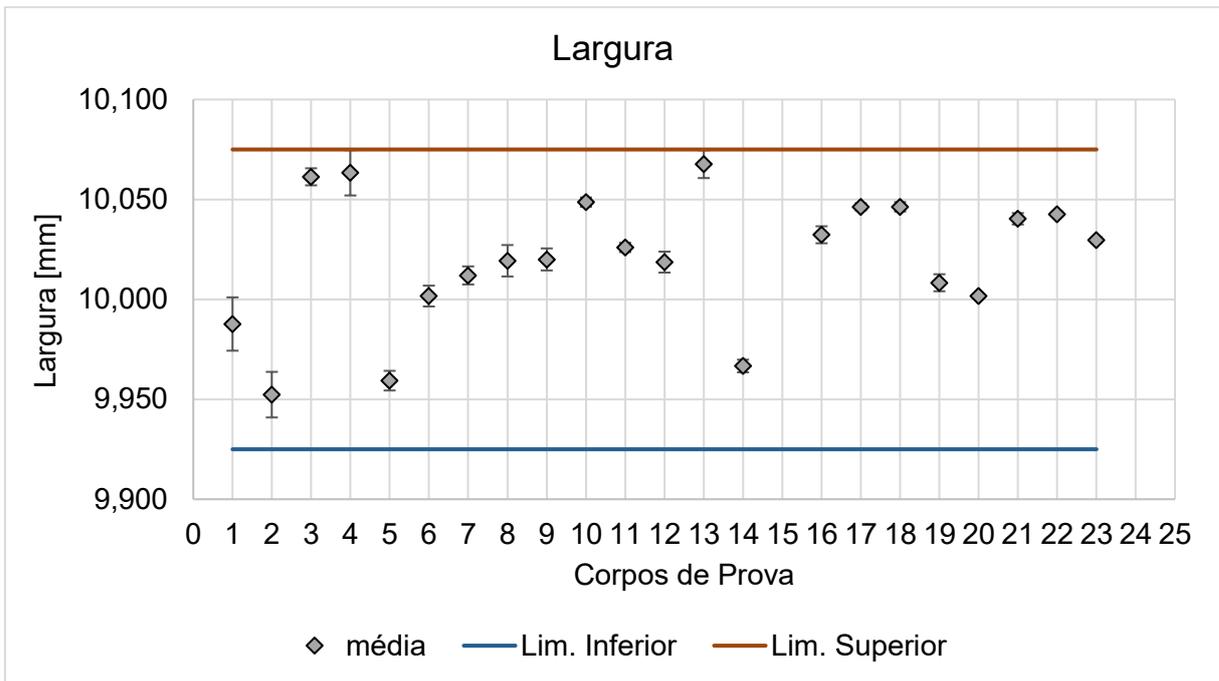


Figura A2 – Valores médios da largura dos corpos de prova CVN ($10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$) do material AISI 4340 – 34 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

