



Hélder António Gonçalves Guerra

Mestre em Engenharia Mecânica

**Medição do volume por comparação
entre o método gravimétrico e
geométrico**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica

Orientador: Rui Martins, Professor Auxiliar, FCT/UNL-
DEMI

Co-orientador: Elsa Batista, Responsável do Laboratório
de Volume, Instituto Português da Qualidade

Co-orientador: Fernanda Saraiva, Responsável dos
Laboratórios Comprimento, Tempo e Fotometria, Instituto
Português da Qualidade

Presidente: Prof. Doutor Jorge Joaquim Pamies Teixeira

Vogalais: Doutor Álvaro Silva Ribeiro

Prof. Doutora Ana Sofia Leonardo Vilela de Matos

Prof. Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins

Engenheira Elsa Maria Isqueiro Batista



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro de 2011

Medição do volume por comparação entre o método gravimétrico e geométrico.

© Hélder António Gonçalves Guerra, FCT-UNL, 2011

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objectivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos aqueles que, directa ou indirectamente, contribuíram para que o presente trabalho fosse concretizado.

Em primeiro lugar gostaria de agradecer aos meus pais, e irmã, pelo apoio incondicional, compreensão, paciência e incentivo durante a realização deste trabalho, bem como durante todo o meu percurso académico.

Ao Professor Doutor Rui Fernando Martins, meu orientador científico, pela disponibilidade imensa sempre que era necessária, pelos inúmeros conhecimentos transmitidos e revisão do trabalho realizado.

Às minhas co-orientadoras do IPQ, Elsa Batista e Fernanda Saraiva, pelo apoio prestado em todos os momentos, pela sua paciência para comigo, pelos inúmeros conhecimentos transmitidos, sem o seu apoio não teria sido possível a realização deste estágio.

A todos os membros do IPQ, pelos conhecimentos partilhados em especial ao Nelson Almeida.

Aos meus amigos Duarte Lousa, Felipe Mexia, João Violante, André Bernardo, Gonçalo Sorger, Tiago Baptista, Rodrigo Pires, João Russo, Nuno Lopes e João Tibúrcio (Tibas) pelo bem-estar criado ao longo do percurso académico e incansável apoio.

Aos meus colegas e amigos que ainda não foram mencionados pelo seu companheirismo e apoio constante.

Aqui deixo o meu agradecimento simples, mas muito sincero: *Muito Obrigado!!!*

Resumo

O trabalho que se apresenta nesta dissertação teve como principal objectivo a comparação de métodos de calibração de instrumentos volumétricos. Foram utilizados dois métodos distintos; método gravimétrico normalmente utilizado neste tipo de calibrações e o método geométrico.

O método gravimétrico tem como instrumento de medição a balança, pois este tem como base a pesagem dos instrumentos volumétricos a calibrar. Estes são pesados vazios e posteriormente cheios com líquido de calibração para se efectuar nova pesagem. Com a diferença das pesagens determina-se a mensuranda (volume).

O método geométrico teve como instrumentos de medição: máquinas de medir coordenadas (MMC's), paquímetros e um *scanner* 3D. Foram calibrados padrões de referência para elaboração de procedimentos de medição de forma a se poder aplicar este método a instrumentos volumétricos.

Realizou-se um estudo das possíveis fontes de incerteza que influenciam os métodos aplicados no cálculo da mensuranda. Efectuou-se a comparação dos resultados obtidos pelos métodos em estudo. A análise da comparação foi feita utilizando o teste estatístico do “erro normalizado”, tendo como valores de referência os resultados obtidos pelo método gravimétrico.

Palavras-chave

Método geométrico, Método gravimétrico, Incerteza, Calibração, Volume, Comprimento

Abstract

The main objective of the work presented in this Thesis was to compare methods of volumetric calibration of instruments. Two different methods were used: the gravimetric method, normally used in such calibrations and the geometric method.

The gravimetric method uses the scale as a measuring instrument, because it is based on the weighing of the volumetric instruments to be calibrated. These are weighed empty and then filled with the calibration liquid to perform a reweighing. With the difference of the weights the measurand (volume) can be determined.

The geometrical method has as measuring instruments: coordinate measuring machines (CMM's), calipers and a 3D scanner. Reference patterns were also analyzed for the creation of measurement procedures in order to apply this method in volumetric instruments.

A study on possible sources of uncertainty that influence the methods used in the calculation of measurand was conducted. The methods under study were compared. This comparison was made using the normalized error and with the reference values determined by the gravimetric method.

Keywords

Geometric method, gravimetric method, Uncertainty, Calibration, Volume, Length

Índice

Índice de Figuras	xv
Índice de Tabelas.....	xvii
Abreviaturas	xix
Simbologia	xxi
1 Introdução	1
1.1 Estrutura da Dissertação.....	2
2 Enquadramento.....	5
2.1 Instituto Português da Qualidade e o Sistema Português da Qualidade	5
2.2 Estrutura da Qualidade em Portugal.....	5
2.3 História da Metrologia	7
2.4 Metrologia.....	9
2.5 Engenharia Inversa.....	10
2.5.1 Digitalização.....	11
2.5.2 Modelação	11
2.5.3 Sistemas de Aquisição de Coordenadas	12
2.5.3.1 CMM do IPQ.....	13
2.5.3.2 MMC do IST	14
2.5.3.3 <i>Scanner</i> 3D VIVID 910i da FCT/UNL-DEMI.....	14
2.5.3.4 Paquímetro	16
3 Erro de Medição e Incerteza.....	17
3.1 Erro de medição	17
3.2 Incerteza	17
3.2.1 Mensuranda	18
3.2.2 Componentes de incerteza.....	18
3.2.3 Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada ..	18
3.2.3.1 Avaliação Tipo A	19
3.2.3.2 Avaliação Tipo B	19

3.2.4	Incerteza-padrão da mensuranda	21
3.2.5	Incerteza de medição expandida.....	22
4	Análise estatística	25
4.1.1	Resultados não correlacionados (erro normalizado):	25
4.1.2	Resultados correlacionados	26
5	Métodos experimentais	29
5.1	Método Gravimétrico	29
5.1.1	Calibração de instrumentos volumétricos	30
5.1.1.1	Termos específicos - Definições gerais.....	30
5.1.1.2	Técnicas gerais	30
5.1.2	Instrumentos volumétricos calibrados pelo método gravimétrico.....	32
5.1.2.1	Picnómetro	32
5.1.2.2	Balões Volumétricos	33
5.1.2.3	Pipetas de um traço volumétrico e graduadas de escoamento total.....	34
5.1.2.4	Pipetas de dois traços volumétricas e graduadas de escoamento diferencial ..	34
5.1.2.5	Proveta.....	35
5.1.2.6	Bureta de vidro	35
5.1.2.7	Bureta Digital	36
5.1.2.8	Dispensador.....	36
5.1.2.9	Seringa.....	36
5.1.3	Procedimento experimental.....	37
5.1.4	Cálculo do volume pelo método gravimétrico	39
5.1.4.1	Massa volúmica do líquido de calibração	39
5.1.4.2	Massa volúmica do ar.....	40
5.1.5	Cálculo das incertezas	40
5.1.5.1	Modelo de cálculo	40
5.1.5.2	Fontes de incerteza	41
5.1.5.3	Incertezas-padrão	41
5.1.5.4	Coeficientes de sensibilidade	43

5.1.5.5	Incerteza Combinada.....	44
5.1.5.6	Incerteza Expandida U	44
5.2	Método Geométrico.....	44
5.2.1	Técnicas Gerais	45
5.2.2	Padrões e Instrumentos volumétricos calibrados pelo método geométrico.....	46
5.2.2.1	Padrões utilizados para praticar o método geométrico.....	46
5.2.2.2	Instrumentos volumétricos	48
5.2.3	Procedimento experimental.....	48
5.2.3.1	MMC do IPQ.....	48
5.2.3.2	MMC do IST	49
5.2.3.3	Scanner 3D	49
5.2.3.4	Paquímetro	52
5.2.3.5	Sip 3000	52
5.2.4	Cálculo das incertezas para os padrões de referência.....	52
5.2.4.1	Anéis lisos	52
5.2.4.2	Blocos padrão.....	57
5.2.5	Cálculo do volume pelo método geométrico.....	58
5.2.5.1	Picnómetros.....	58
5.2.5.2	Proveta.....	60
5.2.5.3	Balão Volumétrico	61
6	Resultados	63
6.1	Resultados obtidos pelo método Gravimétrico	63
6.2	Resultados obtidos pelo método Geométrico dos padrões de referência	64
6.2.1	Resultados obtidos para o d do anel liso de $d_0=40$ mm	64
6.2.1.1	Resultados obtidos com o recurso à MMC do IPQ	64
6.2.1.2	Resultados obtidos com o recurso à MMC do IST.....	65
6.2.2	Resultados obtidos para o d do anel liso de $d_0=90,003$ mm	66
6.2.3	Resultados da medição dos blocos padrão pelo método geométrico.....	66
6.2.3.1	Resultados do bloco padrão de $l_0=50$ mm.....	66

6.2.3.2	Resultado do bloco padrão de $l_0=100$ mm	67
6.3	Resultados obtidos pelo método geométrico dos instrumentos volumétricos	67
6.3.1	Resultados do volume do picnómetro de alumínio	67
6.3.2	Resultados do volume do picnómetro de aço	70
6.3.3	Resultado do volume da proveta de 25 mL	72
6.3.4	Resultado do volume do balão volumétrico de 50 mL	73
6.4	Comparação dos resultados obtidos entre o método geométrico e o método gravimétrico	73
7	Conclusões	77
	Bibliografia	79
	ANEXOS.....	81
	Anexo A – Procedimento de medição da MMC do IPQ.....	83
	Anexo B – Procedimento de medição da MMC do IST.....	91
	Anexo C – Procedimento de medição do Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI	97
	Anexo D – Balanço das Incertezas de Medição do Método Geométrico Para cada instrumento de medição	109

Índice de Figuras

Figura 2.1: Subsistema da metrologia	9
Figura 2.2: MMC do IPQ	13
Figura 2.3: Exemplo de apalpadores utilizados para efectuar medições	13
Figura 2.4: MMC do IST	14
Figura 2.5: <i>Scanner</i> 3D Minolta VI-910 da FCT/UNL-DEMI.....	15
Figura 2.6: Método de medição VI-910 [10].....	15
Figura 2.7: Digitalização por linha laser [11].....	15
Figura 2.8: Paquímetro analógico	16
Figura 2.9: Paquímetro digital	16
Figura 3.1: Distribuição Normal [14]	20
Figura 3.2: Distribuição Rectangular [14].....	21
Figura 3.3: Distribuição Triangular [14].....	21
Figura 5.1: Cadeia da rastreabilidade do laboratório de volumes [20]	29
Figura 5.2: Ajuste do menisco [22].....	32
Figura 5.3: Picnómetro de Gay Lussac	33
Figura 5.4: Picnómetro de Alumínio.....	33
Figura 5.5: Picnómetro de aço inoxidável	33
Figura 5.6: Balão Volumétrico de 250 mL	33
Figura 5.7: Balão Volumétrico de 50 mL	34
Figura 5.8: Pipeta graduada de 10 mL	34
Figura 5.9: Pipeta volumétrica de 5 mL	34
Figura 5.10: Pipeta volumétrica de 25 mL	35
Figura 5.11: Proveta de 25 mL	35
Figura 5.12: Bureta de vidro de 50 mL.....	35
Figura 5.13: Bureta Digital de 50 mL	36
Figura 5.14: Dispensador de 10 mL	36
Figura 5.15: Seringa de 2 mL	36
Figura 5.16: Anel Liso $d_0 = 40$ mm.....	47
Figura 5.17: Anel liso $d_0 = 40$ mm	47
Figura 5.18: Blocos-Padrão	48
Figura 5.19: Objecto 3D do picnómetro	50
Figura 5.20: Objecto 3D da tampa do picnómetro	50
Figura 5.21: Objecto 3D da proveta.....	51
Figura 5.22: Objecto 3D da Proveta com a imagem para se ver a escala	51
Figura 5.23: Objecto 3D do Balão.....	51
Figura 5.24: Objecto 3D do balão com a imagem que permite ver a escala.....	51
Figura 5.25: Representação dos volumes considerados para definir o picnómetro	59

Figura 5.26: Representação do sólido criado a partir da digitalização 3D do balão para obter o volume.....61

Figura 6.1: Representação do esquema de medição do Anel Liso[33]64

Índice de Tabelas

Tabela 3.1: Graus de liberdade vs factor de expansão [12]	23
Tabela 5.1- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da MMC do IPQ	54
Tabela 5.2- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da MMC do IST	55
Tabela 5.3- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Paquímetro Digital	55
Tabela 5.4- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da Sip 3000	56
Tabela 5.5- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Paquímetro Analógico	58
Tabela 5.6- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Scanner 3D	62
Tabela 6.1 – Resultados da calibração de instrumentos volumétricos pelo método gravimétrico	63
Tabela 6.2 – Resultado do diâmetro interno do anel liso de $d_0=40$ mm	64
Tabela 6.3 – Resultado do diâmetro do anel liso medido com a MMC do IST e respectiva incerteza	65
Tabela 6.4 – Resultados do diâmetro e respectiva incerteza para o anel liso de $d_0 =90,003$ mm	66
Tabela 6.5 – Resultado do comprimento do bloco padrão de $l_0=50$ mm.....	67
Tabela 6.6 – Resultado do comprimento do bloco padrão de $l_0=100$ mm.....	67
Tabela 6.7 – Resultados do diâmetro do picnómetro e respectivas incertezas	67
Tabela 6.8 – Resultados da altura do picnómetro e respectivas incertezas	68
Tabela 6.9 – Resultados do diâmetro da tampa	68
Tabela 6.10 – Resultados da altura da tampa	68
Tabela 6.11 – Resultados do diâmetro do furo da tampa.....	68
Tabela 6.12 – Resultados da altura do furo da tampa.....	69
Tabela 6.13 – Resultados do volume do picnómetro de alumínio.....	69
Tabela 6.14 – Resultados do diâmetro e respectivas incertezas.....	70
Tabela 6.15 – Resultados da altura e respectivas incertezas.....	70
Tabela 6.16 – Resultados do diâmetro da tampa	70
Tabela 6.17 – Resultados da altura da tampa	70
Tabela 6.18 – Resultados do diâmetro do furo da tampa.....	71
Tabela 6.19 – Resultados da altura do furo da tampa.....	71
Tabela 6.20 – Resultados do volume do picnómetro de aço.....	71
Tabela 6.21 – Resultados da altura da proveta	72
Tabela 6.22 – Resultados do diâmetro da proveta.....	72
Tabela 6.23 – Resultado do volume da proveta.....	72
Tabela 6.24 – Resultado do volume do balão volumétrico	73
Tabela 6.25 – Erro Normalizado para os valores obtidos com a MMC do IST	73
Tabela 6.26 – Erro Normalizado para os valores obtidos com os paquímetros	74
Tabela 6.27 – Erro Normalizado para os valores obtidos com o Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI..	75

Abreviaturas

Apresentam-se de seguida as principais abreviaturas utilizadas nesta dissertação e seu significado:

MMC	Máquina de Medir Coordenadas
LVO	Laboratório de Volume
IPQ	Instituto Português da Qualidade
SPQ	Sistema Português da Qualidade
ONN	Organismo Nacional de Normalização
CGPM	Conferência geral de pesos e medidas
UMCA – LCM	Unidade de Metrologia Científica e Aplicada - Laboratório Central de Metrologia
DRE	Direcção Regional de Economia
OVM	Organismo de Verificação Metrológica
SMM	Serviços Municipais de Metrologia
GUM	Guia para a Incerteza de Medição
CNC	Controlo numérico computadorizado
EI	Engenharia Inversa
CAD	Desenho Assistido por Computador

Simbologia

a	Valor da incerteza apresentada
C	Factor de correcção
c_i	Coefficiente de sensibilidade
d_0	Valor nominal do diâmetro interno
d	Valor verdadeiro do diâmetro interno
D	Diâmetro nominal
D_{20}	Diâmetro à temperatura de 20 °C
E_n	Erro Normalizado
e	Erro de medição
h_r	Humidade relativa em %
h	Altura
I_L	Resultado da pesagem com recipiente cheio com líquido de calibração
I_E	Resultado da pesagem com recipiente vazio
k	Factor de expansão
l_0	Valor nominal do bloco-padrão
l	Valor verdadeiro do bloco-padrão
L	Dimensão da área de medição da MMC
m	Massa real de líquido contido ou escoado do instrumento volumétrico
M_{20}	Diâmetro obtido
n	Numero de observações
N	número de ensaios
p_a	Pressão em hpa
Pr	Probabilidade de de
q	Valor obtido
q	Valor Médio
R	Resolução da balança
S	Desvio padrão
T_p	Temperatura na peça
T_r	Temperatura na MMC
t	Temperatura do líquido utilizado na calibração
t_a	Temperatura ambiente em °C
U	Incerteza expandida
u_i	Incerteza Padrão
u_c	Incerteza-Padrão Combinada

$u(bal)$ Incerteza associada à balança

$u(term)$ Incerteza indicada no certificado de calibração do termómetro

V_{pic} Volume do picnómetro

VM Valor medido

VR Valor Real

V_{20} Volume, à temperatura de 20 °C

ν_{ef} Graus de liberdade efectivos

X_i Grandeza de entrada

Y Grandeza de saída

x_{ref} Valor de referência

ε Erro

ρ Massa volúmica do líquido

ρ_w Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t

ρ_A Massa volúmica do ar

ρ_B Massa volúmica de referência das massas da balança

γ Coeficiente de expansão térmico do material de que é feito o recipiente a calibrar

δt Desvio-padrão das leituras do termómetro (repetibilidade)

Δt Variação da temperatura

ΔV_E Variação experimental das leituras do menisco

γ Coeficiente de expansão térmico do material

$\alpha_{aço}$ Coeficiente de expansão térmico do aço

α_{vidro} Coeficiente de expansão térmico do vidro

1 Introdução

A metrologia é uma ferramenta imprescindível para avaliar a conformidade de produtos e processos, assegurar relações comerciais justas, promover a cidadania e assegurar o reconhecimento nacional e internacional.

A metrologia é a ciência da medição e suas aplicações. Esta compreende todos os aspectos teóricos e práticos da medição, qualquer que seja a incerteza de medição e o domínio de aplicação [1].

A medição é o processo experimental para obter um ou mais valores razoavelmente atribuíveis a uma grandeza. Estas pressupõem uma descrição da grandeza compatível com o uso pretendido de um resultado da medição, um procedimento de medição e um sistema de medição calibrado, a funcionar de acordo com o procedimento de medição especificado, incluindo as condições de medição [1].

Os processos de medição estão a sofrer um grande avanço tecnológico devido à “globalização dos mercados”, tendo como principal objectivo a confiabilidade nos sistemas de medição e garantir que especificações técnicas, regulamentos e normas existentes sejam respeitados. Agindo deste modo, garante-se uma aceitabilidade de produtos independentemente do local onde estes sejam produzidos.

De forma a garantir um melhor conhecimento dos produtos produzidos, estes devem sofrer um controlo metrológico, garantindo-se assim a qualidade do produto. Para se conhecer algumas das características metrológicas dos produtos recorre-se à calibração dos mesmos. Este processo permite-nos conhecer a incerteza associada a cada instrumento.

Para efectuar um controlo metrologico de instrumentos volumetricos aplica-se o metodo gravimétrico, que permite efectuar a sua calibração, pois, trata-se de um processo acessível e de fácil aplicação. A calibração dos intrumentos volumétricos permite conhecer o valor do volume (mensuranda) com uma incerteza reduzida ou baixa.

A calibração é a operação que, em condições especificadas, num primeiro passo, estabelece a relação entre os valores da grandeza com incertezas de medição provenientes de padrões e as indicações correspondentes com incertezas de medição associadas e, num segundo passo, usa esta informação para estabelecer uma relação de forma a obter o resultado de medição de uma indicação. A calibração não deve ser confundida com o ajuste de um sistema de medição, muitas vezes denominado erradamente “auto-calibração”, nem com a verificação da calibração [1].

O método gravimétrico tem como instrumento de medição a balança, pois este tem como base a pesagem dos instrumentos volumétricos a calibrar. Estes são pesados vazios e posteriormente cheios com líquido de calibração para se efectuar nova pesagem. Com a diferença das pesagens determina-se a mensuranda (volume).

A mensuranda é a grandeza que se pretende medir. Para que se possa especificar uma mensuranda deve-se exigir o conhecimento da natureza da grandeza, a descrição do estado do fenómeno, corpo ou substância de que a grandeza é uma propriedade, incluindo qualquer componente relevante e as entidades químicas envolvidas [1].

Com o presente trabalho pretende-se aplicar o método geométrico, para proceder à calibração de instrumentos volumétricos. O Método geométrico consiste em obter as dimensões de artefactos permitindo assim definir a sua forma geométrica e partindo desta obter a mensuranda em estudo (volume) e a respectiva incerteza.

Para se efectuar o estudo (medição) das características geométricas dos instrumentos volumétricos utilizaram-se dois tipos de MMC's, um *Scanner* 3D e instrumentos de medição manual.

O processo de medição e as condições na qual é efectuada a medição pode alterar o fenómeno, corpo, ou substância de tal forma que a grandeza sob medição pode diferir da mensuranda. Neste caso, é necessária uma correcção adequada [1].

Obtidos os resultados para a mensuranda através do método geométrico, será efectuada a comparação com os resultados obtidos pelo método gravimétrico, os resultados do método gravimétrico são os resultados de referencia para a comparação, pois este método é utilizado para a calibração dos instrumentos volumétricos.

Este trabalho tem como objectivo a comparação de resultados de calibração de diversos instrumentos volumétricos obtidos a partir do método gravimétrico e do método geométrico, para proceder à comparação dos métodos recorre-se a testes estatísticos.

1.1 Estrutura da Dissertação

A presente dissertação foi dividida em 6 capítulos:

A “*Introdução*”, onde se apresenta o trabalho realizado e algumas definições importantes para a realização do trabalho.

O segundo capítulo, designado por “*Enquadramento*”, inclui-se informação que se destina a dar a conhecer as Estruturas da Qualidade do País, o Sistema Português da Qualidade, o Instituto Português da Qualidade e as estruturas da Metrologia. Pretende-se também, dar a conhecer o conceito de Engenharia Inversa e alguns instrumentos de medição que podem ser usados para aplicação deste conceito.

No terceiro capítulo, designado por “*Erro de medição e Incerteza*”, descreve-se sucintamente como avaliar o erro de medição e a incerteza. Para a incerteza apresenta-se o método de cálculo baseado no GUM.

No quarto capítulo, designado por “*Análise estatística*”, descreve-se sucintamente como efectuar a comparação dos resultados obtidos pelos métodos em estudo. Apresenta-se ainda dois tipos de resultados que se podem obter.

No quinto capítulo, designado por “*Métodos*”, apresenta-se o método gravimétrico e o método geométrico. Para ambos os métodos, de forma sucinta apresenta-se os procedimentos de medição e apresenta-se o cálculo das incertezas presentes em ambos os métodos.

No sexto capítulo, designado por “*Resultados*”, apresentam-se os resultados obtidos por ambos os métodos para a calibração de instrumentos volumétricos, e os resultados de calibração dos padrões de referência calibrados com o método geométrico. Apresenta-se ainda a avaliação da compatibilidade metrológica efectuada entre os resultados obtidos pelos métodos em estudo.

Para finalizar no sétimo capítulo, designado por “*Conclusões*”, apresenta-se uma breve conclusão dos diversos pontos considerados importantes do trabalho.

2 Enquadramento

2.1 Instituto Português da Qualidade e o Sistema Português da Qualidade

Enquanto organismo nacional, o Instituto Português da Qualidade (IPQ) é a entidade responsável pela coordenação geral e desenvolvimento do Sistema Português da Qualidade, bem como de outros sistemas de qualificação no domínio regulamentar, que lhe sejam conferidos por lei. O IPQ promove e coordena actividades que visam contribuir para que os agentes económicos possam melhorar a sua actuação e demonstrar a credibilidade da sua acção no mercado, através da qualificação de pessoas, de produtos, de serviços e de sistemas. No âmbito do Sistema Português da Qualidade (SPQ) o IPQ é a instituição responsável, em Portugal, pelo desenvolvimento e coordenação de actividades de Normalização, Qualificação e Metrologia, e pela gestão de programas de apoio financeiro, intervindo ainda na cooperação com outros países no domínio da Qualidade. No âmbito regulamentar, o IPQ é ainda responsável pelo controle metrológico em Portugal e pelo processo comunitário de notificação prévia de normas e regras técnicas. No que respeita à participação a nível internacional, o IPQ assegura a representação de Portugal em inúmeras estruturas europeias e internacionais relevantes para a sua missão. [2]

2.2 Estrutura da Qualidade em Portugal

O Sistema Nacional de Gestão da Qualidade, foi criado pelo Decreto-Lei n.º 165/83, de 27 de Abril, e posteriormente alterado para Sistema Português da Qualidade. O IPQ de acordo com o Decreto-Lei n.º 142/2007, de 27 de Abril, é o organismo Nacional Coordenador do SPQ, cuja estrutura engloba, de forma integrante, as entidades e organizações que seguindo princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, congrega esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e que assegura a coordenação dos três subsistemas: a Normalização, a Qualificação e a Metrologia. Os principais objectivos do SPQ são o desenvolvimento sustentado do país e o aumento da qualidade de vida da sociedade em geral. Para além de representar os subsistemas da Normalização, da Qualificação e da Metrologia, fazem também parte do SPQ, organismos públicos ou privados que estão acreditados para a verificação da competência técnica de terceiros ou para o exercício de uma determinada actividade, tais como organismos de certificação, organismos de inspecção e laboratórios acreditados (calibração e ensaios). São atribuições do IPQ, enquanto organismo nacional coordenador do SPQ, Organismo Nacional de Metrologia:

- Gerir, coordenar e desenvolver o SPQ, numa perspectiva de melhorar a qualidade de produtos, serviços e sistemas de qualificação de pessoas;
- Promover o desenvolvimento do SPQ, com vista ao incremento da qualidade;

- Garantir e desenvolver a qualidade através do estabelecimento de protocolos com entidades públicas e privadas;
- Promover e dinamizar comissões sectoriais e outras estruturas da qualidade integradas no SPQ;
- Instituir as marcas identificadoras do SPQ;
- Garantir a realização e dinamização de prémios de excelência, como forma de reconhecimento;
- Promover e desenvolver acções de formação e de apoio técnico no domínio da qualidade, designadamente, no âmbito da qualificação, da normalização e da metrologia;
- Desenvolver actividades de cooperação e de prestação de serviços a entidades nacionais e estrangeiras no domínio da qualidade;
- Propor ao membro do Governo da tutela medidas conducentes à definição de políticas nacionais relativas ao SPQ no âmbito da normalização, qualificação e metrologia;
- Promover a elaboração de normas portuguesas, garantindo a coerência e actualidade do acervo normativo nacional;
- Qualificar e reconhecer como organismos de normalização sectorial (ONS) as entidades públicas ou privadas nas quais o IPQ, I. P., delegue funções de normalização técnica em sectores de actividade específicos;
- Coordenar e acompanhar os trabalhos de normalização nacional desenvolvidos no âmbito da rede de organismos de normalização sectorial (ONS), comissões técnicas de normalização e outras entidades qualificadas no âmbito do SPQ;
- Assegurar a representação de Portugal como membro das organizações de normalização europeias e internacionais e as obrigações daí decorrentes, nomeadamente, a participação nos respectivos trabalhos;
- Gerir o sistema de notificação prévia de regulamentos técnicos e de normas, no âmbito da União Europeia e da Organização Mundial de Comércio, de acordo com a legislação aplicável;
- Assegurar o cumprimento dos procedimentos das directivas comunitárias no que diz respeito à qualificação, notificação à Comissão Europeia e manutenção actualizada da base de dados dos organismos notificados no âmbito de cada directiva;
- Acompanhar iniciativas e programas comunitários que tenham implicações no seu âmbito de actividade;
- Assegurar a implementação, articulação, inventariação de cadeias hierarquizadas de padrões de medida e promover o estabelecimento de redes de laboratórios metrológicos acreditados;

- Gerir o laboratório nacional de metrologia, assegurando a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões nacionais das unidades de medida e a sua rastreabilidade ao Sistema Internacional (SI);
- Assegurar e gerir o sistema de controlo metrológico legal dos instrumentos de medição, reconhecer entidades competentes para o exercício delegado desse controlo e coordenar a rede por elas constituída, garantindo a efectiva cobertura a nível nacional;
- Assegurar a representação de Portugal como membro das organizações de metrologia europeias e internacionais;
- Gerir o Museu de Metrologia e promover a recolha, preservação, estudo e divulgação do espólio metrológico com interesse histórico [3].

