



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA
Núcleo de Qualidade Metrológica

Proc. 1104/551/00878
Proc. 0702/073/12711

AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO NO LABORATÓRIO DE ENSAIO DE MATERIAIS PARA PAVIMENTAÇÃO (LNEC/PAVMAT)

**Ensaio de determinação da baridade máxima teórica
mediante procedimento volumétrico**

Estudo realizado por solicitação do Departamento
de Transportes do LNEC

Lisboa • Fevereiro de 2011

I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 55/2011 – NQM

**Avaliação de Incertezas de Medição no
Laboratório de Ensaio de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT):
Ensaio de Determinação da Baridade Máxima Teórica
mediante Procedimento Volumétrico**

Resumo

Este relatório descreve o processo de avaliação de incertezas de medição do ensaio de determinação da baridade máxima teórica de misturas betuminosas realizado pelo Laboratório de Ensaio de Materiais para a Pavimentação do Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT), para o qual é adoptado o procedimento de ensaio volumétrico previsto no respectivo enquadramento normativo. O presente documento contém uma descrição sumária do ensaio estudado apresentando, igualmente, o conjunto de relações funcionais aplicáveis e as tabelas de balanço de incertezas de medição obtidas com base na aplicação do método GUM.

**Evaluation of Measurement Uncertainties at the
Laboratório de Ensaio de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT):
Maximum Density Determination Test by Volumetric Procedure**

Abstract

This report describes the measurement uncertainty evaluation procedure related with the maximum density determination test for bituminous mixtures performed at the Laboratório de Ensaio de Materiais para a Pavimentação of the Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT), using the volumetric procedure prescribed in the reference standard. The present document contains a brief description of the studied test and presents the related functional relationships and measurement uncertainty budget tables obtained through the use of the GUM method.

**Évaluation des Incertudes de Mesure au
Laboratório de Ensaio de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT):
Essai de Détermination de la Masse Volumique Réelle par la Procédure Volumétrique**

Résumé

Ce rapport décrit la procédure d'évaluation des incertudes de mesure de l'essai de détermination de la masse volumique réelle des mélanges bitumineux réalisé au Laboratório de Ensaio de Materiais para a Pavimentação du Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT), utilisant la procédure volumétrique prévue dans la norme de référence. Le présent document contient une brève description de l'essai étudié, présent les relations fonctionnelles appliquées et les tableaux du bilan des incertitudes de mesure basé sur l'application de la méthode GUM.

Índice de matérias

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA BARIDADE MÁXIMA TEÓRICA	3
2.1 Descrição sumária do ensaio	3
2.2 Relações e diagrama funcionais	5
2.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição	7
2.3.1 Estágio inicial.....	7
2.3.2 Estágio intermédio	10
2.3.3 Estágio final	12
3. CONSIDERAÇÕES FINAIS	16
4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	18
ANEXO A – MÉTODO GUM PARA AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO ..	19
A.1 Introdução.....	19
A.2 Fase de formulação.....	20
A.3 Fase de cálculo	21
A.4 Tabela de balanço de incertezas de medição.....	28

1. INTRODUÇÃO

No Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC) coexistem diversos laboratórios que desenvolvem uma significativa actividade experimental incorporando, nos ensaios desenvolvidos, a medição de grandezas mensuráveis e, conseqüentemente, os requisitos de qualidade para a expressão dos resultados dessa medição (as suas estimativas e as respectivas incertezas associadas).

O Núcleo de Qualidade Metrológica (NQM), inserido no Centro de Instrumentação Científica, é um sector do LNEC com competências apropriadas para promover estudos de caracterização metrológica, quer relacionados com a calibração e ensaio de instrumentação científica, quer com o desempenho de sistemas de medição.

No que respeita aos ensaios desenvolvidos por outros sectores do LNEC, a colaboração entre o NQM e esses sectores é traduzida na concretização de estudos de caracterização metrológica onde se insere, com particular destaque, a avaliação das incertezas de medição associadas às grandezas de interesse. Este estudo, relacionado com o ensaio de determinação da baridade máxima teórica de misturas betuminosas efectuado pelo Laboratório de Ensaio de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT), foi realizado por solicitação do Núcleo de Infra-estruturas Rodoviárias e Aeroportuárias do Departamento de Transportes do LNEC.

Atendendo a que este laboratório se encontra integrado no Sistema de Gestão da Qualidade do LNEC, este estudo permite, também, cumprir um requisito normativo importante que decorre da aplicação da norma de referência NP EN ISO/IEC 17025 [1], que indica o conjunto de requisitos gerais de competência que os laboratórios de calibração e de ensaio devem cumprir.

Em particular, a declaração da incerteza de medição constitui um dos requisitos normativos aplicáveis aos ensaios laboratoriais, correspondendo a um elemento de quantificação da qualidade das medições realizadas. Faz-se notar que este parâmetro adquire uma importância particular ao permitir a comparação entre medições obtidas em ensaios laboratoriais realizados por outras entidades.

Neste documento é descrito o processo de avaliação das incertezas de medição no ensaio de determinação da baridade máxima teórica de misturas betuminosas pelo procedimento volumétrico e tendo por base a actividade laboratorial desenvolvida pelo

LNEC/PAVMAT no âmbito da caracterização experimental de materiais utilizados em pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias.

O Capítulo 2 apresenta uma descrição sumária do ensaio estudado no que se refere ao objectivo, método e procedimento de ensaio adoptados. Menciona, igualmente, o conjunto de relações funcionais que se estabelecem entre as várias grandezas de entrada e saída envolvidas, bem como, a caracterização probabilística das componentes de incerteza que conduz à elaboração das respectivas tabelas de balanço de incertezas pelo método GUM [2]. O Capítulo 3 é dedicado às considerações finais.

Com o intuito de facilitar a compreensão do processo de avaliação de incertezas de medição realizado para o ensaio laboratorial analisado, são descritos, no Anexo I, os aspectos fundamentais relacionados com a formulação e o cálculo de incertezas de medição pelo método GUM.

2. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA BARIDADE MÁXIMA TEÓRICA

2.1 Descrição sumária do ensaio

O presente ensaio tem por objectivo a determinação da grandeza baridade máxima teórica associada a uma mistura betuminosa¹, constituindo um dos vários ensaios experimentais realizados pelo LNEC/PAVMAT no âmbito da sua actividade laboratorial de caracterização de materiais utilizados na pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias.

Por definição, a baridade máxima teórica corresponde à massa por unidade de volume de uma mistura betuminosa para uma dada temperatura, não incluindo volume de vazios de ar contidos no seu interior, contrariamente à definição da grandeza baridade² na qual esse volume é contabilizado. O conhecimento de ambas as grandezas mencionadas (baridade máxima teórica e baridade) permite quantificar a magnitude desse volume.

No LNEC/PAVMAT, a realização do ensaio de determinação da baridade máxima teórica decorre segundo a norma de referência EN 12697-5:2009 [4], a qual define como método de ensaio a determinação indirecta da massa seca e do volume da amostra (sem vazios de ar no seu interior) segundo dois procedimentos³ experimentais distintos: volumétrico ou hidrostático. Para a concretização experimental do ensaio em análise, o LNEC/PAVMAT adopta unicamente o procedimento volumétrico, conduzindo ao estudo exclusivo deste procedimento no presente documento, embora os dois procedimentos partilhem o mesmo método de ensaio.