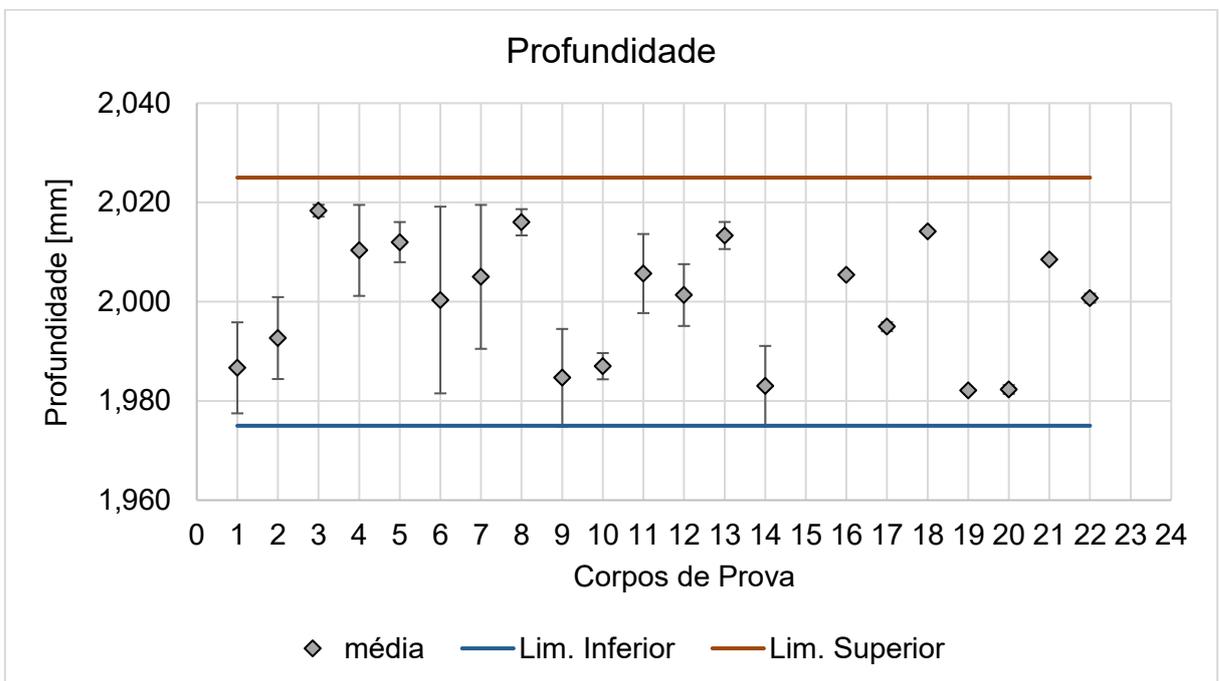


Figura A3 – Valores médios da profundidade do entalhe dos corpos de prova CVN ($10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$) do material AISI 4340 – 34 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

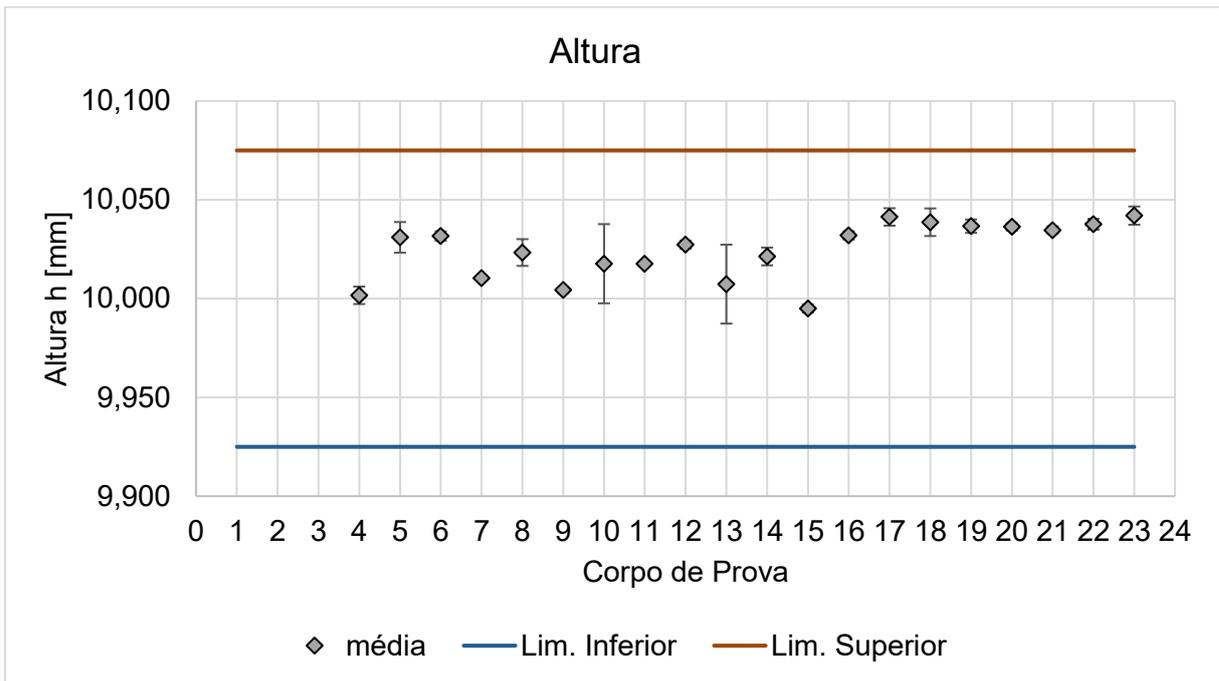


Figura A4 – Valores médios da altura dos corpos de prova CVN (10 x 10 x 55 mm³) do material AISI 4340 – 40 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