A **normalização** é o subsistema do SPQ que enquadra as actividades de elaboração de normas e outros documentos de carácter normativo no âmbito nacional, europeu e internacional. A normalização é o estabelecimento de regras para que uma actividade específica se mantenha organizada, tendo em consideração as condições de funcionamento e as exigências de segurança, com o consenso das partes interessadas, para assuntos que têm carácter positivo, tornando-se uma ferramenta poderosa na autodisciplina dos agentes activos dos mercados. As normas portuguesas são editadas pelo Organismo Nacional de Normalização (ONN), tendo este a responsabilidade da gestão do subsistema de Normalização. A ONN tem ainda como missão divulgar a lista actualizada das normas portuguesas e divulga junto das entidades interessadas a publicação das normas europeias e internacionais, bem como de todos os documentos correlacionados [3].

A **qualificação** é o subsistema do SPQ que reconhece a competência técnica das entidades que actuam no âmbito do SPQ, bem como a avaliação e demonstração da conformidade das actividades, seus agentes e resultados (produtos e serviços), com requisitos previamente fixados. Este também abrange as actividades de acreditação, de certificação e outras de reconhecimento de competências e de avaliação da conformidade no âmbito do SPQ [3].

A **metrologia** é o subsistema do SPQ que garante o rigor e a exactidão das medições realizadas, assegurando a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida. A Metrologia, como ciência de medição, assegura a igualdade, credibilidade no comércio e competitividade industrial. Este subsistema é gerido pelo Organismo Nacional de Metrologia (ONM) [3].

2.3 História da Metrologia em Portugal

Em Portugal os pesos e medidas têm raízes que se confundem com a própria constituição do Estado. Com a definição e consolidação do Estado, os pesos e medidas

estabelecidos como padrões em Portugal, não estabeleceram uma ruptura com os padrões das civilizações, existentes no território. Os padrões eram usados como forma de determinar os impostos sobre a produção e o comércio de bens e mercadorias.

Com a consolidação do Estado, sentiu-se a necessidade de uniformizar os padrões. Foi na corte de Elvas que em 1361, foi tomada a decisão de uniformizar os pesos e medidas. Em 1488 no reinado de D. João II adoptou-se o “marco” de Colónia, padrão de peso, de uso generalizado na Europa. Com as crescentes trocas comerciais, foi necessário definir claramente os sistemas de unidades que contivessem múltiplos e submúltiplos. No reinado de D. Manuel I, com as Ordenações Manuelinas em 1499, dotaram-se os concelhos com novos padrões, cópias dos padrões reais, apesar de não pretender por termo a outras unidades tradicionais. Em 1575, é publicada a Carta de Lei de Almeirim, que fixava o princípio de utilização das medidas de volume por rasoura, iguais entre si, e proibia o “cogulo”. É estabelecido um sistema de medidas para os produtos secos e outro para os produtos líquidos. O êxito desta reforma foi assinalável, por ter sido adoptada idêntica política de distribuição de cópias dos padrões reais a todos os concelhos. Houve diversas reformas que motivaram a evolução dos pesos e medidas até ao sistema métrico decimal (1791).

O Sistema Métrico tinha por princípios a universalidade e a simplicidade.

Universalidade, porque se destinava a poder ser usado por todos os países, em todas as esferas da actividade científica e técnica e a cada grandeza correspondendo uma única unidade para todas as aplicações.

Simplicidade, porque baseado numa única unidade - o metro - ao qual todas as outras se reportam por relações simples e com relações exclusivamente decimais para os múltiplos e submúltiplos.

Em 1812, a Comissão para o Exame dos Forais e Melhoramentos da Agricultura recomenda uma reforma dos Pesos e Medidas própria dos, tendo proposto a adopção de um sistema métrico decimal baseado no “*mètre*” francês com a terminologia portuguesa.

Em 1867, na Exposição Universal de Paris, um elevado número de cientistas formou o “*Comité international des poids et mesures*”, tendo como objectivo uniformizar as medidas. Perante estas evoluções, em 1869, o governo Francês convidou 17 países a estarem presentes em Paris numa “Comissão Internacional do Metro”.

Portugal fez-se signatário da convenção do Metro em 1876. Actualmente, a convenção do Metro conta com 55 signatários o que representa um elevado número de países que participa no comércio internacional. A “Convenção do Metro” é um “Tratado Diplomático” cuja instância máxima é a “Conferência Geral de Pesos e Medidas - CGPM” [4].

2.4 Metrologia

A metrologia está presente em praticamente todas as áreas da sociedade, tais como: indústria, comércio e economia. A metrologia está dividida em três categorias com diferentes níveis de complexidade e de exactidão (Figura 2.1).



Figura 2.1: Subsistema da metrologia

A **metrologia científica** corresponde às actividades de investigação, desenvolvimento e demonstração, conducentes à realização física das unidades de medida e das constantes fundamentais, mediante o estudo e o desenvolvimento de padrões, de instrumentos e de outros meios em laboratórios adequados. [5]

A **metrologia aplicada** identifica-se como apoio às actividades de controlo de processos e de produtos industriais, mediante a integração dos meios metrológicos existentes nas empresas, laboratórios e outros organismos, em cadeias hierarquizadas de padrões referentes aos padrões nacionais. [5]

A **metrologia legal** é responsável pelo controlo metrológico dos instrumentos de medição regulamentados, mediante o seu acompanhamento desde a concepção e fabrico até final da sua vida útil, em áreas de actividade como transacções comerciais, saúde, segurança, defesa do consumidor, etc. Também é responsável pela elaboração da legislação metrológica, pela coordenação e reconhecimento da qualificação de entidades aos vários níveis (Organismos de Verificação Metrológica e Reparadores/Instaladores) e pela formação de metrologistas. [5]

A estrutura da Metrologia em Portugal assenta na UMCA - LCM, inserido no IPQ, nos laboratórios de calibração, de ensaios acreditados, nas entidades com delegação de competências na área da Metrologia Legal, tais como: Direcções Regionais do Ministério da Economia (DRE), Organismos de Verificação Metrológica (OVM), Serviços Municipais de Metrologia (SMM). O UMCA - LCM é responsável pela realização dos padrões nacionais das unidades de medida, pela rastreabilidade dos padrões de referência existentes no país, pela

realização de ensaios de controlo metrológico e apoio técnico à Metrologia Legal, pela realização de comparações internacionais e nacionais.

O UMCA - LCM é responsável pelo desenvolvimento do Subsistema Nacional de Metrologia no que respeita aos padrões metrológicos nacionais, tendo como principais funções:

- Assegurar a coordenação e o desenvolvimento dos padrões nacionais de medida e a conservação daqueles que estão na posse do IPQ;
- Garantir o rigor das medições necessário ao desenvolvimento da metrologia industrial, através da coordenação e verificação das cadeias hierarquizadas de padrões;
- Organizar a participação nacional nos exercícios internacionais e coordenar a execução de exercícios nacionais de intercomparações de padrões;
- Realizar ensaios de controlo metrológico e apoiar, tecnicamente, a Metrologia Legal;
- Participar na acreditação dos laboratórios metrológicos.

O UMCA - LCM é constituído pelos seguintes domínios:

- Comprimento e Ângulo;
- Fotometria e Radiometria;
- Gases de Referência, Quantidade de Matéria e Electroquímica;
- Massa, Força e Pressão;
- Temperatura e Humidade;
- Tempo/Frequência;
- Volume;
- Propriedades de líquidos;
- Electricidade e Acústica. [6]

O presente trabalho teve a colaboração da UMCA-LCM, do domínio do Volume, onde foram realizados ensaios práticos para se obter a mensuranda em estudo com recurso ao método gravimétrico, e do domínio Comprimento e Ângulo, permitindo desta forma a realização de ensaios práticos que permitissem o desenvolvimento do método geométrico para obter a mensuranda pretendida e respectivas incertezas.

2.5 Engenharia Inversa

A construção de modelos tridimensionais a partir de objectos reais tem sido alvo de estudos, devido ao elevado potencial de utilização em diversas áreas. Na indústria a tecnologia da Engenharia Inversa (EI) sobressai por exemplo, nas aplicações que envolvem prototipagem rápida, *design* de produto, processos de inspeção verificação de medição, entre outros.

A EI consiste na criação de modelos virtuais de um produto, partindo de um modelo físico. Assim a sua maior aplicação é na modelação digital de superfícies complexas, através da

utilização de modelos elaborados para a reengenharia dos produtos. A aplicação desta tecnologia segue, regra geral, três etapas: a digitalização, a modelação, e o controlo metrológico de superfícies. A última tarefa nem sempre se aplica, mas em alguns casos pode-se recorrer a essa tecnologia apesar de não ser com uma gama de precisão elevada. Nos subcapítulos seguintes procurar-se-á explicar estas tarefas.

2.5.1 Digitalização

A “digitalização” permite a determinação das coordenadas de pontos situados na superfície do modelo real da peça em estudo. Estas coordenadas espaciais são armazenadas para que possam definir uma nuvem de pontos com a geometria superficial do modelo. Esta é a primeira fase, fundamental, pois partindo da nuvem de pontos obtida nesta fase, far-se-á a criação de objectos virtuais na fase seguinte (Modelação), recorrendo a programas informáticos apropriados para este tipo de operações. A qualidade da digitalização é limitada pelo tipo de equipamento utilizado para efectuar esta operação, pelo número de pontos que formam a nuvem de pontos, pelo material de que é formado a peça a digitalizar (textura, rigidez, cor, brilho, etc) e pelas condições de iluminação da sala onde a digitalização é realizada.

Existem dois processos disponíveis que permitem realizar a digitalização:

1. Varrimento (*scanning*) através de sondas de contacto, constituídas por sistemas de braços com memorização de coordenadas em função da sua posição linear e angular, existindo na extremidade uma superfície esférica que toca a superfície do modelo. São equipamentos mais caros e mais lentos embora sejam mais precisos e universais [7].
2. Varrimento (*scanning*) através de sondas ópticas, em que não existe contacto físico com o modelo real, que consiste na reflexão de um feixe laser de modo a ser capturado por duas câmaras de vídeo que vão obter a localização dos pontos por triangulação (varrimento óptico) [7].

2.5.2 Modelação

Obtida a nuvem de pontos na fase de digitalização, a modelação por EI consiste na conversão da nuvem de pontos em objectos/peças tridimensionais, através da utilização de *software* CAD. A conversão realiza-se percorrendo uma série de etapas. A primeira tarefa a executar deve ser a verificação da adequabilidade da dimensão da nuvem de pontos, pois podem ter-se pontos desnecessários para a criação do objecto pretendido (esta tarefa depende do bom senso do operador pois pode eliminar pontos que sejam necessários na etapa seguinte). Como regra geral, devem ser eliminados pontos redundantes e marginais (que estão para além das fronteiras do modelo), pois estes prejudicam o processamento por parte do *software*, dado que não representam um ponto na superfície real induzindo o *software* em erro. No passo seguinte deve-se construir as superfícies, que passarão a estar disponíveis para outras aplicações, de

acordo com o objectivo pretendido [8]. Os objectos obtidos por EI deveriam exibir as mesmas características geométricas do modelo original. Contudo, os modelos obtidos são apenas aproximações pois sofrem de imprecisões, de erros numéricos e de aproximação que sucedem durante o processo de reconstrução.

Para aplicação da EI no presente trabalho recorreu-se a diferentes sistemas de aquisição de coordenadas.

2.5.3 Sistemas de Aquisição de Coordenadas

O espaço tridimensional é composto por pontos geométricos sem dimensões, e por sua vez, os corpos materiais também são formados por pontos, designados por pontos materiais. [7]

Na metrologia, tal como na Mecânica, um ponto torna-se relevante quando pode ser identificado, ou seja, quando é possível diferenciá-lo de outros pontos no espaço, geométricos ou materiais. Essa identificação pode ser descritiva, visual ou digital.

Os sistemas de obtenção de coordenadas têm vindo a ser desenvolvidos mediante a incorporação de conhecimentos de áreas tão distintas como, a apalpação, a óptica, a visão computacional e o processamento de imagem. Estas técnicas podem ser classificadas em técnicas com contacto ou sem contacto.

As Maquinas de Medir Coordenadas (MMC's), vulgarmente conhecidas por máquinas 3D, são equipamentos que tem a capacidade de medir as características geométricas de qualquer tipo de objecto, tendo aparecido no início da década de 60. As MMC's foram de imediato introduzidas na indústria, sendo que as primeiras máquinas eram muito simples em relação aos modelos actuais e não tinham nenhum computador acoplado. Apesar dos modelos mais modernos o princípio de funcionamento continua fiel às primeiras MMC's, ou seja, possuindo uma estrutura rígida com três eixos perpendiculares entre si (X, Y e Z), com uma escala montada em cada eixo.

Este tipo de equipamento tem sido alvo de grandes aperfeiçoamentos desde o seu aparecimento. Cada vez mais são integrados nas diferentes indústrias com especial relevância nas exigentes indústrias automóvel e aeronáutica. As MMC's têm desempenhado um papel importante nos avanços que a metrologia dimensional tem obtido nos anos mais recentes.

Desta forma, as MMC's são dos recursos mais poderosos que as indústrias possuem para realizar o controlo dimensional dos produtos, fazendo parte integrante dos sistemas de controlo da qualidade.

No presente trabalho, recorreu-se a diferentes tipos de MMC's que se passam a descrever.

2.5.3.1 CMM do IPQ

A MMC do IPQ é do tipo mesa móvel (Figura 2.2). Este tipo de máquinas materializam um sistema de coordenadas cartesianas, em que os três eixos (X, Y e Z) são lineares entre si. [9]

Este tipo de MMC's utiliza um apalpador (Figura 2.3) de posição conhecida para poder localizar os pontos ao longo da área de trabalho. Este apalpador opera com princípios electromecânicos. Dito de uma forma muito superficial, o apalpador mecânico relaciona o ponto de contacto do sensor com a peça a um ponto de referência conhecido dentro do sistema de coordenadas.



Figura 2.2: MMC do IPQ

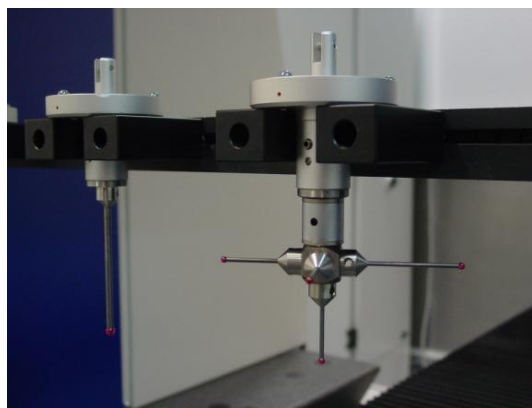


Figura 2.3: Exemplo de apalpadores utilizados para efectuar medições

As medições neste tipo de MMC's executam-se com o auxílio de um computador e de *software* apropriado para cada modelo de MMC. As medições tornam-se bastante simples de efectuar, tendo em conta que a maior parte dos *softwares* utilizados para este efeito tem formas geométricas previamente definidas. Para posições ou formas geométricas mais complexas é necessário efectuar a medição de um maior número de pontos de forma a garantir uma boa definição da forma geométrica. Os cálculos efectuados pelo *software* para determinar as coordenadas dos pontos medidos, não se baseiam exactamente nos pontos de contacto do apalpador com o objecto, mas sim nas posições dos centros das esferas dos apalpadores após o contacto, fazendo a compensação do raio da esfera conforme as condições especificadas para cada tipo de elemento medido, no caso dos apalpadores esféricos. Isto é, através de uma

calibração inicial do apalpador, determina-se o diâmetro virtual da esfera, que considera o raio e a deflexão do apalpador para emissão do sinal, sendo as coordenadas e os parâmetros geométricos do objecto medido corrigidas com aquele raio. A MMC do IPQ tem uma resolução de $0,1 \mu\text{m}$ e um erro de indicação dado pela equação $0,5 + \frac{L}{600} \mu\text{m}$.

2.5.3.2 MMC do IST

A MMC do IST que foi utilizada no presente trabalho, permite efectuar as medições sem que haja contacto com a peça (Figura 2.4).



Figura 2.4: MMC do IST

Esta MMC baseia-se num sistema óptico, incorpora um microscópio com um retículo em forma de cruz para se poder identificar o ponto a medir. Este sistema é posicionado manualmente, para efectuar esta operação o sistema recorre a um sistema de roldanas muito simples que permite posicionar os dois lasers, que efectuam a leitura dos pontos, um em cada eixo (x, y) que indicam as coordenadas dos pontos a serem medidos, esta MMC não permite efectuar a leitura da cota Z. Também nesta MMC se recorre a formas geométricas previamente definidas no *software*, pois assim facilita a medição de objectos com formas geométricas conhecidas. A MMC do IST tem uma resolução de $0,001 \text{ mm}$.

Este tipo de MMC's não é indicado para aplicações universais e automatizadas.

2.5.3.3 Scanner 3D VIVID 910i

O scâner 3D da FCT/UNL-DEMI utilizado para efectuar a digitalização dos instrumentos volumétricos, foi o Minolta VI-910 (Figura 2.5). Este sistema baseia-se no princípio de triangulação, usa um raio laser para efectuar a digitalização, onde a luz reflectida pela superfície da peça é adquirida por uma câmara CCD. A distância entre o *scanner* e o objecto obtém-se com o ângulo de reflexão do feixe laser, o ângulo de incidência da luz reflectida pela superfície do objecto à câmara CCD e a distância fixa, entre o laser e a câmara CCD (Figura 2.6).



Figura 2.5: Scanner 3D Minolta VI-910 da FCT/UNL-DEMI

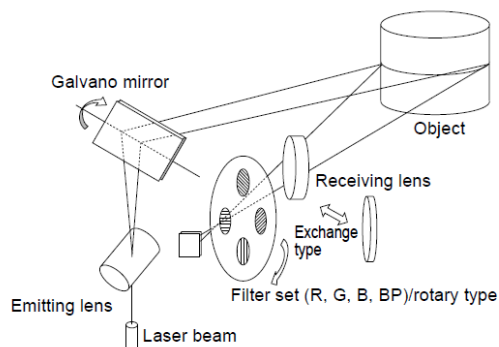


Figura 2.6: Método de medição VI-910 [10]

As medições dos pontos da superfície do objecto obtêm-se através de triangulação sendo estes convertidos numa malha de polígonos, o dispositivo consegue obter no máximo 640x480 pixels em 2,5 segundos em cada varrimento da superfície. Este sistema utiliza uma linha composta por muitos pontos, esta passa sobre a superfície do objecto de forma contínua permitindo assim um varrimento total da superfície do objecto, deste modo são obtidas as coordenadas (x, y, z) dos pontos da superfície do objecto com a densidade de pontos que se especifique. O *scanner* tem uma resolução de 0,22 mm e uma precisão de 0,008 mm.

2.5.3.3.1 Método de triangulação

O princípio de medição por triangulação laser (figura 2.7), por linha é um método bastante simples tornando-o um dos mais utilizados nos *Scanners* 3D. Neste princípio a leitura da cota Z baseia-se em técnicas de triangulação e as cotas (X, Y) são calculadas a partir da imagem obtida pela câmara CCD. Para se aplicar as técnicas de triangulação o objecto é iluminado por um raio laser que efectua o varrimento da superfície (Figura 2.7).

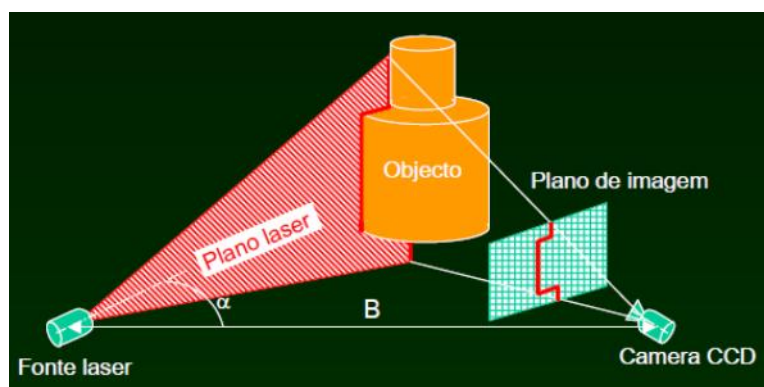


Figura 2.7: Digitalização por linha laser [11]

A técnica de iluminação por projecção de uma linha laser (Figura 2.7), consiste na projecção de um modelo de luz laser sobre o objecto recorrendo à distorção desse modelo de luz para calcular a cota Z. O plano da luz laser é delimitado, pois a luz é gerada a partir de uma

lente ou uma fenda estreita. Quando o plano é interceptado com um objecto é produzida uma linha laser, esta é visualizada por uma câmara CCD situada à distância B da fonte laser.

2.5.3.4 Paquímetro

Os paquímetros, analógicos ou digitais, são instrumentos manuais que têm como vantagem poderem ser usados para efectuar medições de dimensões lineares de exteriores, interiores ou de profundidades. Actualmente existem paquímetros digitais e paquímetros analógicos. Ao longo do trabalho foram utilizados dois paquímetros (Figuras 2.8 e 2.9), sendo um analógico e o outro digital. O paquímetro digital disponível não permite efectuar medições de profundidades daí a necessidade de recorrer ao paquímetro analógico. Resolução 0,01 mm no caso do paquímetro digital e 0,02 mm no caso do paquímetro analógico.



Figura 2.8: Paquímetro analógico



Figura 2.9: Paquímetro digital

3 Erro de Medição e Incerteza

3.1 Erro de medição

O erro de medição é a diferença entre o valor medido de uma grandeza, VM , e um valor de referência, VR , (equação 1).

$$\varepsilon = VM - VR \quad \text{Eq.1}$$

O erro de medição só podia ser eliminado se a mensuranda fosse perfeitamente definida e estável, e esta fosse medida com um sistema de medição perfeito. Na prática não se consegue ter um sistema de medição perfeito e a mensuranda pode apresentar variações. Para o erro de medição contribuem dois tipos de erros, sendo estes:

- Erro aleatório – componente do erro de medição que em medições repetidas varia de forma imprevisível. O valor de referência para um erro aleatório é a média que resultaria de um número infinito de medições repetidas da mesma mensuranda. Os erros aleatórios de um conjunto de medições repetidas formam uma distribuição que pode ser sumariada pela esperança matemática, geralmente assumida como nula, e pela sua variância [1].
- Erro sistemático – componente do erro de medição que em medições repetidas permanece constante ou varia de uma forma previsível. O valor de referência para um erro sistemático é um valor verdadeiro, ou um valor medido de um padrão de incerteza de medição desprezável, ou um valor convencional. O erro sistemático e as suas causas podem ser conhecidos ou desconhecidos. Deve aplicar-se uma correção para compensar um erro sistemático conhecido [1].

3.2 Incerteza

Quando se efectua a medição de uma mensuranda o resultado que se obtém é uma estimativa do valor verdadeiro da mensuranda. Sem o conhecimento da incerteza associada ao resultado é impossível a sua validação.

A incerteza de medição é o parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensuranda a partir das informações usadas [1]. Para calcular a estimativa de incerteza é usual seguir o procedimento aconselhado pelo GUM (1995)[12] em que os passos envolvidos são:

- Expressar em termos matemáticos a dependência da mensuranda Y em relação às grandezas de entrada x_i
- Listar todas os componentes de incerteza

- Avaliar o tipo de incerteza (A ou B)
- Calcular a incerteza-padrão para de cada componente da incerteza
- Calcular os respectivos coeficientes de sensibilidade
- Calcular a incerteza combinada
- Calcular o factor de expansão k
- Determinar a incerteza expandida

3.2.1 Mensuranda

A mensuranda é a grandeza submetida à medição. Na calibração geralmente trabalha-se com uma única mensuranda ou grandeza de saída Y , que depende de um certo número de grandezas de entrada, X_i ($i=1, 2, \dots, N$), de acordo com a relação:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad \text{Eq.2}$$

A função f modela o procedimento de medição e o método de avaliação. Descreve como os valores da grandeza de saída Y são obtidos a partir das grandezas de entrada X_i .

3.2.2 Componentes de incerteza

As grandezas de entrada X_i têm um valor de incerteza associado. Estas podem ser determinadas directamente da medição, isto é, estes valores podem ser obtidos de simples observações, de observações repetidas, de avaliações feitas com base na experiência ou então podem ser provenientes de fontes externas à medição, tais como as grandezas associadas aos padrões de medição calibrados, aos materiais de referência certificados ou aos dados de referência obtidos de manuais.

3.2.3 Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada

A estimativa das grandezas de entrada para o cálculo da incerteza deve ser avaliada de acordo com o método de avaliação “Tipo A” ou “Tipo B”.

- Tipo A – incertezas que são avaliadas por análise estatística de séries de observações.
- Tipo B – incertezas que não são avaliadas por análise estatística de séries de observações.

Por vezes a grandeza de saída, a mensuranda Y , não é medida directamente, determinando-se a partir de um certo número de grandezas de entrada X_1, X_2, \dots, X_n , através de uma relação funcional equação 2.

Por vezes as grandezas X_i estão sujeitas a correcções (ou factores de correcção). Também é preciso verificar se existem outras fontes de variabilidade, tais como instrumentos, laboratórios, amostras, diferentes observadores e diferentes períodos temporais em que se

efectuaram as observações. Nesse caso a equação deve ser considerada como uma expressão de um processo de medição devendo incluir de forma explícita todas as incertezas que contribuam, de uma forma significativa, para o resultado de medição. Designando por y uma estimativa de Y e por x_i uma estimativa de X_i , tem-se $y=f(x_1, x_2, \dots, x_n)$. Quando se tem presente uma grandeza y , através de uma relação funcional f , de n outras grandezas x_1, x_2, \dots, x_n , tendo sido estas medidas com uma incerteza padrão, a incerteza total, designada por incerteza padrão combinada $U_c(y)$ é dada pela soma das incertezas geradas pelas componentes significativas [12].

