



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

RESERVADO

**REAVLIAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÃO
NA UNIDADE DE PAVIMENTOS E MATERIAIS PARA
INFRAESTRUTURAS DE TRANSPORTES DO LNEC –
ENSAIOS E METROLOGIA**

**Ensaios de misturas betuminosas – Determinação da
percentagem de betume**



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

REAVLIAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÃO NA UNIDADE DE PAVIMENTOS E MATERIAIS PARA INFRAESTRUTURAS DE TRANSPORTES DO LNEC – ENSAIOS E METROLOGIA

Ensaios de misturas betuminosas – Determinação da percentagem de betume

Estudo realizado por solicitação
do Departamento de Transportes do LNEC

Lisboa • agosto 2022

OAC&T INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 258/2022 – **CIC/NQM**

Título

REAValiação DAS INCERTeZAS DE MEdição NA UNIDADE DE PAVIMENTOS E MATERIAIS PARA INFRAESTRUTURAS DE TRANSPORTES DO LNEC – ENSAIOS E METROLOGIA

Ensaio de misturas betuminosas – Determinação da percentagem de betume

Autoria

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

Luís Filipe Lages Martins

Investigador Auxiliar, Núcleo de Qualidade Metrológica

Álvaro Silva Ribeiro

Investigador Auxiliar, Chefe do Núcleo de Qualidade Metrológica

Copyright © LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I. P.

AV DO BRASIL 101 • 1700-066 LISBOA

e-mail: lnec@lnec.pt

www.lnec.pt

Relatório 258/2022

Proc. 0702/1301/12711, 0904/1301/1271102

REAVLIAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÃO NA UNIDADE DE PAVIMENTOS E MATERIAIS PARA INFRAESTRUTURAS DE TRANSPORTES DO LNEC – ENSAIOS E METROLOGIA

Ensaio de misturas betuminosas – Determinação da percentagem de betume

Resumo

Este relatório descreve o processo de reavaliação das incertezas de medição no ensaio de misturas betuminosas – determinação da percentagem de betume, realizado pela Unidade de Pavimentos e Materiais para Infraestruturas de Transportes do LNEC – Ensaios e Metrologia (UPAVMAT / LNEC-EM). O presente documento contém uma descrição sumária do ensaio estudado, apresentando o correspondente balanço das incertezas de medição obtido com base na aplicação do método GUM.

Palavras-chave: Incerteza de medição / Percentagem de betume / Mistura betuminosa / Pavimento / Transportes

RE-EVALUATION OF MEASUREMENT UNCERTAINTIES AT THE PAVEMENTS AND MATERIALS FOR TRANSPORT INFRASTRUCTURES LABORATORY OF LNEC – TESTING AND METROLOGY

Bituminous mixtures testing – Determination of the bitumen content

Abstract

This report describes the revision of the measurement uncertainty procedure of measurement in bituminous mixture testing – determination of the bitumen content, performed by the Pavements and Materials for Transport Infrastructures Laboratory of LNEC – Testing and Metrology (UPAVMAT / LNEC-EM). This document contains a brief description of the studied test, presenting the corresponding measurement uncertainty budget obtained by the GUM method.

Keywords: Measurement uncertainty / Bitumen content / Bituminous mixture / Pavement / Transport

Índice

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Introdução | 1 |
| 2 | Ensaio de determinação da percentagem de betume | 3 |
| 2.1 | Descrição sumária | 3 |
| 2.2 | Relações e diagramas funcionais | 6 |
| 2.3 | Balanço de incertezas de medição | 7 |
| 2.3.1 | Estágio inicial | 7 |
| 2.3.2 | Estágio intermédio | 10 |
| 2.3.3 | Estágio final..... | 13 |
| 3 | Considerações finais | 15 |
| | Referências bibliográficas | 16 |
| | ANEXO | 17 |