A realização do ensaio, quer pelo procedimento volumétrico, quer pelo procedimento hidrostático, é antecedida pelos processos de amostragem e preparação das amostras que decorrem segundo as instruções contidas nas normas de referência aplicáveis (EN 12697-27 e EN 12697-28, respectivamente). Na etapa de preparação das amostras tem particular interesse o processo de secagem da amostra em estufa ventilada, a uma temperatura de

¹ Constituída por partículas de agregado (material granular de origem natural, artificial ou reciclado) aglomeradas por um ligante betuminoso (cujo constituinte principal é um hidrocarboneto contendo, igualmente, outras substâncias em menor quantidade como o oxigénio e o enxofre).

² A descrição sumária do ensaio de determinação da baridade de uma mistura betuminosa realizado pelo LNEC/PAVMAT, bem como, a respectiva avaliação de incertezas de medição encontram-se expostas em [3].

³ A norma de ensaio prevê, também, a determinação da baridade máxima teórica mediante procedimento analítico suportado no conhecimento da composição e massa volúmica dos materiais constituintes da mistura betuminosa (agregado e ligante betuminoso).

(110 ± 5) °C, até se atingir a situação de massa constante cuja identificação decorre da realização de duas determinações de massa num intervalo de tempo mínimo de 30 minutos que revelem uma diferença inferior a 0,1 %.

A adopção do procedimento volumétrico implica que o **volume do picnómetro** utilizado (*vide* Figura 1) seja determinado experimentalmente mediante ensaio dedicado. De acordo com a norma de referência [4], este ensaio decorre da concretização das seguintes etapas:

1. determinação da massa do picnómetro completo (incluindo a respectiva tampa);
2. enchimento parcial do picnómetro com água até à proximidade da sua marca de referência; salienta-se que a temperatura da água deve ser próxima da temperatura de referência do ensaio;
3. remoção de bolhas de ar contidas na água do picnómetro mediante actuação de sistema de vácuo (*vide* Figura 2) que conduza a uma pressão absoluta igual ou inferior a 4 kPa durante um período de tempo igual a (15 ± 1) minutos;
4. finalização do enchimento do picnómetro com água até à sua marca de referência e colocação em meio termo-regulado (sala condicionada no caso do LNEC/PAVMAT);
5. determinação da massa do picnómetro cheio de água, após estabelecimento de equilíbrio térmico.



Figuras 1 e 2 – Picnómetro e sistema de vácuo utilizado pelo LNEC/PAVMAT.

Concluída esta fase experimental, é possível iniciar a concretização do **procedimento volumétrico**, conforme descrito na norma de referência [4]. Eis o conjunto de etapas mais significativas nesse processo:

1. determinação da massa do picnómetro vazio, incluindo a respectiva tampa;
2. colocação da amostra seca de mistura betuminosa (em situação de massa constante) no interior do picnómetro e determinação da massa do conjunto picnómetro, tampa e amostra após estabilização térmica até à temperatura ambiente;
3. enchimento parcial do picnómetro com água até um nível próximo da sua marca volumétrica de referência;
4. remoção do ar contido no interior do picnómetro mediante recurso a sistema de vácuo que conduza a uma pressão absoluta igual ou inferior a 4 kPa durante um período de tempo igual a (15 ± 1) minutos;
5. enchimento do picnómetro com água de modo a atingir, no seu interior, um nível bastante próximo da marca de referência e posterior fixação da sua tampa;
6. colocação do picnómetro num meio termo-regulado de água a uma temperatura uniforme ($\pm 1,0$ °C) durante um período de tempo mínimo de 30 minutos e máximo de 180 minutos; na fase inicial deste período de estabelecimento de equilíbrio térmico é completado o enchimento do picnómetro com água até à sua marca de referência;
7. determinação da massa do picnómetro contendo a amostra e água.

A determinação da mensuranda de interesse – baridade máxima teórica – decorre de um conjunto de relações funcionais descritas, em pormenor, na secção seguinte.

2.2 Relações e diagramas funcionais

Tendo em conta a definição da grandeza baridade máxima teórica, ρ_{mv} , e o procedimento volumétrico adoptado pelo LNEC/PAVMAT na sua quantificação experimental, a expressão matemática que assegura a sua determinação por via indirecta corresponde a

$$\rho_{mv} = \frac{m_2 - m_1}{V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}}, \quad (1)$$

onde m_1 representa a grandeza massa do picnómetro vazio incluindo a respectiva tampa (em g), m_2 é a massa do picnómetro contendo a amostra seca (em g), m_3 corresponde à massa do picnómetro contendo a amostra e água (em g) no seu interior, V_p é o volume do picnómetro utilizado (em m³) e ρ_{mv} representa a massa volúmica da água (em Mg·m⁻³) dada pela expressão⁴

$$\rho_w = 1,000\,252\,05 + 0,000\,007\,59 \cdot t - 0,000\,005\,32 \cdot t^2 \quad (2)$$

onde t é a temperatura da água (em °C).

A determinação experimental, por via indirecta, do volume do picnómetro, V_p , (expresso em m³) tem por base a expressão

$$V_p = \frac{m_2' - m_1'}{\rho_w} \cdot 10^{-6} \quad (3)$$

onde m_1' corresponde à massa do picnómetro vazio incluindo a respectiva tampa (em g), m_2' é a massa do picnómetro cheio de água (em g) e ρ_w representa a massa volúmica da água (em Mg·m⁻³) à temperatura estabelecida para o banho termo-regulado, obtida com base na expressão (2).

A Figura 3 representa o diagrama funcional aplicável ao ensaio em estudo, resumindo o conjunto de relações matemáticas estabelecidas entre as grandezas de entrada, intermédias e de saída citadas anteriormente nesta secção.

⁴ A expressão apresentada (aprovada pelo Comité Europeu de Normalização e incluída em outras normas de ensaios de misturas betuminosas) difere da mencionada na norma de referência a qual se considera incorrecta.

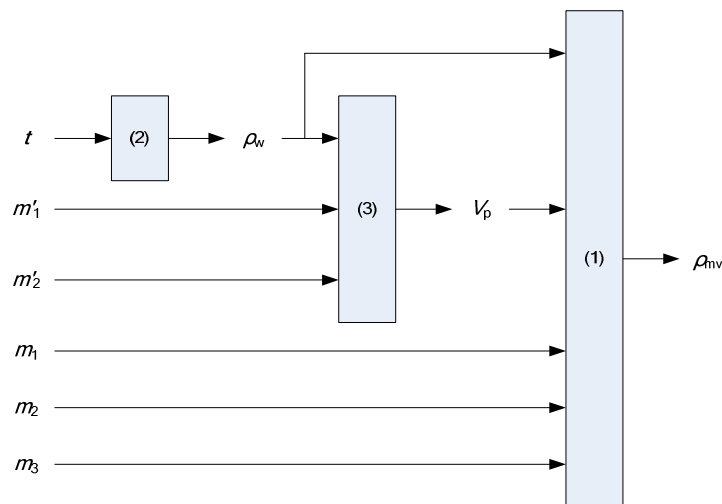


Figura 3 – Diagrama funcional do ensaio de determinação da baridade máxima teórica pelo procedimento volumétrico.