3.2.3.1 Avaliação Tipo A

A incerteza – padrão de tipo A é avaliada a partir da análise estatística de uma série de observações da grandeza medida, isto é, os resultados da medição são obtidos em condições de repetibilidade. Este tipo de componente de incerteza é obtida através do cálculo do desvio padrão e a sua incerteza padrão u é dada pela equação 3 [12] [13]:

$$u_{x_i} = s \quad \text{Eq.3}$$

Onde:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n q_j^2 - q^2} \quad \text{Eq.4}$$

e

$$q = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad \text{Eq.5}$$

Em que:

$s(q)$ – Desvio Padrão da Média

n – número de observações

3.2.3.2 Avaliação Tipo B

A incerteza – padrão de tipo B é avaliada partindo de uma análise científica, que se baseia em todos os elementos disponíveis sobre uma possível variabilidade da grandeza de entrada, X_i , sendo alguns exemplos deste tipo os valores provenientes de:

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento da mensuranda da instrumentação, das propriedades de materiais e das técnicas de medição;
- Dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
- Especificações de fabricantes;
- Incertezas atribuídas a dados de referência obtidas em manuais ou outras publicações;

Para determinação das incertezas do tipo B o GUM [13] estabelece, entre outros, um procedimento que consiste em admitir uma distribuição de probabilidade para a grandeza X_i que esteja de acordo com todos os elementos disponíveis sobre a “variabilidade” desta quantidade. Alguns dos exemplos de distribuições de probabilidade que podem ser usadas são:

- Distribuição Normal – quando a incerteza, $u(x_i)$, é apresentada como um certo múltiplo de um desvio-padrão, a incerteza é dada pela divisão do valor mencionado pelo factor de expansão, k , (equação 6), sendo obtido através da distribuição Gaussiana. A incerteza-padrão associada será [14]:

$$u(x_i) = \frac{a}{k} \quad \text{Eq.6}$$

em que:

a – valor da incerteza apresentada

k – Factor de expansão

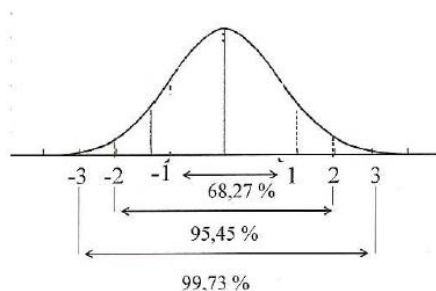


Figura 3.1: Distribuição Normal [14]

- Distribuição de probabilidade rectangular – a probabilidade de um valor da componente estar dentro de um intervalo de a_- até a_+ (valores limites inferior e superior da grandeza X_i , respectivamente), para todos os fins práticos, é igual a 1 e igual a zero, caso esteja fora deste intervalo. Neste caso a incerteza-padrão associada é [14]:

$$u(x_i) = \frac{a_+ - a_-}{12} \quad \text{Eq.7}$$

Se a_+ e a_- são simétricos, a diferença entre os valores limites pode ser dada por $2a$ (Figura 3.2). Então, a equação (8) fica [14]:

$$u(x_i) = \frac{a}{3} \quad \text{Eq.8}$$

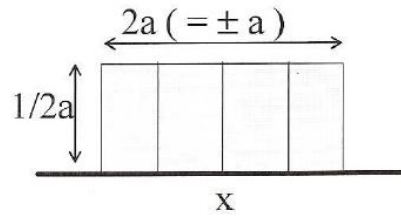


Figura 3.2: Distribuição Rectangular [14]

Este tipo de distribuição deve ser utilizado em situações em que o conhecimento da grandeza de entrada seja insuficiente e se conhecem apenas os limites de variabilidade.

- Distribuição triangular (Figura 3.3) – geralmente associada a distribuições de incerteza que têm maior probabilidade de ocorrência nas proximidades do valor central. Se $2a$ corresponde à faixa de valores atribuíveis à distribuição triangular de incerteza, a incerteza-padrão é [14]:

$$u_{x_i} = \frac{a}{6} \quad \text{Eq.9}$$

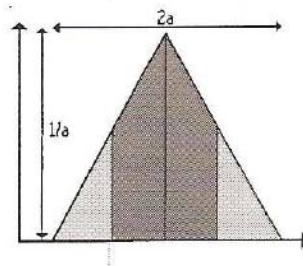


Figura 3.3: Distribuição Triangular [14]

3.2.4 Incerteza-padrão da mensuranda

No caso de grandezas de entrada não correlacionadas entre si, o quadrado da incerteza padrão da estimativa da grandeza de saída y é dado por [12]:

$$u^2 y = \sum_{i=1}^N u_i^2 y \quad \text{Eq.10}$$

Logo, a contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$ associada a estimativa de saída y é dada pela incerteza padrão associada à estimativa de entrada x_i multiplicada pelo coeficiente de sensibilidade [12], ou seja,

$$u_i y = c_i u_{x_i} \quad \text{Eq.11}$$

Onde, c_i é o coeficiente de sensibilidade que descreve como a grandeza estimada de saída y é influenciada pelas variações de cada uma das estimativas das grandezas de entrada x_i , isto é a derivada da função modelo y em relação a X_i , avaliada nas estimativas x_i da grandeza de entrada. Para cada parâmetro a derivada parcial do modelo matemático avalia a mudança na estimativa de saída y , devido à mudança na estimativa de entrada x_i [12].

$$c_i y x_i = \frac{\partial y}{\partial x_i} X_1 = x_1 \dots X_n = x_n \quad \text{Eq.12}$$

A incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ é a raiz quadrada positiva da soma quadrática da incertezas-padrão $u_i(y)$ de todos os componentes que contribuem para a estimativa da incerteza da medição.

Quando existe correlação entre as grandezas de entrada, X_i e X_j , deve-se usar a fórmula de propagação de incertezas, incluindo as co-variâncias como contribuição para a incerteza.

$$u_c y x_1, \dots, x_n = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u(x_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=n-1}^n \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_j} \text{cov}(x_{ij})} \quad \text{Eq.13}$$

Para a equação apresentada $x_i (i = 1, \dots, n)$ refere-se às contribuições que influenciam o resultado da medição, $u(x_i)$ é a incerteza do parâmetro i e $\text{cov}(x_{ij})$ é a co-variância entre x_i e x_j .

Assumindo que todos os parâmetros que contribuem para o resultado da medição são independentes, o termo da co-variância é zero.

Todas as contribuições devem ter as mesmas unidades da mensurada, havendo necessidade de efectuar conversões em algumas situações [12].

3.2.5 Incerteza de medição expandida

A incerteza de medição expandida U , obtém-se multiplicando o valor obtido na incerteza combinada, $u_c(y)$, por um factor de expansão, k , ou seja [12],

$$U = k u_c y \quad \text{Eq.14}$$

A estimativa do factor de expansão k , corresponde a uma determinada probabilidade expandida e tem de se ter em conta a fiabilidade da incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída y . Logo, calcula-se o número de graus de liberdade efectivos dessa estimativa, pois dependem da dimensão da amostra.

De acordo com o GUM [12], o número de graus de liberdade efectivos ν_{ef} da incerteza padrão é calculado pela fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$\nu_{ef} = \frac{u_c^4 y}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4 y}{\nu_i}} \quad \text{Eq.15}$$

Em que $u_i(y)$ ($i = 1, 2, \dots, N$) definidos pela equação acima são as contribuições para a incerteza padrão da estimativa de saída y , resultante das incertezas padrão das estimativas de entrada x_i , assumidas serem estatisticamente e mutuamente independentes e ν_i o número de graus de liberdade efectivos do componente da incerteza padrão $u_i(y)$.

Para a obtenção da incerteza combinada, pode recorrer-se à combinação de vários tipos de distribuição. Usualmente utiliza-se a distribuição *t-student* para a probabilidade expandida e para o número de graus de liberdade, ν_{ef} . Quando se têm graus de liberdade efectivos elevados, a

distribuição t-student aproxima-se da distribuição normal e o valor de k deverá ser 2 ou 3 para intervalos de confiança de 95% ou 99%.

Numa grandeza única estimada pela média aritmética de n medições independentes (Tipo A) os graus de liberdade v_i são iguais a $n-1$.

Para uma incerteza-padrão obtida pela avaliação do Tipo B, os graus de liberdade são mais difíceis de calcular. Sendo assim, sempre que possível considera-se os graus de liberdade da incerteza padrão $u(x_i)$ como sendo $v_i \rightarrow \infty$, para uma distribuição de probabilidades rectangular. Quando se considera a incerteza-padrão associada à utilização de instrumentos de medição ou padrões calibrados, e quando no certificado de calibração não se fizer referência ao número de graus de liberdade efectivos da calibração mas somente ao factor de expansão $k=2$, deve-se assumir que o número de graus de liberdade efectivos é igual a 50 [12].

Apesar de já ter sido mencionado, quando se obtém o $k=2$ significa um nível de confiança de 95% [12].

Tabela 3.1: Graus de liberdade vs factor de expansão [12]

v_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

O resultado completo da medição consiste na estimativa y da mensuranda e na incerteza expandida associada U expresso como [12] [13]:

$$Y = y \pm U \quad \text{Eq.16}$$

O valor obtido indica que a melhor estimativa para a mensuranda Y é y com $[y-U ; y+U]$, estando neste intervalo os valores atribuídos a Y .

4 Análise estatística

A comparação entre os métodos gravimétrico e geométrico tem como finalidade estabelecer o grau de equivalência entre os métodos, isto é, verificar se o valor da medição é coerente ou consistente com o valor de referência da comparação e as suas incertezas, tendo com base os resultados obtidos pelo método de referência (método gravimétrico).

Para se efectuar este tipo de análise estatística são usados vários métodos. Na bibliografia [15] [16] faz-se referência a vários testes que podem ser usados para avaliação da compatibilidade de medição. Mas todos têm em comum o facto de relacionarem os resultados x_i , $u(x_i)$ com o valor de referência Y , da mensuranda.

Os métodos estatísticos referenciados e usados baseiam-se na estatística clássica e na estatística robusta, isto é utilizam-se técnicas para atenuar o efeito de valores aberrantes e preservar a forma de uma distribuição que representa os dados. Na estatística clássica usa-se a média aritmética e o desvio padrão para estimar a tendência central e a dispersão, esta requer uma distribuição normal. Já na estatística robusta usa-se a mediana e o desvio absoluto mediano pois são as estimativas mais simples [17]. O desvio absoluto médio é a média aritmética dos módulos de todos os desvios absolutos [17]. Esta forma de análise é mais precisa para obter estimativas para as medidas de referência na presença de valores aberrantes [17].

Valores aberrantes são os valores que apresentam um grande afastamento dos restantes ou são inconsistentes. Estes podem aparecer em casos que existem erros na medição ou erros de execução do trabalho.

Na avaliação da compatibilidade metrológica, alguns exemplos de testes que podem ser utilizados são o erro normalizado, Z-score, Z'-score, qui-quadrado [15], entre outros a que a literatura faz referência. Da análise efectuada dos diversos testes de consistência disponíveis na literatura [15][16], conclui-se que os mais indicados para o presente trabalho são:

- Resultados não correlacionados (Erro Normalizado)
- Resultados correlacionados (qui-quadrado)

4.1 Resultados não correlacionados (erro normalizado):

A fórmula do erro normalizado é muito utilizada neste tipo de testes de consistência, pois este critério é mais fiável quanto mais baixos forem os valores das incertezas de medição das duas medições envolvidas [16]. As incertezas devem ser explicitadas para um factor de expansão $k=2$, devendo estas ser cuidadosamente verificadas quanto às correcções.

A equação 17 relaciona os resultados x_i , $u(x_i)$ com o valor de referência, Y , da mensuranda. Esta é correctamente aplicada quando os resultados são não correlacionados. Alguns exemplos de casos deste tipo são: quando os valores de referência advêm de levantamentos bibliográficos, ou quando o valor de referência é o resultado de uma série de

medições realizadas ao nível metroológico mais elevado (quando a incerteza do valor de referência é melhor em um terço da incerteza dos laboratórios participantes) [16].

$$E_n = \frac{x_i - x_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} = \frac{1}{k} \frac{x_i - x_{ref}}{\sqrt{u^2 x_i + u^2 x_{ref}}} \quad \text{Eq.17}$$

onde os valores de referência, x_{ref} e $u_{x_{ref}}$ são fornecidos pelo método utilizado como o método de referência (método gravimétrico), para se efectuar a avaliação dos resultados da mensuranda obtidos pelo método em estudo (método geométrico). Para um coeficiente de expansão $k=2$, geralmente o critério de consistência é: $E_n \leq 1,6$.

Adoptando medições independentes a melhor estimativa da mensuranda é:

$$d = x_i - x_{ref} \quad \text{Eq.18}$$

Sendo a incerteza associada:

$$u_d = \sqrt{u^2 x_i + u^2 x_{ref}} \quad \text{Eq. 19}$$

Então os valores que podem ser atribuídos à diferença situam-se no intervalo [16]

$$d \pm u_d \quad \text{Eq.20}$$

Uma diferença igual a zero pode ser vista como resultado de duas estimativas diferentes da mesma grandeza x_i e x_{ref} , e portanto compatíveis.

A condição $d - u(d) < 0 < d + u(d)$ é equivalente a $|d| < u(d)$ ou $(|d| / u(d)) < 1$. A diferença, d , elevada entre x_i e x_{ref} é indicativo de um tratamento inapropriado dos efeitos sistemáticos de pelo menos um dos métodos em análise. [16]

4.2 Resultados correlacionados

Em muitos casos não é possível a aplicação da equação 17, dado que o valor de referência é calculado a partir dos resultados x_i , $u(x_i)$ dos métodos em estudo. Então significa que os valores x_i e x_{ref} estão correlacionados.

Para efectuar a comparação dos resultados quando estes são correlacionados existem vários testes estatísticos que podem ser utilizados. Alguns exemplos de teste estatísticos que podem ser aplicados neste caso são, Z-score, Z'-score, qui-quadrado ou o procedimento descrito pelo autor M.G.Cox [18]. A aplicação destes testes varia de acordo com as necessidades da área em que estão a ser aplicados.

Aplicação do teste qui-quadrado para avaliação da consistência dos resultados:

Para se aplicar este teste temos de obter o valor do qui-quadrado observado, para efectuar esse cálculo aplica-se a equação seguinte:

$$\chi_{obs}^2 = \frac{x_1 - y}{u^2 x_1} + \dots + \frac{x_N - y}{u^2 x_N} \quad \text{Eq.21}$$

Seguidamente calculam-se os graus de liberdade pela equação

$$v = N - 1 \quad \text{Eq.22}$$

Para verificar a consistência estatística dos resultados aplica-se a condição [18]

$$Pr \chi^2 v > \chi_{obs}^2 < 0,05 \quad \text{Eq.23}$$

em que

Pr -“probabilidade de”

Para que se possa aceitar o valor y como valor de referência da comparação a condição expressa na equação 22 tem de se verificar, querendo dizer que todos os resultados são consistentes e independentes entre si. Nos casos em que a veracidade da equação 23 não for verificada, tal indica que nem todos os resultados pertencem à mesma população estatística. Nesses casos é necessário identificar os valores discrepantes.

5 Métodos experimentais

A constante procura de soluções para aperfeiçoar os produtos e os processos actuais é um factor comum do trabalho científico e laboratorial. As técnicas usadas ao longo deste trabalho, advêm de normas e recomendações adoptadas internacionalmente.

Este trabalho recorre a técnicas convencionais de metrologia dimensional e geométrica com técnicas de medição de coordenadas 3D.

5.1 Método Gravimétrico

A gravimetria é a determinação da massa de líquido escoado ou contido no recipiente a calibrar, na qual se realizam duas pesagens uma com o recipiente cheio e outra com o recipiente vazio [19]. Essa massa é posteriormente convertida em volume através de fórmulas adequadas descritas na literatura, à temperatura de referência de 20 °C [19].

Para proceder à aplicação do método gravimétrico não são necessárias estruturas específicas, mas deve-se garantir que o local usado para aplicação do método cumpre alguns requisitos, nomeadamente: a temperatura do local, onde se efectuam as medições, deve ser estável e de (20 ± 3) °C e os instrumentos de medição utilizados na aplicação do método devem estar previamente calibrados.

No laboratório de volume do IPQ a rastreabilidade dos padrões de trabalho utilizados neste método é feita internamente aos padrões nacionais das grandezas massa e temperatura, e à massa volúmica do líquido utilizado na calibração que é obtida através da literatura [19].

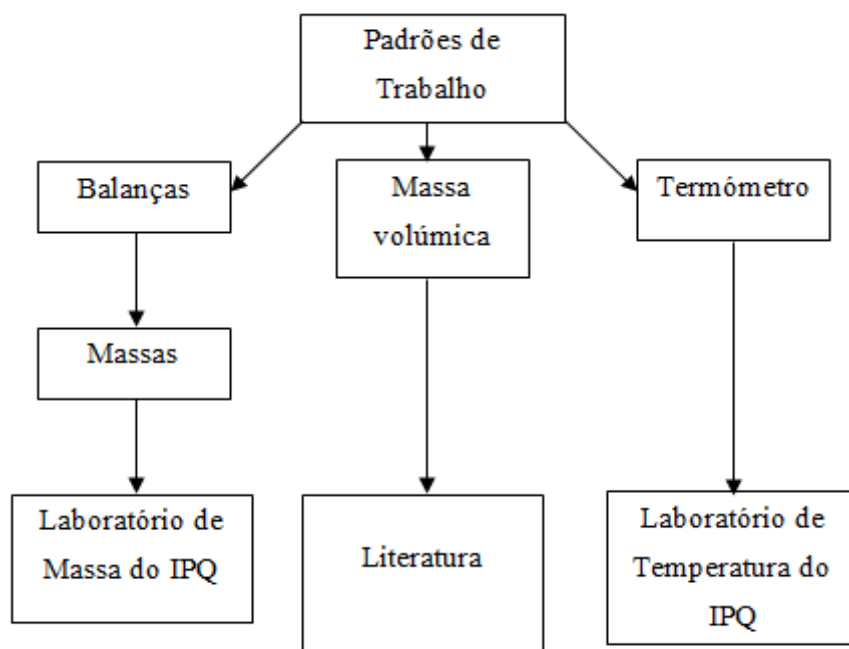


Figura 5.1: Cadeia da rastreabilidade do laboratório de volumes [20]

Nos pontos a seguir descrevem-se algumas técnicas usadas na aplicação deste método. Também se apresenta o cálculo da conversão da massa em volume à temperatura de referência, e ainda, uma estimativa para a incerteza de medição.

5.1.1 Calibração de instrumentos volumétricos

Para se proceder à aplicação do método gravimétrico deve-se ter conhecimento de alguns termos específicos e técnicas.

5.1.1.1 Termos específicos - Definições gerais

Coefficiente de expansão cúbica do material – Valor que representa a variação do volume de um determinado material com a temperatura, a uma pressão constante. [20]

Massa volúmica – A razão entre a massa de um dado volume de líquido e esse mesmo volume a uma dada temperatura. Depende da natureza do líquido, da pressão e da temperatura. Exprime-se em kg/m^3 ou g/cm^3 (g/mL) e o seu símbolo é o ρ . [20]

Material “In” – Material marcado para conter, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente contém, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência. [20]

Material “Ex” – Material marcado para escoar, isto é, recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente escoar, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência e depois escoado. [20]

Material Volumétrico – Material usado na medição de volumes. [20]

Menisco – Interface entre o ar e o líquido a ser medido em recipientes graduados. [20]

Tempo de Escoamento – Tempo necessário para a descida livre do menisco de água desde o traço marcado superior até ao ponto onde o menisco parece immobilizar-se na ponta.

Tempo de espera – Período de tempo que é necessário esperar depois do escoamento total do instrumento ou antes do acerto final do menisco, se existir, vem gravado no material. [20]

5.1.1.2 Técnicas gerais

A aplicação das técnicas descritas em seguida é de extrema importância para que se consigam obter medições volumétricas exactas e reprodutíveis.

Condições ambientais

Para se proceder à calibração de instrumentos volumétricos recorrendo ao método gravimétrico, as condições ambientais do laboratório devem ser [20]:

- Humidade entre 30% e 85%, mas deve-se garantir que a evaporação não é significativa.
- A temperatura deve ser controlada e estar entre os 17°C e os 23°C.
- A pressão deve estar entre 920hPa e 1080 hPa.

- A temperatura do líquido de calibração deve estar à temperatura ambiente e não deve variar mais de 0,5°C durante o ensaio.

Limpeza

Os instrumentos volumétricos “In” ou “Ex” a calibrar devem estar limpos para que não influenciem os resultados da calibração. Quando é necessário usar recipientes para efectuar a pesagem (para material “Ex”) também devem estar perfeitamente limpos. Em caso de ser necessário efectuar a limpeza dos instrumentos deve-se recorrer a agentes de limpeza apropriados. Para efectuar a escolha desse agente deve-se ter em conta o tipo de contaminante. Os instrumentos de vidro consideram-se limpos quando as suas paredes ficam uniformemente molhadas e a água adere à superfície do vidro formando um filme contínuo. Os recipientes de plástico devem ser limpos de acordo com as indicações do fabricante, mas sempre garantindo que não há sujidade após a sua limpeza. Efectuada a limpeza dos instrumentos volumétricos, estes devem ser enxaguados com água destilada e secos com ar limpo nunca excedendo a temperatura de 60 °C.

Estabilização da temperatura

Para que não se verifiquem alterações nas medições, antes de se efectuar a calibração deve-se deixar os instrumentos volumétricos a calibrar e o líquido de calibração no mesmo ambiente com temperaturas muito próximas dos (20 ± 3) °C durante 12 h, permitindo assim que haja um ajuste da temperatura de ambos e quando se proceder há calibração dos instrumentos volumétricos, estes estejam à mesma temperatura que o líquido de calibração. Neste tipo de ensaio a temperatura do líquido usado na calibração é muito importante, daí a necessidade de se efectuar uma boa leitura da temperatura do líquido, recorrendo a termómetros adequados.

Ajuste do menisco

Para alguns dos instrumentos volumétricos a calibrar é necessário efectuar o ajuste do menisco (figura 5.2), de modo a que não se verifique uma grande variação nos resultados finais das calibrações devemos efectuar este passo com alguma tranquilidade para garantir um ajuste do menisco bem feito. Este deve ser ajustado para que o seu ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da linha de referência, mantendo o plano de visão coincidente com este plano [22]. Para um melhor ajuste pode recorrer-se a uma lupa ou um microscópio.

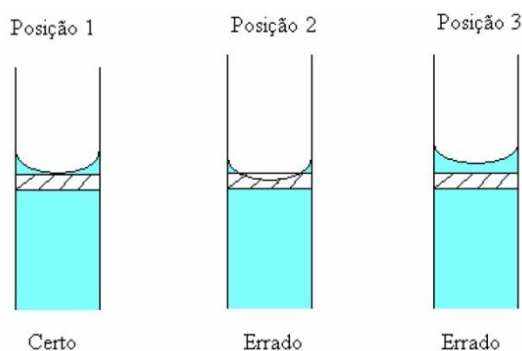


Figura 5.2: Ajuste do menisco [22]

Manuseamento do equipamento

No manuseamento dos instrumentos volumétricos deve-se usar luvas de algodão limpas e sempre que possível segurar os instrumentos acima da zona de medição. Nos casos em que isso não seja possível, deve-se tocar o menos possível no instrumento volumétrico a calibrar, diminuindo assim a possibilidade de haver alguma variação de temperatura que possa influenciar os resultados finais.

Pesagem

A pesagem é uma das operações mais importantes na calibração de instrumentos volumétricos por gravimetria. De forma a se obter medições com a exactidão adequada é necessário ter em conta alguns factores que influenciam a pesagem: a balança deve estar situada em ambiente isolado, mantido a uma temperatura estável, e também se deve proceder à limpeza desta antes de se efectuarem as pesagens pretendidas. Como este método exige duas pesagens (uma com o recipiente vazio e outra com o recipiente cheio), estas devem ser feitas em condições semelhantes e num curto intervalo de tempo. Os instrumentos a pesar devem ser colocados ao centro do prato da balança para que se obtenha uma leitura correcta.

5.1.2 Instrumentos volumétricos calibrados pelo método gravimétrico

5.1.2.1 Picnómetro

O volume real de um picnómetro define-se como o volume de água destilada, à temperatura de referência, expressa em mL, contido no picnómetro também à mesma temperatura. A temperatura de referência preferencial é de 20 °C, mas para os picnómetros podem ser usadas outras temperaturas [20].

Características do Picnómetro de Gay Lussac:

- Volume nominal – 50 mL
- Constituição – vidro
- Coefficiente de expansão $-10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “In”



Figura 5.3: Picnómetro de Gay Lussac



Figura 5.4: Picnómetro de Alumínio

Características do Picnómetro de Alumínio:

- Volume nominal – 100 mL
- Constituição – Alumínio
- Coefficiente de expansão $-6,90 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “In”

Características do Picnómetro de aço:

- Volume nominal – 100 mL
- Constituição – Aço Inox
- Coefficiente de expansão $-11,7 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “In”



Figura 5.5: Picnómetro de aço inoxidável

5.1.2.2 Balões Volumétricos

O volume nominal de um balão volumétrico define-se como o volume de água destilada, a 20 °C, expresso em mL, contido no balão, quando cheio até ao traço de referência [20].



Figura 5.6: Balão Volumétrico de 250 mL

Características do balão volumétrico de 250 mL:

- Volume nominal – 250 mL
- Constituição – Vidro
- Coefficiente de expansão $-10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “In”



Figura 5.7: Balão Volumétrico de 50 mL

Características do balão volumétrico de 50 mL

Volume nominal – 50 mL

Constituição – Vidro

Coefficiente de expansão – $10 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$

Material “In”

5.1.2.3 Pipetas de um traço volumétrico e graduadas de escoamento total

O volume nominal da pipeta é o volume de água destilada, a 20 °C, expresso em mL, escoado livremente pela pipeta, desde o traço de referência superior até ao escoamento total [20].

Características da pipeta graduada de 10 mL:

Volume nominal – 10 mL

Constituição – Vidro

Coefficiente de expansão – $10 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$

Material “Ex”

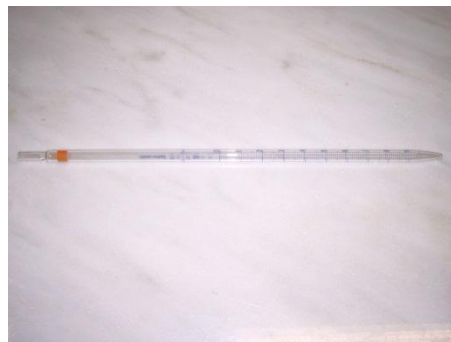


Figura 5.8: Pipeta graduada de 10 mL

5.1.2.4 Pipetas de dois traços volumétricas e graduadas de escoamento diferencial

O volume nominal corresponde ao volume de água destilada, a 20 °C, expressa em mL, escoado livremente pela pipeta, desde o traço superior ao traço inferior [20].



Figura 5.9: Pipeta volumétrica de 5 mL

Características da Pipeta volumétrica de 5 mL:

Volume nominal – 5 mL

Constituição – Vidro

Coefficiente de expansão – $10 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$

Material “Ex”

Características da Pipeta volumétrica de 25 mL:

- Volume nominal – 25 mL
- Constituição – Vidro
- Coefficiente de expansão $-10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “Ex”



Figura 5.10: Pipeta volumétrica de 25 mL

5.1.2.5 Proveta

O volume nominal duma proveta define-se como o volume de água destilada, a 20 °C, expresso em mL, contido na proveta, quando cheia até ao traço de referência [20].