Índice de figuras

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 – Equipamento de centrifugação utilizado pela UPAVMAT | 3 |
| Figura 2.2 – Representação esquemática do procedimento de ensaio para a determinação da percentagem de betume pelo método da centrifugação | 4 |
| Figura 2.3 – Forno de incineração da UPAVMAT | 5 |
| Figura 2.4 – Diagrama funcional da grandeza percentagem de betume | 7 |
| Figura 2.5 – Impacto do critério de massa constante na incerteza de medição da percentagem de betume | 14 |

Índice de quadros

| | |
|---|----|
| Quadro 2.1 – Formulação probabilística da grandeza volume total de solução captada por centrifugação..... | 8 |
| Quadro 2.2 – Formulação probabilística da grandeza volume da solução captada | 8 |
| Quadro 2.3 – Formulação probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem com a identificação 0702_003-1 | 9 |
| Quadro 2.4 – Formulação probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem com a identificação 0702_006-1 | 9 |
| Quadro 2.5 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa das cinzas no volume da solução captada para efeito de quantificação de matéria mineral num ensaio tipo (amostra #1).. | 10 |
| Quadro 2.6 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de agregado após extração do betume por centrifugação num ensaio tipo (amostra #1) | 11 |
| Quadro 2.7 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa seca do provete num ensaio tipo (amostra #1)..... | 11 |
| Quadro 2.8 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa total de cinzas após processo de separação da matéria mineral num ensaio tipo (amostra #1) | 12 |
| Quadro 2.9 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de agregado e cinzas num ensaio tipo (amostra #1) | 12 |
| Quadro 2.10 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de betume num ensaio tipo (amostra #1)..... | 13 |
| Quadro 2.11 – Balanço da incerteza de medição da grandeza percentagem de betume num ensaio tipo (amostra #1) | 13 |
| Quadro 2.12 – Estimativas e incertezas de medição obtidos para diferentes amostras ensaiadas..... | 14 |
| Quadro A.1 – Dados de referência de entrada do ensaio de determinação da percentagem de betume na UPAVMAT | 19 |
| Quadro A.2 – Dados de referência de saída do ensaio de determinação da percentagem de betume na UPAVMAT | 19 |

1 | Introdução

No Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC) coexistem diversas Unidades Operativas que desenvolvem uma significativa atividade experimental enquadrada num Sistema de Gestão da Qualidade comum e dedicado, suportado por uma estrutura organizacional interna designada por LNEC – Ensaios e Metrologia (LNEC-EM). Os ensaios laboratoriais desenvolvidos pelas Unidades Operativas do LNEC-EM incorporam, na sua maioria, a medição de grandezas e, conseqüentemente, os requisitos da qualidade para a expressão dos resultados dessa medição, ou seja, das suas estimativas e respetivas incertezas associadas.

O Núcleo de Qualidade Metrológica (NQM), inserido no Centro de Instrumentação Científica, é um setor do LNEC com competências apropriadas para promover estudos de caracterização metrológica, quer relacionados com métodos de ensaio e de calibração, quer com os instrumentos e sistemas de medição. A colaboração do NQM com outros setores do LNEC é traduzida na concretização deste tipo de estudos, com particular destaque para a avaliação das incertezas de medição associadas às grandezas (de entrada, intermédias e de saída) medidas em ensaios realizados pelas Unidades Operativas do LNEC-EM.

O presente estudo exemplifica um destes casos, relacionado com o ensaio de misturas betuminosas – determinação da percentagem de betume – realizado pela Unidade de Pavimentos e Materiais para Infraestruturas de Transportes (UPAVMAT), constituindo uma resposta à solicitação efetuada pelo Núcleo de Infraestruturas de Transportes do Departamento de Transportes do LNEC.

Tratando-se de uma Unidade Operativa integrada no Sistema de Gestão da Qualidade do LNEC-EM, este estudo permite, também, cumprir um requisito normativo importante que decorre da aplicação da norma de referência (NP EN ISO/IEC 17025), que indica o conjunto de requisitos gerais de competência que os laboratórios de ensaio e calibração 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 suportar a avaliação de conformidade dos materiais ensaiados. Em acréscimo, permite a comparação entre medições obtidas em ensaios laboratoriais realizados por outras entidades, por exemplo, em ensaios de aptidão e de comparação interlaboratorial.

