

INFLUÊNCIA DO ACABAMENTO DA SUPERFÍCIE NO ENSAIO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA POR ESPECTROSCOPIA DE EMISSÃO ÓPTICA

INFLUENCE OF SURFACE FINISH ON THE CHEMICAL COMPOSITION TEST BY OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY

Pamella Stefanés da Silva¹
Denis Boing²

RESUMO: Durante o desenvolvimento de um projeto de engenharia, as propriedades dos materiais são consideradas para a determinação dos esforços envolvidos. Nesse sentido, é necessário conhecer qual material será aplicado, sua estrutura e propriedades, para que se torne possível compreender as variáveis de aplicação de forma segura e eficaz. Esta pesquisa tem como objetivo analisar a influência do acabamento da superfície (rugosidade) no ensaio de composição química por espectroscopia de emissão óptica. Para atender ao objetivo proposto, foram realizadas análises estatísticas das medições de composição química em diferentes preparações de superfícies (diferentes rugosidades) em um aço de baixa liga com composição química conhecida e controlada (padrão de calibração). Verificou-se que o acabamento da superfície influencia na análise da composição química por espectroscopia de emissão óptica em aços. Os resultados das análises para os elementos químicos carbono, silício, manganês, fósforo e enxofre apresentaram diferentes médias e dispersões para cada diferente preparação (rugosidade) do corpo-de-prova. Além disso, os diferentes elementos químicos analisados apresentaram diferentes intensidades de variação. Com isso, verifica-se que o acabamento da superfície influencia em diferentes níveis a análise de composição química dos elementos por espectroscopia de emissão óptica.

PALAVRAS-CHAVE: Composição química. Espectrometria de emissão óptica. Aços. Rugosidade.

ABSTRACT: During the development of an engineering design, the materials properties are considered for select the loads involved. Therefore, is necessary to know which the material will be applied, their structure and properties, so that becomes possible to understand the applications variables for safely and effectively. This research aims to analyze the influence of the surface finish (roughness surface) on the chemical composition test by optical emission spectroscopy. To attain the goal set, statistical analyzes were performed at the chemical compositions measurements in different preparations (different roughness surface) in the low allow steel that has the chemical composition known and controlled (calibration standard). It was found that surface quality influences in the chemical composition analysis by optical emission spectroscopy in low allow steels. The results of the analyzes for the chemical elements carbon, silicon, manganese, phosphorus and sulfur showed different means and dispersions (standard deviation) for each different preparation (roughness surface) of the workpiece. Thus, it is apparent that the surface finish has different levels on influences in the elements at the chemical composition analyzed by optical emission spectroscopy.

¹ Acadêmica de Engenharia de Produção (UNIFEDE). E-mail: pamellasilva@unifebe.edu.br

² Mestre em Engenharia Mecânica (SOCIESC). E-mail: denisboing@unifebe.edu.br

KEYWORDS: Chemical composition. Optical emission spectrometry. Steels. Roughness Surface.

1 INTRODUÇÃO

Durante o desenvolvimento de um projeto de engenharia, as propriedades dos materiais são consideradas para a determinação dos esforços envolvidos. Como exemplo, no projeto de um eixo automotivo são consideradas todas as propriedades do aço de construção mecânica utilizado, bem como dos componentes que o acoplam. Com isso, torna-se fundamental que durante o processo de produção do equipamento ou componente projetado, sejam utilizados materiais que respeitem as especificações determinadas em projeto. Para esse devido controle, procedimentos de ensaios mecânicos, físicos e químicos normatizados são realizados para o controle de qualidade ou verificação dos materiais (GARCIA, 2000; PAHL, 2005; ASHBY, 2011).