Figura 5.11: Proveta de 25 mL

Características da Proveta de 25 mL:

- Volume nominal – 25 mL
- Constituição – Vidro
- Coefficiente de expansão $-10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “In”

5.1.2.6 Bureta de vidro

O volume nominal de uma bureta de vidro define-se como o volume de água destilada, a 20 °C, expressa em mL, escoado livremente pela bureta, desde o traço zero até ao traço inferior [20].

Características da Bureta de vidro de 50 mL:

- Volume nominal – 50 mL
- Constituição – Vidro
- Coefficiente de expansão $-10 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- Material “Ex”



Figura 5.12: Bureta de vidro de 50 mL

5.1.2.7 Bureta Digital

O volume é obtido enchendo a bureta com recurso a um pistão accionado manualmente, este também permite o escoamento do líquido. O volume é indicado no mostrador digital.



Figura 5.13: Bureta Digital de 50 mL

Características da Bureta Digital de 50 mL:

Volume nominal – 50 mL

Constituição – Polipropileno

Coefficiente de expansão $-2,4 \times 10^{-4} \text{C}^{-1}$

Material “Ex”

5.1.2.8 Dispensador

O volume é obtido enchendo o dispensador com recurso a um pistão accionado manualmente, este também permite o escoamento do líquido. O volume é definido antes de se efectuar o enchimento.

Características do Dispensador de 10 mL:

Volume nominal – 10 mL

Constituição – Polipropileno

Coefficiente de expansão $-2,4 \times 10^{-4} \text{C}^{-1}$

Material “Ex”



Figura 5.14: Dispensador de 10 mL

5.1.2.9 Seringa

O volume de uma seringa define-se como o volume de água destilada, a 20 °C, expressa em mL, escoado, com recurso a um êmbolo, desde o traço de referência até ao final.



Figura 5.15: Seringa de 2 mL

Características da Seringa de 2 mL:

Volume nominal – 2 mL

Constituição – Polipropileno

Coefficiente de expansão $-2,4 \times 10^{-4} \text{C}^{-1}$

Material “Ex”

5.1.3 Procedimento experimental

Para se proceder à aplicação do método gravimétrico é necessário ter os seguintes equipamentos:

- Balança
- Termómetro
- Higrómetro
- Barómetro

Estes equipamentos devem ser calibrados, para se conhecer a sua incerteza, e devem apresentar alcance e resolução adequadas ao intervalo de medição. O líquido de calibração (água destilada) deve estar à temperatura ambiente e ter uma pureza adequada. O recipiente de pesagem nos casos em que for necessário deve ter uma capacidade adequada à quantidade de água a pesar.

Antes de se iniciar o processo de calibração deve-se garantir que os instrumentos a calibrar e o líquido de calibração já cumpriram o tempo de estabilização da temperatura.

Deve-se efectuar a leitura da temperatura, humidade e pressão do ambiente da sala onde se irá fazer a calibração e registar esses valores, que serão posteriormente utilizados para o cálculo da densidade do ar. O processo de calibração dos vários instrumentos volumétricos apresentados é muito semelhante, mas existem algumas técnicas específicas de calibração para cada um deles, que irão ser descritas de seguida.

Nos instrumentos de tipo “In” (balões volumétricos e provetas), pesa-se o instrumento volumétrico vazio, limpo e seco (nos casos em que existe tampa esta deve ser colocada para se efectuar a pesagem). Após esta pesagem coloca-se o instrumento volumétrico numa superfície plana e horizontal, enche-se até ligeiramente abaixo do traço de referência, efectua-se a leitura da temperatura do líquido de calibração e regista-se o valor. Para acertar o menisco acrescenta-se uma determinada quantidade de líquido de calibração, lentamente e com recurso a uma pipeta até se conseguir ajustar convenientemente o menisco. Assegura-se que não existem quaisquer gotas de água aderentes ao exterior do balão ou às paredes internas acima do traço de referência. e que não há bolhas ou espuma na água. Pesa-se o instrumento volumétrico com o líquido de calibração (nos casos em que existe tampa, esta deve ser colocada para se efectuar a pesagem) e regista-se a sua massa.

No caso do picnómetro o procedimento é um pouco diferente, pois não é necessário ajustar o menisco. Pesa-se o picnómetro limpo, seco e vazio incluindo a tampa. Enche-se com líquido de calibração até um pouco antes do topo, regista-se a temperatura da água e coloca-se a tampa. A tampa desce devido ao seu próprio peso, levando a que o excesso de água existente dentro do picnómetro transborde através do seu orifício (se houver necessidade, pode efectuar-

se uma ligeira pressão sobre a tampa, mas deve evitar-se a rotação desta), limpa-se o líquido de calibração em excesso, efectua-se uma nova pesagem e regista-se a massa do picnómetro cheio.

Para qualquer instrumento do tipo “In” e picnómetros é efectuada a pesagem do instrumento cheio, retira-se um pouco de líquido de calibração recorrendo a uma pipeta, voltando a efectuar-se o procedimento, num total de 10 vezes.

Nos instrumentos de tipo “Ex” (pipetas e buretas) é necessário recorrer a um recipiente auxiliar de pesagem que é pesado, perfeitamente limpo, vazio e seco. Regista-se a temperatura do líquido de calibração que se encontra num outro recipiente auxiliar. Proceda-se ao enchimento do instrumento volumétrico a calibrar:

- No caso das pipetas estas devem estar na vertical e mergulhadas no líquido de calibração para se efectuar o enchimento por aspiração até ligeiramente acima do traço superior, limpar a zona que esteve mergulhada no líquido recorrendo a papel absorvente, efectuando um movimento descendente. Verificar a inexistência de bolhas de ar dentro da pipeta, efectuar o ajuste do menisco e eliminar na extremidade da pipeta gotas em excesso. Verter o líquido de calibração livremente para o recipiente de pesagem com a pipeta encostada à parede do recipiente efectuando um ângulo de 30°. Nos casos em que se tenham dois traços, interrompe-se o escoamento um pouco antes do traço de referência espera-se o tempo de espera (caso haja), e efectua-se o ajuste do menisco no traço inferior sem que haja posterior reajuste desse menisco.
- No caso das buretas de vidro, estas devem ser colocadas na vertical e ser cheias até ligeiramente acima do traço superior. Posteriormente deve, abrir-se a torneira e deixar escorrer lentamente o líquido de calibração para efectuar o ajuste do menisco, verificando a inexistência de bolhas de ar e assegurando que não existe fugas pela torneira. Para efectuar o vazamento do líquido, deixa-se a bureta na vertical e evita-se o contacto com o recipiente. Na parte final restringe-se o escoamento para se efectuar o ajuste do menisco inferior. Caso exista tempo de espera deve-se esperar antes de efectuar o ajuste do menisco inferior.
- No caso das seringas deve-se mergulhar a ponta da seringa no líquido de calibração e aspirar o líquido até um pouco acima do traço de referência, limpar a zona mergulhada no líquido com papel absorvente, apertar o êmbolo da seringa até ajustar ao traço de referência, e voltar a limpar a ponta da seringa. Verificar a inexistência de bolhas de ar, e verter o líquido de calibração para o recipiente de pesagem.
- No caso das buretas com êmbolo manual e dispensadores o líquido de calibração é colocado num recipiente apropriado e deve registar-se a temperatura deste. Posteriormente, coloca-se a bureta ou dispensador, na vertical, em cima do recipiente, de forma a que o tubo de enchimento externo fique mergulhado pelo menos em 2/3 no

líquido de calibração. Encher a bureta ou o dispensador com líquido de calibração para evitar a formação de bolhas de ar e vazar o líquido para o recipiente de pesagem.

Com o líquido no recipiente de pesagem efectua-se a pesagem deste e regista-se a massa. Após esta pesagem seca-se o recipiente de pesagem e realiza-se de novo o processo descrito até um total de 10 vezes. [19]

5.1.4 Cálculo do volume pelo método gravimétrico

A diferença entre os resultados das duas pesagens correspondentes ao recipiente vazio e ao recipiente cheio fornece a massa da água contida ou escoada do instrumento calibrado. Essa massa é posteriormente convertida em volume utilizando a seguinte equação:

$$V = \frac{m}{\rho} \quad \text{Eq.24}$$

Em que:

m – Massa real de líquido contido ou escoado do instrumento volumétrico;

ρ – Massa volúmica do líquido;

Para se obter o volume à temperatura de referência de 20 °C, equação (25), é necessário proceder a correcções na equação (24), como descrito na norma ISO 4787 [23]. Assim a equação geral para o cálculo do volume à temperatura de referência vem igual a [18]:

$$V_{20} = I_L - I_E \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times \left(1 - \gamma (t - 20) \right) \quad \text{Eq.25}$$

onde

V_{20} – corresponde ao volume, à temperatura de 20 °C, em mL

I_L – Resultado da pesagem com recipiente cheio com líquido de calibração, em g

I_E – Resultado da pesagem com recipiente vazio, em g

ρ_W – Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t , em g/mL

ρ_A – Massa volúmica do ar, em g/mL

ρ_B – Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL

γ – Coeficiente de expansão térmico do material de que é feito o recipiente a calibrar, em °C⁻¹

t – Temperatura do líquido utilizado na calibração, em °C

Devem-se realizar 10 ensaios, sendo o valor médio utilizado como valor medido. A este valor tem-se associado uma incerteza de medição [19].

5.1.4.1 Massa volúmica do líquido de calibração

O líquido de calibração usado neste tipo de ensaios é água destilada. Esta deve ter uma pureza adequada e a sua condutividade eléctrica deve ser inferior a 5,0 μScm^{-1} .

Para calcular a massa volúmica da água, ρ_W , recorre-se à fórmula de M. Tanaka, Fujii e Mausi, denominada também por fórmula de Thiesen's, desenvolvida em 1995, e actualmente

usada pelo BIPM equação 26, para uma temperatura compreendida entre 0 °C e 40 °C, à pressão de 101325Pa [24].

$$\rho_w = a_5 \left[1 - \frac{t+a_1}{a_3} \frac{t+a_2}{t+a_4} \right] \quad \text{Eq.26}$$

em que [25]:

$$a_1 / ^\circ\text{C} = -3,983035$$

$$a_2 / ^\circ\text{C} = 301,797$$

$$a_3 / ^\circ\text{C}^2 = 522528,9$$

$$a_4 / ^\circ\text{C} = 69,34881$$

$$a_5 / (\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}) = 999,974950$$

5.1.4.2 Massa volúmica do ar

Para calcular a massa volúmica do ar, ρ_a , recorre-se à equação 27.

$$\rho_a = \frac{k_1 + h_r \cdot k_2 t_a + k_3}{t_a + 273,15} \quad \text{Eq.27}$$

onde:

t_a – Temperatura ambiente em °C

p_a – Pressão em hpa

h_r – Humidade relativa em %

$$k_1 = 3,4844 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}/\text{hPa}$$

$$k_2 = -2,52 \times 10^{-6} \text{ g/mL}$$

$$k_3 = 2,0582 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}$$

5.1.5 Cálculo das incertezas

5.1.5.1 Modelo de cálculo

Para o cálculo da incerteza associada à determinação do volume contido ou escoado do instrumento volumétrico a calibrar é utilizada a equação 28 que deriva da equação 25 [19]:

$$V_{20} = I_L - I_E \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left[1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right] \times \left[1 - \gamma (t - 20) \right] + \delta V_{men} + \delta V_{evap} + \delta V_{rep} \quad \text{Eq.28}$$

Nota: todos os δx utilizando na equação 28 têm valor expectável de 0, não são considerados no cálculo do volume, são apenas quantidades auxiliares para o tratamento de incertezas e respectivos graus de liberdade.

Reescrevendo a equação 28, esta pode ser apresentada na forma indicada na equação 29 [19]:

$$V_{20} = m \times A \times B \times C + \delta V_{\text{men}} + \delta V_{\text{evap}} + \delta V_{\text{rep}} \quad \text{Eq.29}$$

Em que,

$$m_W = I_L - I_E \quad \text{Eq.30}$$

$$A = \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \quad \text{Eq.31}$$

$$B = 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \quad \text{Eq.32}$$

$$C = 1 - \gamma t - 20 \quad \text{Eq.33}$$

5.1.5.2 Fontes de incerteza

Os componentes de incerteza associados à calibração de material volumétrico são os seguintes [22] [23]:

- Massa
 - Resolução da balança
 - Incerteza da balança
- Massa volúmica do líquido de calibração (geralmente usa-se água)
- Massa volúmica do ar
- Massa volúmica dos pesos da balança
- Temperatura
 - Gradiente
 - Incerteza do termómetro
 - Drift
- Menisco
- Coeficiente de expansão térmico do material
- Evaporação
- Repetibilidade
- Resolução do instrumento volumétrico

Nota: As que são co-relacionadas entre si existem mas uma vez que estas têm um valor muito baixo são desprezadas em relação as restantes grandezas.

5.1.5.3 Incertezas-padrão

Incerteza padrão associada à massa, $[u(m_W)]$ [20]

$$u(m_W) = 2 \frac{u_{bal}}{2} + 2 \frac{R}{3} \quad \text{Eq.34}$$

em que:

$$m_w = (I_L - I_E)$$

$u(bal)$ – incerteza associada à balança

R – resolução da balança

n – número de ensaios

Incerteza padrão associada à massa volúmica da água, $[u(\rho_w)]$ [20]

$$u \rho_w = \frac{\rho_w t + u_{term} - \rho_w t - u_{term}}{\frac{2}{3}} \quad \text{Eq.35}$$

Nota:

$u(\rho_w)$ depende da temperatura da água (t) que por sua vez depende da incerteza do termómetro e é esta temperatura que permite determinar o valor para a massa volúmica da água, ρ_w [26].

Incerteza padrão associada à massa volúmica do ar, $[u(\rho_A)]$ [20]

$$u \rho_A = \frac{0,0000005}{3} \quad \text{Eq.36}$$

Nota:

O valor indicado só poderá ser utilizado se o laboratório estiver a determinadas condições de temperatura, humidade e pressão, nomeadamente, $940 \text{ hPa} \leq p \leq 1080 \text{ hPa}$, $18^\circ\text{C} \leq t \leq 30^\circ\text{C}$ e $\varphi \leq 0,8$.

Incerteza padrão associada à massa volúmica dos pesos da balança, $[u(\rho_B)]$ [20]

$$u \rho_B = \frac{u_B}{k} \quad \text{Eq.37}$$

Em que:

u_B – Incerteza da massa volúmica da balança ou das massas

k – factor de expansão

Incerteza padrão associada à temperatura, $[u(t)]$ [20]

$$u t = \frac{u_{term}}{2}^2 + \frac{\delta t}{3}^2 + \frac{\Delta t}{3}^2 \frac{1}{2} \quad \text{Eq.38}$$

em que:

$u(term)$ – incerteza indicada no certificado de calibração do termómetro

δt – desvio-padrão das leituras do termómetro (repetibilidade)

Δt – Variação da temperatura

Incerteza padrão associada ao menisco, $[u(men)]$ [20]

$$u men = \frac{\Delta V_E}{3} \quad \text{Eq.39}$$

em que:

ΔV_E - Variação experimental das leituras do menisco

Incerteza padrão associada ao coeficiente de expansão térmico do material, $[u(\gamma)]$ [20]

$$u \gamma = \frac{5\% \gamma}{3} \quad \text{Eq.40}$$

em que:

γ – Coeficiente de expansão térmico do material

Incerteza padrão associada à evaporação, $[u(evap)]$ [20]

$$u \text{ evap} = \frac{\Delta V_E}{3} \quad \text{Eq.41}$$

Em que:

ΔV_E - Variação experimental

Incerteza padrão associada à repetibilidade, $[u(rep)]$ [20]

$$u \text{ rep} = \frac{s V_0}{n} \quad \text{Eq.42}$$

em que:

$s(V_0)$ – Desvio padrão

n – numero de ensaios

Incerteza padrão associada à resolução do instrumento volumétrico, $[u(res)]$ [20]

$$u \text{ res} = \frac{R}{3} \quad \text{Eq.43}$$

em que:

R – resolução do equipamento, sempre que aplicável

5.1.5.4 Coeficientes de sensibilidade

A relação geral entre a incerteza combinada e a incerteza associada a cada componente do balanço de incerteza é uma função do coeficiente de sensibilidade [20].

$$u V_i = c_i u x_i \quad \text{Eq.44}$$

Em que:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad x_j \neq x_i \quad \text{Eq.45}$$

Tendo por base a equação 29 para cada variável (secção 5.1.5.3) os respectivos coeficientes de sensibilidade são descritos nas equações 46-55:

$$c_{m_W} = \frac{\partial V_{20}}{\partial m_W} = A \times B \times C \quad \text{Eq.46}$$

$$c_{\rho_W} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_W} = -m_W \times B \times C \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \quad \text{Eq.47}$$

$$c_{\rho_A} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} = m_W \times A \times C \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_B} \right) \quad \text{Eq.48}$$

$$c_{\rho_B} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} = m_W \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \quad \text{Eq.49}$$

$$c_t = \frac{\partial V_{20}}{\partial t} = m_W \times A \times B \times -\gamma \quad \text{Eq.50}$$

$$c_{men} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{men}} = 1 \quad \text{Eq.51}$$

$$c_\gamma = \frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} = m_W \times A \times B \times -t - 20 \quad \text{Eq.52}$$

$$c_{evap} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{evap}} = 1 \quad \text{Eq.53}$$

$$c_{rep} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{rep}} = 1 \quad \text{Eq.54}$$

$$c_{res} = \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{res}} = 1 \quad \text{Eq.55}$$

5.1.5.5 Incerteza Combinada

A equação 56 representa a fórmula de cálculo da incerteza combinada no caso dos instrumentos volumétricos.

$$u_{V_0} = \sqrt{\frac{\partial V_{20}}{\partial m_W}^2 u^2 m_W + \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_W}^2 u^2 \rho_W + \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A}^2 u^2 \rho_A + \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B}^2 u^2 \rho_B + \frac{\partial V_{20}}{\partial t}^2 u^2 t + \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{men}}^2 u^2 \delta V_{men} + \frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma}^2 u^2 \gamma + \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{evap}}^2 u^2 \delta V_{evap} + \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{rep}}^2 u^2 (\delta V_{rep}) + \frac{\partial V_{20}}{\partial \delta V_{res}}^2 u^2 \delta V_{res}^{\frac{1}{2}}} \quad \text{Eq.56}$$

5.1.5.6 Incerteza Expandida U

A incerteza associada à calibração de material volumétrico é dada pela incerteza expandida U . Esta incerteza é expressa pela incerteza combinada, $u(V_0)$ multiplicada pelo factor de expansão $k=2$, para um intervalo de confiança aproximadamente de 95%, com $\nu_{ef} = 50$ graus de liberdade efectivos, supondo uma distribuição normal.

$$U = k \times u_{V_0} \quad \text{Eq.57}$$

5.2 Método Geométrico

O método geométrico consiste em obter as dimensões de artefactos permitindo assim definir a sua forma geométrica e volume.

Na medição dimensional determina-se as dimensões de artefactos recorrendo a diferentes métodos de medição. Como método de medição pode-se considerar o conjunto de

operações envolvidas na execução de medições. Será portanto a “descrição genérica da sequência lógica de operações seguidas numa medição”[1].

A aplicação deste método pode ser simples ou mais complexa dependendo do instrumento de medição escolhido para efectuar o controlo das dimensões dos instrumentos a calibrar. Alguns dos instrumentos que foram utilizados para efectuar o controlo dimensional dos instrumentos volumétricos em estudo requerem estruturas específicas e se possível com um ambiente controlado, garantindo assim menos erros ao longo do processo de medição (as MMC's são um exemplo disso). Como os outros instrumentos de medição (paquímetro, *scanner* 3D) utilizados podem ser movimentados para diferentes locais também é importante verificar as condições ambientais aquando dos ensaios, porque ao identificar as fontes de erro algumas podem ser evitadas, sendo as restantes incluídas no resultado final com recurso à incerteza associada ao resultado final.

Recorreu-se a diferentes instrumentos de medição para a aplicação do método, pois a MMC do IPQ avariou durante o decorrer do estágio, impedindo assim que os ensaios práticos, para aplicação do método geométrico, fossem realizados com recurso única e exclusivamente a este instrumento de medição como era objectivo inicial do trabalho.

A seguir são demonstradas as técnicas utilizadas para efectuar o controlo geométrico dos instrumentos em estudo com recurso a diferentes instrumentos de medição. Também é apresentado o estudo, referente a cada instrumento de medição, quanto às fontes de incerteza que podem influenciar os resultados finais.

5.2.1 Técnicas Gerais

Condições Ambientais

Para aplicação deste método de medição devem ser consideradas as condições do local onde se efectuaram os ensaios. Como referido nas normas internacionais a temperatura do laboratório deve ser de 20 ° C [28] e a humidade relativa do ar deve ser 50%. Deve-se garantir ainda que não existem poeiras no ar para que estas não se depositem sobre os instrumentos que irão ser calibrados, influenciando assim o resultado final da medição.

Estabilização da Temperatura

Os instrumentos a calibrar devem ser colocados na sala onde irão ser calibrados, no mínimo uma hora antes de se proceder à medição dos mesmos, para que se atinja um equilíbrio térmico entre a temperatura ambiente e o instrumento de medição de forma a evitar variações bruscas de temperatura que causem deformações no instrumento de medição.

Manuseamento do equipamento

A forma como os instrumentos de medição são manuseados pode levar à formação de defeitos que podem influenciar os resultados finais. Daí a necessidade de haver o máximo cuidado aquando da sua utilização.

No caso dos padrões utilizados, para efectuar o seu manuseamento deve-se colocar luvas antes de se proceder a sua calibração, evitando assim a degradação das superfícies de referência.

Medição/Calibração

A estratégia adoptada pelo operador para efectuar a calibração pode estar relacionada directamente com a dispersão ou exactidão dos resultados. Se a estratégia adoptada for deficiente a qualidade e quantidade dos pontos adquiridos para definir as características dos instrumentos podem induzir em erro.

O factor mais frequente que está associado à definição estratégica de medição é a amostra de pontos. O grau de concordância entre uma característica extraída e uma característica real é proporcional ao grau de informação obtido nesta última, ou seja, o número de pontos utilizados na extracção [29]. A representação perfeita de uma característica real a partir de uma característica extraída é, portanto, virtualmente impossível de ser obtida [29].

5.2.2 Padrões e Instrumentos volumétricos calibrados pelo método geométrico

Para aplicação do método geométrico, efectuou-se a calibração de padrões de referência e de instrumentos volumétricos. A calibração dos padrões revelou-se benéfica, uma vez que não existia qualquer tipo de indicação para se proceder à calibração de instrumentos volumétricos com o método geométrico. Para os padrões utilizados ao longo do trabalho existem normas que referem como proceder para efectuar a calibração dos mesmos, tal permitiu a criação de procedimentos experimentais que facilitaram a calibração dos instrumentos volumétricos pelo método geométrico.

5.2.2.1 Padrões utilizados para praticar o método geométrico

Anel liso de $d_0 = 40$ mm

Este padrão (Figura 5.15) é feito de aço e a sua referência é o diâmetro interno ($D_0 = 40$ mm). O coeficiente de expansão térmico é $11,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

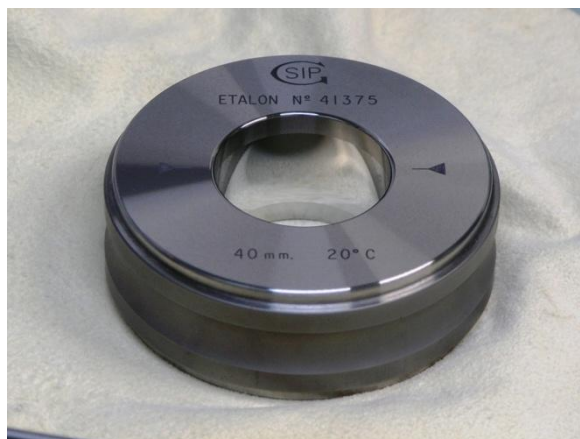


Figura 5.16: Anel Liso $d_0 = 40$ mm

Para efectuar a calibração deste padrão recorreu-se às MMC's do IPQ e do IST permitindo assim delinear um procedimento técnico de medição para as MMC's utilizadas.

Anel Liso com diâmetro $d_0 = 90,003$ mm

Este padrão (Figura 5.16) é também um anel liso padrão e difere do anterior no diâmetro ($D_0 = 90,003$ mm). O coeficiente de expansão térmico é $11,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.



Figura 5.17: Anel liso $d_0 = 40$ mm

Como se pretendia efectuar um estudo do diâmetro deste anel recorreu-se à medição da grandeza diâmetro com equipamentos de medição diferentes: parquímetro, MMC do IST e SIP 3000.

Blocos Padrão

Os blocos padrão (Figura 5.17) são medidas materializadas de comprimento, normalmente fabricados em aço, podendo também encontrar-se padrões de tungsténio quer e de material cerâmico.

Foram utilizados dois blocos padrão para medições com o recurso ao paquímetro analógico, um com $l_0=50$ mm e o outro com $l_0=100$ mm. O coeficiente de expansão térmico é $11,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.



Figura 5.18: Blocos-Padrão

5.2.2.2 Instrumentos volumétricos

Os instrumentos volumétricos utilizados para aplicação do método geométrico foram: o picnómetro de alumínio de 100 mL, o picnómetro de aço inoxidável de 100 mL, a proveta de 25 mL e o balão volumétrico de 50 mL.

5.2.3 Procedimento experimental

O processo de calibração dos padrões e dos instrumentos volumétricos com a aplicação do método geométrico é bastante semelhante apesar das diferentes formas geométricas apresentadas por cada um. Neste processo de calibração, o tipo de instrumentos de medição irá definir o tipo de método escolhido, uma vez que cada instrumento de medição tem as suas características e formas de efectuar as medições. Antes de se começar o processo de calibração deve-se garantir que os objectos a calibrar já cumpriram o tempo de estabilização da temperatura.

5.2.3.1 MMC do IPQ

Quando se utiliza uma MMC com apalpador, o primeiro passo para criação de uma boa estratégia de medição passa pela escolha do tipo e configuração do sistema apalpador (dimensões) a utilizar na medição. Escolhido o apalpador, começa-se por efectuar a sua calibração. Para esse efeito pode usar-se uma esfera calibrada. Efectuada a calibração do apalpador, pode-se começar a efectuar as medições para realizar a calibração dos padrões ou dos instrumentos volumétricos. Um conhecimento aprofundado sobre a MMC é muito importante, permitindo ajustes nos parâmetros do equipamento (velocidade de medição, força de contacto, entre outros) do equipamento que possam influenciar a aquisição de pontos necessários para a calibração em curso. O procedimento experimental mais detalhado apresenta-se no anexo A.

5.2.3.2 MMC do IST

Neste tipo de equipamento o primeiro passo para criação de uma boa estratégia de medição passa por posicionar o instrumento que se pretende medir numa zona onde a câmara do microscópio possa efectuar a leitura dos pontos a medir. A lente escolhida para efectuar as medições deve ter uma ampliação indicada de forma a garantir uma boa visibilidade da superfície onde se pretende efectuar a medição. Também se deve garantir que o equipamento e o instrumento a medir se encontram bem alinhados para evitar desvios de paralelismo. O procedimento de medição mais detalhado apresenta-se no anexo B.