2.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

2.3.1 Estágio inicial

A temperatura de ensaio corresponde a uma das grandezas de entrada identificadas no estágio inicial de propagação de incertezas de medição (*vide* Figura 2) associadas à realização do ensaio em estudo. Neste âmbito foram identificadas como componentes de incerteza de medição mais significativas:

- na vertente instrumental, a incerteza de calibração do termómetro de dilatação de líquido-em-vidro utilizado (EQ 28.04) e declarada no respectivo certificado de calibração;
- na vertente do método de ensaio:
 - a uniformidade térmica da sala laboratorial climatizada na qual decorre o ensaio e que cumpre a tolerância normativa estabelecida para este efeito ($\pm 1,0$ °C);
 - o arredondamento à unidade da estimativa obtida por leitura do termómetro (com divisão de 0,1 °C).

O Quadro 1 apresenta os respectivos limites de variação das funções densidade de probabilidade adoptadas na caracterização probabilística das componentes de incerteza mencionadas anteriormente.

Quadro 1 – Caracterização probabilística das componentes de incerteza de medição da temperatura de ensaio.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δt_{cal}	Calibração do termómetro	$\pm 0,05 \text{ }^\circ\text{C}$	Gaussiana	Certificado de calibração
δt_{unif}	Uniformidade térmica do meio	$\pm 1,0 \text{ }^\circ\text{C}$	Uniforme	Norma de ensaio
δt_{arred}	Arredondamento	$\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$	Uniforme	Procedimento de ensaio

No estágio inicial de propagação de incertezas de medição identificam-se, igualmente, um conjunto de grandezas inseridas no domínio da massa, cujas componentes de incerteza de medição importa caracterizar:

- calibração – considera-se a adopção de uma função densidade de probabilidade gaussiana cuja parametrização é efectuada de acordo com o valor de incerteza de medição expandida declarada no certificado de calibração do instrumento de pesagem;
- reversibilidade e excentricidade – a consulta do certificado de calibração do instrumento de pesagem evidenciou existirem desvios de reversibilidade e excentricidade; considera-se razoável atribuir a cada uma destas duas componentes de incerteza, uma função densidade de probabilidade triangular centrada no respectivo desvio e com uma dispersão compreendida entre zero (desvio nulo) e duas vezes o desvio observado (desvio máximo);
- repetibilidade e linearidade – as especificações técnicas do instrumento de pesagem mencionam como características metrológicas, a repetibilidade e a linearidade referindo, igualmente, os respectivos intervalos de dispersão de valores associados a cada uma destas componentes de incerteza; atendendo à dimensão típica das amostras de valores que conduzem à sua quantificação, no caso da repetibilidade, considera-se adequado atribuir uma função densidade de probabilidade gaussiana, enquanto que, no caso da linearidade, será mais correcta a atribuição de uma função densidade de probabilidade uniforme;
- deriva térmica – as especificações do instrumento de medição referem que o instrumento de pesagem é susceptível a um efeito de deriva com origem na variação de temperatura do meio em que se encontra inserido; a quantificação desta componente de

incerteza decorre da adopção de uma função densidade de probabilidade uniforme com limites definidos em acordo com a dispersão de valores indicada pelo fabricante;

- zero – o procedimento de ensaio adoptado pelo LNEC/PAVMAT prevê a realização do zero da balança previamente à realização de qualquer pesagem justificando a adopção de uma componente de incerteza, associada a uma função densidade de probabilidade uniforme, com limites de variação definidos de acordo com a resolução do instrumento de pesagem utilizado;
- estabilidade – a contabilização desta componente de incerteza, exclusiva da medição da massa do conjunto picnómetro e amostra, decorre do processo de secagem associado à amostra, em particular, o critério normativo que define a situação de massa constante (diferença entre pesagens consecutivas inferior a 0,1 %); o cumprimento deste critério não impede que, no intervalo de variação admissível, a massa da amostra continue a convergir para a sua estabilização, o que justifica a adopção de uma função densidade de probabilidade uniforme compreendida entre o valor nulo de variação de massa e o critério anteriormente referido.

O Quadro 2 resume o conjunto de componentes de incerteza identificadas e respectivas caracterizações probabilísticas.

Quadro 2 – Caracterização probabilística das componentes de incerteza de medição da massa com recurso ao instrumento de pesagem EQ06.5.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,05$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de pesagem
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,05$ g	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 0,2$ g	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,1$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de pesagem
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,4$ g	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (3 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta t)$ g	Uniforme	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio
δm_{est}	Estabilidade**	$\pm (0,0005 \cdot m)$ g	Uniforme	Norma de ensaio

*Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma variação de temperatura igual a $\Delta T = 2$ °C.

** Componente de incerteza apenas aplicável à grandeza massa do conjunto picnómetro e amostra.

2.3.2 Estágio intermédio

No estágio intermédio de propagação de incertezas de medição (*vide* Figura 3) identificam-se duas grandezas de interesse: a massa volúmica da água e o volume do picnómetro.

No caso da grandeza massa volúmica da água, determinada por via indirecta pelo modelo matemático (2), o conhecimento das componentes de incerteza associadas à grandeza de entrada temperatura (*vide* Quadro 1) permite concretizar a propagação da incerteza de medição para esta grandeza intermédia, acrescida de uma componente de incerteza, $\delta\rho_{w_{\text{arred}}}$, relacionada com o arredondamento da estimativa (para as décimas de kg/m^3) adoptando-se, para esse efeito, uma função densidade de probabilidade uniforme com limites de variação correspondentes a $\pm 5 \cdot 10^{-5} \text{ Mg} \cdot \text{m}^{-3}$.

A aplicação da Lei de Propagação de Incertezas (LPI) [2] constitui uma abordagem aproximada e simplificada de determinação da incerteza de medição da grandeza massa volúmica da água, atendendo à não-linearidade que caracteriza o modelo matemático que a suporta (*vide* expressão 2), donde resulta

$$u^2(\rho_w) = c_t^2 \cdot u^2(t) \quad (4)$$

com

$$c_t = \frac{d\rho_w}{dt} = 7,59 \cdot 10^{-6} - 1,064 \cdot 10^{-5} \cdot t.$$

O Quadro 3 expõe o balanço de incertezas da grandeza massa volúmica da água efectuado para um ensaio típico, suportado na aplicação da expressão anterior e na contabilização da componente de incerteza adicional atribuída ao arredondamento da estimativa.

Os resultados obtidos revelam que a contribuição mais significativa para a incerteza de medição da grandeza intermédia analisada provém da grandeza de entrada temperatura de ensaio, em particular, da uniformidade térmica do meio.