Neste documento é descrito o processo de avaliação das incertezas de medição no ensaio de determinação da percentagem de betume (pelo método da centrifugação) em misturas betuminosas, com base na atividade laboratorial desenvolvida pela UPAVMAT no âmbito da caracterização experimental de materiais utilizados na pavimentação de infraestruturas rodoviárias e aeroportuárias. Embora este ensaio tenha sido anteriormente estudado pelo NQM (Lages Martins; Silva Ribeiro; 2009), a motivação para a reavaliação solicitada decorre da necessidade da atualização da formulação

probabilística das componentes de incerteza de medição, tendo em conta a capacidade experimental atual da UPAVMAT e a evolução do enquadramento normativo entretanto ocorrida.

O Capítulo 2 deste documento apresenta uma descrição sumária do ensaio estudado no que se refere ao seu objetivo, método e procedimento de ensaio adotado. Menciona, igualmente, o conjunto de relações funcionais que se estabelecem entre as várias grandezas de entrada e saída envolvidas, bem como a formulação probabilística que conduz à elaboração dos respetivos quadros de balanço de incertezas de medição pelo método GUM (JCGM 100; 2008), atendendo à reduzida não linearidade associada aos modelos matemáticos representativos dos processos de medição. O Capítulo 3 é dedicado às considerações finais, encontrando-se em Anexo os dados de referência relativos às grandezas de entrada e de saída do modelo matemático associado ao ensaio, para apoio à validação de ferramentas computacionais de cálculo da incerteza de medição da percentagem de betume.

2 | Ensaio de determinação da percentagem de betume

2.1 Descrição sumária

O ensaio estudado tem por objetivo a determinação da grandeza percentagem de betume associada a uma mistura betuminosa¹, constituindo um dos vários ensaios experimentais realizados pela UPAVMAT no âmbito da sua atividade laboratorial de caracterização de materiais utilizados na pavimentação de infraestruturas rodoviárias e aeroportuárias.

A norma de ensaio vigente (EN 12697-1; 2020) expõe um conjunto de métodos de ensaio visando a determinação da percentagem de betume em misturas betuminosas entre os quais o método de centrifugação (Anexo B: B.1.5), adotado pela UPAVMAT na concretização experimental deste ensaio. Como a sua designação sugere, este método de ensaio é suportado na utilização de um equipamento de centrifugação (*vide* Figura 2.1) que promove a remoção do betume presente na amostra ensaiada, sujeita à ação química de um solvente.



Figura 2.1 – Equipamento de centrifugação utilizado pela UPAVMAT

A realização do ensaio em estudo é antecedida pela fase preliminar de preparação de provetes de ensaio, composta pelo seguinte conjunto de ações sequenciais:

1. Caso exista dificuldade em desagregar a amostra, pode proceder-se ao aquecimento da amostra de mistura betuminosa numa estufa durante um período não superior a quatro horas; esta ação visa diminuir a resistência da amostra à sua posterior descompactação; salienta-se que, em alguns casos, a temperatura não deve ultrapassar os 85 °C, de modo a evitar uma alteração significativa da amostra laboratorial;
2. descompactação da amostra, ou seja, a separação das partículas de agregado aglomeradas pelo betume que constituem a mistura betuminosa;

¹ Constituída por partículas de agregado (material granular de origem natural, artificial ou reciclado) aglomeradas por um ligante betuminoso (cujo constituinte principal, o betume, é um hidrocarboneto derivado do petróleo bruto).

3. determinação da dimensão máxima de agregado que constitui a amostra de mistura betuminosa, com recurso a peneiros se necessário; note-se que existe uma relação normativa estabelecida entre a dimensão máxima de agregado e a massa mínima do provete de ensaio;
4. redução da amostra laboratorial, por exemplo, pelo método de esquartelamento, tendo por objetivo a diminuição da sua massa para valores mais próximos dos necessários à formação de um provete de ensaio; e
5. formação de um provete de ensaio de acordo com o valor mínimo da massa determinado pelos resultados do ensaio de peneiração referido no ponto 3.