5.2.3.3 Scanner 3D

Neste tipo de instrumento de medição, para delinear uma boa estratégia de medição deve verificar-se quais as condições que são recomendadas pelo fabricante para se obterem bons resultados. Deve-se verificar a intensidade de luz presente no local da medição, posicionar o *scanner* de acordo com o recomendado e efectuar a escolha da lente que será utilizada para efectuar a medição.

A escolha da lente é um passo muito importante na definição da estratégia, dado que esta escolha condiciona o posicionamento do *scanner*. De facto, a lente deve ser escolhida de acordo com as dimensões dos instrumentos que irão ser medidos, pois existem lentes mais adequadas para *digitalizar* instrumentos de pequenas dimensões e lentes para instrumentos de médias dimensões. Esta escolha influencia a distância a que o *scanner* pode estar do instrumento volumétrico a ser calibrado. O operador também deve ter em conta o tipo de superfície que vai ser alvo do “scan”, pois existem superfícies que são difíceis de definir pelo laser ou podem induzir este em erro. As superfícies espelhadas ou transparentes devem ser alvo de uma estratégia evasiva, pois é muito difícil obter uma nuvem de pontos de qualidade sem que estas superfícies sejam sujeitas a algum tipo de tratamento. Em casos que seja possível efectuar a pintura das superfícies, esta é a forma mais indicada para que se consiga obter uma nuvem de pontos de qualidade: nos casos onde não é possível aplicar a técnica anterior pode recorrer-se a um pó que torne a superfície mais baça, permitindo assim a aquisição dos dados (método que não pode nem deve ser utilizado em padrões dimensionais). As técnicas referenciadas são técnicas que podem influenciar o resultado da medição, pois existe a adição de algum material à superfície. [29]

Com recurso ao *software SolidWorks* efectua-se o tratamento da nuvem de pontos e obtêm-se objectos 3D que permitem efectuar as medições necessárias para a calibração dos instrumentos volumétricos. Nas figuras 5.19-5.24 apresenta-se os objectos 3D obtidos para os instrumentos volumétricos presentes nesta fase do trabalho. No caso da proveta e do balão inclui-se uma imagem que permite verificar a linha de referência, isto é, a linha que delimita o

nível do líquido correspondente ao volume pretendido. No caso dos picnómetros houve alguma dificuldade para conseguir um bom objecto 3D da tampa figura 5.20. O procedimento de medição mais detalhado apresenta-se no anexo C.

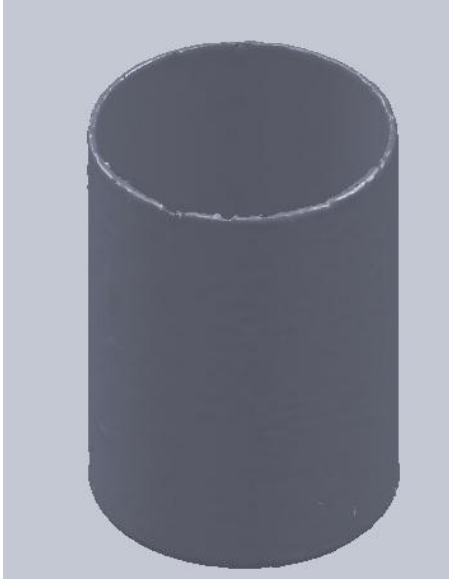


Figura 5.19: Objecto 3D do picnómetro

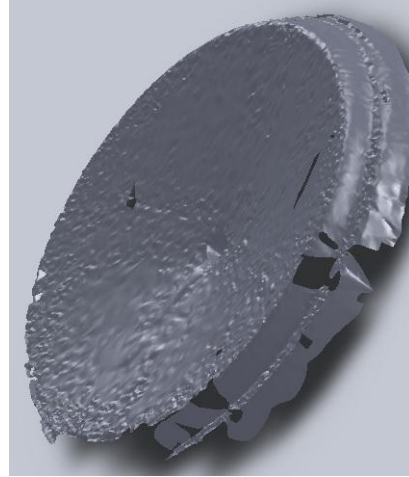


Figura 5.20: Objecto 3D da tampa do picnómetro



Figura 5.21: Objecto 3D da proveta



Figura 5.22: Objecto 3D da Proveta com a imagem para se ver a escala



Figura 5.23: Objecto 3D do Balão



Figura 5.24: Objecto 3D do balão com a imagem que permite ver a escala

5.2.3.4 Paquímetro

Neste caso existem vários procedimentos sobre como proceder à medição de objectos com recurso ao paquímetro. Os procedimentos de medição referem que a medição deve ser efectuada sobre uma bancada fixa e que o objecto a ser medido deve estar apoiado sob a bancada. O operador deve evitar o contacto com o objecto ou padrão que está a ser medido de forma a evitar variações de temperatura que possam influenciar os resultados.

5.2.3.5 Sip 3000

Este instrumento de medição é basicamente constituído por: um banco de ensaios de 3m, um interferómetro HP e um computador que permite a aquisição dos dados. E recorre a um sistema interferométrico para efectuar a medição de uma distância. Para se efectuar a medição de padrões ou instrumentos volumétricos com este instrumento de medição tem-se de utilizar padrões calibrados, uma vez que é necessário definir uma distância de referência inicial permitindo assim que ao colocar o objecto que se pretende medir o computador possa efectuar uma comparação e, assim, apresentar o valor para a dimensão que se pretende medir. Este sistema recorre a apalpadores para contactar com as faces dos objectos e neste caso é também importante conhecer as condições ambientais para a realização de algumas correcções evitando assim valores elevados nas contribuições das fontes de incerteza.

5.2.4 Calculo das incertezas para os padrões de referência

5.2.4.1 Anéis lisos

Para se efectuar a avaliação do diâmetro interno do anel liso recorreu-se à equação 58.

$$d = d_0 + \varepsilon \quad \text{Eq.58}$$

em que:

d_0 – Valor nominal do diâmetro interno

e – erro de medição

d – valor verdadeiro do diâmetro interno

5.2.4.1.1 Modelo de cálculo

Para o cálculo da incerteza associada à determinação do diâmetro interno dos anéis a calibrar é utilizada a equação seguinte que deriva da equação 59.

$$d = d_0 + \varepsilon + \delta_{rep} + \delta_{\alpha} + \delta_{\Delta T} + \delta_{res} + \delta_M \quad \text{Eq.59}$$

Os valores representados por δ tem valor expectável zero, pois não são considerados no cálculo do diâmetro, sendo apenas componentes auxiliares para o tratamento da incerteza.

5.2.4.1.2 Fontes de incerteza

Como os padrões foram medidos com vários instrumentos de medição então as fontes de incerteza são apresentadas para cada instrumento de medição utilizado para efectuar a calibração.

- **Fontes de incerteza da MMC do IPQ**
 - A variação da temperatura entre o sistema de medição e a peça a medir;
 - Incertezas do sistema de medição ou padrão de referência;
 - Resolução do sistema de medição;
 - Erros de geometria;
 - Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
 - Erros do operador;
 - Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição. [30]

- **Fontes de incerteza da MMC do IST**
 - Incertezas do sistema de medição ou padrão de referência;
 - Resolução do sistema de medição;
 - Erros de geometria;
 - Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
 - Erros do operador;
 - Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição.

- **Fontes de incerteza do Paquímetro Digital**
 - Incerteza do paquímetro
 - Resolução do paquímetro
 - Coeficiente de expansão térmico do paquímetro
 - Influência da temperatura
 - Repetibilidade
 - Manuseamento [31]

- **Fontes de incerteza da Sip 3000**
 - Padrão de referência para inicialização da SIP
 - Reprodutibilidade
 - Incerteza de calibração do Interferómetro HP
 - Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios
 - Resolução
 - Alinhamentos (erro do cosceno) [32]

5.2.4.1.3 Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade

Nas tabelas seguintes apresenta-se as incertezas padrão e os coeficientes de sensibilidade para cada instrumento de medição.

Tabela 5.1- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da MMC do IPQ

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Incerteza do certificado de calibração do Padrão	$\frac{u(I)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial I} = 1$
Repetibilidade	$u(rep)$	$\frac{\partial d}{\partial rep} = 1$
Reprodutibilidade	$u(reprod)$	$\frac{\partial d}{\partial repr} = 1$
Coefficiente de expansão térmico	$\frac{u(\alpha)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = d_0 \Delta T$
Temperatura no Anel liso	$\frac{u(\Delta T_{anel})}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T_{Anel}} = d_0 \alpha$
Temperatura na MMC	$\frac{u(\Delta T_{CMM})}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T_{CMM}} = d_0 \alpha$
Varição da temperatura ao longo da medição	$\frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Resolução	$\frac{u(resol)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$
Erro de indicação da MMC	$\frac{u(\varepsilon)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial E} = 1$

Tabela 5.2- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da MMC do IST

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Incerteza do certificado de calibração do padrão	$\frac{u(I)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial I} = 1$
Repetibilidade	$u(rep)$	$\frac{\partial d}{\partial rep} = 1$
Reprodutibilidade	$u(reprod)$	$\frac{\partial d}{\partial repr} = 1$
Coefficiente de expansão térmico	$\frac{u(\alpha)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = d_0 \Delta T$
Varição da temperatura ao longo da medição	$\frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Resolução	$\frac{u(resol)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$
Manuseamento	$\frac{u(M)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial M} = 1$

Tabela 5.3- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Paquímetro Digital

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Incerteza do certificado de calibração do Paquímetro	$\frac{u(I)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial I} = 1$
Repetibilidade	$u(rep)$	$\frac{\partial d}{\partial rep} = 1$
Coefficiente de expansão térmico	$\frac{u(\alpha)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = d_0 \Delta T$
Varição da temperatura ao longo da medição	$\frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Resolução do Paquímetro	$\frac{u(resol)}{\sqrt{12}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$
Manuseamento	$\frac{u(M)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial M} = 1$

Tabela 5.4- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade da Sip 3000

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Incerteza do padrão de referência	$\frac{u(P)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial P} = 1$
Reprodutibilidade	$u(reprod)$	$\frac{\partial d}{\partial repr} = 1$
Variação da temperatura ao longo da medição	$\frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Incerteza de calibração do interferómetro HP	$\frac{u(HP)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial HP} = 1$
Resolução	$\frac{u(res)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$

5.2.4.1.4 Incerteza combinada

As equações que representam a fórmula de cálculo para cada instrumento volumétrico são apresentadas a seguir. Estas equações fazem uma aproximação uma vez que se despreza as grandezas co-relacionadas, estas são de valor muito inferior as restantes logo é possível efectuar esta aproximação.

- **Incerteza combinada para a MMC do IPQ**

$$u_c^2 = \frac{\partial d}{\partial l}^2 u_l^2 + \frac{\partial d}{\partial rep}^2 u_{rep}^2 + \frac{\partial d}{\partial repr}^2 u_{repr}^2 + \frac{\partial d}{\partial \alpha}^2 u_\alpha^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T_{Anel}}^2 u_{\Delta T_{Anel}}^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T_{MMC}}^2 u_{\Delta T_{MMC}}^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial d}{\partial res}^2 u_{res}^2 + \frac{\partial d}{\partial E}^2 u_E^2 \quad \text{Eq.60}$$

- **Incerteza combinada para a MMC do IST**

$$u_c^2 = \frac{\partial d}{\partial l}^2 u_l^2 + \frac{\partial d}{\partial rep}^2 u_{rep}^2 + \frac{\partial d}{\partial repr}^2 u_{repr}^2 + \frac{\partial d}{\partial \alpha}^2 u_\alpha^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial d}{\partial res}^2 u_{res}^2 + \frac{\partial d}{\partial M}^2 u_M^2 \quad \text{Eq.61}$$

- **Incerteza combinada para o Paquímetro**

$$u_c^2 = \frac{\partial d}{\partial l_{paq}}^2 u_{l_{paq}}^2 + \frac{\partial d}{\partial rep}^2 u_{rep}^2 + \frac{\partial d}{\partial \alpha}^2 u_\alpha^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial d}{\partial res}^2 u_{res}^2 + \frac{\partial d}{\partial M}^2 u_M^2 \quad \text{Eq.62}$$

- **Incerteza combinada para a Sip 3000**

$$u_c^2 = \frac{\partial d}{\partial Anel}^2 u_{Anel}^2 + \frac{\partial d}{\partial repr}^2 u_{repr}^2 + \frac{\partial d}{\partial HP}^2 u_{HP}^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial d}{\partial E}^2 u_E^2 \quad \text{Eq.63}$$

5.2.4.1.5 Incerteza Expandida

A incerteza associada à calibração de padrões de referência é dada pela incerteza expandida U . Esta incerteza é expressa pela incerteza combinada, multiplicada pelo factor de expansão $k=2$, para um intervalo de confiança aproximadamente de 95%, com $v_{ef} = 50$ graus de liberdade efectivos, supondo uma distribuição normal. [12]

$$U = k \times u \quad V_0 \quad \text{Eq.64}$$

5.2.4.2 Blocos padrão

Para avaliar o valor verdadeiro do comprimento dos blocos-padrão aplicou-se a equação seguinte.

$$l = l_0 + \varepsilon \quad \text{Eq.65}$$

em que:

l_0 – Valor nominal do comprimento do bloco-padrão

e – erro de medição

l – valor verdadeiro do bloco-padrão

5.2.4.2.1 Modelo de cálculo

Para o cálculo da incerteza associada ao valor verdadeiro dos blocos padrão é utilizada a equação seguinte que deriva da equação 65.

$$l = l_0 + \varepsilon + \delta_{rep} + \delta_{\alpha} + \delta_{\Delta T} + \delta_{res} + \delta_M \quad \text{Eq.66}$$

Como referido os valores representados por δ tem valor expectável zero, uma vez que não são considerados no cálculo, são componentes auxiliares para o tratamento da incerteza.

5.2.4.2.2 Fontes de incerteza

- **Fontes de incerteza do Paquímetro Analógico**
 - Incerteza do paquímetro
 - Resolução do paquímetro
 - Coeficiente de expansão térmico do paquímetro
 - Influência da temperatura
 - Repetibilidade
 - Manuseamento
 - Leitura do operador

5.2.4.2.3 Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade

Na tabela 5.5 apresenta-se a incerteza padrão de cada fonte de incerteza presente na medição dos blocos padrão.

Tabela 5.5- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Paquímetro Analógico

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Incerteza do certificado de calibração do Paquímetro	$\frac{u(I)}{k}$	$\frac{\partial d}{\partial I} = 1$
Repetibilidade	$u(rep)$	$\frac{\partial d}{\partial rep} = 1$
Coefficiente de expansão térmico	$\frac{u(\alpha)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = d_0 \Delta T$
Varição da temperatura ao longo da medição	$\frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Resolução do Paquímetro	$\frac{u(resol)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$
Manuseamento	$\frac{u(M)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial M} = 1$

5.2.4.2.4 Incerteza combinada

A equação 67 representa o cálculo da incerteza combinada para a medição do bloco padrão, quando se está a utilizar um paquímetro.

$$u_c^2 = \frac{\partial l}{\partial l_{paq}}^2 u_{l_{paq}}^2 + \frac{\partial l}{\partial rep}^2 u_{rep}^2 + \frac{\partial l}{\partial \alpha}^2 u_{\alpha}^2 + \frac{\partial l}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial l}{\partial res}^2 u_{res}^2 + \frac{\partial l}{\partial M}^2 u_M^2 \quad \text{Eq.67}$$

5.2.4.2.5 Incerteza Expandida

A incerteza associada à calibração de padrões de referência é dada pela incerteza expandida U . Esta incerteza é expressa pela incerteza combinada, multiplicada pelo factor de expansão $k=2$, para um intervalo de confiança aproximadamente de 95%, com $\nu_{ef} = 50$ graus de liberdade efectivos, supondo uma distribuição normal. [12]

$$U = k \times u \quad V_0 \quad \text{Eq. 68}$$

5.2.5 Cálculo do volume pelo método geométrico

5.2.5.1 Picnómetros

A mensuranda pretendida para este instrumento volumétrico é o volume. Para se proceder ao seu cálculo efectuaram-se as medições do diâmetro, da altura, entre outras, de forma a garantir que se conseguia definir bem todas as formas geométricas necessárias para o cálculo da mensuranda.

Como se pode verificar na figura 5.25, pode definir-se o picnómetro com recurso a formas geométricas conhecidas e com fórmulas de cálculo do volume conhecidas. Assim, o picnómetro pode ser definido por um cilindro, um cone e um cilindro pequeno, sendo que o volume do picnómetro pode ser definido pela equação 68. Na figura 5.25 os contornos a preto definem os volumes considerados na equação 69.

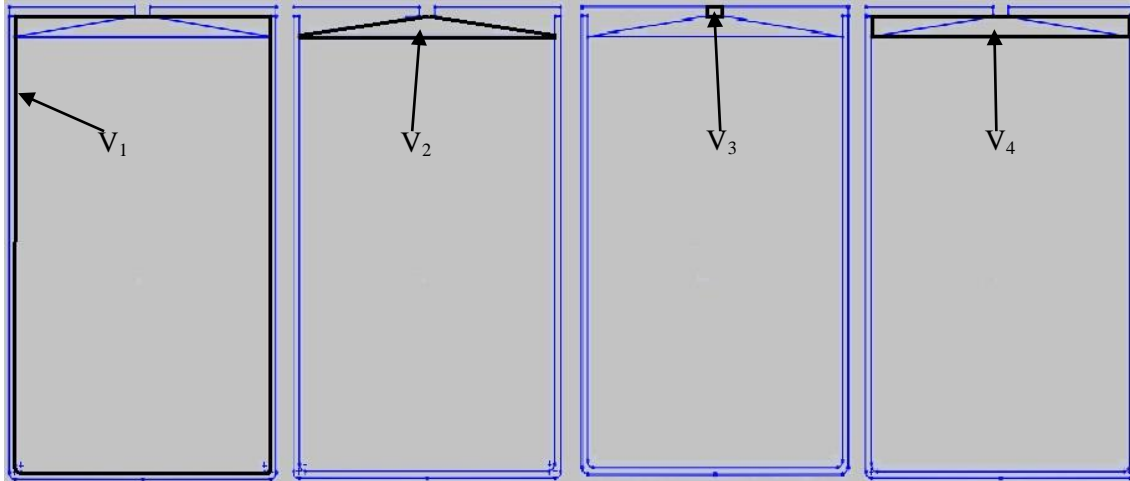


Figura 5.25: Representação dos volumes considerados para definir o picnómetro

$$V_{pic} = V_1 + V_2 + V_3 - V_4 \quad \text{Eq.69}$$

onde

V_1 – Volume do cilindro 1 (delimitado pelas linhas a preto)

V_2 – Volume do cone da tampa (delimitado pelas linhas a preto)

V_3 – Volume do furo da tampa (delimitado pelas linhas a preto)

V_4 – Volume do cilindro 2 (delimitado pelas linhas a preto)

Substituindo na equação 68 o volume do picnómetro é dado por::

$$V_{Pic} = \pi \frac{d_1^2}{4} h_1 + \frac{1}{3} \pi \frac{d_2^2}{4} h_2 + \pi \frac{d_3^2}{4} h_3 - \pi \frac{d_4^2}{4} h_4 \quad \text{Eq.70}$$

Onde

h_1 – altura do cilindro 1

h_2 – altura do cone considerado

h_3 – altura do cilindro considerado para o volume 2

h_4 – altura do cilindro considerado no volume 3

d – diâmetro

5.2.5.1.1 Cálculo da incerteza do volume do picnómetro

Como o volume é uma medição indirecta porque é calculado a partir das dimensões dos instrumentos volumétricos, o cálculo da incerteza para o volume tem de contemplar o valor da incerteza de cada dimensão usada no cálculo do mesmo.

Como demonstrado atrás o cálculo do volume do picnómetro é feito com a adição e subtração de pequenos volumes. Neste caso pode-se efectuar o cálculo da incerteza para cada um dos volumes e no final juntá-los uma vez que se trata de medições independentes. Para calcular a incerteza do volume dos cilindros recorreu-se à equação 71.

$$u_V^2 = \frac{\partial V}{\partial h} u_h^2 + \frac{\partial V}{\partial d} u_d^2 \quad \text{Eq.71}$$

Onde

u_h - Incerteza da altura

u_d - Incerteza do diâmetro

Aplicando a equação 70 fica-se com

$$u_V^2 = \pi \frac{d^2}{4} u_h^2 + \pi h \frac{d}{2} u_d^2 \quad \text{Eq.72}$$

Deste modo, a incerteza-padrão do volume do picnómetro é traduzida pela equação 73.

$$u_{V_{pic}}^2 = u_{V_1}^2 + u_{V_2}^2 + u_{V_3}^2 + u_{V_4}^2 \quad \text{Eq.73}$$

Sendo a incerteza expandida dada pela equação 74.

$$U = k \times u_V \quad \text{Eq.74}$$

5.2.5.2 Proveta

O cálculo do volume deste instrumento volumétrico pode ser efectuado a partir das suas dimensões. Como é de fácil verificação a forma geométrica da proveta compara-se a um cilindro. Para calcular o volume da proveta utilizou-se a equação 75.

$$V_{prov} = \pi \frac{d^2}{4} h \quad \text{Eq.75}$$

Onde

h - altura da proveta

d - diâmetro da proveta

5.2.5.2.1 Cálculo da incerteza do volume da proveta

O cálculo do volume da proveta é feito de uma forma indirecta, por cálculo, pelo que tem-se de contabilizar as fontes de incerteza de cada dimensão envolvida no cálculo do volume para o valor final da incerteza. Para isso recorreu-se à equação 71. Obtido o valor da incerteza-padrão calcula-se a incerteza expandida.

5.2.5.3 Balão Volumétrico

Perante a geometria complexa apresentada por este instrumento volumétrico, o volume do balão volumétrico só foi medido com recurso ao *Scanner* 3D da FCT/UNL-DEMI e através da função “Mass Properties” do programa *SOLIDWORKS* para nos indicar o valor da mensuranda. Partindo do objecto 3D obtido a partir da digitalização efectuada recorreu-se à norma ISO 1042:1998 para obter a indicação do valor da espessura do instrumento volumétrico, uma vez que com o sistema de digitalização apenas a geometria exterior do balão conseguia ser determinada. Então criou-se uma figura paralela à existente obtida a partir do objecto 3D retirando o valor da espessura do vidro, criando um sólido que permitiu a avaliação do volume figura 5.26.

A equação que representa o volume do balão é:

$$V_B = V_0 + \varepsilon \quad \text{Eq.76}$$

Devem-se realizar 10 ensaios, sendo o valor médio utilizado como valor medido. A este valor tem-se associado uma incerteza de medição.



Figura 5.26: Representação do sólido criado a partir da digitalização 3D do balão para obter o volume

5.2.5.3.1 Cálculo da incerteza do volume do balão volumétrico

Modelo de cálculo

Para o cálculo da incerteza associada á determinação do volume do instrumento volumétrico a calibrar é utilizada a seguinte equação que deriva da equação 76:

$$V = V_0 + \varepsilon + \delta_{repr} + \delta_{rep} + \delta_{\alpha} + \delta_{\Delta T} + \delta_{res} + \delta_M \quad \text{Eq.77}$$

Fontes de incerteza

As fontes de incerteza apresentadas são referentes ao *scanner* 3D, pois como referido o balão só foi medido com o *scanner* 3D. As fontes de incerteza são:

- Incertezas do sistema de medição;
- Resolução do sistema de medição;
- Erros de geometria;
- Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
- Erros do operador;
- Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição.

Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade

Na tabela seguinte apresentam-se as equações que permitem o cálculo da incerteza padrão de cada fonte de incerteza presente na calibração do balão. Apresentam-se ainda as equações que permitem o cálculo dos coeficientes de sensibilidade de cada fonte de incerteza.

Tabela 5.6- Incerteza padrão e coeficientes de sensibilidade do Scanner 3D

Grandeza X_i	Incerteza-padrão	Coefficientes de sensibilidade c_i
Reprodutibilidade	$u(repr)$	$\frac{\partial d}{\partial repr} = 1$
Repetibilidade	$u(rep)$	$\frac{\partial d}{\partial rep} = 1$
Coefficiente de expansão térmico	$u(\alpha) = \frac{u(\alpha)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = d_0 \Delta T$
Variação da temperatura ao longo da medição	$u(\Delta T) = \frac{u(\Delta T)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial \Delta T} = d_0 \alpha$
Resolução do Scanner 3D	$u(resol) = \frac{u(resol)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial res} = 1$
Precisão	$u(P) = \frac{u(P)}{\sqrt{3}}$	$\frac{\partial d}{\partial P} = 1$

Incerteza combinada

A equação apresentada a seguir permite o cálculo da incerteza combinada.

$$u_c^2 = \frac{\partial d}{\partial rep}^2 u_{rep}^2 + \frac{\partial d}{\partial repr}^2 u_{repr}^2 + \frac{\partial d}{\partial \alpha}^2 u_\alpha^2 + \frac{\partial d}{\partial \Delta T}^2 u_{\Delta T}^2 + \frac{\partial d}{\partial res}^2 u_{res}^2 + \frac{\partial d}{\partial P}^2 u_P^2 \quad \text{Eq.78}$$

Incerteza expandida

As incertezas expandidas obtêm-se com a multiplicação da incerteza combinada pelo factor k .

6 Resultados

Neste capítulo apresentam-se os resultados obtidos da calibração de instrumentos volumétricos com recurso aos métodos apresentados nos capítulos anteriores e descrita também a sua análise comparativa.

6.1 Resultados obtidos pelo método Gravimétrico

Na tabela 6.1 apresentam-se os resultados obtidos para o volume, com recurso ao método gravimétrico. Os resultados finais do volume foram obtidos com a aplicação da equação 25. Apresenta-se também o valor da incerteza expandida para cada volume apresentado.

Foram realizados dois ou teres ensaios de calibração dos instrumentos volumétricos, para se garantir a reprodutibilidade dos resultados do operador. Para efectuar a comparação com o método geométrico aplicam-se os resultados com menor incerteza.

Tabela 6.1 – Resultados da calibração de instrumentos volumétricos pelo método gravimétrico

Instrumentos Volumétricos	Valor médio (mL)	Incerteza Expandida (mL)
Picnómetro de alumínio de 100 mL	99,981	0,004
	99,980	0,002
Picnómetro de Gay Lussac de 50 mL	49,891	0,002
	49,891	0,002
Balão volumétrico de 250 mL	249,922	0,012
	249,923	0,008
Balão volumétrico de 50 mL	49,891	0,002
	49,891	0,002
Pipeta graduada de 10 mL	10,030	0,004
	10,021	0,005
	10,022	0,005
Pipeta volumétrica de 25 mL	24,959	0,008
	24,962	0,014
Pipeta volumétrica diferencial de 5 mL	5,001	0,002
	4,998	0,003
Proveta de 25 mL	25,042	0,015
	25,045	0,015
Bureta de vidro de 50 mL	50,253	0,019
	50,248	0,020
Bureta digital de 50 mL	49,997	0,019
	50,005	0,009
Dispensador de 10 mL	9,990	0,011
	9,976	0,004
	9,974	0,003
Seringa de 2 mL	2,008	0,008
	2,002	0,006

6.2 Resultados obtidos pelo método Geométrico dos padrões de referência

O estudo do método geométrico começou por ser feito em padrões para se efectuar o cálculo das incertezas associadas ao método. Nos pontos a seguir serão apresentados os resultados obtidos para cada um dos padrões calibrados utilizando o método geométrico. São ainda apresentados os resultados das incertezas associadas.