Quadro 3 – Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa volúmica da água num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
t	25 °C	$\pm 0,65$ °C	$-2,6 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³ ·°C ⁻¹	$\pm 1,7 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³	74
$\delta\rho_{w_{\text{med}}}$	0 Mg·m ⁻³	$\pm 2,9 \cdot 10^{-5}$ Mg·m ⁻³	1	$\pm 2,9 \cdot 10^{-5}$ Mg·m ⁻³	50
ρ_w	0,997 1 Mg·m ⁻³	Incerteza de medição padrão		$\pm 1,7 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³	
		Graus de liberdade efectivos			79
		Factor de expansão			1,99
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 3,4 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³	

No que respeita à grandeza volume do picnómetro, a aplicação da LPI permite escrever, de forma aproximada (tendo em conta a não-linearidade do modelo matemático aplicável), que

$$u^2(V_p) = c_{m_2}^2 \cdot u^2(m_2') + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1') + c_{\rho_w}^2 \cdot u^2(\rho_w) + 2 \cdot c_{m_1} \cdot c_{m_2} \cdot u(m_1') \cdot u(m_2') \cdot r(m_1', m_2'), \quad (5)$$

onde $c_{m_2} = \frac{10^{-6}}{\rho_w}$, $c_{m_1} = -\frac{10^{-6}}{\rho_w}$ e $c_{\rho_w} = -\frac{(m_2' - m_1') \cdot 10^{-6}}{\rho_w^2}$.

Salienta-se, na expressão anterior, a inclusão do termo relativo à correlação existente entre as grandezas de entrada massa do picnómetro vazio incluindo a respectiva tampa, m_1' , e a massa do picnómetro cheio de água, m_2' , atendendo ao facto que ambas as medições são suportadas no recurso ao mesmo instrumento de pesagem. Neste âmbito foi promovida a majoração do termo de correlação adoptando um coeficiente de correlação unitário negativo, $r(m_1', m_2') = -1$, tendo em conta o sinal dos respectivos coeficientes de sensibilidade que também constituem o referido termo.

O cumprimento do requisito normativo relativo ao arredondamento da estimativa do volume do picnómetro (para $1 \cdot 10^{-6}$ m³) conduz à adição de uma componente de incerteza caracterizada por uma função densidade de probabilidade uniforme centrada em zero e com limites de variação de $\pm 0,5 \cdot 10^{-6}$ m³. O Quadro 4 reúne, para além desta componente de incerteza, as restantes contribuições para a incerteza de medição da grandeza volume do picnómetro num ensaio tipo.

Quadro 4 – Tabela de balanço de incertezas da grandeza volume do picnómetro num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
ρ_w	0,997 1 Mg·m ⁻³	$\pm 1,7 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³	-0,010 Mg ⁻¹ ·m ⁶	$\pm 1,8 \cdot 10^{-6}$ m ³	79
m_2	11 684,2 g	$\pm 0,27$ g	$1 \cdot 10^{-6}$ g ⁻¹ ·m ³	$\pm 2,8 \cdot 10^{-7}$ m ³	95
m_1	1 388,8 g	$\pm 0,27$ g	$-1 \cdot 10^{-6}$ g ⁻¹ ·m ³	$\pm 2,7 \cdot 10^{-7}$ m ³	91
δV_{Parral}	0 m ³	$\pm 2,9 \cdot 10^{-7}$ m ³	1	$\pm 2,9 \cdot 10^{-7}$ m ³	50
V_p	10,330·10 ⁻³ m ³	Incerteza de medição padrão		$\pm 2,3 \cdot 10^{-6}$ m ³	
		Graus de liberdade efectivos			141
		Factor de expansão			1,98
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 4,5 \cdot 10^{-6}$ m ³	

No Quadro anterior é possível identificar a massa volúmica da água como a grandeza com contributo mais significativo para a incerteza de medição da grandeza volume do picnómetro.

2.3.3 Estágio final

No estágio final, em adição à propagação das incertezas de medição identificadas para as grandezas de entrada e intermédias, é necessário contabilizar três componentes de incerteza associadas à grandeza de saída: o arredondamento da estimativa imposto pela norma de referência; a repetibilidade e a reprodutibilidade do ensaio.

A quantificação da componente de incerteza do arredondamento da estimativa (para as milésimas de Mg·m⁻³) é suportada na adopção de uma função densidade de probabilidade uniforme centrada num valor nulo e tendo como limites de variação $\pm 0,5 \cdot 10^{-3}$ Mg·m⁻³.

No que respeita à componente de incerteza de repetibilidade, o Quadro 5 expõe os resultados obtidos pela da realização de ensaio de repetibilidade no LNEC/PAVMAT, enquanto que, no Quadro 6, são reproduzidos os resultados obtidos na concretização de um ensaio de comparação interlaboratorial [5] no qual participou o LNEC/PAVMAT e que se considera adequado para a avaliação da componente de reprodutibilidade do ensaio em estudo. A observação destes quadros permite afirmar que a componente de incerteza de

repetibilidade do ensaio no LNEC/PAVMAT corresponde a $\pm 0,003 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ enquanto que a reprodutibilidade do ensaio foi quantificada em $\pm 0,008 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$.

Quadro 5 – Tabela de resultados obtidos em ensaio de repetibilidade do LNEC/PAVMAT.

Provete	A	B	C	D	E
Baridade máxima teórica ($\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$)	2,482	2,479	2,485	2,481	2,476
Provete	F	G	H	I	
Baridade máxima teórica ($\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$)	2,458	2,489	2,482	2,494	
Valor médio: $2,481 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$					
Desvio-padrão experimental da média: $\pm 0,003 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$					
Graus de liberdade: 8					
Factor de expansão (intervalo de confiança de 95 %): 2,31					
Repetibilidade (intervalo de confiança de 95 %): $\pm 0,008 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$					

Quadro 6 – Tabela de resultados obtidos em ensaio de comparação interlaboratorial [5].

Laboratório	Baridade máxima teórica ($\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$)			
	Provete 1	Provete 2	Provete 3	Valor médio
L1	2,476	2,481	2,484	2,480
L5	2,482	2,480	2,484	2,482
L8	2,418	2,418	2,418	2,418
L12	2,429	2,429	2,417	2,425
L14	2,417	2,452	2,446	2,438
L25	2,474	2,454	2,479	2,469
L26	2,392	2,422	2,394	2,403
L28	2,465	2,460	2,476	2,467
L30	2,432	2,435	2,437	2,435
L31	2,448	2,440	2,445	2,444
L32	2,437	2,431	2,432	2,433
Valor médio: $2,445 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$				
Desvio-padrão experimental da média: $\pm 0,008 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$				
Graus de liberdade: 10				
Factor de expansão (intervalo de confiança de 95 %): 2,23				
Reprodutibilidade (intervalo de confiança de 95 %): $\pm 0,018 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$				