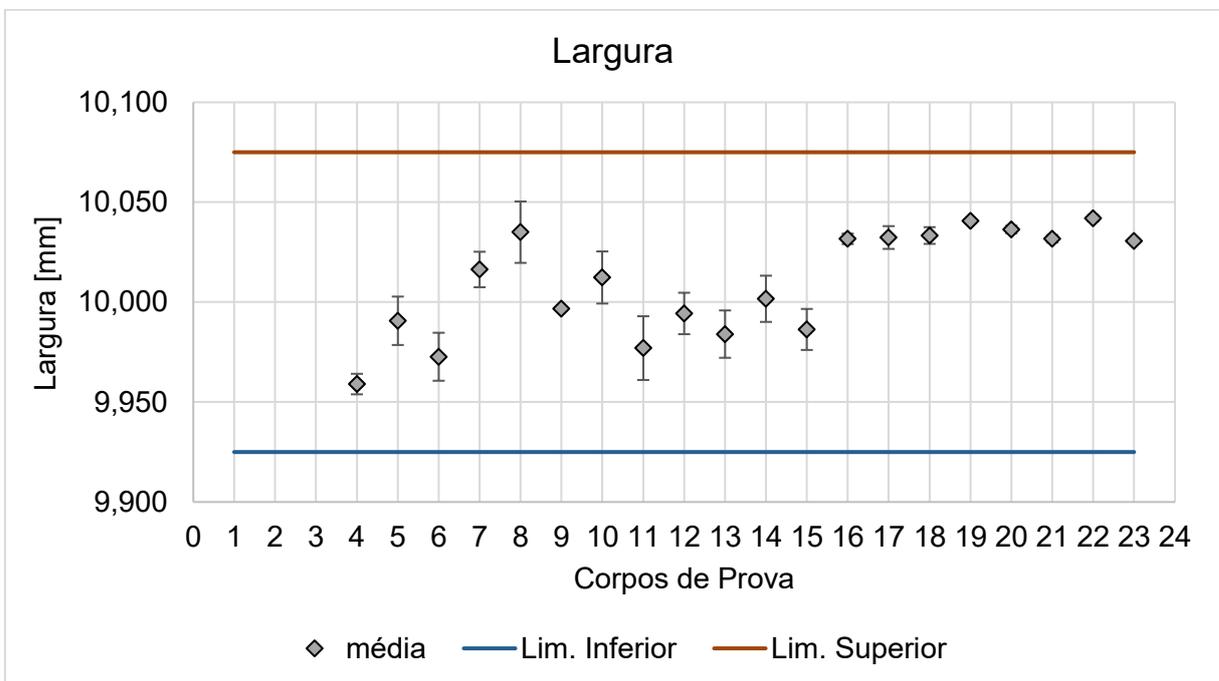


Figura A5 – Valores médios da largura dos corpos de prova CVN (10 x 10 x 55 mm³) do material AISI 4340 – 40 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