Finalizada a fase de preparação do provete, é possível proceder à realização do ensaio de determinação da percentagem de betume, no caso da UPAVMAT, pelo método de centrifugação. O procedimento de ensaio adotado é suportado na norma de ensaio vigente (EN 12697-1; 2020), no qual se identificam diversas etapas descritas em seguida e ilustradas de forma esquemática na Figura 2.2.

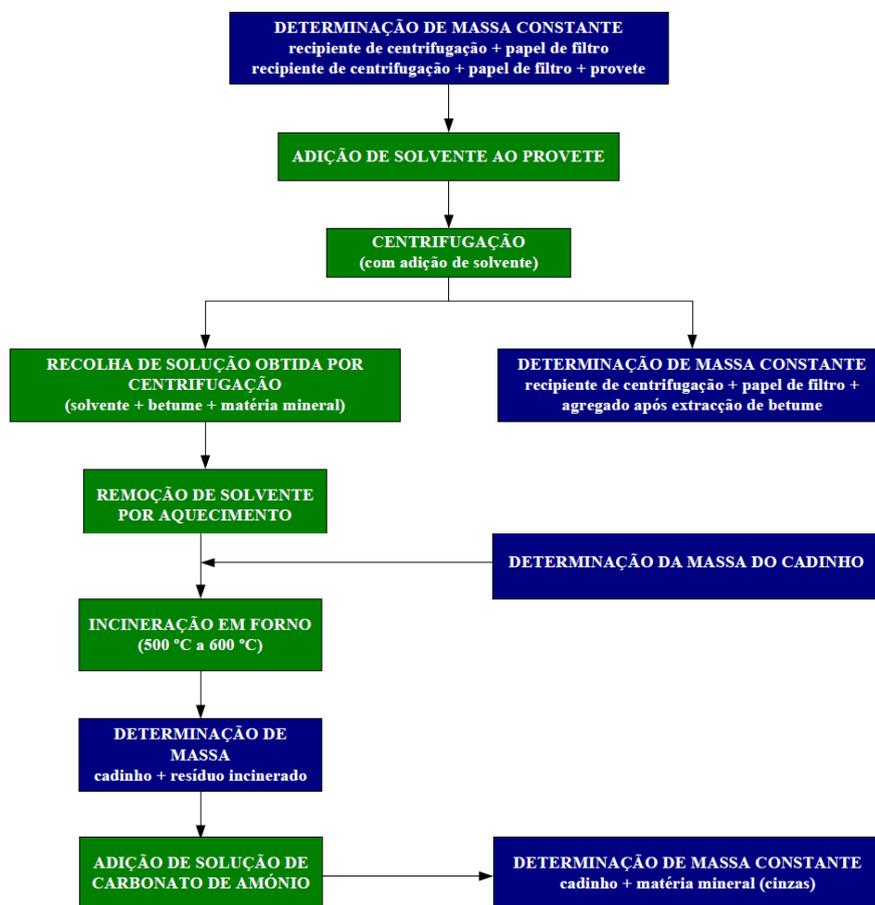


Figura 2.2 – Representação esquemática do procedimento de ensaio para a determinação da percentagem de betume pelo método da centrifugação

A fase inicial do ensaio compreende a determinação da massa do conjunto formado pelos elementos recipiente de centrifugação e papel de filtro, bem como, do mesmo conjunto acrescido do provete de ensaio. Ambas as medições citadas devem ser realizadas em situação de massa constante que,

segundo a norma de ensaio (EN 12697-1; 2020), é determinada pela realização de pesagens sucessivas em intervalos não inferiores a uma hora que revelem diferenças relativas inferiores a 0,10%.