A aplicação da LPI permite obter uma aproximação da incerteza de medição da grandeza de saída baridade máxima teórica, tendo em conta o modelo matemático (1) que assegura a sua determinação por via indirecta. Com efeito, a expressão da variância desta grandeza corresponde a

$$\begin{aligned}
 u^2(\rho_{mv}) = & c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1) + c_{m_2}^2 \cdot u^2(m_2) + c_{m_3}^2 \cdot u^2(m_3) + c_{V_p}^2 \cdot u^2(V_p) + c_{\rho_w}^2 \cdot u^2(\rho_w) + \\
 & + 2 \cdot c_{m_1} \cdot c_{m_2} \cdot u(m_1) \cdot u(m_2) \cdot r(m_1, m_2) + 2 \cdot c_{m_1} \cdot c_{m_3} \cdot u(m_1) \cdot u(m_3) \cdot r(m_1, m_3) + \\
 & + 2 \cdot c_{m_2} \cdot c_{m_3} \cdot u(m_2) \cdot u(m_3) \cdot r(m_2, m_3), \quad (6)
 \end{aligned}$$

$$\text{onde } c_{m_1} = -\frac{1}{V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}}, c_{m_2} = \frac{V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w} - \frac{m_2 - m_1}{\rho_w}}{\left(V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}\right)^2},$$

$$c_{m_3} = \frac{\frac{m_2 - m_1}{\rho_w}}{\left(V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}\right)^2}, c_{V_p} = -\frac{(m_2 - m_1) \cdot 10^6}{\left(V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}\right)^2} \text{ e } c_{\rho_w} = -\frac{\frac{(m_2 - m_1)(m_2 - m_3)}{\rho_w^2}}{\left(V_p \cdot 10^6 - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}\right)^2}.$$

Na expressão anterior constam três termos representativos do efeito de correlação existente entre as medições de massa (m_1 , m_2 e m_3) concretizadas com recurso ao mesmo instrumento de pesagem. Tendo em conta os sinais dos coeficientes de sensibilidade de cada uma destas grandezas e seguindo uma abordagem de majoração da incerteza de medição da grandeza baridade máxima teórica, os coeficientes de correlação expostos em (6) adoptam a seguinte quantificação: $r(m_1, m_2) = 1$ e $r(m_1, m_3) = r(m_2, m_3) = -1$.

Face aos elementos expostos na presente secção, torna-se possível elaborar a tabela de balanço de incertezas de medição da grandeza de interesse no ensaio em estudo. Os resultados obtidos para um ensaio tipo são apresentados no Quadro 7.

Este Quadro revela que a reprodutibilidade do ensaio, o volume do picnómetro e a massa volúmica da água contribuem significativamente para a incerteza de medição da grandeza baridade máxima teórica no LNEC/PAVMAT.

Quadro 7 – Tabela de balanço de incertezas da grandeza baridade máxima teórica num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	V_i
m_1	1 338,8 g	$\pm 0,27$ g	-0,0011 m ⁻³	$\pm 0,000 3$ Mg·m ⁻³	89
m_2	3 624,3 g	$\pm 1,1$ g	-0,0016 m ⁻³	$\pm 0,001 8$ Mg·m ⁻³	57
m_3	13 021,6 g	$\pm 0,28$ g	0,0027 m ⁻³	$\pm 0,000 8$ Mg·m ⁻³	96
V_p	0,010330 m ³	$\pm 2,3 \cdot 10^{-6}$ m ³	-2727 g·m ⁻⁶	$\pm 0,006 3$ Mg·m ⁻³	141
ρ_w	0,997 1 Mg·m ⁻³	$\pm 1,7 \cdot 10^{-4}$ Mg·m ⁻³	25,8	$\pm 0,004 4$ Mg·m ⁻³	79
$\delta\rho_{mv_{\text{repet}}}$	0 Mg·m ⁻³	$\pm 0,003$ Mg·m ⁻³	1	$\pm 0,003$ Mg·m ⁻³	8
$\delta\rho_{mv_{\text{repet}}}$	0 Mg·m ⁻³	$\pm 0,008$ Mg·m ⁻³	1	$\pm 0,008$ Mg·m ⁻³	10
$\delta\rho_{mv_{\text{amad}}}$	0 Mg·m ⁻³	$\pm 0,000 29$ Mg·m ⁻³	1	$\pm 0,000 29$ Mg·m ⁻³	50
ρ_{mv}	2,469 Mg·m ⁻³	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,012$ Mg·m ⁻³	
		Graus de liberdade efectivos			44
		Factor de expansão			2,02
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 0,024$ Mg·m ⁻³	

3. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente estudo permitiu efectuar a avaliação de incertezas de medição associadas às estimativas de grandezas mensuráveis no ensaio de determinação da baridade máxima teórica de misturas betuminosas realizado pelo LNEC/PAVMAT segundo procedimento volumétrico.

A caracterização probabilística efectuada para as grandezas de entrada, bem como, a propagação de incertezas de medição pelas restantes grandezas intermédias até à grandeza de saída permitiram concluir que a incerteza de medição expandida (para um intervalo de confiança de 95 %) da grandeza de interesse do ensaio – baridade máxima teórica – corresponde a $\pm 0,024 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$. As contribuições mais relevantes para o valor obtido têm origem na reprodutibilidade do ensaio, no volume do picnómetro e na massa volúmica da água.

Atendendo à reduzida influência das estimativas das grandezas de entrada na quantificação das componentes de incerteza identificadas, o valor de incerteza de medição expandida mencionado pode ser considerado como representativo da melhor incerteza de medição do laboratório, evidenciando o cumprimento do requisito imposto pela norma de referência NP EN ISO/IEC 17025 e quantificando a capacidade metrológica do LNEC/PAVMAT para a realização do referido ensaio no âmbito da sua acreditação no contexto do Sistema Português da Qualidade.

A abordagem funcional adoptada, centrada no método GUM e na consequente aplicação da LPI, permitiu obter uma solução aproximada para o problema analisado, tendo em conta a não-linearidade associada aos modelos matemáticos constituintes dos processos de medição indirecta. O nível de exactidão da solução obtida poderá ser avaliado com recurso a abordagem funcional alternativa de natureza numérica recorrendo, por exemplo, ao Método de Monte Carlo.


VISTOS

O Director do CIC,



Carlos Oliveira Costa

AUTORIA



Luís Filipe Lages Martins

Lic.º em Engenharia Mecânica
Bolsheiro de Doutoramento



Álvaro Silva Ribeiro

Lic.º Física Tecnológica, Doutor
Investigador Auxiliar, Chefe do NQM

4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Dezembro de 2005.
- [2] *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*. Genève (Suíça): International Organization for Standardization (ISO), 1995.
- [3] Lages Martins, L. e Silva Ribeiro, A., *Avaliação de Incertezas de Medição no Laboratório de Ensaio de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT). Ensaios de misturas betuminosas*. Relatório 336/2009 – NQM. Lisboa (Portugal): Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Outubro de 2009.
- [4] EN 12697-5:2009 – Bituminous mixtures – Test methods for hot mix asphalt. Part 5: determination of the maximum density. Brussels (Bélgica): European Committee for Standardization (CEN), December 2009.
- [5] Relatório – ECI Materiais Betuminosos – 2009, Relatório RELACRE ECI/MC/1-09, 1ª edição, 2010-01-26.
- [6] *Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM)*, 3ª edição. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Novembro de 2008.
- [7] Satterthwaite, F. E., (1946) *Biometrics Bull.* **2**(6), 110-114.
- [8] Welch, B. L., (1947) *Biometrika.* **34**, 28-35.