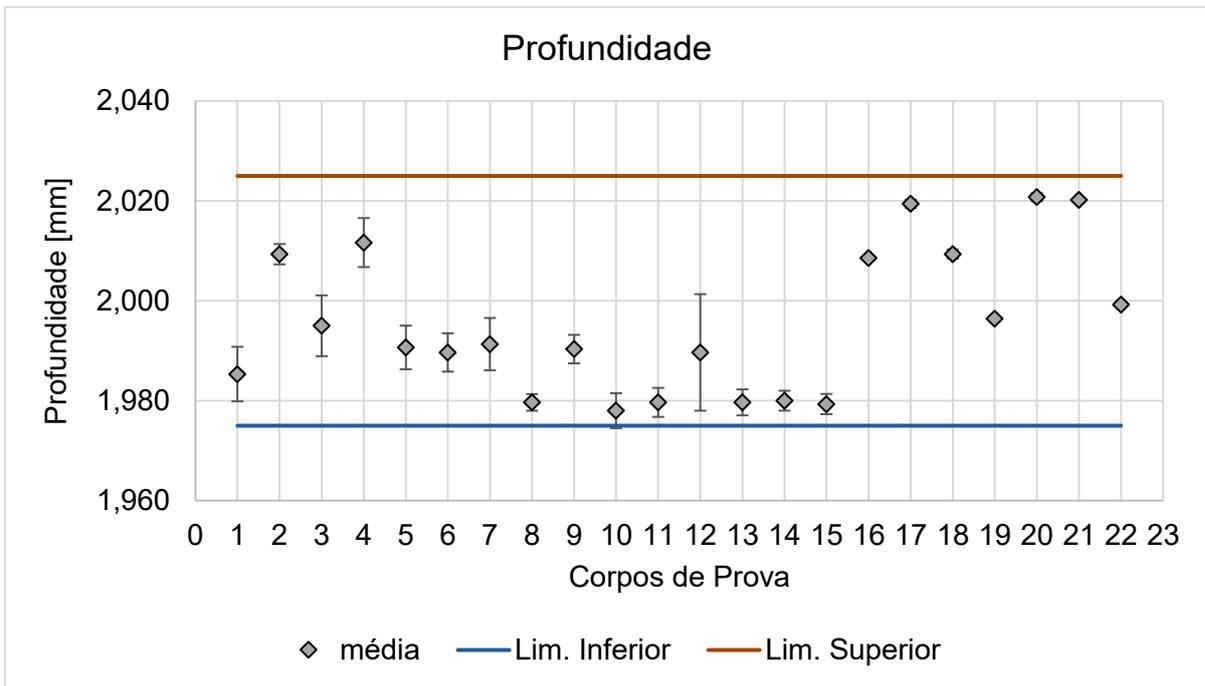
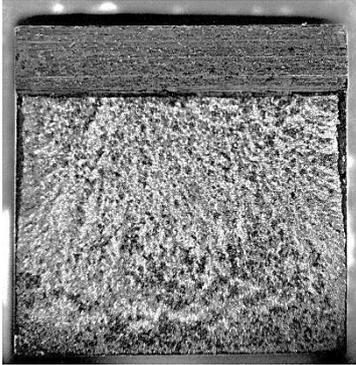
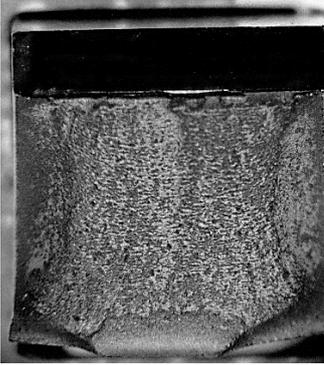
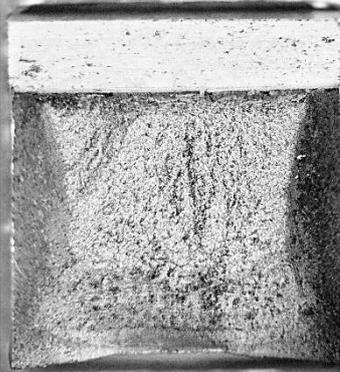
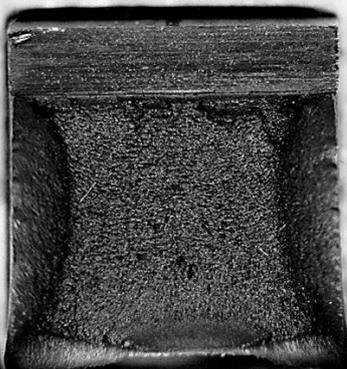
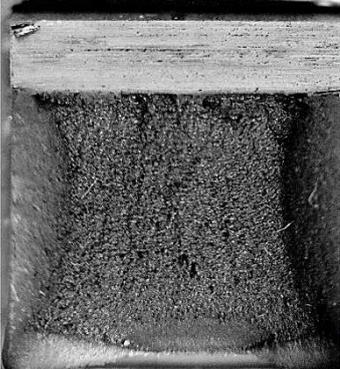
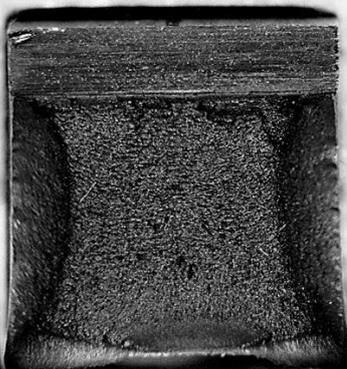


Figura A6 – Valores médios da profundidade do entalhe dos corpos de prova CVN (10 x 10 x 55 mm³) do material AISI 4340 – 40 HRC. Barras de erros indicando a incerteza padrão.