6.2.1 Resultados obtidos para o d do anel liso de $d_0=40$ mm

Nos pontos seguintes apresentam-se os resultados para o d do anel liso obtidos pelo método geométrico, com diferentes instrumentos de medição.

6.2.1.1 Resultados obtidos com o recurso à MMC do IPQ

O diâmetro do anel liso foi medido para três alturas como é recomendado na norma NF E11-011. [34] Esta recomenda que a medição seja efectuada a um terço da altura, a meio da altura e a dois terços da altura como representado na figura 6.1.

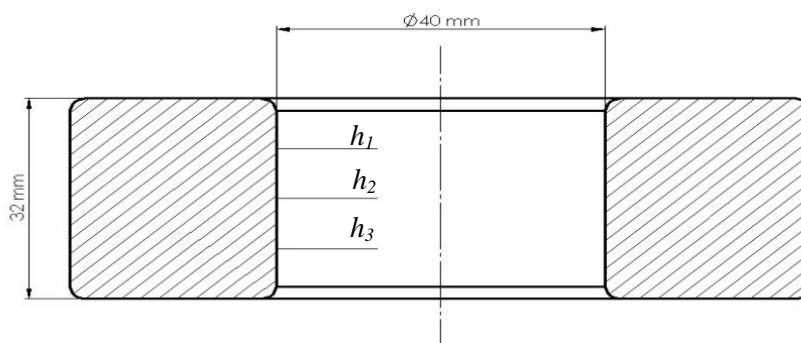


Figura 6.1: Representação do esquema de medição do Anel Liso[33]

Os resultados apresentados na tabela 6.2 para o diâmetro correspondem à média aritmética dos resultados de vários ensaios.

Tabela 6.2 – Resultado do diâmetro interno do anel liso de $d_0=40$ mm

Altura mm	Diâmetro \varnothing mm	Incerteza expandida U μm
$h_1 = 10,67$	40,0008	1,1
$h_2 = 16,00$	40,0010	
$h_3 = 21,33$	40,0012	

Sempre que as condições ambientais forem diferentes de 20 °C há a necessidade de efectuar uma correcção devido à diferença entre a temperatura ambiente e a de referência (20 °C). Em todos os valores obtidos, a correcção foi feita recorrendo às equações 78 e 79:

$$c = D \alpha_{aço} \Delta T_p - \alpha_{vidro} \Delta T_r$$

Eq.79

Onde:

D – Diâmetro nominal

$\alpha_{aço}$ - Coeficiente de expansão térmico do aço

α_{vidro} - Coeficiente de expansão térmico do vidro

T_p – Temperatura na peça

T_r – Temperatura na MMC

$$D_{20} = M_{20} - c$$

Eq.80

onde:

D_{20} – Diâmetro à temperatura de 20 °C

M_{20} – Diâmetro obtido

C – Factor de correcção

6.2.1.2 Resultados obtidos com o recurso à MMC do IST

Os resultados apresentados na tabela 6.3 para o diâmetro foram obtidos a partir da realização de 10 ensaios de repetibilidade e 4 ensaios de reprodutibilidade, os valores apresentados são resultado da média aritmética calculada a partir dos valores dos diferentes ensaios. Como este sistema de medição não permite efectuar a leitura da cota “z” não foi possível apresentar o valor do diâmetro para três alturas como no caso anterior. Também neste caso se procedeu à correcção dos valores devido ao facto das condições ambientais não serem as indicadas. Para efectuar essas correcções recorreu-se as equações 79 e 80.

Tabela 6.3 – Resultado do diâmetro do anel liso medido com a MMC do IST e respectiva incerteza

Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
40,002	0,41

Como se pode observar os resultados obtidos para o diâmetro do anel em ambos os sistemas diferem de 1 μm , no entanto o valor das incertezas é diferente pois no caso da MMC do IPQ obtiveram-se incertezas mais baixas. Isso deve-se ao facto deste instrumento de medição ter contribuições para o balanço de incerteza inferiores aquando da realização das várias medições uma vez que o processo é comandado pelo computador. Já no caso da MMC do IST cada medição é influenciada pelo parecer crítico e experiência do operador, que pode fazer com que se tenha um valor elevado do desvio-padrão entre as diferentes medições, fazendo com que o valor da incerteza de medição aumente significativamente. Pode-se ainda afirmar que a MMC

do IPQ é precisa e exacta, já que, se obteve o resultado esperado para o diâmetro e com uma baixa incerteza. Já a MMC do IST é exacta, uma vez que o resultado para o diâmetro foi o esperado, mas esta é imprecisa pois apresenta um valor de incerteza bastante maior que a MMC do IPQ.

6.2.2 Resultados obtidos para o d do anel liso de $d_0 = 90,003$ mm

Na tabela 6.4 apresenta-se os resultados para o diâmetro e respectiva incerteza expandida, obtidos com recuso aos diferentes instrumentos de mediação utilizados na calibração do anel liso.

Tabela 6.4 – Resultados do diâmetro e respectiva incerteza para o anel liso de $d_0 = 90,003$ mm

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	90,007	0,41
Paquímetro analógico	89,95	0,09
Paquímetro digital	89,93	0,06
SIP 3000	89,9935	0,015

A análise dos resultados permite verificar que só a MMC do IST se aproximou do resultado esperado ($d_0 = 90,003$ mm), apesar de apresentar um valor de incerteza expandida bastante superior aos restantes instrumentos de medição. Isto pode ter ocorrido, porque os procedimentos de medição são muito distintos. Um possível erro é o alinhamento entre o instrumento de medição e o anel aquando da realização da medição. A resolução de cada instrumento de medição também pode ser um factor que explique o ocorrido.

Olhando aos resultados em geral pode-se afirmar que a MMC do IST é bastante exacta na obtenção dos resultados mas imprecisa pois apresenta uma incerteza expandida superior aos restantes instrumentos de medição. Os restantes instrumentos de medição são mais precisos que a MMC do IST uma vez que apresentam menor valor de incertezas, mas como, os resultados obtidos para o diâmetro não correspondem ao esperado pode-se dizer que estes não são muito exactos, isto é, podem ter variações no resultado final de ensaio para ensaio.

6.2.3 Resultados da medição dos blocos padrão pelo método geométrico

6.2.3.1 Resultados do bloco padrão de $l_0 = 50$ mm

Efectuada a medição do bloco com o paquímetro analógico, chegou-se ao valor apresentado na tabela 6.5 e à respectiva incerteza expandida. Realizaram-se 10 medições (repetibilidade) do comprimento dos blocos-padrão e os ensaios repetiram-se uma vez.

Tabela 6.5 – Resultado do comprimento do bloco padrão de $l_0=50$ mm

Comprimento mm	Incerteza expandida U mm
50,02	0,07

6.2.3.2 Resultado do bloco padrão de $l_0=100$ mm

Este bloco-padrão foi medido como o apresentado no ponto 6.2.3.1.

Tabela 6.6 – Resultado do comprimento do bloco padrão de $l_0=100$ mm

Comprimento mm	Incerteza expandida U mm
100,03	0,07

Como estes ensaios foram realizados para efectuar um treino de como medir usando o paquímetro não se esperava obter valores muito diferentes dos apresentados. Falta referir que os blocos padrão são usados para calibrar paquímetros e não o contrario como ocorreu nesta experiência.

6.3 Resultados obtidos pelo método geométrico dos instrumentos volumétricos

6.3.1 Resultados do volume do picnómetro de alumínio

Para calcular o volume do picnómetro foi necessário determinar as suas dimensões geométricas. Estas foram obtidas com recurso aos vários instrumentos de medição apresentados anteriormente. Nas tabelas seguintes, apresentam-se os resultados obtidos:

Tabela 6.7 – Resultados do diâmetro do picnómetro e respectivas incertezas

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	44,507	0,088
Paquímetro digital	44,50	0,06
SIP 3000	44,5053	0,028
Scanner 3D	44,47	0,61

Tabela 6.8 – Resultados da altura do picnómetro e respectivas incertezas

Instrumento de medição	Altura mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	66,089	0,060
Paquímetro analógico	66,27	0,09
<i>Scanner 3D</i>	66,27	0,89

Tabela 6.9 – Resultados do diâmetro da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	43,464	0,100
Paquímetro digital	43,46	0,06
<i>Scanner 3D</i>	43,50	0,58

Tabela 6.10 – Resultados da altura da tampa

Instrumento de medição	Altura mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	3,050	0,080
Paquímetro digital	3,07	0,06
<i>Scanner 3D</i>	2,87	0,12

Tabela 6.11 – Resultados do diâmetro do furo da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	2,410	0,094
Paquímetro analógico	2,32	0,10
<i>Scanner 3D</i>	2,57	0,20

Tabela 6.12 – Resultados da altura do furo da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	1,090	0,094
Paquímetro digital	1,01	0,10
<i>Scanner</i> 3D	1,33	0,12

No anexo D, apresenta-se as tabelas dos balanços de incerteza que permitiram efectuar o cálculo das incertezas apresentadas para cada instrumento de medição.

Apresentados os resultados para as dimensões do picnómetro de alumínio procedeu-se ao cálculo do volume e da respectiva incerteza.

Tabela 6.13 – Resultados do volume do picnómetro de alumínio

Instrumento de medição	Volume mL	Incerteza expandida U mL
MMC do IST	99,877	0,43
Paquímetros	100,04	0,33
<i>Scanner</i> 3D	100,09	3,30

Com os resultados apresentados nas tabelas 6.7- 6.12 efectuou-se o cálculo do volume e da respectiva incerteza do picnómetro apresentado na tabela 6.13. Com uma breve análise de todos os resultados obtidos para as dimensões do picnómetro podemos verificar que o *scanner* 3D é aquele que apresenta maior incerteza, isso poderá se explicado pela sua resolução e pelo procedimento de medição não estar muito desenvolvido. Mas também se verifica que este instrumento de medição não é muito exacto nem preciso pois os valores obtidos para o volume são superiores ao esperado e tem uma incerteza muito alta. Quanto ao paquímetro, pode-se dizer que é preciso mas pouco exacto uma vez que o valor do volume obtido é superior ao esperado. A MMC do IST é exacta mas pouco precisa pois apresenta um resultado bastante parecido com o valor de referência ($V = 99,980 \pm 0,002$ mL) mas com uma incerteza elevada.

6.3.2 Resultados do volume do picnómetro de aço

Tabela 6.14 – Resultados do diâmetro e respectivas incertezas

Instrumento de medição	Diâmetro \varnothing mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	45,026	0,244
Paquímetro digital	44,94	0,08
<i>Scanner 3D</i>	45,01	0,47

Tabela 6.15 – Resultados da altura e respectivas incertezas

Instrumento de medição	Altura mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	64,397	0,140
Paquímetro analógico	64,59	0,18
<i>Scanner 3D</i>	64,61	0,69

Tabela 6.16 – Resultados do diâmetro da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	44,247	0,621
Paquímetro digital	43,89	0,06
<i>Scanner 3D</i>	43,77	0,45

Tabela 6.17 – Resultados da altura da tampa

Instrumento de medição	Altura mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	2,893	0,440
Paquímetro digital	2,96	0,08
<i>Scanner 3D</i>	2,82	0,14

Tabela 6.18 – Resultados do diâmetro do furo da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	3,022	0,184
Paquímetro digital	2,93	0,08
Scanner 3D	3,24	0,17

Tabela 6.19 – Resultados da altura do furo da tampa

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida U mm
MMC do IST	2,512	0,441
Paquímetro digital	2,46	0,08
Scanner 3D	2,64	0,17

Tabela 6.20 – Resultados do volume do picnómetro de aço

Instrumento de medição	Volume mL	Incerteza expandida U mL
MMC do IST	99,589	0,66
Paquímetros	99,48	0,41
Scanner 3D	99,99	1,86

Ao efectuar-se uma análise dos resultados dos dois picnómetros observa-se que as incertezas apresentadas para cada um deles diferem bastante. Isto ocorre uma vez que as medições dos picnómetros foram efectuadas em dias diferentes e estes são constituídos de materiais diferentes que influenciam a incerteza. Como a repetibilidade dos resultados das medições contabilizam-se no balanço das incertezas, e estas tem forte influência no resultado final das incertezas, causaram as variações apresentadas uma vez que não se conseguiu obter valores baixos para estas componentes da incerteza. Sendo a repetibilidade do operador a maior responsável pela diferença observada nos resultados finais.

6.3.3 Resultado do volume da proveta de 25 mL

Na tabela 6.21 e 6.22 apresenta-se os resultados das dimensões da proveta. Devido à sua forma, as dimensões indicadas na tabela 6.21 foram obtidas com a MMC do IST e com o *scanner* 3D da FCT/UNL-DEMI

Tabela 6.21 – Resultados da altura da proveta

Instrumento de medição	Altura mm	Incerteza expandida
		U mm
MMC do IST	138,342	0,13
<i>Scanner</i> 3D	138,286	1,44

Tabela 6.22 – Resultados do diâmetro da proveta

Instrumento de medição	Diâmetro d mm	Incerteza expandida
		U mm
MMC do IST	15,345	0,32
<i>Scanner</i> 3D	15,118	1,46

Tabela 6.23 – Resultado do volume da proveta

Instrumento de medição	Volume mL	Incerteza expandida
		U mL
MMC do IST	25,615	1,05
<i>Scanner</i> 3D	24,82	4,80

Como se pode verificar pela observação da tabela 6.23, o valor da incerteza apresentado para o volume calculado a partir dos resultados obtidos com a MMC é mais baixo. Esta diferença ocorre uma vez que as condições ambientais onde as medições ocorreram foram distintas aquando das medições da proveta com a MMC e com o *Scanner*, mas também porque com o *scanner* não se conseguiu obter valores de repetibilidade e reprodutibilidade mais baixos e como estes têm uma grande influência no balanço das incertezas fez com que estas fossem mais elevadas que o expectável.

6.3.4 Resultado do volume do balão volumétrico de 50 mL

Como referido no ponto 4.3.6 o balão volumétrico só foi medido com o Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI e o seu volume foi calculado com recurso ao *software SOLIDWORKS*. Na tabela 6.24 apresenta-se o resultado obtido e a respectiva incerteza expandida.

Tabela 6.24 – Resultado do volume do balão volumétrico

Instrumento de medição	Volume mL	Incerteza expandida
		U mL
Scanner 3D	50,49	0,72

6.4 Comparação dos resultados obtidos entre o método geométrico e o método gravimétrico

Na tabela 6.25 apresenta-se os resultados obtidos com ambos os métodos para cada um dos instrumentos volumétricos sendo os resultados do método geométrico obtidos com recurso à MMC, e apresenta-se o cálculo do erro normalizado para se efectuar a análise de compatibilidade dos resultados.

Tabela 6.25 – Erro Normalizado para os valores obtidos com a MMC do IST

Instrumento de medição	Valores de referência		Resultados MMC do IST		Erro normalizado
	Volume mL	Incerteza expandida U mL	Volume mL	Incerteza expandida U mL	
Picnómetro de alumínio	99,980	0,002	99,877	0,43	0,4
Picnómetro de aço	100,200	0,005	99,59	1,3	0,5
Proveta	25,042	0,015	25,62	1,1	0,5

Da análise dos resultados conclui-se que através do método geométrico se obtiveram valores de incerteza mais elevados do que com o método gravimétrico (valores de referência). Contudo, o erro normalizado indica-nos que os resultados são compatíveis.

Compatibilidade é a propriedade de um conjunto de resultados de medição para uma mensuranda especificada, em que o valor absoluto da diferença em qualquer par de valores medidos é menor que um qualquer múltiplo escolhido da incerteza-padrão dessa diferença [1].

Na tabela 6.26 apresenta-se os resultados obtidos para o volume e o respectivo erro normalizado com recurso aos paquímetros.

Tabela 6.26 – Erro Normalizado para os valores obtidos com os paquímetros

Instrumento de medição	Valores de referência		Resultados do Paquímetro		Erro normalizado
	Volume mL	Incerteza expandida U mL	Volume mL	Incerteza expandida U mL	
Picnómetro de alumínio	99,980	0,002	100,04	0,33	0,39
Picnómetro de aço	100,200	0,005	99,48	0,47	1,51

Neste caso verifica-se que, para o picnómetro de aço o erro normalizado é superior a 1, mostrando, que os resultados não são compatíveis.

Isto dever-se ao facto do volume calculado pelo método geométrico ser bastante inferior ao apresentado pelo método gravimétrico, uma vez que a diferença entre estes aumenta faz com que o valor do erro normalizado também aumente e deixe de cumprir o critério para considerar os resultados compatíveis.

Na tabela 6.27 apresentam-se os resultados obtidos para o volume e a incerteza expandida através do método geométrico do *Scanner 3D*, apresentando-se também o erro normalizado para cada um dos casos em estudo.

Tabela 6.27 – Erro Normalizado para os valores obtidos com o Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI

Instrumento de medição	Valores de referência		Resultados do <i>Scanner</i>		Erro normalizado
	Volume mL	Incerteza expandida U mL	Volume mL	Incerteza expandida U mL	
Picnómetro de alumínio	99,980	0,002	100,09	3,30	0,03
Picnómetro de aço	100,200	0,005	99,99	2,53	0,08
Proveta	25,042	0,015	24,82	4,80	0,05
Balão volumétrico	49.891	0.002	50.49	0,72	0,83

Da análise dos resultados conclui-se os valores calculados do erro normalizado são inferiores a 1, podendo afirmar-se que os resultados obtidos pelos dois métodos gravimétrico e geométrico são compatíveis apesar dos valores obtidos pelo *scanner* possuírem uma incerteza muito superior devido a problema de repetibilidade das medições.

7 Conclusões

Este trabalho, teve como principal objectivo a comparação de dois métodos, gravimétrico e geométrico utilizados para determinação do volume de diversos instrumentos volumétricos e outros artefactos ou padrões.

A calibração por gravimetria foi efectuada a instrumentos volumétricos do tipo “in” e do tipo “ex”, verificando-se que alguns destes apresentam maior dificuldade de calibração, uma vez que foi necessário efectuar 3 ensaios em dias diferentes para se conseguirem obter resultados consistentes, como foi o caso da pipeta graduada e do dispensador.

Alguns destes instrumentos foram também calibrados por geometria utilizando diferentes instrumentos de medição para se conseguir definir o seu volume. Este processo foi mais simples ou mais complexo dependendo do tipo de geometria do instrumento volumétrico ou do tipo de instrumento de medição utilizado para efectuar as medições.

O cálculo de incerteza para cada método foi determinado e apresentado em detalhe ao longo do trabalho. Pode verificar-se que o método gravimétrico apresenta valores de incerteza mais baixos do que os obtidos através do método geométrico. Isto ocorre uma vez que a fonte de incerteza repetibilidade e reprodutibilidade têm uma grande influência no balanço de incerteza, e os valores obtidos para estas fontes de incerteza, no caso do método geométrico, são elevados fazendo com que as incertezas apresentadas sejam mais elevadas do que era expectável.

Foi também possível elaborar um procedimento para a calibração de instrumentos volumétricos através do método geométrico. Para efectuar esse procedimento de calibração fez-se a calibração de alguns padrões de referência, pois estes têm formas geométricas simples e facilitaram a análise inicial necessária para proceder a sua calibração através da sua geometria.

Através da análise estatística efectuada verificou-se que os métodos eram compatíveis sendo que as incertezas calculadas, associadas ao método gravimétrico são 200 vezes inferiores do que as calculadas através do método geométrico (considerando os valores mais elevados das incertezas obtidas nos ensaios de calibração de instrumento volumétricos para ambos os métodos).

Tendo em conta os resultados obtidos neste trabalho, recomenda-se a utilização do método gravimétrico para se efectuar a calibração de instrumentos volumétricos. Contudo na impossibilidade de aplicar o método gravimétrico pode recorrer-se ao método geométrico MMC e *scanner*, mesmo sabendo que os valores da incerteza serão mais elevados.

Este trabalho foi realizado para estudar um novo método que poderá continuar a ser estudado mas com recurso a instrumentos de medição de resolução inferior à dos que foram utilizados.

O *scanner* pode ser interessante noutro tipo de trabalhos, reconstrução de peças ou mesmo a criação de moldes entre outros que não necessitem de uma precisão e exactidão tão elevada como este estudo.

Bibliografia

- [1] *Vocabulário Internacional de Metrologia – Termos Fundamentais e gerais*, 3ª Ed. IPQ, Novembro 2008, ISBN 972-95341-9-5
- [2] Almeida, Nelson João Lopes, “*Desenvolvimento de métodos de calibração de pequenos e grandes volumes aplicados a ensaios “in situ”*”, Lisboa, Novembro de 2007
- [3] Diário da República; I Série – A, n.º 134; 8 de Junho de 2007
- [4] <http://www.ipq.pt/museu/museu.htm>
- [5] Rodrigues, Isabel Catarina, “*O Papel da DRCIE na Qualidade da RAM*”, Setembro de 2010
- [6] Instituto Português da Qualidade, “*Metrologia em Síntese*”, 1ª Ed, Outubro 2001, ISBN 972-763-041-3
- [7] Gama, Telmo Pedro Santos, Tese “*Desenvolvimento de Técnicas de Controlo Dimensional e Geométrico para Componentes Industriais*”, Instituto Superior Técnico, Outubro de 2009
- [8] Ferreira, J. C., Alves, N. F. Bartolo, P.S., “*Desenvolvimento de um método para integrar a engenharia inversa computacional aplicada e no fabrico de protótipos médicos*”, 2004
- [9] Ferreira, Fernando, “*Medição por contacto versus medição óptica em máquinas de Medir Coordenadas (3D)*”
- [10] Minolta, “*NON-CONTACT 3D DIGITIZER VIVID 910/VI-910*”, Minolta Co., Ltd., 2001
- [11] Alves, Nuno Manuel Fernandes, “*Engenharia Inversa Enquadramento em CAD/CAM/CAE e RP/RT*”, Departamento de Engenharia Mecânica ESTG, 16 de Dezembro de 2003
- [12] Instituto Português da Qualidade, *Guia para a expressão da incerteza de Medição nos Laboratórios de Calibração*, 2ª Ed., Dezembro 2005, ISBN 972-95341-9-5
- [13] ISO/IEC, “*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements*”, First edition, 2008
- [14] Ramalho, Sónia Cristina do Nascimento, Tese de Mestrado “*Desenvolvimento do Sistema Primário para Medição da Densidade de Líquidos*”, FCT-UNL, Dezembro 2007
- [15] ISO/IEC 17043, *Conformity assessment – General requirements for proficiency testing*, 1ª Ed., Geneva, 2010
- [16] EAL-P7 – EAL interlaboratory comparisons, 1996
- [17] Biasoll, Vinicius, *Aplicação de estatística robusta em ensaios de proficiência*, Setembro de 2007
- [18] M.G. Cox, “*The evaluation of key comparison data*”, *Metrologia* 39, 2002, 589-595
- [19] ISO 4787, *Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use*, 2ª Ed, 2010
- [20] Batista, Elsa, “*Calibração de Material Volumétrico por Gravimetria*”, IPQ, 2008
- [21] Batista, Elsa, “*Calibração de Recipientes graduados por Gravimetria*”, IPQ, 2008
- [22] Batista, Elsa, “*Influência da Leitura do Menisco na Calibração de equipamento Volumétrico*”

- [23] ISO 4787, *Laboratory glassware -- Volumetric instruments -- Methods for testing of capacity and for use*, 2ª Ed, 2010
- [24] ISO 3696, *Water for analytical laboratory use -- Specification and test methods*, 1ª ED, 1987
- [25] Tanaka, M., Girard, G., Davis R., Peuto, A., Bignell N. (2001), “*Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports*”, *Metrologia*, Vol. 38, pp. 301-309;
- [26] Euramet, “*Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration*”, Setembro 2009
- [27] Batista, Elsa, “*Cálculo das Incertezas no Método Gravimétrico*”, IPQ, 2008
- [28] ISO 1, *Geometrical Product Specifications (GPS) -- Standard reference temperature for geometrical product specification and verification*, 2ª Ed, 2008
- [29] Arenhart, Francisco Augusto, “*Desempenho Metrológico de Máquinas de Medição por Coordenadas no Âmbito Industrial Brasileiro*”, Florianópolis, Maio 2007
- [30] ISO/TS 14253-2, “*Geometrical Product Specifications (GPS) – Inspection by measurement of – Workpieces and measuring equipment –Part 2:Guide to the estimation of uncertainty in GPS measurement, in calibration of measuring equipment and in product verification*”, 1ª Ed, 1999
- [31] Doiron, Ted, Stoup, John, *Uncertainty and Dimensional Calibrations*, Agosto de 1997
- [32] ISO 3650, “*Geometrical Product Specifications (GPS) –Length standards – Gauge blocs*”, 2ª Ed, 1998
- [33] Castro, María Fernanda Osorio Castro, “*Reconstrucción Tridimensional de Piezas com Condiciones Ópticas Complejas*”, Tesis de Maestria, 2009
- [34] ISO 3650, “*Geometrical Product Specifications (GPS) –Length standards – Gauge Blocks*”, 2ª Ed, 1998
- [35] NF E 11-011, “*Instruments de mesurage de longueur – Bagues lisses étalons*”, Dezembro 1992

ANEXOS

Anexo A – Procedimento de medição da MMC do IPQ

0 Designação

Conjunto de passos necessários para efectuar medições com a MMC tipo Leitz PMM 866

1 Objectivo e Âmbito

Estabelecer o conjunto de operações para proceder a medição de objectos com a MMC

2 Definições

MMC – Máquina de Medir Coordenadas

Quindos – *Software* de controlo da MMC

3 Referências

Instrução Técnica – MMC

Outros procedimentos

Utilização de sistemas de Medição (Apalpadores da MMC);

Medição de elementos com a MMC;

Sistema de Coordenadas;

“Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração”, IPQ, 2ª Edição, Dezembro 2005.

NF E 11-011 Instruments de mesurage de longueur – Bagues lisses étalons

4 Descrição

4.1 Equipamento necessário

Máquina de Medir Coordenadas (MMC);

Esfera de Calibração;

Anel Liso

4.2 Sequência se operações

Para efectuar medições com a MMC deste tipo tem de definir um apalpador de referência e tem de escolher o tipo e configuração do apalpador que vai ser usado para efectuar as medições. Definidos os apalpadores a serem utilizados pode começar-se a efectuar as operações de medição.

1. Para inicializar a medição deve definir-se os eixos da MMC com a instrução “AUTZER”.
2. Definir o sistema de coordenadas da MMC com a instrução “USEMGCSY”

Cumpridos estes dois passos passa-se à calibração do apalpador de referência. Para efectuar esse passo deve fixar-se na mesa da MMC a esfera de calibração.

3. Calibração do apalpador de referência

O apalpador de referência deve ser, um apalpador vertical, curto e com uma esfera de diâmetro médio. Normalmente este situa-se na posição zero do suporte dos apalpadores. Feita a selecção para o apalpador de referência, deve-se seguir as seguintes operações para a sua calibração:

- Inserir a instrução REFPRB_P no Quindos.