ANEXO A – MÉTODO GUM PARA AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO

A.1 Introdução

A evolução recente da Metrologia tem como uma das suas principais consequências a introdução do conceito de incerteza de medição como parâmetro inerente ao resultado da medição (associado ao valor da estimativa de uma grandeza mensurável), constituindo este o elemento indicativo do nível de exactidão da medição.

Um dos métodos que suporta a sua determinação é descrito no *Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*⁵[2] adoptado pela comunidade metrológica contendo, entre outros aspectos: o enquadramento da medição no contexto probabilístico actualmente aceite; os conceitos e definições aplicáveis; as fontes genéricas que contribuem para a avaliação da incerteza; e o procedimento de avaliação de incertezas de medição incorporando a conhecida Lei de Propagação de Incertezas (cujas designação abreviada é “LPI”).

A informação que se encontra no GUM deve ser complementada com a consulta do conjunto de definições que se encontra no *Vocabulário Internacional de Metrologia* [6], cuja 3ª edição foi publicada em 2008 pelo *Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM)*, constituído pelas principais organizações metrológicas a nível internacional.

Com o intuito de facilitar a compreensão das tabelas de balanço de incerteza apresentadas em capítulos anteriores, é promovida, então, a descrição que se segue.

Qualquer procedimento de avaliação das incertezas de medição e, em particular, aquele que é preconizado pelo GUM, tem na sua base duas fases distintas: a fase de formulação e a fase de cálculo.

É na concretização destas fases que se estabelece o modelo matemático essencial para traduzir o problema físico envolvido e que se constitui a LPI necessária à avaliação pretendida.

⁵ De acordo com a revisão do GUM em curso, envolvendo a introdução de alguns documentos suplementares, a nova sigla adoptada é “GUF” apontando o âmbito do Guia para um contexto mais alargado (Framework) englobando diversos métodos de avaliação de incertezas de medição.

A.2 Fase de formulação

Esta fase contém como elemento fundamental o modelo matemático descritivo do problema metrológico, no qual se baseia a estimativa de uma grandeza mensurável e a incerteza associada a essa estimativa.

Assim, o modelo matemático relaciona a grandeza de saída – a mensuranda – Y , com um conjunto de grandezas de entrada, X_i , através do que se designa por relação funcional:

$$Y = f(X_1, \dots, X_N). \quad (\text{A.1})$$

Este modelo matemático possui uma tradução para a realidade experimental que é, necessariamente, imperfeita devido às limitações naturais da instrumentação, dos métodos e de outros factores, determinando a existência de um erro de medição. Da medição resultam observações e estimativas, \hat{x}_i , associadas a variáveis aleatórias do modelo matemático, conduzindo a uma estimativa da grandeza mensurável de saída, \hat{y} , cuja expressão é:

$$\hat{y} = f(\hat{x}_1, \dots, \hat{x}_N). \quad (\text{A.2})$$

A definição de *erro (absoluto) da medição*, ε , diz-nos que este representa a *diferença entre o valor da estimativa ou observação (\hat{A}) e o valor verdadeiro da grandeza (\tilde{A})*. Sendo este último, na perspectiva actual da medição, considerado inatingível, resulta a impossibilidade prática da sua quantificação

$$\varepsilon = \hat{A} - \tilde{A}. \quad (\text{A.3})$$

Este facto, no entanto, não impede que seja possível identificar as fontes que contribuem para esse erro e distinguir, nestas, as componentes cuja contribuição é de natureza sistemática ou aleatória.

Em relação a estas contribuições, de acordo com o disposto no GUM [2], considera-se que o conhecimento das componentes sistemáticas do erro – de natureza determinística – impõe a sua correcção, enquanto que as contribuições aleatórias – de natureza estocástica – devem incorporar um intervalo de dispersão global, relativo à estimativa da mensuranda, no que se designa por incerteza de medição.

No que se refere à sua origem, estas *componentes aleatórias do erro* resultam de variações imprevisíveis de natureza espacial ou temporal, sendo provocadas por *grandezas*

de influência, manifestando-se na variação das observações da grandeza mensurável no que se designa por *efeitos aleatórios*. O GUM [2] admite como fontes de incerteza as seguintes:

- *definição incompleta da mensuranda;*
- *realização imperfeita da definição da mensuranda;*
- *não-representatividade da amostra;*
- *conhecimento inadequado ou a medição imperfeita dos efeitos das condições ambientais na determinação da mensuranda;*
- *derivas na leitura efectuada por operadores de instrumentos com indicadores analógicos;*
- *resolução ou a discriminação finita dos instrumentos de medição;*
- *valores inexactos de padrões e de materiais de referência;*
- *valores inexactos de constantes e outros parâmetros obtidos mediante o recurso a fontes externas e usados em algoritmos computacionais;*
- *aproximações e os valores assumidos, os quais são incorporados no método e no procedimento de medição;*
- *variações obtidas em observações repetidas da mensuranda em condições aparentemente idênticas (próximas das condições ideais de repetibilidade).*

É do cômputo das contribuições aleatórias provenientes destas fontes que resulta, então, a quantificação da incerteza de medição, definida como [2]: “*parâmetro, associado ao resultado da medição, caracterizando a dispersão de valores que podem, razoavelmente, ser atribuídos à mensuranda*”. Desta definição, é admitido implicitamente que, em resultado da medição, não é possível atribuir um valor único – verdadeiro – da mensuranda mas, antes, um intervalo de valores prováveis.

A.3 Fase de cálculo

A fase de cálculo sucede à fase de formulação e tem como finalidade obter a incerteza de medição expandida, sendo este objectivo atingido mediante a aplicação do método GUM [2] envolvendo um conjunto de etapas. Estas contêm expressões e envolvem conceitos de cuja compreensão depende a sua aplicação.

Desde logo, é conveniente ter presente que as observações associadas às grandezas de entrada têm uma natureza aleatória e, como tal, possuem uma dispersão de valores que é determinada pelos parâmetros variância e desvio-padrão experimental.

Logo, a primeira etapa do procedimento GUM [2] estabelece a necessidade de distinguir as componentes de incerteza consoante a origem da informação que lhes fornece os elementos para a determinação dos parâmetros referidos.

No GUM são admitidas duas vias para a obtenção dos parâmetros estatísticos: a amostra experimental; ou o conhecimento prévio do tipo de distribuição de probabilidade. No primeiro caso, diz-se que essa avaliação é feita de acordo com o “*método tipo A*” e no segundo caso, de acordo com o “*método tipo B*”.

Tendo em vista o objectivo de obter o parâmetro estimador dessa dispersão, o desvio-padrão experimental e sabendo que este se determina a partir da variância, $s^2(x_i)$, torna-se necessário, portanto, concretizar a quantificação deste último parâmetro.