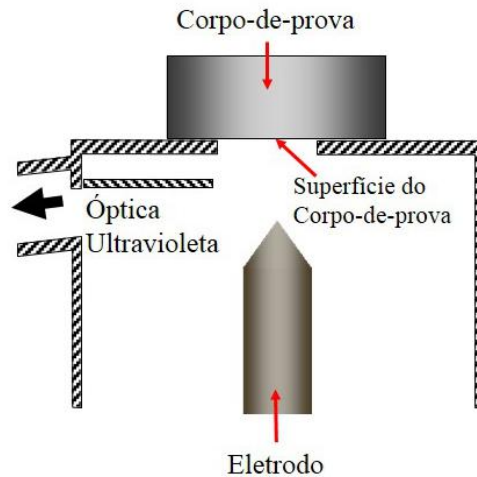
Tomando como exemplo o eixo automotivo, um dos ensaios realizados para garantir a conformidade do produto é o ensaio de composição química. Conforme a Norma ASTM A751 – 11, este ensaio consiste na determinação de quais e em que quantidades os elementos químicos estão presentes em determinada liga. Com isso, torna-se possível a correta identificação da classe de um material.

Nos aços, a composição química possui elevada influência em suas propriedades físicas, mecânicas e químicas. Estas ligas possuem como elementos base o ferro (Fe) e carbono (C) (até 2,11%), além de outros elementos químicos que promovem diferentes propriedades aos aços. Como exemplo, a adição de cromo (Cr) na liga aumenta a resistência mecânica, o endurecimento, a resistência ao desgaste abrasivo e à corrosão; já a adição de tungstênio (W) aumenta a dureza e reduz a condutividade térmica da liga de aço. Como no exemplo descrito, ambos os elementos químicos modificam as propriedades dos aços, ou seja, a ausência de elementos essenciais ou a presença em demasia podem afetar as propriedades requeridas no projeto do produto ou componente (DURAND-CHARRE, 2004; CHIAVERINI 2008).

Para a determinação da composição química em aços, um dos métodos utilizados é a espectroscopia de emissão óptica. O princípio de funcionamento desse método/equipamento é baseado na medição das três grandezas físicas básicas da luz ou da onda eletromagnética: intensidade (ou amplitude), frequência e polarização (ângulo de vibração) (ASTM A751 – 11; SERWAY; RAYMOND, 2011). No espectrômetro de emissão óptica essas grandezas físicas

são visualizadas com a excitação do corpo-de-prova por meio de uma tensão elétrica. A Figura 1 exemplifica o procedimento.

Figura 1 – Representação esquemática do funcionamento do espectrômetro de emissão óptica



Fonte: adaptado de SPECTRO *Analytical Instruments GmbH*.

Conforme mostrado na Figura 01, o eletrodo fornece uma tensão elétrica no corpo-de-prova para que seja possível visualizar as três grandezas físicas da luz emitida por cada elemento químico constituinte na liga, as quais são medidas pela óptica ultravioleta do equipamento. Ou seja, o espectrômetro de emissão óptica é composto basicamente em uma rede de difração e um captador. A rede faz que a luz incidente sobre a abertura do espectrômetro (Figura 1 – óptica ultravioleta) se divida em feixes de onda, os quais incidem sobre os captadores que são sensores fotovoltaicos. Desse modo, é possível identificar a intensidade luminosa de cada comprimento de onda que existe na composição do feixe incidente, permitindo assim, a caracterização e a quantificação em massa dos elementos químicos presentes na liga.

O ensaio de composição química em aços por espectroscopia de emissão óptica é orientado pela norma ASTM A751 – 11, a qual trata dos padrões e métodos para testes, práticas e terminologias para a análise química em produtos de aço, e pela norma ASTM E1806 – 09 a qual trata da prática padrão de amostragem para ensaios em aços e ferros fundidos. Além destas, outras normas específicas devem ser seguidas para grupos específicos de aços, por exemplo, a norma ASTM E327-97 que orienta sobre a análise de composição química por espectroscopia de emissão óptica em aços inoxidáveis.

As normas citadas anteriormente não possuem informações detalhadas sobre o estado da superfície na preparação do corpo-de-prova. Com isso e baseado no princípio de funcionamento do espectrômetro de emissão óptica, o acabamento da superfície do corpo-de-prova que recebe a tensão elétrica do eletrodo, conforme mostrado na Figura 1, pode influenciar na precisão da análise da composição química da liga de aço. Segundo Albertazzi e Souza (2008), a precisão refere-se a um sistema de medição que se repete bem, com pequena dispersão nos resultados. Desse modo, o objetivo do estudo é compreender a influência do acabamento da superfície do corpo-de-prova na precisão da análise da composição química por espectroscopia de emissão óptica.