- Para esta instrução existem os seguintes campos para preencher:

x Offset – Introduzir o valor zero, pois trata-se de um apalpador vertical.

y Offset – Introduzir o valor zero, pois trata-se de um apalpador vertical.

z Offset – Introduzir o valor da altura do apalpador, este deve ser negativo.

A-Angle, B-Angle – Deve-se deixar em branco.

Probe Pin Name – Introduzir o nome a dar ao apalpador (costuma-se usar PRB(1)).

Probe Pin Diameter – Introduzir o valor do diâmetro da esfera do apalpador em mm.

Deflection type – colocar valores entre 0 e 3. Este valor depende da configuração do apalpador, no caso de ser instável deve escolher-se o valor 3 (ex. apalpador horizontal), em outras situações usa-se o valor 2.

Delete Probing Points? – Escolher a opção “Y”, com esta opção o programa apaga os dados de calibrações anteriores do apalpador de referência.

Probe Pin Magazine No – introduzir o valor da escala onde se encontra o apalpador escolhido para ser o de referência.

- Executar a instrução após ter preenchido todos os campos.

- Com os joysticks da MMC, deslocar o apalpador para o topo da esfera sem lhe tocar e marcar um ponto CLP. Em seguida medir um ponto (PRB) no topo da esfera e novamente um CLP afastado da esfera. Deve-se medir mais três pontos em diferentes posições da esfera entre eles deve-se criar pontos CLP, para evitar que haja colisão aquando da MMC estiver a efectuar a calibração.

- Carregar na tecla END da consola para que a MMC inicie a calibração.

NOTA: Se se pretender usar esta instrução inserida num programa, após a conclusão das instruções acima descritas deve-se alterar a escolha de “Y” para “N” no campo “Delete Probing Points?”.

4. Calibração do apalpador a usar na medição

- Inserir a instrução CALSPH no Quindos.
- Para esta instrução existem os seguintes campos para preencher:
 - Probe Pin Name – Introduzir o nome a dar ao apalpador.
 - Reference Probe – Escolher a opção “N”, pois não se trata do apalpador de referência.
 - Probe Pin Diameter – Introduzir o valor do diâmetro da esfera do apalpador em mm.
 - Deflection type – Colocar valores entre 0 e 3. Este valor depende da configuração do apalpador, no caso de ser instável deve escolher-se o valor 3 (ex. apalpador horizontal), em outras situações usa-se o valor 2.
 - A-Angle, B-Angle, Use Direction? – Deve-se deixar em branco.
 - Probe Pin Magazine No – Introduzir o valor da escala onde se encontra o apalpador escolhido para efectuar a medição.
 - Delete Probing Points? – Escolher a opção “Y”, com esta opção o programa apaga os dados de calibrações anteriores do apalpador de referência.
- Executar a instrução após ter preenchido todos os campos.
- Com os joysticks da MMC, deslocar o apalpador para o topo da esfera sem lhe tocar e marcar um ponto CLP, em seguida medir um ponto (PRB) no topo da esfera e novamente um CLP afastado da esfera, deve-se medir mais três pontos em diferentes posições da esfera entre eles deve-se criar pontos CLP, para evitar que haja colisão quando a MMC estiver a efectuar a calibração.
- Carregar na tecla END da consola para que a MMC inicie a calibração.

NOTA: Se pretender usar esta instrução inserida num programa, após a conclusão das instruções acima descritas devemos alterar a escolha de “Y” para “N” no campo “Delete Probing Points?”.

5. Proceder à medição do objecto pretendido

Para efectuar a medição de um objecto pode-se utilizar o sistema de coordenadas da MMC já gerado para a calibração dos apalpaadores, ou então podemos gerar um sistema de coordenadas. Para gerar um sistema de coordenadas usa-se a instrução “BLDCSY”.

Os elementos que se vão usar no comando BLDCSY já foram medidos e estão na LDB.

- Introduzir o comando BLDCSY no Quindos.
- Para esta instrução existem os seguintes campos para preencher:
 - New Coordinate System – Inserir o nome a dar ao sistema de coordenadas que vai ser gerado.

Coordinate System Type – Escolher o tipo de sistema de coordenadas que pretende gerar. Existem três tipos de sistemas:

CAR – Cartesiano

CYL – Cilíndrico

SPH - Esférico

Element for Spatial Alignment – Inserir o elemento que define a orientação de um eixo no espaço.

Axis for Spatial Alignment – Indicar qual o eixo “x”, “y”, “z”, que a instrução anterior define.

Element for Planar Alignment – Inserir o elemento que define a orientação do segundo eixo do sistema de coordenadas.

Axis for Planar Alignment – Indicar qual o eixo “x”, “y”, “z”, que a instrução anterior define.

Zero Point X, Y, Z – Indicar os elementos que definem a origem do sistema de coordenadas.

- Após executar este comando, o sistema de coordenadas gerado passa automaticamente a ser usado pela MMC.

6. Método de medição

Para efectuar a medição deve-se escolher a função pretendida no Quindos, consoante a forma do objecto a medir, como exemplo tem-se a “MECIR”.

Os passos a seguir para usar esta função são:

- Introduzir no Quindos a instrução MECIR.

- Para esta instrução existem os seguintes campos para preencher:

“Element Name” – Introduzir o nome do círculo que se pretende medir.

“Coordinate System” – Introduzir o sistema de coordenadas que se pretende utilizar para efectuar a medição.

“Delete probing?” – Escolher a opção “Y”, pois pretende-se medir um círculo novo.

“Projection Plane” – Deixar em branco

“Mode” – Deixar em branco pois pretende-se que haja uma medição e uma avaliação.

- Executar a instrução carregando no ícone com uma seta.

- Medir três pontos para definir o círculo

NOTA: Se pretender usar esta instrução inserida num programa, após a conclusão das instruções acima descritas deve-se alterar a escolha de “Y” para “N” no campo “Delete Probing?”.

4.2.1 Sequência de medição

Para se efectuar a medição dos pontos escolhidos pode criar-se ciclos de medições para cada ponto garantido assim uma repetibilidade dos resultados.

4.2.2 Posicionamento do objecto

O objecto a ser medido deve ser colocado sobre a mesa da MMC, garantindo que a zona a ser medida fica bastante acessível, o objecto deve ser fixo à mesa da MMC para que este não se movimente aquando da medição, caso exista algum documento de referência que indique como colocar o objecto a ser medido este deve ser seguido.

4.2.3 Incerteza de medição

A Incerteza de Medição deve ser estimada de acordo com o “Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração” (IPQ, 2ª Edição, Dezembro 2005).

Principais Fontes de Incerteza:

- A variação da temperatura entre o sistema de medição e a peça a medir;
- Incertezas do sistema de medição ou padrão de referência;
- Resolução do sistema de medição;
- Erros de geometria;
- Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
- Erros do operador;
- Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição;

Anexo B – Procedimento de medição da MMC do IST

0 Designação

Medição usando a MMC do IST.

1 Objectivo e Âmbito

Este procedimento tem como objectivo definir os passos necessários para se efectuar medições de objectos com a MMC do IST.

2 Definições

MMC – Máquina de Medir Coordenadas

IST – Instituto Superior Técnico

3 Referências

Manual de instruções

4 Descrição

4.1 Sequência de operações

Para se iniciar as medições com esta MMC devemos cumprir os seguintes passos:

1. Colocar o objecto a medir sobre a área de medição



Figura 4.1- Posição do objecto sobre a area de Medição

2. Escolher a lente com a ampliação desejada para que se torne mais fácil efectuar a medição
3. Na consola da MMC deve-se escolher a função pretendida para efectuar a medição pretendida (distância entre dois pontos, raio, entre outras)



Figura 4.2- Consola da MMC

- Para proceder à medição e escolher os pontos a serem medidos, deve movimentar-se a câmara usando os elementos que permitem movimentar segundo o eixo dos XX e dos YY(indicados na figura 4.3).

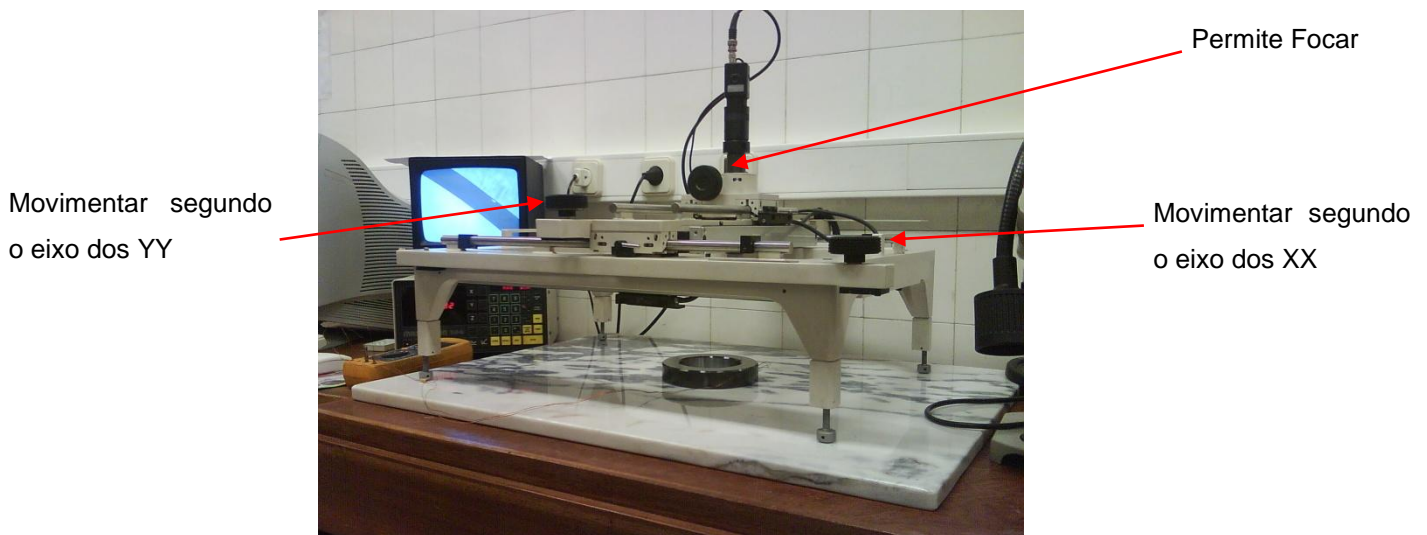


Figura 4.3- Sistema de Movimentação dos eixos

- Deve colocar-se a mira presente no ecrã em cima do ponto pretendido figura 4.4



Figura 4.4- Mira

6. Medidos os pontos necessários obtém-se o valor para a medição pretendida figura 4.5. No exemplo da figura 4.5 mostram-se os valores medidos do raio e diâmetro de um furo.



Figura 4.5 Exemplo de medição

4.2 Método de medição

O método de medição varia dependendo do operador e do objecto que vai ser medido, embora se deva ter em conta as recomendações das normas que referem como se deve efectuar a medição de alguns objectos, sendo que em alguns casos não é passível seguir essas recomendações, uma vez que a MMC na tem capacidade de medir segundo a cota ZZ.

4.3 Incerteza de medição

Para efectuar o cálculo da incerteza de medição deve seguir-se o “Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração”.

As principais fontes de incerteza a considerar são:

- Incertezas do sistema de medição ou padrão de referência;
- Resolução do sistema de medição;
- Erros de geometria;
- Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
- Erros do operador;
- Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição;

Anexo C – Procedimento de medição do Scanner 3D da FCT/UNL- DEMI

0 Designação

Medição usando o Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI

1 Objectivo e Âmbito

Este procedimento tem como objectivo definir os passos necessários para se efectuar medições de objectos com o Scanner 3D DA FCT/UNL-DEMI

2 Definições

PET – Polygon Editing Tool

FCT/UNL-DEMI – Faculdade de Ciências e Tecnologia/Universidade Nova de Lisboa – Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial

3 Referências

NON-CONTACT 3D DIGITIZER VIVID 910/VI-910 Instruction Manual

4 Descrição

4.1 Equipamento necessário

Scanner 3D Konica Minolta VI- 910
Computador

4.2 Sequência de operações

4.2.1 Efectuar o scan dos objectos e obter a nuvem de pontos

Para se iniciar a digitalização do objecto que se pretende medir deve-se escolher a lente a utilizar no *scanner* uma vez que existem três lentes disponíveis (WIDE, MIDDLE e TELE). A escolha da lente depende do tamanho do objecto a ser medido uma vez que as lentes têm diferentes alcances.

O *scan* pode ser feito com recurso única e exclusivamente do scanner VI-910 ficando os ficheiros guardados num cartão de memória que posteriormente podem ser transferidos para um computador, ou então o *scan* pode ser feito a partir do software Polygon Editing Tool (PET). Neste procedimento são indicados os passos para efectuar *scans* com o computador.

Colocado o objecto em posição para ser alvo do *scan*:

1. No software PET selecciona-se a função “Scan” figura 4.1

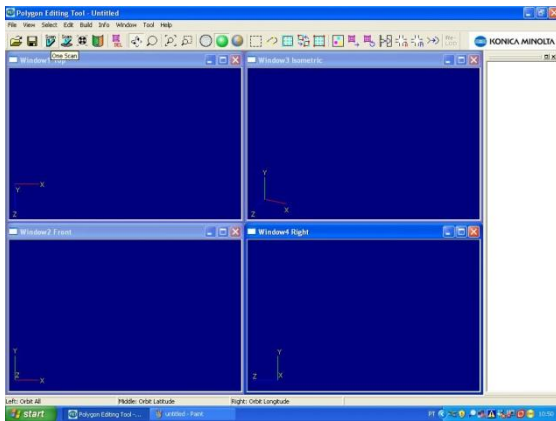


Figura 4.1: Função “Scan”

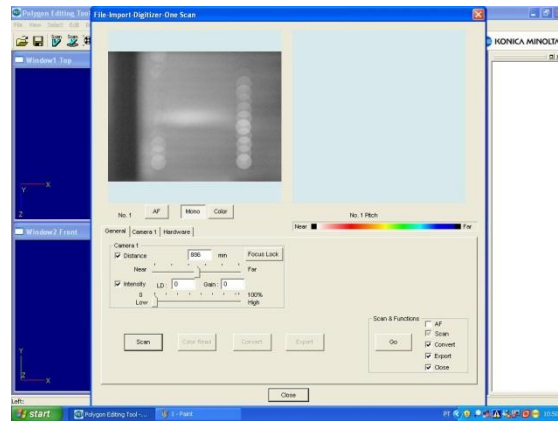


Figura 4.2: Opções do Scanner

- Quando estamos na janela com as opções do scanner deve-se efectuar a função “Focus Lock” para o scanner focar o objecto e definir a distância a que o objecto se encontra do scanner.

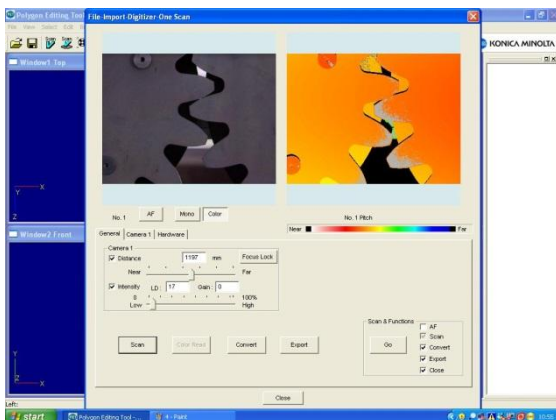


Figura 4.3: Scan já efectuado

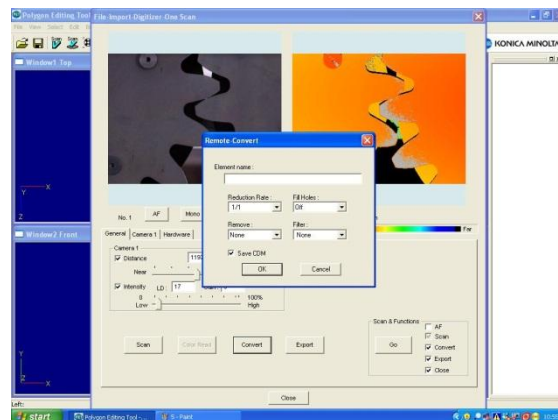


Figura 4.4: Função Convert

- Efectuado o scan deve-se guardar o ficheiro obtido executando a função “Convert” figura 4.4, após esta operação obtêm-se a nuvem de pontos Figura 4.5

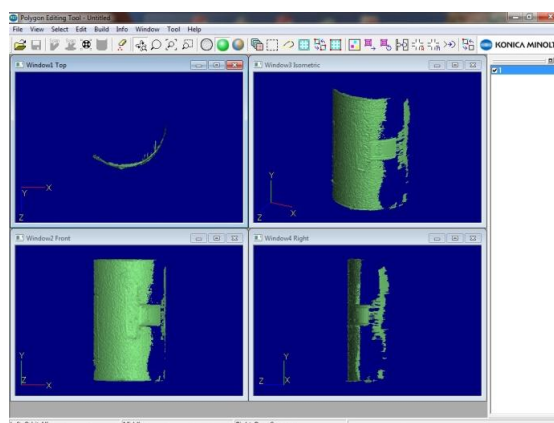


Figura 4.5: Nuvem de Pontos

- Como se apresenta na figura efectuado o scan fica-se com uma imagem da zona digitalizada. Caso se verifique a existência de pontos que não fazem parte do objecto a digitalizar estes podem ser eliminados. Para proceder à eliminação dos pontos estes têm de ser seleccionados com a função “select by rectangle” ou “select by bezier” figuras 4.6 e 4.7

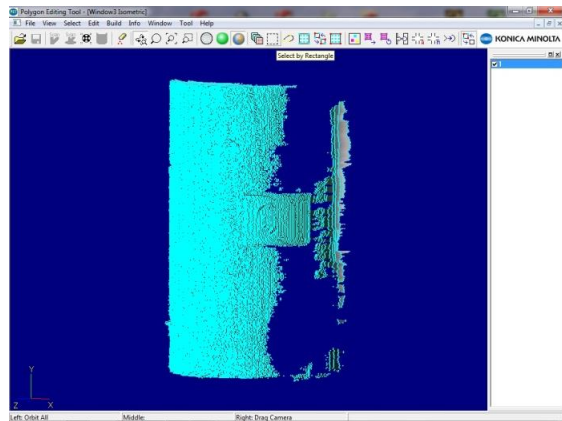


Figura 4.6: Função “select by rectangle”

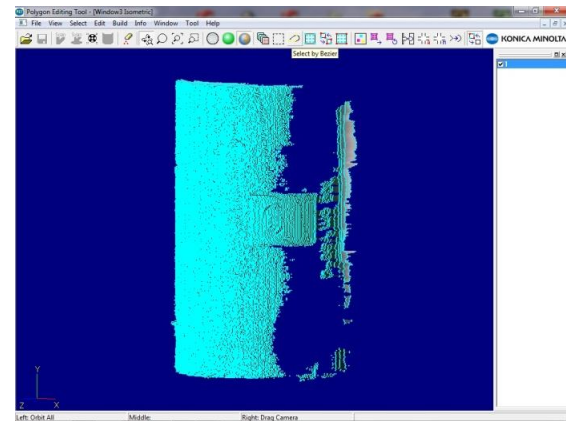


Figura 4.7: Função “select by bezier”

5. Efectuada a selecção dos pontos com a função “Delete Points” efectua-se a sua eliminação.

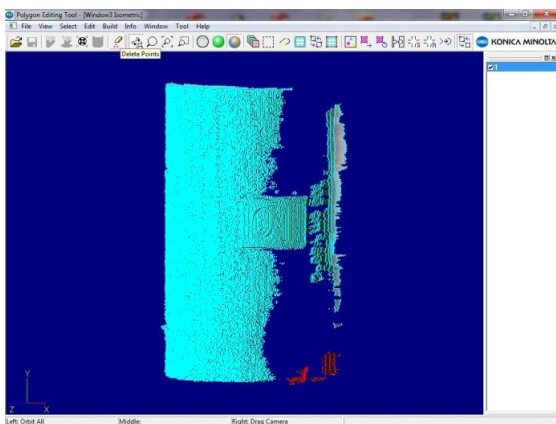


Figura 4.8: Função “Delet Points”

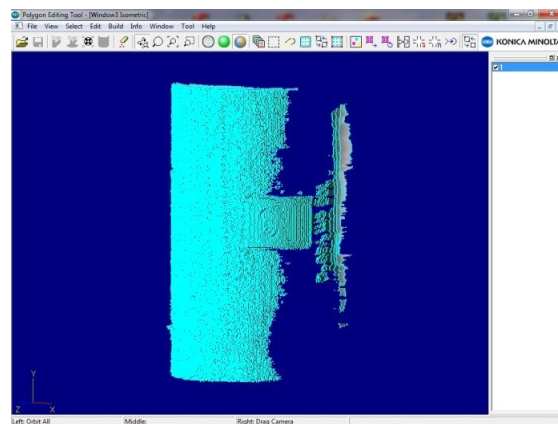


Figura 4.9: Pontos eliminados

6. Após se efectuar a análise dos pontos obtidos deve-se rodar o objecto para se conseguir obter outra zona, deve-se garantir que a nova digitalização tem zonas em comum com a anterior digitalização, de modo a se poder efectuar a junção destes. Para se obter um nova digitalização deve-se efectuar os passos já referidos.

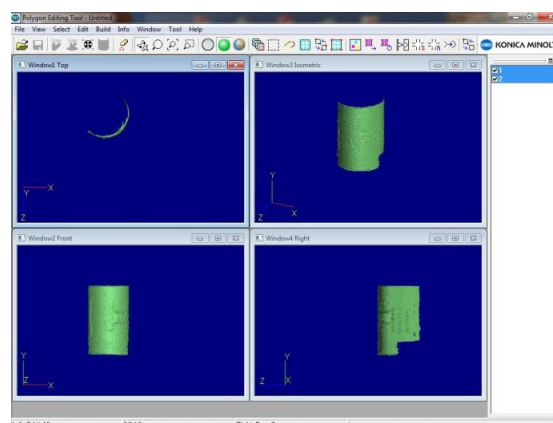


Figura 4.10: selecção dos dois scans obtidos na barra lateral direita

7. Obtidas duas zonas do objecto procede-se à sua junção. Para se efectuar a junção das duas partes do objecto recorre-se à função “Registrion” figura 4.11, e em seguida indica-se qual das partes vai ser a referência figura 4.12. Efectuado este passo surge no ecrã as duas partes a serem unidas (figura 4.13). Com a função “Orbit” figura 4.14 pode-se posicionar a imagem de forma a ter os pontos comuns bem visíveis. Se necessário pode-se efectuar a ampliação com a função “Area Zoom” (figura 4.15).

Neste caso como não se tem pontos de referência no objecto estes foram criados com a aplicação de pó de talco sob a superfície do objecto para que se pudesse ligar os vários scans e obter a nuvem de pontos que define o objecto.

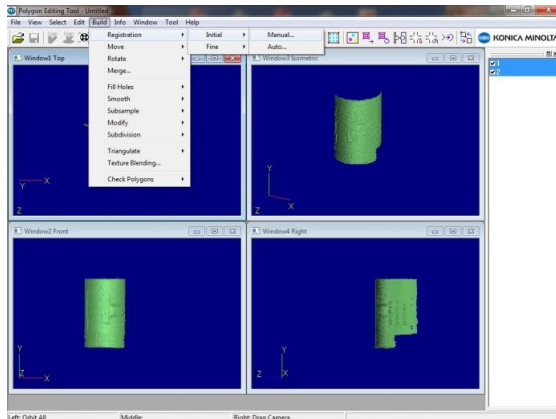


Figura 4.11- Função Registrion

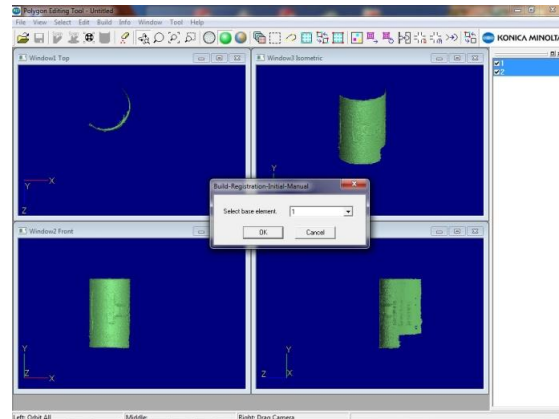


Figura 4.12- Escolha da Figura de referência

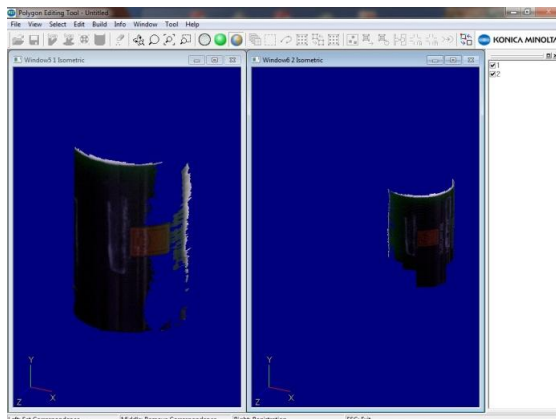


Figura 4.13- Ecrã onde se pode seleccionar os pontos para unir as duas partes

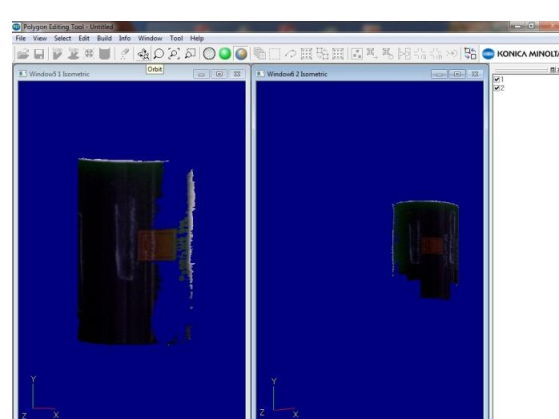


Figura 4.14- Função Orbit

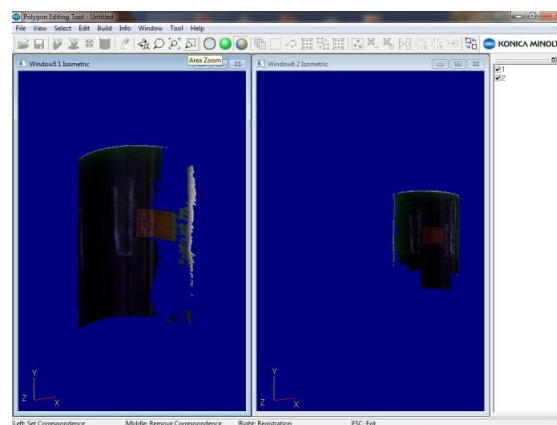


Figura 4.15- Função Area Zoom

8. Nesta área deve-se identificar os pontos comuns às duas imagens e seleccionar esses pontos figura 4.16. Seleccionados os pontos, pressionar o botão direito do rato para efectuar a junção dos pontos seleccionados figura 4.17. Caso se concorde com a operação escolhe-se "OK" e é-nos indicado o erro (figura 4.18). Escolher novamente "OK" finalizar esta etapa.