Obtidas as estimativas destas duas mensurandas de interesse, o provete de ensaio colocado no interior do recipiente de centrifugação é completamente submerso num solvente (a UPAVMAT recorre à utilização do tolueno como substância solvente) durante um período de tempo inferior a uma hora. Esta etapa tem por objetivo promover, por ação química, a separação do betume que envolve as partículas de agregado que constituem o provete de ensaio.

A centrifugação do provete decorre a uma velocidade de rotação não superior a 3600 rotações por minuto promovendo-se, durante este processo, a adição sucessiva de solvente (aproximadamente 200 mL) até se constatar qualitativamente que a solução captada por centrifugação (contendo betume, solvente e matéria mineral) se apresenta quase incolor indicando, deste modo, a finalização do processo de extração do betume que envolve as partículas de agregado que constituem o provete de ensaio. Posteriormente, é efetuada a determinação da massa do conjunto recipiente de centrifugação, filtro e agregado após extração do betume (em situação de massa constante), bem como do volume total da solução captada durante o processo de centrifugação.

A determinação da mensuranda designada por percentagem de betume associada ao provete ensaiado, implica a quantificação da matéria mineral presente na solução captada no processo de centrifugação. Neste sentido, é promovida a recolha de 100 mL desta solução para o interior de um cadinho cerâmico cuja massa é previamente conhecida. A remoção do solvente presente na solução é efetuada por via de evaporação mediante o aquecimento do cadinho em banho de vapor ou placa elétrica.

O resíduo obtido por este processo térmico – mistura de betume e matéria mineral – é sujeito a incineração num forno (*vide* Figura 2.3) a uma temperatura elevada de cerca de 550 °C , tendo por objetivo a eliminação do betume. Finalizada a operação de incineração, é realizado o arrefecimento do cadinho até temperatura ambiente ao que se segue a determinação da massa do conjunto cadinho e resíduo incinerado.



Figura 2.3 – Forno de incineração da UPAVMAT

O processo de quantificação mineral é finalizado com a adição de 5 mL de solução saturada de carbonato de amónia por grama de resíduo incinerado, visando a recuperação do material mineral perdido na incineração. Após um período de uma hora, é efetuada a determinação da massa do conjunto formado pelo cadinho e matéria mineral (cinzas) em situação de massa constante.

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

2.2 Relações e diagramas funcionais

A grandeza percentagem de betume, S , exprime o rácio entre a grandeza massa de betume, M_b , e a massa seca do provete ensaiado, M , sendo habitualmente expressa em valor percentual,

$$S = \frac{M_b}{M} \times 100. \quad (1)$$

As grandezas de entrada presentes no modelo matemático apresentado são obtidas por via indireta, conforme descrito em seguida.

A grandeza massa de betume é determinada com base na quantificação das grandezas massa seca do provete ensaiado e massa do agregado e cinzas, M_{ag+cin} , mediante a expressão

$$M_b = M - M_{ag+cin}. \quad (2)$$

Por sua vez, a massa seca do provete ensaiado é conhecida previamente à realização do processo de centrifugação mediante a medição da massa do conjunto recipiente de centrifugação e filtro, M_{r+f} , e da massa do mesmo conjunto acrescido do provete de ensaio, M_{r+f+p} , ambas em situação de massa constante, permitindo escrever

$$M = M_{r+f+p} - M_{r+f}. \quad (3)$$

No que respeita à massa de agregado e cinzas, esta grandeza corresponde à soma da massa do agregado após extração do betume por centrifugação, M_1 , com a massa total de cinzas obtidas com o processo de separação da matéria mineral, M_2 , isto é,

$$M_{ag+cin} = M_1 + M_2. \quad (4)$$

No caso da grandeza massa do agregado após extração de betume por centrifugação, a sua quantificação decorre do modelo matemático

$$M_1 = M_{r+f+ag} - M_{r+f}. \quad (5)$$

onde M_{r+f+ag} e M_{r+f} correspondem, respetivamente, à massa do conjunto recipiente de centrifugação, filtro e agregado após extração de betume por centrifugação e à massa do conjunto recipiente de centrifugação e filtro.