2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para atingir os objetivos propostos nesta pesquisa, procedimentos experimentais foram realizados. Todos os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaio e Desenvolvimento de Produtos do Centro Universitário de Brusque – UNIFEBE. A seguir, serão descritos detalhadamente os procedimentos e materiais utilizados.

Como o objetivo proposto é entender a influência do acabamento da superfície no ensaio de composição química por espectroscopia de emissão óptica, utilizou-se como corpo-de-prova o próprio padrão de calibração para aços de baixa liga do espectrômetro utilizado nos experimentos, cuja composição química é conhecida e controlada. A Tabela 1 mostra a composição química do corpo-de-prova.

Tabela 1 - média e desvio padrão da composição química do corpo-de-prova (padrão de calibração)

	C (carbono)	Si (silício)	Mn (manganês)	P (fósforo)	S (enxofre)
Média	0,4228	0,2732	0,7002	0,0071	0,01928
Desvio Padrão	0,006573	0,001304	0,006261	0,000374	0,001128

Na Tabela 1 verificam-se apenas os cinco principais elementos constituintes da composição química da liga de aço do corpo-de-prova, os quais também serão utilizados como base na análise proposta nesta pesquisa.

Com o objetivo de atingir diferentes rugosidades, o corpo-de-prova foi submetido ao processo lixamento com diferentes granulometrias³ de lixas, conforme identificado na Tabela 2.

Tabela 2 - Identificação das diferentes preparações da superfície utilizados nos experimentos

Identificação	1	2	3	4	5	6	7
Granulometria	100	220	320	400	600	1200	Polida

Utilizado uma politriz, o corpo-de-prova foi preparado sequencialmente para cada configuração mostrada na Tabela 2. O lixamento era interrompido quando a topografia da superfície do corpo-de-prova estava uniforme e correspondente com a lixa utilizada. Para o polimento da amostra “7”, foi utilizado o abrasivo alumina (Al_2O_3) com granulometria de 1 μm . O polimento foi realizado com o objetivo de deixar a amostra com perfil espelhado.

Após a etapa de preparação por lixamento, o corpo-de-prova foi submetido à limpeza com álcool isopropílico. A limpeza foi realizada para inibir a atuação de elementos externos na análise da composição química. Em seguida, foi avaliada a rugosidade do corpo-de-prova.

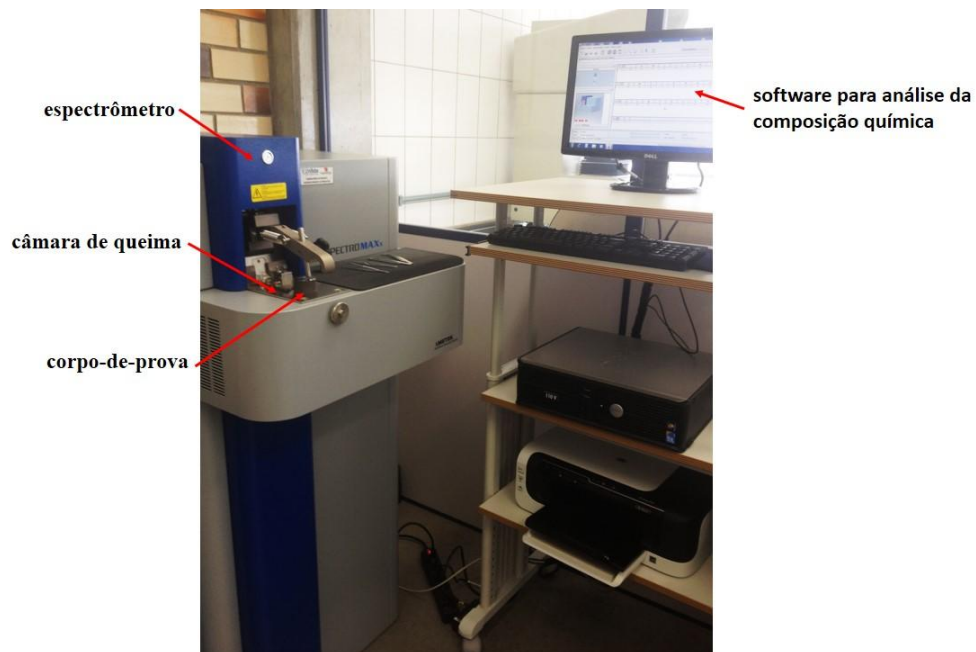
Para medição da rugosidade, utilizou-se um rugosímetro portátil da fabricante Zeiss modelo HandySurf E-35B, ajustado para medir 5 comprimentos de amostragem (λc) de 0,8 mm, o que gerou um comprimento de avaliação de 4 mm. As medições foram realizadas em três posições distintas obedecendo à direção transversal dos sulcos do corpo-de-prova, sendo considerada a média dos valores obtidos para as análises dos resultados. Além do perfil, a avaliação da rugosidade da superfície do corpo-de-prova realizada parâmetros Rz e Rt. O parâmetro Rz representa a soma da altura máxima dos picos e a maior das profundidades dos vales no comprimento de amostragem, já o parâmetro Rt refere-se à soma da maior altura de pico do perfil e da maior profundidade de vale do perfil no comprimento de avaliação (WHITEHOUSE, 2003).