APÊNDICE B – FRACTOGRAFIA DOS CORPOS DE PROVA

Material	AISI 4340 – 34 HRC	AISI 4340 – 40 HRC
Patamar Inferior (LS)	T = - 190 °C 	T = - 140 °C 
	T = - 80 °C 	T = - 40 °C 
Transição	T = 75 °C 	T = 75 °C 
	Patamar Superior (US)	T = 75 °C 

APÊNDICE C – RELATÓRIO DO AJUSTE DA CURVA DE TRANSIÇÃO PARA O AÇO AISI 4340 – 34 HRC

Transition Curve Fitting Tool: Results

User Information: 4340 - 34 HRC

Date: 2024-08-30

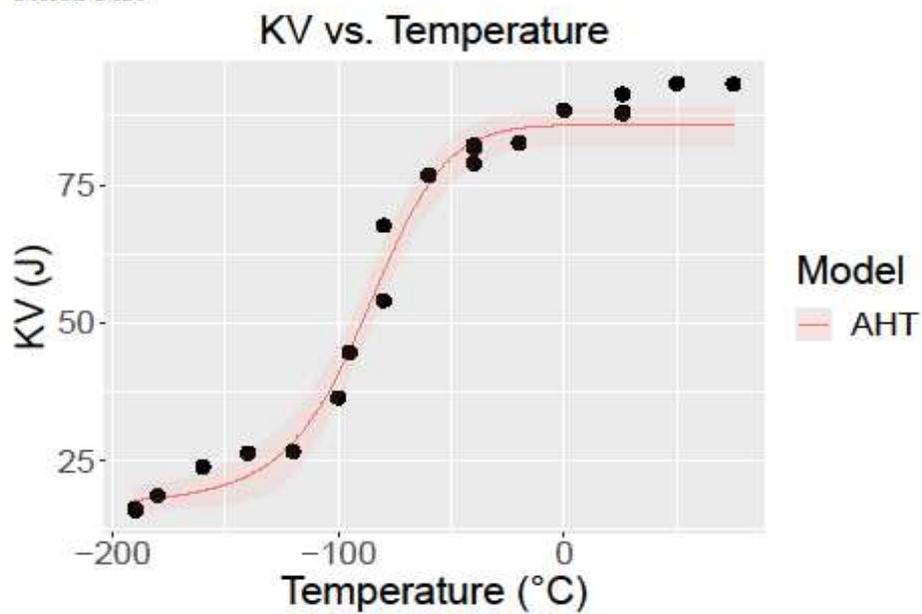
Starting Values for Optimization

Model: AHT (Asymmetric Hyperbolic Tangent)

Parameter	Initial Value
C (°C)	35
T0 (°C)	-90
D	0

Shelf selection: Both shelves were set to be fixed. The upper shelf was set to be 85.93 J and the lower shelf to be 16.89 J.

Fitted Plot



Coefficients Table

Model	Parameter	Estimate	S.E.	Lower CI	Upper CI
AHT	C (°C)	27.1957	12.6489	13.6110	59.3122
AHT	DBTT (°C)	-87.8605	2.5995	-93.4240	-83.3319
AHT	D	-0.1055	0.1343	-0.2558	0.2398

Fit Metrics Table

Model	RMSE	AIC	BIC	Converged?
AHT	4.402	67.005	71.183	Yes

DBTT Table (°C)

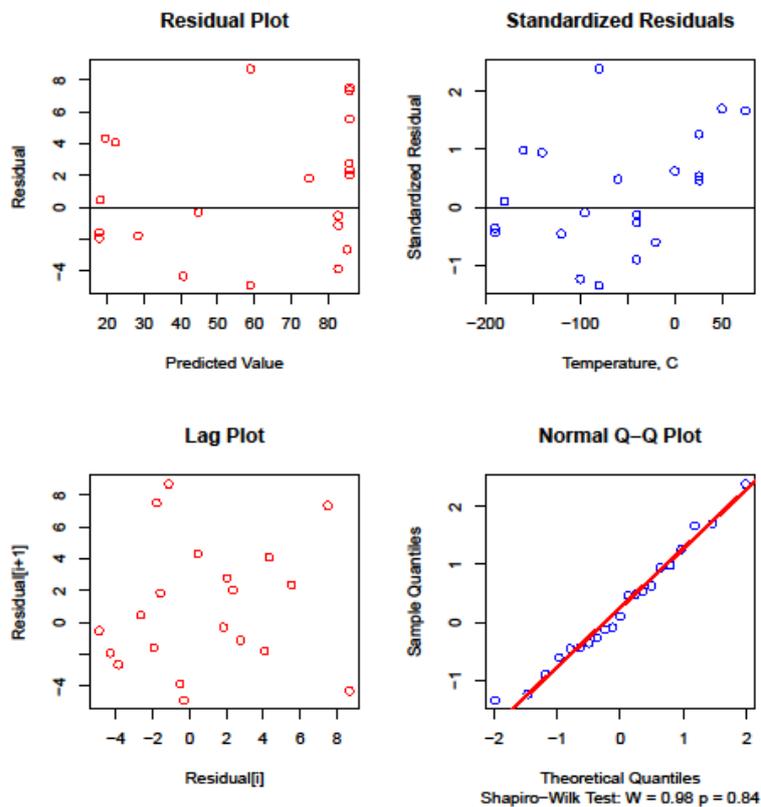
Model	Estimate	S.E.	Lower CI	Upper CI
AHT	-87.8605	2.5995	-93.424	-83.3319