A massa total de cinzas é determinada por via indireta mediante o conhecimento das grandezas volume total da solução captada por centrifugação, V_1 , volume da solução captada utilizada no âmbito do

processo de separação da matéria mineral, V_3 , e a massa das cinzas presentes neste último volume, M_{cin} . O respetivo modelo matemático corresponde a

$$M_2 = \frac{M_{cin} \times V_1}{V_3} \quad (6)$$

Neste modelo, apenas a grandeza M_{cin} é obtida por via indireta, com base na diferença algébrica entre as grandezas de entrada massa do conjunto cadinho e cinzas em situação de massa constante, $M_{cad+cin}$, e a massa do cadinho utilizado no processo experimental de recuperação das cinzas, M_{cad} , ou seja,

$$M_{cin} = M_{cad+cin} - M_{cad} \quad (7)$$

Com o intuito de facilitar a compreensão das relações funcionais mencionadas anteriormente, a Figura 2.4 apresenta o respetivo diagrama funcional associado à definição da mensuranda de interesse percentagem de betume.

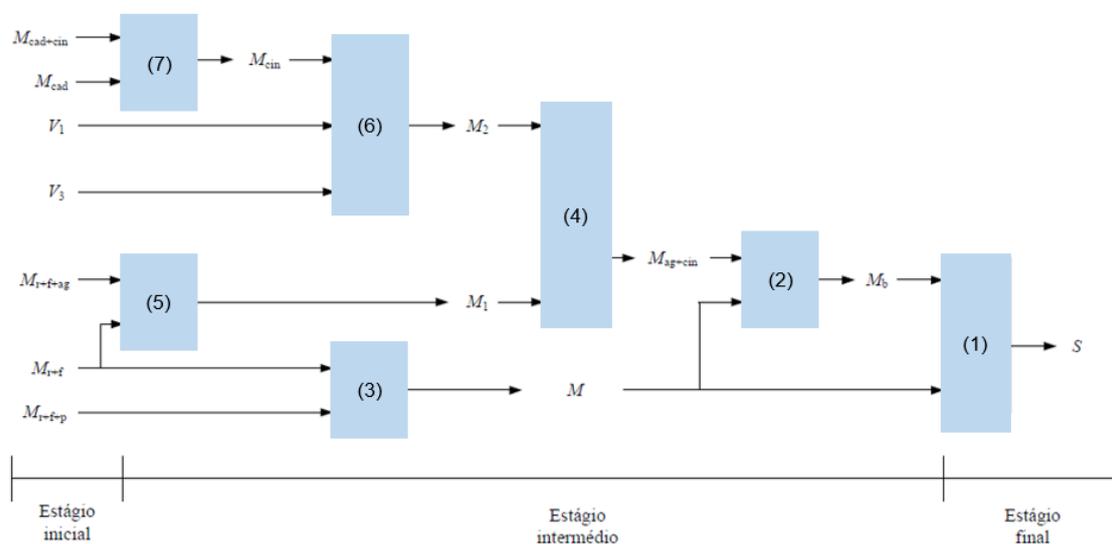


Figura 2.4 – Diagrama funcional da grandeza percentagem de betume

Nesta representação esquemática é possível identificar a existência de três estágios – inicial, intermédio e final – na propagação das incertezas de medição envolvendo, respetivamente, grandezas de entrada, intermédias e, por último, a grandeza de saída.

2.3 Balanço de incertezas de medição

2.3.1 Estágio inicial

No conjunto de grandezas de entrada identificadas no estágio inicial definido na Figura 2.4, é possível distinguir dois grupos de grandezas consoante o domínio – massa ou volume – a que pertencem.