Posteriormente, a superfície do corpo-de-prova foi novamente submetida ao processo de limpeza para garantir a retirada de quaisquer impurezas. Para o ensaio de composição química foi utilizado o espectrômetro de emissão óptica, da fabricante SPECTRO – modelo SPECTRO MAXx M. Ressalta-se que antes da realização dos experimentos foram realizados

³ A granulometria se refere ao número de grãos abrasivos por centímetro quadrado existentes na superfície da lixa.

os procedimentos padrões para análise aço baixa liga. A Figura 2 mostra o equipamento utilizado.

Figura 2 - Espectrômetro de Emissão Óptica



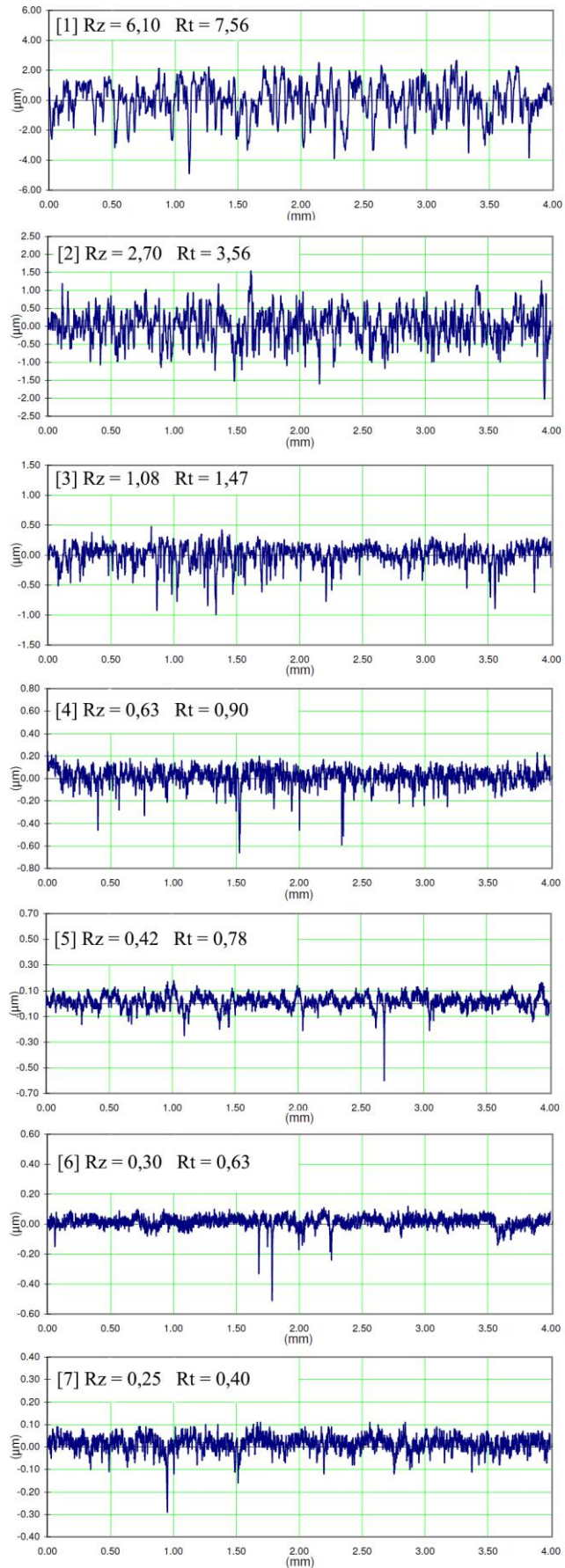
Para cada preparação da superfície (amostras 1 a 7), o ensaio de composição química foi repetido dez vezes, possibilitando a comparação das amostras por análise de variância utilizando um intervalo de confiança de 95%.