Other Characteristic Temperatures Table (°C)

Model	Ref Value	Temperature Est	SE	Lower CI	Upper CI
AHT	27	-123.29	14.78	-154.35	-92.23

Residuals

Model: AHT



APÊNDICE D – RELATÓRIO DO AJUSTE DA CURVA DE TRANSIÇÃO PARA O AÇO AISI 4340 – 40 HRC

Transition Curve Fitting Tool: Results

User Information: 4340 - 40HRC

Date: 2024-09-04

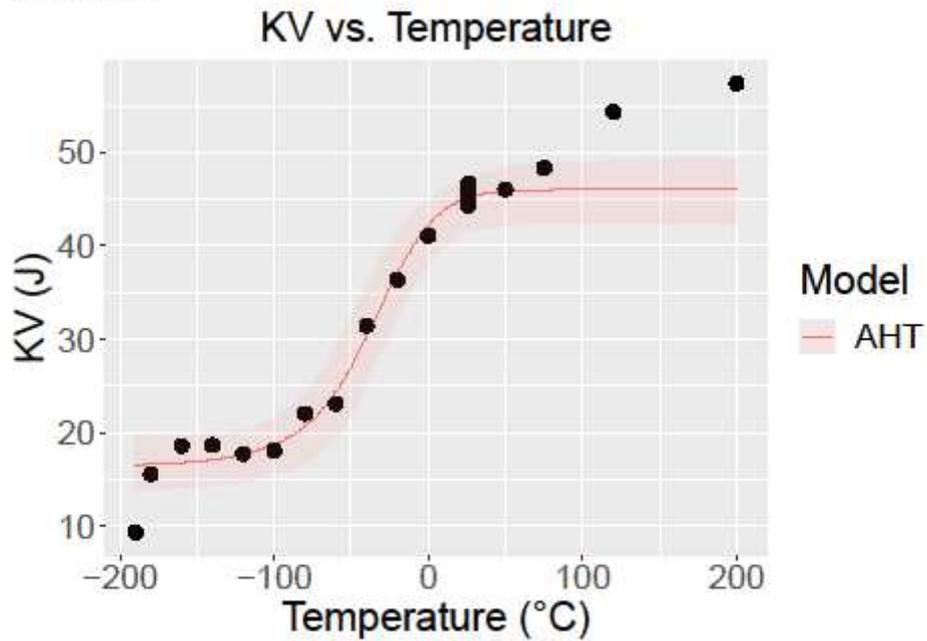
Starting Values for Optimization

Model: AHT (Asymmetric Hyperbolic Tangent)

Parameter	Initial Value
C (°C)	53.000
T0 (°C)	-34.800
D	-0.066

Shelf selection: Both shelves were set to be fixed. The upper shelf was set to be 46 J and the lower shelf to be 16.35 J.

Fitted Plot



Coefficients Table

Model	Parameter	Estimate	S.E.	Lower CI	Upper CI
AHT	C (°C)	38.9228	13.2966	20.0230	74.3784
AHT	DBTT (°C)	-37.1632	7.5100	-54.3148	-21.5095
AHT	D	-0.1252	0.1803	-0.2433	0.3318

Fit Metrics Table

Model	RMSE	AIC	BIC	Converged?
AHT	4.031	60.515	64.498	Yes

DBTT Table (°C)