No domínio do volume, a medição da mensuranda volume total de solução captada por centrifugação, resulta da utilização de um gobelet graduado com capacidade de 5 L e uma divisão de 500 mL. Atendendo a esta última característica metrológica do instrumento de medição volumétrica em análise, constatou-se que as medições efetuadas pelo operador do ensaio consistem na medição com escala

graduada (divisão de 1 mm) da posição do nível da solução entre dois traços de referência do gobelet, efetuando uma interpolação da escala graduada proporcional ao volume correspondente à distância entre esses dois traços de referência (500 mL correspondendo a cerca de 24 mm), assumindo um desvio máximo de 1 mm na medição, aproximadamente 1/24 do valor da divisão do gobelet, ou seja, cerca de 21 mL. O Quadro 2.1 resume a formulação probabilística adotada para esta componente de incerteza, considerada dominante face às restantes (calibração do gobelet, por exemplo).

Quadro 2.1 – Formulação probabilística da grandeza volume total de solução captada por centrifugação

| Componente de incerteza | Fonte de incerteza | Distribuição de probabilidade | Incerteza padrão de medição | Graus de liberdade |
|-------------------------|---|-------------------------------|--|--------------------|
| δV_1 | Interpolação da escala volumétrica graduada | Uniforme | $\frac{0,5 \times 21 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 6,1 \text{ mL}$ | 50 |

No que respeita à grandeza volume de solução captada para efeito de quantificação da matéria mineral, a sua medição é efetuada mediante o recurso a uma proveta graduada de 100 mL (com divisão igual a 1 mL). As respetivas componentes de incerteza identificadas correspondem a:

- exatidão da proveta de 100 mL – a formulação probabilística desta componente de incerteza é suportada na adoção de uma distribuição de probabilidade normal com uma incerteza de medição padrão igual a 0,5 mL, a qual abrange a contribuição da observação visual da escala;
- efeito de contração / expansão térmica – a medição volumétrica em análise decorre numa sala laboratorial com temperatura compreendida, aproximadamente, no intervalo $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, esta componente de incerteza é quantificada admitindo uma variação da temperatura ambiente de $10 \text{ }^\circ\text{C}$ e um coeficiente de contração / expansão térmica volumétrica do tolueno igual a $1,07 \text{ mL}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$.

O Quadro 2.2 resume a formulação probabilística associada às componentes de incerteza da medição do volume de solução captada para efeito de quantificação da matéria mineral.

Quadro 2.2 – Formulação probabilística da grandeza volume da solução captada

| Componente de incerteza | Fonte de incerteza | Distribuição de probabilidade | Incerteza padrão de medição | Graus de liberdade |
|-----------------------------|---|-------------------------------|---|--------------------|
| $\delta V_{3 \text{ exa}}$ | Exatidão da proveta graduada | Normal | 0,5 mL | 50 |
| $\delta V_{3 \text{ temp}}$ | Contração / expansão térmica volumétrica do tolueno | Uniforme | $\frac{0,5 \cdot 10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot 1,07 \text{ mL}\cdot^\circ\text{C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 3,1 \text{ mL}$ | 50 |

No domínio da massa, a utilização de instrumentos de pesagem diferenciados, consoante a mensuranda de interesse a determinar, conduz a formulações probabilísticas distintas. No caso da medição das grandezas massa do conjunto cadinho e cinzas e massa do cadinho, o instrumento de pesagem utilizado (com a identificação 0702_003-1) apresenta um alcance de 200 g e uma resolução de 0,1 mg enquanto que, para as restantes grandezas (massa do conjunto recipiente de centrifugação e filtro, do conjunto recipiente de centrifugação, filtro e provete de ensaio ou do conjunto recipiente de

centrifugação, filtro e agregado) se recorre a um instrumento de pesagem (com a identificação 0702_006-1) com um alcance de 6,1 kg e uma resolução de 0,1 g.

Os Quadros 2.3 e 2.4 apresentam as respetivas componentes de incerteza de medição identificadas para os dois instrumentos de pesagem utilizados no contexto da realização do ensaio de determinação da percentagem de betume de misturas betuminosas, bem como as restantes componentes de incerteza identificadas na vertente do método de ensaio adotado, nomeadamente, o arredondamento imposto pela norma de ensaio, a estabilidade (a curto prazo) decorrente da definição de situação de massa constante² e a realização do zero do instrumento de pesagem previamente à realização da medição.