Portanto, cada ensaio consistia na realização da preparação da superfície do corpo-de-prova (padrão de calibração), dos procedimentos de limpeza, da medição da rugosidade e do ensaio de composição química. Para cada nova preparação, todos os procedimentos eram repetidos.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 ANÁLISE DA RUGOSIDADE

A Figura 3 mostra os perfis de rugosidade obtidos para cada preparação utilizada nos experimentos.

Figura 3 – Perfil da rugosidade.

A Figura 3 mostra claramente a redução dos valores de rugosidade, bem como a atenuação do perfil quando utilizadas lixas com menores granulometrias. Com isso, verifica-se que a maior rugosidade foi obtida pela preparação número “1”, para a qual, foi utilizada a lixa com granulometria 100, e a menor rugosidade foi obtida pela amostra número “7”, a qual foi submetida ao processo de polimento.

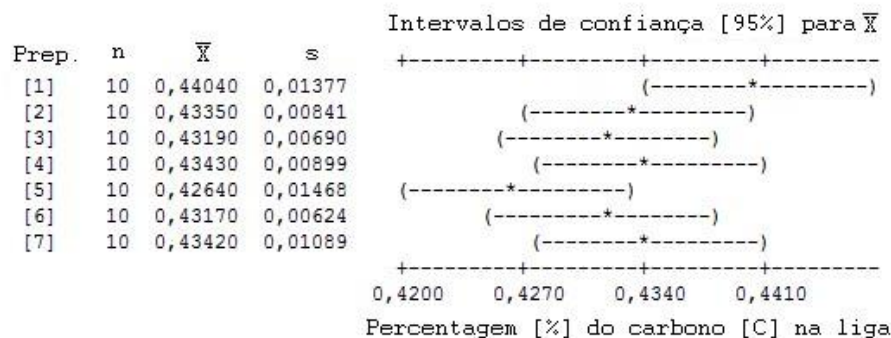
Esses resultados já eram esperados e os perfis das rugosidades estão mostrados para caracterizar o objetivo de estudo desta pesquisa. Com base na Figura 3 é possível afirmar que as sete preparações em que do corpo-de-prova foi submetido, acarretaram em sete diferentes rugosidades. No item a seguir, será mostrada e discutida a influência dessas diferentes rugosidades na análise de composição química por espectroscopia de emissão óptica.

3.2 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A seguir serão apresentados os resultados da análise de composição química, para os elementos químicos, carbono, silício, manganês, fósforo e enxofre. Cada elemento químico será discutido individualmente e comparativamente com cada preparação utilizada nos experimentos, conforme mostrado na Tabela 2.