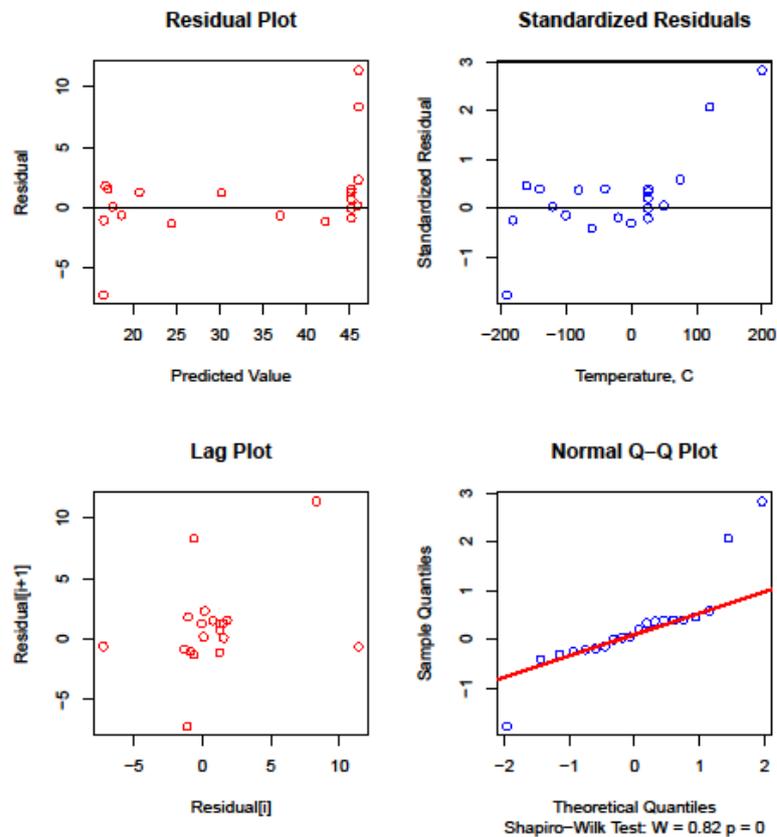
Model	Estimate	S.E.	Lower CI	Upper CI
AHT	-37.1632	7.51	-54.3148	-21.5095

Other Characteristic Temperatures Table (°C)

Model	Ref Value	Temperature Est	SE	Lower CI	Upper CI
AHT	27	-50.25	17.63	-87.45	-13.05

Residuals

Model: AHT



APÊNDICE E – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO BANHO TERMOSTÁTICO



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
 FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
 LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA EM ATRITO E DESGASTE
 Avenida João Naves de Ávila, 2121, bloco 5F, Santa Mônica
 38.400-902 – Uberlândia/MG



Certificado do Banho Termostático

Documento do Sistema da Qualidade

Página 1/4

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N. 21/2024

1.1. IDENTIFICAÇÃO DA MÁQUINA

Banho Termostático
 Fabricante: Time Group Inc
 Modelo: DWY-80A, classe 0,5
 Resolução: 0,1 °C
 Faixa nominal: - 80 °C a + 40 °C

1.2. SISTEMA DE MEDIÇÃO REFERÊNCIA UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO

Termômetro digital para termopares de isolamento mineral acoplado a uma termorresistência PT100
 Fabricante: Salcas
 Modelo: TM-210
 Resolução: 0,01 °C
 Faixa nominal: - 40 °C a + 1760 °C

Certificado de calibração emitido pelo Laboratório de Termometria da Consistec (CR-02153/19 – emitido em 04/04/2019)

1.3. PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO

A calibração foi feita por comparação com o sensor de temperatura de referência imerso em meio termostático homogêneo a uma profundidade de 70 mm, na faixa de - 40 °C a + 40 °C em intervalos espaçados de 10 °C com medição após 5 minutos de estabilização. Foram executados 3 ciclos completos avaliando o mensurando nos sentidos crescente (ida) e decrescente (volta).

Data da calibração: 18 de junho de 2024

Data de emissão do certificado: 21 de agosto de 2024

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida à verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.