No caso em que se adopta o método do tipo A, subentende-se que se determina a contribuição para a incerteza de medição a partir da estatística da variância de uma amostra experimental de observações (de acordo com uma perspectiva frequencista do problema). No caso de adopção do método do tipo B, considerando apropriada a utilização de determinada função densidade de probabilidade, cujos limites se estabelecem com base em conhecimento previamente adquirido⁶, é utilizada a expressão analítica da variância dessa distribuição para quantificar a pretendida contribuição para a incerteza de medição (neste caso, a abordagem segue a perspectiva bayesiana do problema).

Do ponto de vista prático, quando se recorre ao método do tipo A, é utilizada uma amostra experimental de uma grandeza de entrada Q , contendo observações q_i , obtendo-se o seu valor médio – utilizado na determinação da estimativa da grandeza de acordo com o modelo matemático (A.1) – cuja expressão é:

$$\hat{q} = \bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n q_i . \quad (\text{A.4})$$

A variância experimental da média é determinada por

⁶ Por exemplo: dados relativos a medições anteriores; experiência ou conhecimento comum relativo ao comportamento e propriedades de materiais e instrumentos de medição; especificações de fabricantes e documentação de carácter técnico e científico; dados obtidos em calibrações, ensaios e certificados.

$$s^2(\bar{q}) = \frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2, \quad (\text{A.5})$$

de onde se obtém o pretendido valor do desvio-padrão experimental da média

$$s(\bar{q}) = \sqrt{s^2(\bar{q})}. \quad (\text{A.6})$$

Em alternativa, a utilização do método do tipo B, admite que se possui informação suficiente para se estipular qual a função densidade de probabilidade, os seus parâmetros e o grau de confiança dessa aceitação. Com base nesta informação, recorrendo às expressões analíticas, é possível determinar a variância e o respectivo desvio-padrão. Em Metrologia, os casos mais comuns de distribuições de probabilidade estão tipificados de acordo com o exposto no Quadro A.1 que apresenta, igualmente, as expressões das variâncias.

Conhecendo-se a forma de determinar a dispersão das grandezas de entrada, x_i , independentemente de resultarem de abordagens de acordo com o método do tipo A ou do tipo B, a etapa seguinte consiste em estabelecer a forma como estas se combinam, conduzindo à determinação da incerteza de medição da grandeza de saída, y .

O método utilizado no GUM recorre ao desenvolvimento em série de Taylor para obter a LPI.

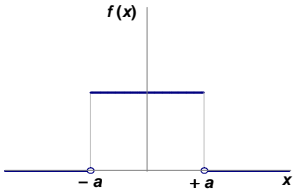
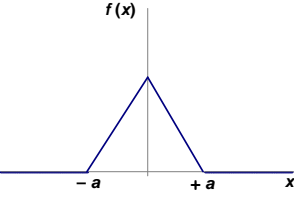
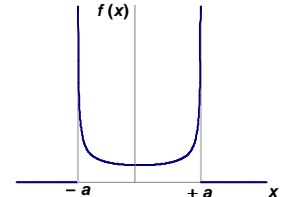
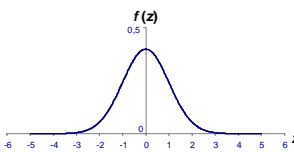
Considerando que o modelo matemático admite as estimativas x_i de N grandezas de entrada X_i , para as quais existem valores esperados (μ_1, \dots, μ_N) , o desenvolvimento em série de Taylor de 1ª ordem em torno de μ_i conduz a:

$$y = f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N) + \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot (x_i - \mu_i) + r_2(x_i) \quad (\text{A.7})$$

sendo exacto apenas para modelos matemáticos lineares⁷. Na expressão anterior, $f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N)$ representa o valor esperado μ_y , da mensuranda y e r_2 representa o resto de 2ª ordem do desenvolvimento em série de Taylor.

⁷ Modelos matemáticos que não sejam fortemente não-lineares podem admitir a aplicação desta expressão enquanto aproximação ou, em alternativa, poder-se-ão incorporar termos do desenvolvimento de ordem superior, notando-se que estes introduzem um aumento significativo do grau de complexidade.

Quadro A.1: Distribuições de probabilidade, limites de variação e expressões da variância.

Denominação do tipo	Configuração característica	Limites de variação	Expressão da variância
Uniforme (centrada)		$\pm a$	$\frac{a^2}{3}$
Triangular (centrada)		$\pm a$	$\frac{a^2}{6}$
Configuração U ou arcoseno (centrada)		$\pm a$	$\frac{a^2}{2}$
Gaussiana normalizada		$\pm s$	s^2

Sabendo que, $\mu_y = f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N)$, a expressão anterior adquire a forma,

$$y - \mu_y = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot (x_i - \mu_i) + r_2(x_i) \quad (\text{A.8})$$

cujo primeiro termo é uma componente da definição de variância aplicado à grandeza de saída, y , permitindo estabelecer a relação seguinte:

$$s_y^2 = \hat{\sigma}_y^2 = E \left[(y - \mu_y)^2 \right] = E \left[\left(\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot (x_i - \mu_i) \right)^2 \right]. \quad (\text{A.9})$$

Utilizando as propriedades do “valor esperado”, E , é obtida a expressão genérica da LPI:

$$s^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot E[(x_i - \mu_i)^2] + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right) \cdot E[(x_i - \mu_i) \cdot (x_j - \mu_j)] \quad (\text{A.10})$$

que, na sua formulação exposta no GUM [2], substitui os termos $s^2(y)$ por $u^2(y)$, reportando-se à incerteza de medição (“ u ” de “*uncertainty*”) e apresenta a simbologia convencional para representar as variâncias e covariâncias

$$u^2(y) = s^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot s_i^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right) \cdot s_{ij} \quad (\text{A.11})$$

No GUM as derivadas parciais são designadas por “coeficientes de sensibilidade”, representando-os por c_i apresentando-se, por essa razão, uma expressão alternativa para a LPI, que é a mais conhecida,

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i \cdot c_j \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j) \quad (\text{A.12})$$

onde r_{ij} representa o coeficiente de correlação para o par de variáveis x_i e x_j .

A expressão anterior é simplificável quando não existe ou não é significativa a correlação entre os pares de grandezas de entrada, resultando:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 \cdot u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (\text{A.13})$$

As expressões (A.12) e (A.13) determinam o valor da incerteza de medição padrão nas condições apresentadas.

O conhecimento do resultado da aplicação da LPI permite partir para a etapa seguinte da fase cálculo: a avaliação da incerteza de medição expandida. Esta avaliação parte do pressuposto (inerente ao GUM) de aplicabilidade do Teorema do Limite Central, estipulando que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída, y , possui uma configuração do tipo gaussiana. Sendo assim, a incerteza de medição expandida, $U_p(y)$, resulta do produto da *incerteza de medição padrão*, $u_c(y)$, por um *factor de expansão*, k_p , que é função do intervalo de confiança pretendido,

$$U_p(y) = k_p \cdot u_c(y) \quad (\text{A.14})$$

Nos casos em que a dimensão da amostra permita, de facto, aceitar este pressuposto, então, a incerteza de medição padrão obtida usando a LPI equivale a um desvio-padrão experimental que, de acordo com esta distribuição, representa um intervalo de confiança da ordem de 68%. A sua expansão para um intervalo de confiança de 95 % implica que se multiplique este valor por um *factor de expansão* conhecido que é igual a 2,00,

$$U_{95}(y) = k_{95} \cdot u_c(y) = 2,00 \cdot u_c(y). \quad (\text{A.15})$$

Contudo, grande parte das medições não dispõe de amostras com dimensão suficientemente grande para que se possa considerar apropriada a aplicação do Teorema do Limite Central. É, portanto, necessário recorrer a uma abordagem alternativa aplicável nestes casos (recomendada num dos anexos do GUM⁸) baseada na distribuição de probabilidade *t*-Student.