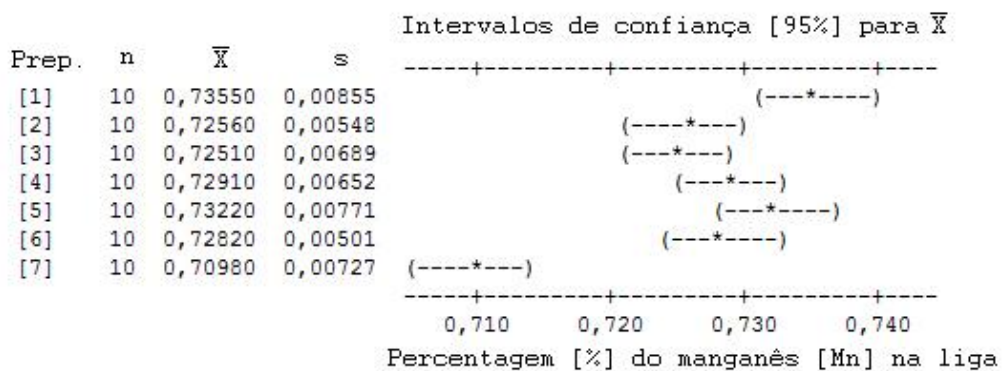
A Figura 4 mostra a análise da composição química para o elemento carbono. À esquerda estão mostrados respectivamente o número da preparação, o número de medições realizadas, a média das medições em percentagem de massa da composição química (média amostral) e o desvio padrão da amostra. À direita da Figura 4 está mostrada uma representação comparativa do intervalo de confiança para a média, executados a partir de uma análise de variância. Essa forma de apresentação dos dados foi utilizada, pois facilita a compreensão comparativa entre as diferentes preparações.

Figura 4 – análise do elemento químico carbono [C]



resultados diferentes das demais (exceto da amostra “7”), como também, existe certa probabilidade da preparação “7” não poder ser considerada diferente das preparações “2”, “3” e “6”. A menor dispersão nos resultados foi obtida pelas preparações “4” e “6”, as quais equivalem aos valores de dispersão do padrão de calibração mostrado na Tabela 1. Portanto, para o elemento químico silício, pode-se inferir que as preparações “2”, “3”, “4”, “5” e “6” são estatisticamente similares. A seguir, será mostrada a análise similar para o elemento químico manganês (Figura 6).

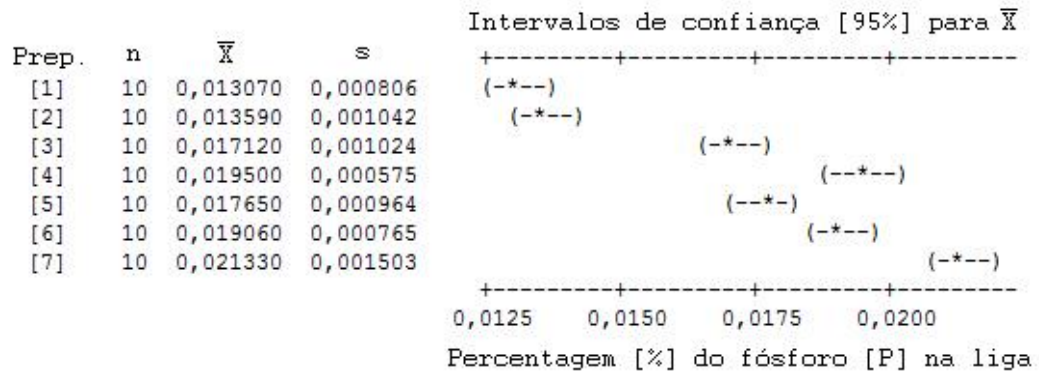
Figura 6 - análise do elemento químico manganês [Mn]