1.4. RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

Página 2/4

Tabela 1 – Resultados da calibração sentido crescente de – 40 °C a + 40 °C

Temperatura indicada pelo Banho Termostático (°C)	Temperatura Medida (°C)	Erro (°C)	ν_{eff}	k	U (°C)
40,0	39,25	0,75	2	4,3	0,7820
30,0	29,32	0,68	25	2,06	0,0716
20,0	19,58	0,42	3	3,18	0,2691
10,0	10,02	-0,02	4	2,78	0,1496
0,0	0,43	-0,43	5	2,57	0,1244
-10,0	-8,97	-1,03	3	3,18	0,2775
-20,0	-18,53	-1,47	2	4,3	0,5919
-30,0	-28,26	-1,74	2	4,3	0,8641
-40,0	-38,03	-1,97	4	2,78	0,1523

Tabela 2 – Resultados da calibração no sentido crescente de + 40 °C a – 40 °C

Temperatura indicada pelo Banho Termostático (°C)	Temperatura Medida (°C)	Erro (°C)	ν_{eff}	k	U (°C)
-40,0	-37,82	-2,18	3	3,18	0,2410
-30,0	-28,36	-1,64	2	4,3	0,4415
-20,0	-18,78	-1,22	2	4,3	0,8049
-10,0	-8,96	-1,04	2	4,3	0,4426
0,0	0,67	-0,67	2	4,3	0,4820
10,0	10,18	-0,18	188	1,96	0,0610
20,0	19,95	0,05	34	2,03	0,0688
30,0	29,66	0,34	297	1,96	0,0603
40,0	39,36	0,64	2	4,3	1,0645

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.

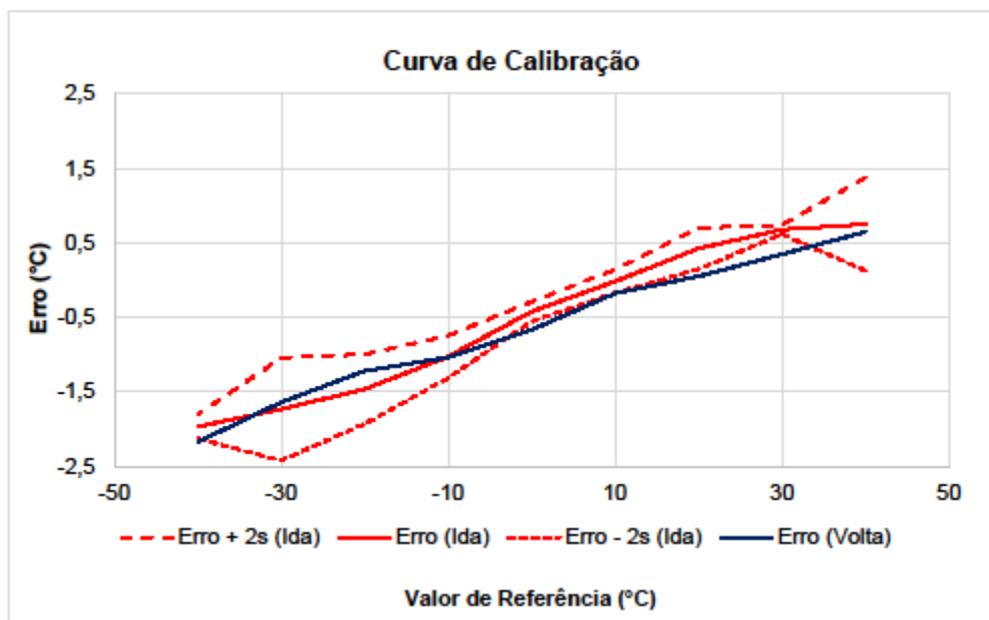


Figura 1 – Curva de calibração.

1.5. OUTROS PARÂMETROS

Histerese: 0,37 °C.

Não linearidade: 0,25 °C.

1.6. INCERTEZA DE MEDIÇÃO

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

1.7. TEMPERATURA

Temperatura ambiente: $20,0 \pm 1,0$ °C.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
LABORATÓRIO DE TECNOLOGIA EM ATRITO E DESGASTE
Avenida João Naves de Ávila, 2121, bloco 5F, Santa Mônica
38.400-902 – Uberlândia/MG



Página 4/4

Documento assinado digitalmente
gov.br RAFAEL MARQUES BORGES PACHECO
Data: 21/08/2024 15:36:42-0300
Verifique em <https://validar.jb.gov.br>

Eng. Rafael Marques Borges Pacheco
Operador

ROSENDA VALDES Assinado de forma digital
ARENCIBIA:21460 por ROSENDA VALDES
806808 ARENCIBIA:21460806808
Dados: 2024.08.21
15:59:39 -03'00'

Profa Rosenda Valdés Arencibia
Coordenadora do projeto

Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente à máquina submetida a verificação nas condições especificadas, não sendo extensivo a outras máquinas.