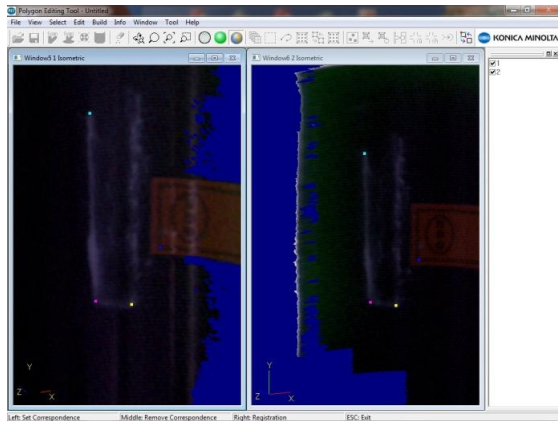


Figura 4.16- Selecção de Pontos comuns

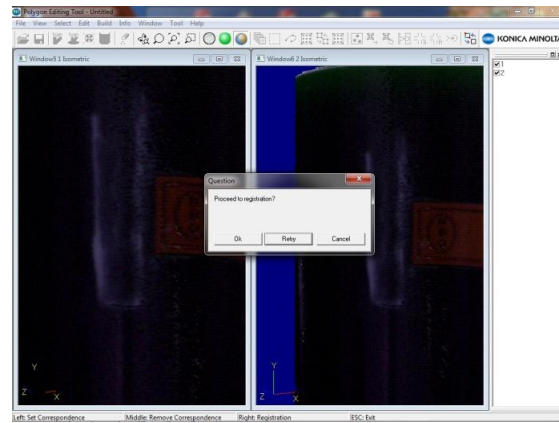


Figura 4.17- Aceitar a junção das nuvens de pontos

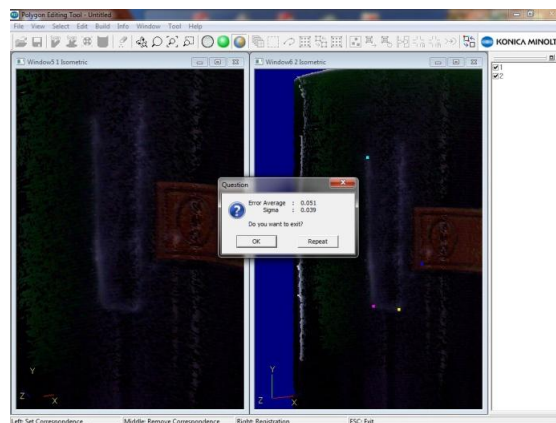


Figura 4.18- Indicação do erro

9. Neste passo vai ser apresentada a função “Merge” (figura 4.19). Surge no ecrã a opção de efectuar um ajuste (figura 4.20). Geralmente não se altera os valores dos parâmetros dados por defeito e escolhe-se “OK”. Surge um caixa onde se especifica o nome pretendido para a nova imagem (figura 4.21). Efectuados estes passos, o objecto criado surge na barra lateral esquerda (figura 4.22), que deve ser usado como referência aquando se proceder à junção de outra parte.

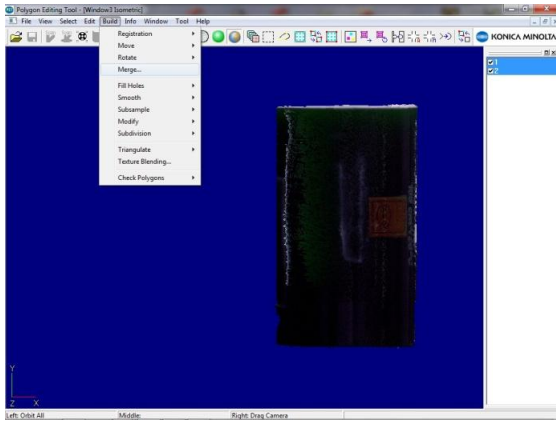


Figura 4.19- Função Merge

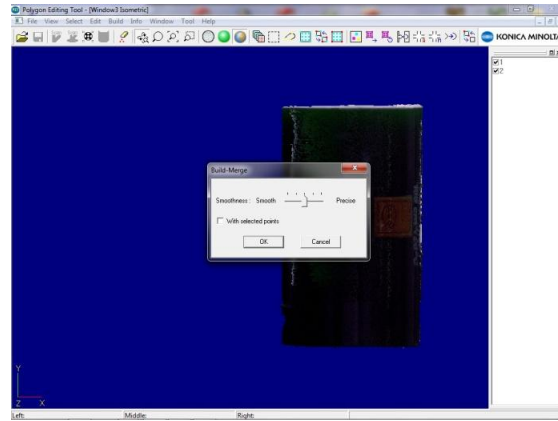


Figura 4.20- Ajuste da função Merge

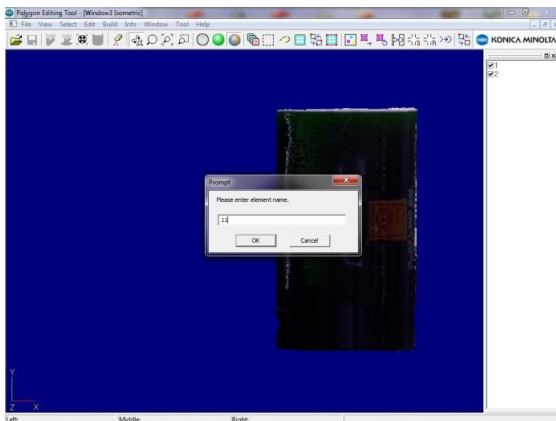


Figura 4.21- Janela para dar o nome do ficheiro a guardar

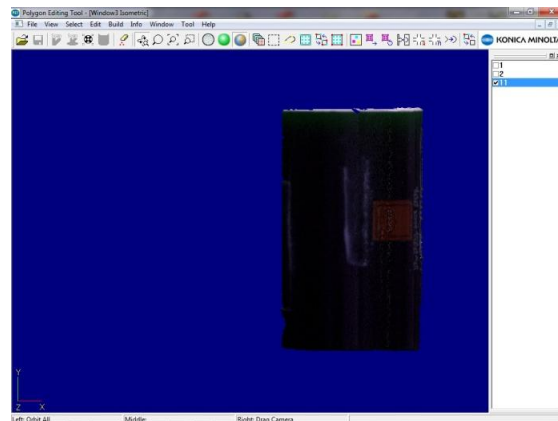


Figura 4.22- Indicação do objecto criado na barra lateral direita

10. Devem-se efectuar os passos referidos até se ter o objecto bem definido (figura 4.23). Para finalizar exportam-se os ficheiros obtidos para as extensões “.stl” ou “.asc” pois estas são suportadas pelo software SolidWorks que vai ser usado para efectuar o tratamento da nuvem de pontos.

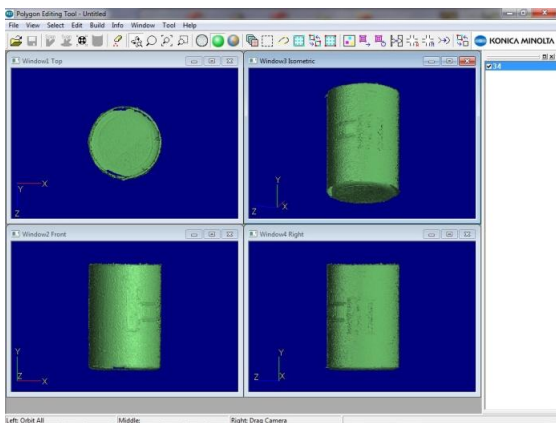


Figura 4.23- Nuvem de pontos final

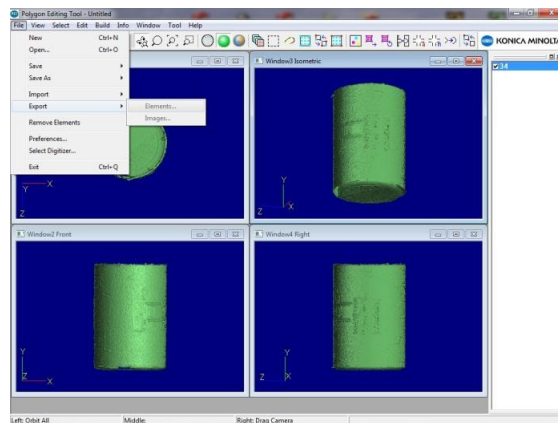


Figura 4.24- Função export

4.2.2 Tratamento da nuvem de pontos com o software SolidWorks

Para se efectuar o tratamento da nuvem de pontos, obtida com o software PET, no SolidWorks efectua-se os passos seguintes:

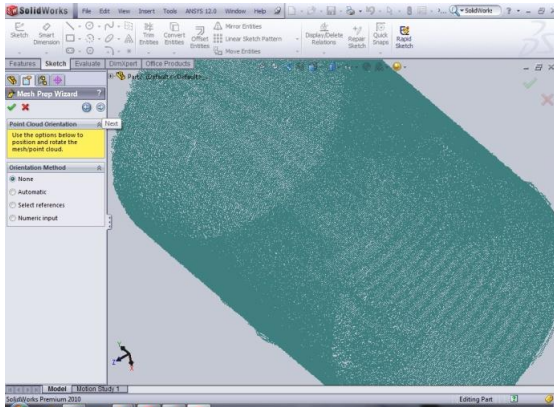


Figura 4.29- Escolha da opção NONE

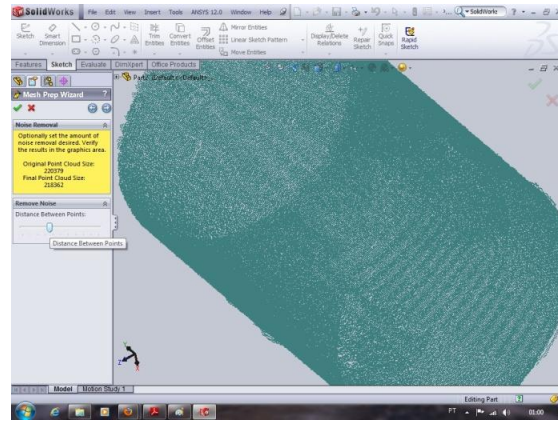


Figura 4.30- Redução do número de pontos da nuvem

4. Efectuado o passo anterior neste passo pode efectuar-se uma análise à nuvem de pontos e, se necessário, apagar alguns pontos que não sejam necessários para definir o objecto (figura 4.31).

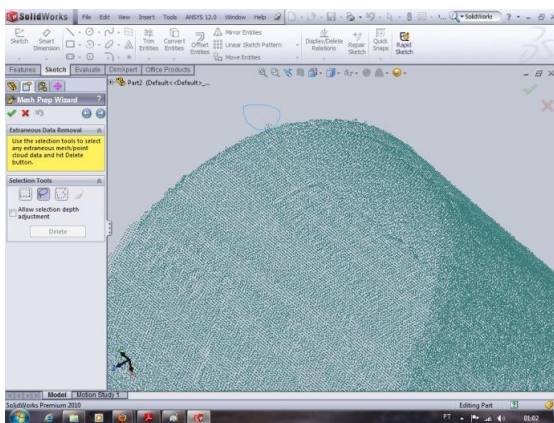


Figura 4.31- Seleção de pontos

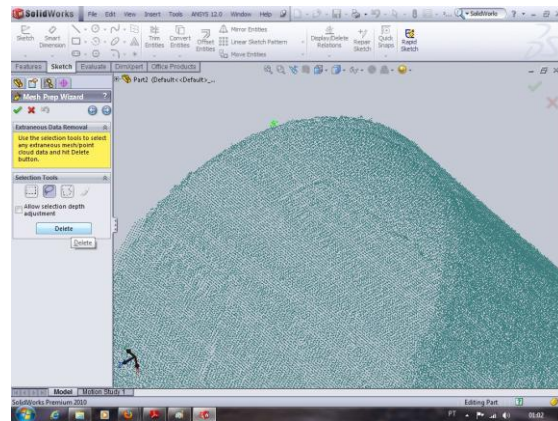


Figura 4.32- Eliminação de pontos seleccionados

5. Agora é possível reduzir o número de pontos da nuvem figura 4.33. Caso se decida pela redução de pontos deve seleccionar a opção “uniform” para que os pontos sejam apagados ao longo de toda a nuvem. Quando clicar “next” o programa constrói a malha.

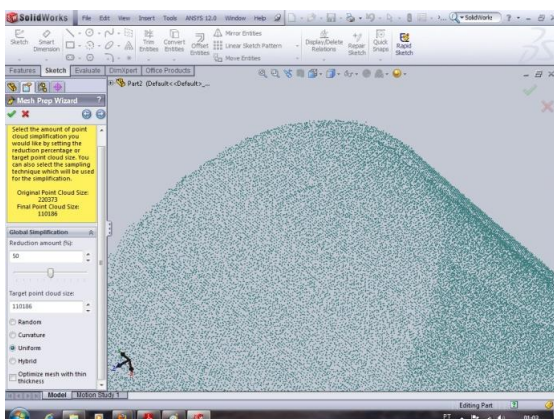


Figura 4.33- Opção de reduzir os pontos da nuvem

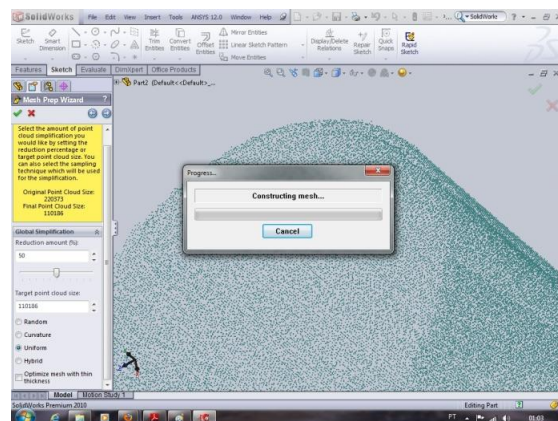


Figura 4.34- Construção da Malha

6. Obtida a malha é-nos permitido efectuar o alisamento da superfície e também dos limites (figuras 4.35 e 4.36).

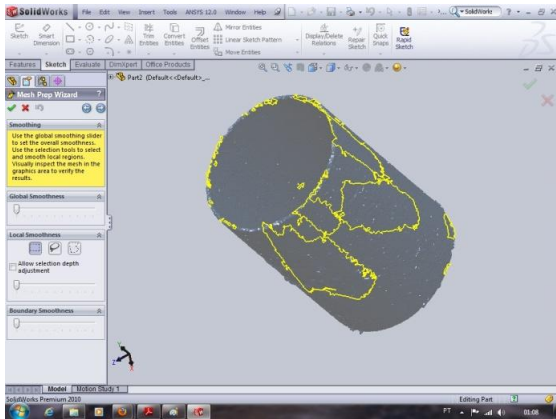


Figura 4.35- Redução da rugosidade da superfície

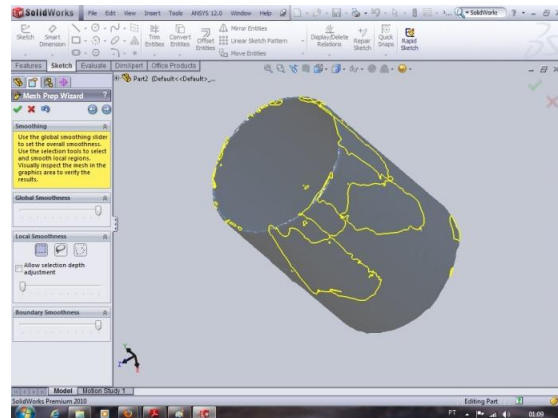


Figura 4.36- Redução dos defeitos dos limites

7. Agora o programa identifica os furos/defeitos presentes no modelo e permite seleccionar aqueles não se pretendem extinguir figura 4.37. Escolhendo “next” pode-se decidir ficar só com o “Mesh” ou então podemos criar o objecto em 3D.

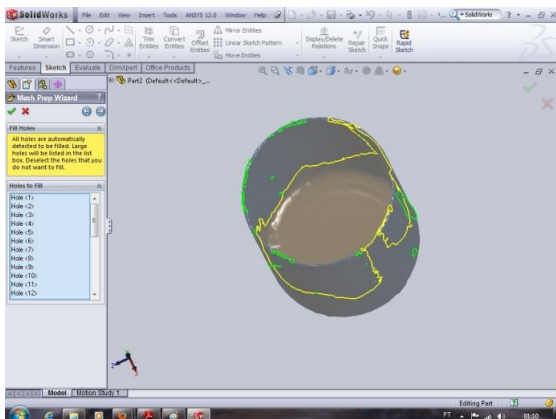


Figura 4.37- Defeitos na Superfície

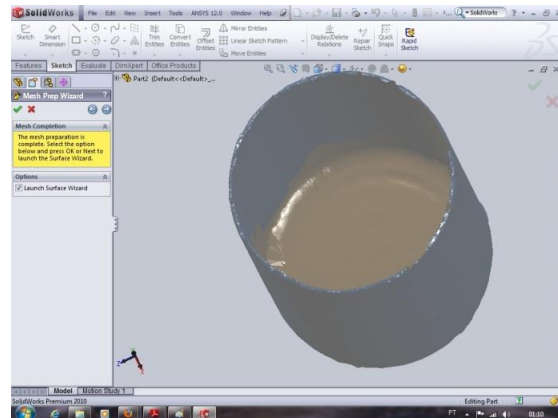


Figura 4.38- Concluir o processo ou iniciar a criação da malha

8. Para criar o objecto em 3D, o *software* cria uma malha. Esta pode ser criada de forma automática ou orientada. No caso escolheu-se a opção “Automaticcreation” (figura 4.39). Escolhendo “next”, aparece a opção de escolher o detalhe da superfície pretendido (geralmente deve manter-se na posição recomendada e deve clicar-se em “update preview” figura 4.40).

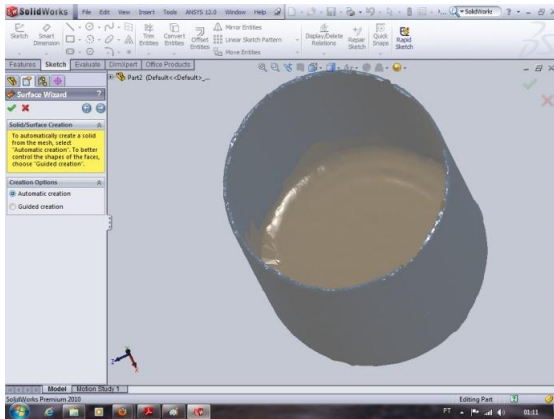


Figura 4.39- Escolha da função para criar a malha

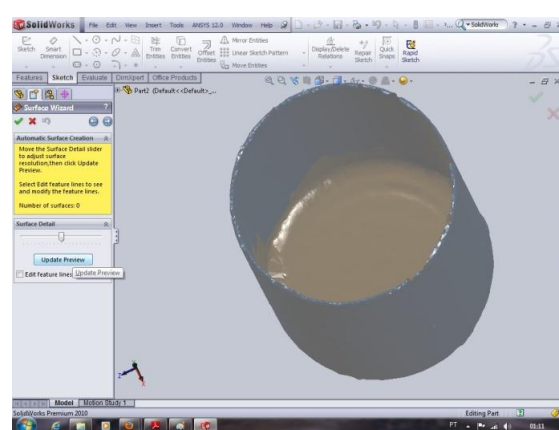


Figura 4.40- Função updatepreview

- Após clicar “update preview” obte-se a malha que o programa recomenda para o mesh. Geralmente esta malha apresenta algumas zonas a vermelho que indicam que naquela zona existe um erro figura 4.41. Pode tentar-se arranjar a malha ou então clicar em “next” e obter a malha final figura 4.42. Nas zonas onde se apresentavam os erros geralmente aparecem furos.

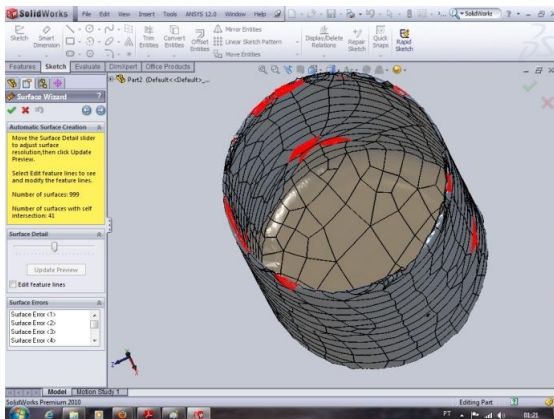


Figura 4.41- Malha com erros

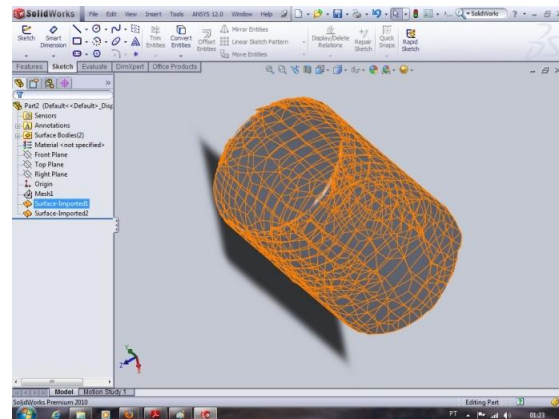


Figura 4.42- Malha Final

- Finalmente deve guardar-se o ficheiro, e tem-se o objecto em 3D que pode ser alvo de estudo.

4.3 Método de medição

Para efectuar a medição dos objectos 3D podem seguir-se várias metodologias. Dependendo de operador para operador as funções utilizadas para efectuar, as medições podem ser diferentes. Um exemplo de uma função que pode ser usada é “Measure”.

4.4 Incerteza de medição

Para efectuar o cálculo da incerteza de medição deve-se seguir o “Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração”.

As principais fontes de incerteza a considerar são:

- Incertezas do sistema de medição;
- Resolução do sistema de medição;
- Erros de geometria;
- Variação da temperatura ambiente ao longo dos ensaios;
- Erros do operador;
- Incerteza devido a repetibilidade e reprodutibilidade da medição;

**Anexo D – Balanço das Incertezas de Medição do Método Geométrico
Para cada instrumento de medição**

Balanco de incertezas para a MMC IPQ, os valores apresentados são referentes ao anel liso de $d_0= 40$ mm

Componente da incerteza $u(x_i)$	Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$
$u(I)$	Incerteza do certificado de calibração	0,3 μm	0,15	1	0,15
$u(Rep)$	Repetibilidade	μm	0,0005	1	0,0005
$u(Repr)$	Reprodutibilidade	μm	0,0020	1	0,0020
$u(\alpha)$	Coefficiente de expansão térmico	1,00E-06 $^{\circ}\text{C}^{-1}$	5,8E-07	7333,33	0,0042
$u(\Delta T_{anel})$	Temperatura no Anel liso	1,17 $^{\circ}\text{C}$	0,6773	0,46	0,3115
$u(\Delta T_{cmm})$	Temperatura na MMC	0,91 $^{\circ}\text{C}$	0,5273	0,46	0,2425
$u(\Delta T)$	Varição da temperatura ao longo da medição	0,18 $^{\circ}\text{C}$	0,1058	0,46	0,0487
$u(Res)$	Resolução	0,1 μm	0,0577	1	0,0577
$u(E)$	Erro de indicação da MMC	0,5+L/600 μm	0,3272	1	0,3272
	Software/Cálculos				
Incerteza combinada, u					0,5 μm
Incerteza expandida (k=2), U					1,1 μm

Balanco de incertezas para a MMC IST, os valores apresentados são referentes ao anel liso de $d_0= 40$ mm

Componente da incerteza $u(x_i)$	Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$
$u(I)$	Incerteza do certificado de calibração	0,0003 mm	0,0002	1	0,0002
$u(Rep)$	Repetibilidade	mm	0,204	1	0,2043
$u(Repr)$	Reprodutibilidade	mm	0,012	1	0,0116
$u(\alpha)$	Coefficiente de expansão térmico	1,00E-06 °C ⁻¹	5,8E-07	96,00	0,0001
$u(\Delta T)$	Influência da temperatura	2,40 °C	1,3856	4,60E-04	0,0006
$u(Res)$	Resolução	0,001 mm	0,0003	1	0,0003
$u(E)$	Manuseamento	0,05	0,029	1	0,0289
Incerteza combinada, u					0,21 mm
Incerteza expandida (k=2), U					0,41 mm

Balanco de incertezas para à SIP 3000, os valores apresentados são referentes ao anel liso de $d_0= 90.003$ mm

Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$
Anel liso de referência	0,3 μm	0,15	1	0,15
Interferómetro HP	0,43 μm	0,2150	1	0,215
Reprodutibilidade (Tipo A)	0,4625 μm	0,4625	1	0,463
Varição de temperatura do ar	0,155 $^{\circ}\text{C}$	8,9E-02	1,04	0,093
Dif indicação HP	13,2 μm	7,6E+00	1,00	7,621
Incerteza combinada, u				7,6 μm
Incerteza expandida (k=2), U				15,3 μm

Balanco de incertezas para paquímetro digital, os valores apresentados são referentes ao anel liso de $d_0= 90.003$ mm

Componente da incerteza $u(x_i)$	Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$
$u(I)$	Incerteza do paquímetro	0,02 mm	0,01	1	0,01
$u(Res)$	Resolução do paquímetro	0,01 mm	0,003	1	0,003
$u(\alpha)$	Coefficiente de expansão térmico	1,00E-06 $^{\circ}\text{C}^{-1}$	5,77E-07	3,60E+02	0,00020
$u(\Delta T)$	Influência da temperatura	4,00 $^{\circ}\text{C}$	2,31	1,04E-03	0,002
$u(Rep)$	Repetibilidade	mm	0,004	1	0,004
$u(M)$	Manuseamento	0,05 mm	0,03	1	0,03
Incerteza combinada, u					0,03 mm
Incerteza expandida (k=2), U					0,06 mm

Balço de incertezas para paquímetro analógico, os valores apresentados são referentes ao anel liso de $d_0= 90.003$ mm

Componente da incerteza $u(x_i)$	Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$	
$u(I)$	Incerteza do paquímetro	0,02 mm	0,01	1	0,01	
$u(Res)$	Resolução do paquímetro	0,02 mm	0,012	1	0,012	
$u(a)$	Coefficiente de expansão térmico	1,00E-06 °C ⁻¹	5,77E-07	4,83E-05	2,7886E-11	
$u(\Delta T)$	Influência da temperatura	4,20 °C	2,42	1,04E-03	0,003	
$u(Rep)$	Repetibilidade	mm	0,03	1	0,03	
$u(M)$	Manuseamento	0,05 mm	0,03	1	0,03	
Incerteza combinada, u					0,04	mm
Incerteza expandida (k=2), U					0,09	mm

Balço de incertezas para o Scanner 3D da FCT/UNL-DEMI, os valores apresentados são referentes diâmetros do picnómetro de alumínio

Componente da incerteza $u(x_i)$	Grandeza X_i	Estimativa	Incerteza-padrão $u(x_i)$	Coefficiente de sensibilidade c_i	Contribuição para a incerteza-padrão $u_i(y)$
$u(P)$	Precisão	0,008 mm	0,00	1	0,005
$u(Rep)$	Repetibilidade	mm	0,0640	1	0,0640
$u(Repr)$	Reprodutibilidade	mm	0,0253	1	0,0253
$u(\alpha)$	Coefficiente de expansão térmico	1,15E-06 °C ⁻¹	6,6E-07	22500,00	0,0149
$u(\Delta T)$	Varição da temperatura ao longo da medição	0,50 °C	0,2887	1,035	0,2988
$u(Res)$	Resolução	0,22 mm	0,1270	1	0,1270
Incerteza combinada, u					0,31 mm
Incerteza expandida (K=2), U					0,61 mm