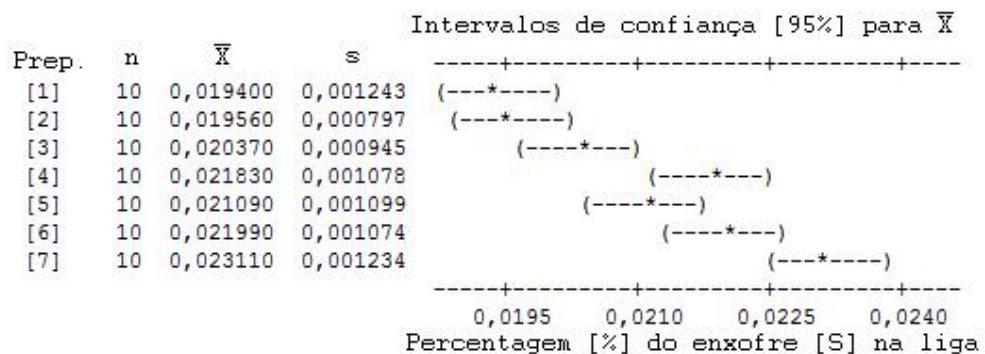
Para o elemento químico manganês, verifica-se que a preparação “7” apresentou resultados extremamente diferentes em comparação as demais preparações. Para esse elemento, a preparação com maior rugosidade “1” e a preparação polida “7” apresentaram resultados inversos, conforme tendência apontada, sobretudo na análise do elemento químico silício. Esta tendência é um forte indicador de que realmente o acabamento da superfície possui influência na análise da composição química por espectroscopia de emissão óptica em aços.

Para a análise do elemento manganês, as preparações centrais (“2” até “6”) não podem ser consideradas estatisticamente diferentes. Além disso, verifica-se que as preparações “2”, “3”, “4” e “6” apresentaram dispersões similares a do padrão de calibração mostrado na Tabela 1.

A Figura 7 mostra os resultados para o elemento químico fósforo.

Figura 7 - análise do elemento químico fósforo [P]

A Figura 7 mostra que os resultados para o elemento químico fósforo foram mais discrepantes quando comparados aos demais elementos analisados nesta pesquisa. Porém, a tendência de resultados opostos entre as preparações “1” e “7” fica ainda mais evidente. Além disso, nesta análise podemos considerar que as preparações “1” e “2” possuíram os mesmos resultados, assim como as preparações “3” e “5” e as preparações “4” e “6”, estas últimas, apresentaram a menor dispersão dentre todas as preparações, equivalentes ao padrão de calibração. Também para a análise do fósforo, a amostra polida encontra-se diferente das demais e com o maior valor de dispersão. Por fim, a Figura 8 mostra a análise para o elemento químico enxofre.

Figura 8 - análise do elemento químico enxofre [S]

A análise do elemento químico enxofre mostrado na Figura 8 é extremamente similar ao já comentado para o elemento químico fósforo, porém, a diferença entre as médias é relativamente menor. Neste elemento químico, também se verifica que as preparações centrais (2 até 6) apresentaram menor dispersão em relação às preparações “1” e “7”. Além disso, a Figura 8 suporta ainda mais a evidência mostrada ao longo dos resultados desta pesquisa, que

o acabamento da superfície influencia na análise de composição química. Para o enxofre, novamente a preparação número “1” apresentou resultados opostos à preparação número “7”. A seguir, serão sugeridas hipóteses para os resultados encontrados nesta pesquisa.

A primeira hipótese a ser sugerida para explicar as diferenças de médias e as dispersões nos resultados refere-se à quantidade em massa de cada elemento químico presente na liga. Esta hipótese pode ser suportada especialmente pela análise do elemento químico fósforo, o qual possui a menor percentagem em massa dos cinco elementos químicos analisados (Tabela 1), e apresentou a maior aleatoriedade nas médias da análise de composição química para cada preparação utilizada. Correlacionada com essa hipótese, a massa atômica dos elementos químicos presentes na liga de aço também podem influenciar nas dispersões dos resultados e na aleatoriedade das médias.

Além da hipótese sugerida acima, outras três podem ser descritas para incrementar a discussão sobre os resultados desta pesquisa. Como a câmara de queima (Figura 2) do espectrômetro de emissão óptica utilizada nos experimentos funciona em uma atmosfera de gás inerte, no caso o argônio, maiores rugosidades do corpo-de-prova permitem a entrada dos elementos presentes da atmosfera na câmara (Figura 1), os quais podem contaminar o ambiente e logo, influenciar nos resultados do ensaio de composição química. Além disso, as maiores rugosidades podem promover literais filtros mecânicos das três grandezas físicas básicas da luz (onda eletromagnética). Como o equipamento em estudo utilizada dessas propriedades na avaliação da quantidade de cada elemento químico (em massa) presente em uma liga de aço, torna-se outro fator de influência para os resultados apresentados.