Neste caso, a relação (A.14) é substituída por outra,

$$U_p(y) = t_p(\nu) \cdot u_c(y) \quad (\text{A.16})$$

em que o *factor de expansão* é, $t_p(\nu)$, depende do número de graus de liberdade efectivos, ν ou ν_{ef} , da grandeza de saída.

A obtenção deste factor resulta da aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite [7, 8],

$$\nu_{\text{ef}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}}, \quad (\text{A.17})$$

contendo no numerador uma potência de 4ª ordem da incerteza de medição padrão da grandeza de saída e no denominador os rácios das diversas potências de 4ª ordem das contribuições para a incerteza divididas pelos números de graus de liberdade respectivos.

⁸ O GUM [2] refere que “reconhecendo a dificuldade de confirmar experimentalmente a presunção de aplicabilidade da distribuição gaussiana aos casos reais, apontam-se circunstâncias em que esta adequação se pode assumir, designadamente, quando os casos de aplicação possuem, pelo menos, 3 componentes distintas de incerteza, com distribuições de probabilidade bem comportadas e provenientes de grandezas independentes, por exemplo, distribuições normais e distribuições uniformes, contribuindo para a estimativa da incerteza de medição padrão com quantidades comparáveis. Nessas circunstâncias (e considerando que as amostras que as suportam também o permitem), admite-se que se está no âmbito de validade do Teorema do Limite Central e, conseqüentemente, que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída (mensuranda) é, com elevado grau de aproximação, do tipo gaussiana. Do mesmo modo, considera-se que este critério é atingido se nenhuma das componentes de incerteza obtidas por um método do tipo A for baseada numa amostra inferior a 10 observações”.

Para completar a exposição acerca deste processo de avaliação da incerteza de medição expandida resta indicar a forma como se obtêm os elementos do denominador.

Relativamente às componentes contributivas da incerteza de medição, elas são determinadas conforme se descreveu na expressão (A.13) anterior,

$$u_i^2(y) = c_i^2 \cdot u^2(x_i). \quad (\text{A.18})$$

Quanto ao número de graus de liberdade relativo a cada grandeza de entrada, determina-se consoante a componente de incerteza é obtida pelo método do tipo A ou pelo método do tipo B conforme se expõe a seguir:

- *no caso de componentes de incerteza do tipo A, essa avaliação é directa, uma vez que, sendo a dimensão da sua amostra constituída por n observações, o número de graus de liberdade, ν_i , corresponde a (n-1) valores independentes (considerando que $n > 1$);*
- *no caso de componentes de incerteza do tipo B é utilizada uma expressão exposta no GUM que visa relacionar o número de graus de liberdade com o grau de fiabilidade da informação utilizada⁹:*

$$\nu_i = \frac{1}{2} \cdot \left[\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2}. \quad (\text{A.19})$$

A relação estabelecida entre o número de graus de liberdade efectivos e o *factor de expansão t-Student* é apresentada sob a forma de Quadro, como o que se apresenta em seguida.

Quadro A.2: Determinação do factor de expansão a partir do número de graus de liberdade efectivos (para um intervalo de confiança de 95%).

ν_{ef}	k_p	ν_{ef}	k_p	ν_{ef}	k_p	ν_{ef}	k_p
1	13,97	8	2,37	15	2,18	30	2,09
2	4,53	9	2,32	16	2,17	35	2,07
3	3,31	10	2,28	17	2,16	40	2,06
4	2,87	11	2,25	18	2,15	45	2,06
5	2,65	12	2,23	19	2,14	50	2,05
6	2,52	13	2,21	20	2,13	> 50	2,00
7	2,43	14	2,20	25	2,11		

⁹ Considerando que se exprime o *grau de fiabilidade* por, R , então, $R=1-[\Delta u(x_i)/u(x_i)]$, onde $\Delta u(x_i)$ representa a estimativa da percentagem de “incerteza” inerente ao valor limite atribuído à incerteza de medição, $u(x_i)$. Um exemplo: considerando que o rácio $\Delta u(x_i)/u(x_i)$ é igual a 0,1 (i.e., 10%), o *grau de fiabilidade* da informação corresponde a 0,9 (ou seja, admite-se que se dispõe de um intervalo de confiança de 90% das possibilidades) e, conseqüentemente, $\nu_i = \frac{1}{2} \cdot [0,1]^{-2} = 50$ graus de liberdade.

A.4 Tabela de Balanço de Incertezas de Medição

O procedimento de avaliação de incertezas de medição é sintetizado em Quadros designados por “*Tabelas de Balanço de Incertezas de Medição*”, de acordo com duas abordagens tipo: uma, aplicável quando é válida a aproximação gaussiana; outra, aplicável quando se utiliza a distribuição *t*-Student.

Na primeira, quando é válida a aplicação da distribuição gaussiana, a *Tabela de Balanço de Incertezas de Medição* tem a forma que se apresenta no Quadro A.3. Neste caso, a incerteza de medição expandida é obtida usando a expressão (A.15).

Quadro A.3: Tabela de balanço de incertezas de medição (distribuição gaussiana).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$
X_1	x_1	$u(x_1)$	c_1	$u_1(y)$
X_2	x_2	$u(x_2)$	c_2	$u_2(y)$
...
X_N	x_N	$u(x_N)$	c_N	$u_N(y)$
Y	y			$u_c(y)$

Na segunda, quando é válida a aplicação da distribuição de probabilidade *t*-Student, sendo necessário incluir no Quadro anterior um conjunto de células adicionais, incluindo uma coluna contendo o número de graus de liberdade relativos a cada componente de incerteza associada a grandezas de entrada e o acréscimo de informação requerido para se determinar o *factor de expansão*, resultando a Tabela de Balanço de Incertezas de Medição seguinte.

Quadro A.4: Tabela de balanço de incertezas de medição (distribuição t-Student).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
X_1	x_1	$u(x_1)$	c_1	$u_1(y)$	ν_1
X_2	x_2	$u(x_2)$	c_2	$u_2(y)$	ν_2
...
X_N	x_N	$u(x_N)$	c_N	$u_N(y)$	ν_N
		Incerteza de medição padrão		$u_c(y)$	
		Graus de liberdade efectivos			ν_{ef}
Y	y	Factor de expansão			$t_p(\nu_{ef})$
		Incerteza de medição expandida		$U_p(y)$	