Por fim, a última hipótese sugerida refere-se, principalmente, às análises dos resultados das preparações número “7”. Esta hipótese está relacionada com alteração da reflectância da superfície do corpo-de-prova em função das diferentes rugosidades das preparações. A alteração na reflectância, assim como sugerido na hipótese anterior, pode influenciar nas grandezas físicas básicas da onda eletromagnética, ou até mesmo, inibir ou sobrecarregar os filtros ópticos e os sensores fotovoltaicos do equipamento.

As hipóteses sugeridas anteriormente não estão comprovadas nesta pesquisa, contudo, servem de ponto de partida para pesquisas mais aprofundadas sobre o tema. Por outro lado, baseado nos resultados dos experimentos desta pesquisa, comprovou-se que o acabamento da superfície (rugosidade) influencia na análise da composição química por espectroscopia de emissão óptica. Ressalta-se que a análise dos resultados desta pesquisa baseou-se nas comparações das médias das medições para cada preparação utilizada e na avaliação da dispersão dos resultados de cada análise (erros aleatórios). Se os resultados apresentados

forem comparados com os mostrados na Tabela 1, será verificada a existência de erros sistemáticos, ou seja, previsíveis, os quais são facilmente ajustados no momento da calibração do equipamento.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Baseado nos resultados dos experimentos desta pesquisa apontam-se as seguintes conclusões:

- o acabamento da superfície (rugosidade) influencia na análise da composição por espectroscopia de emissão óptica, em termos de média das medições para cada preparação utilizada e na dispersão dos resultados.

- os diferentes elementos químicos apresentaram diferentes intensidades de variação. Com isso, conclui-se que o acabamento da superfície possui maior ou menor impacto sobre a análise de determinado elemento químico. Nesta pesquisa, verificou-se que a maior aleatoriedade foi obtida na análise do elemento químico fósforo, ao passo que a maior uniformidade foi obtida pelo elemento químico carbono.

- de forma global, a preparação número “4” apresentou os melhores resultados quanto à precisão na análise da composição química por espectroscopia de emissão óptica nos métodos e procedimentos utilizados nesta pesquisa.

REFERÊNCIAS

ALBERTAZZI, Armando; SOUSA, André Roberto de. **Fundamentos de metrologia científica e industrial**. Barueri: Manole, 2008. 408 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A751 - 11: Standard test methods, practices, and terminology for chemical analysis of steel products**. ASTM International.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1806 - 09: Standard practice for sampling steel and iron for determination of chemical composition**. ASTM International.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E327 - 94: Test method for optical emission spectrometric analysis of stainless type 18-8 steels by the point-to-plane technique**. ASTM International.

ASHBY, Michael F. **Materials selection in mechanical design**. 4th ed. Amsterdam: Elsevier, 2011. 646 p.

CHIAVERINI, Vicente. **Aços e ferros fundidos:** características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7. ed. ampl. e rev. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008. 599 p.

DURAND-CHARRE, Madeleine. **Microstructure of steels and cast irons.** New York: Springer, 2004. 404 p.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre dos. **Ensaaios dos materiais.** Rio de Janeiro: LTC, 2000. 247 p.

PAHL, Gerhard. **Projeto na engenharia:** fundamentos do desenvolvimento eficaz de produtos, métodos e aplicações. São Paulo: Edgard Blücher, 2005. 412 p.

SERWAY, Raymond A; JEWETT Jr, John W. **Física para cientistas e engenheiros:** eletricidade e magnetismo. São Paulo: Cengage Learning, 2011.

SPECTRO Analytical Instruments GmbH. Application Report - Nr. Arc/Spark – 10/1 SPECTROMAXx. Kleve, Germany.

WHITEHOUSE, D. J. **Handbook of surface and nanometrology.** 1 ed. ed. Bristol: IPP Publisher, 2003. 1128 p.