Quadro 2.3 – Formulação probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem com a identificação 0702_003-1

| Componente de incerteza | Fonte de incerteza | Distribuição de probabilidade | Incerteza padrão de medição | Graus de liberdade |
|-------------------------|--|-------------------------------|--|--------------------|
| δM_{cal} | Calibração do instrumento de pesagem | Normal | 0,000 17 g | 64 |
| δM_{dev} | Desvios sistemáticos do instrumento de pesagem | Uniforme | $\frac{0,000\ 2\ g}{\sqrt{3}} = 0,000\ 12\ g$ | 50 |
| δM_{der} | Deriva instrumental (desvio prévio) | Triangular | $\frac{0,000\ 3\ g}{\sqrt{6}} = 0,000\ 12\ g$ | 50 |
| δM_{zer} | Zero do instrumento de pesagem | Uniforme | $\frac{0,000\ 05\ g}{\sqrt{3}} = 0,000\ 03\ g$ | 50 |
| δM_{arred} | Arredondamento normativo da medição | Uniforme | $\frac{0,000\ 5\ g}{\sqrt{3}} = 0,000\ 29\ g$ | 50 |
| δM_{est} | Estabilidade (massa constante) | Uniforme | $\frac{0,0002 \cdot M}{\sqrt{3}} = 0,000\ 11 \cdot M\ g$ | 50 |

Quadro 2.4 – Formulação probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem com a identificação 0702_006-1

| Componente de incerteza | Fonte de incerteza | Distribuição de probabilidade | Incerteza padrão de medição | Graus de liberdade |
|-------------------------|--|-------------------------------|--|--------------------|
| δM_{cal} | Calibração do instrumento de pesagem | Normal | 0,045 g | 63 |
| δM_{dev} | Desvios sistemáticos do instrumento de pesagem | Uniforme | $\frac{0,1\ g}{\sqrt{3}} = 0,058\ g$ | 50 |
| δM_{der} | Deriva instrumental (desvio prévio) | Triangular | $\frac{0,1\ g}{\sqrt{6}} = 0,041\ g$ | 50 |
| δM_{zer} | Zero do instrumento de pesagem | Uniforme | $\frac{0,05\ g}{\sqrt{3}} = 0,029\ g$ | 50 |
| δM_{est} | Estabilidade (massa constante) | Uniforme | $\frac{0,0002 \cdot M}{\sqrt{3}} = 0,000\ 11 \cdot M\ g$ | 50 |

²A prática laboratorial da UPAVMAT é suportada num critério de massa constante (0,02 %) mais exigente do que o valor referido na norma de ensaio (0,10 %).

2.3.2 Estágio intermédio

A propagação das incertezas de medição das grandezas de entrada referidas na secção anterior pelos estágios intermédio e final ilustrados na Figura 2.4 está associada a modelos matemáticos lineares ou de reduzida não-linearidade pelo que, a determinação das incertezas de medição das grandezas intermédia e da grandeza final pode ser realizada adequadamente com recurso à Lei de Propagação de Incertezas (LPI) expressa no GUM (JCGM 100; 2008).

No caso da grandeza massa das cinzas no volume de solução captada para efeito de quantificação da matéria mineral obtida mediante a relação funcional (7), a aplicação da LPI conduz a

$$u^2(M_{cin}) = c_{M_{cad+cin}}^2 \cdot u^2(M_{cad+cin}) + c_{M_{cad}}^2 \cdot u^2(M_{cad}) + 2 \cdot c_{M_{cad+cin}} \cdot c_{M_{cad}} \cdot u(M_{cad+cin}) \cdot u(M_{cad}) \cdot r(M_{cad+cin}, M_{cad}), \quad (8)$$

onde $c_{M_{cad+cin}} = 1$ e $c_{M_{cad}} = -1$.

A expressão anterior inclui um termo representativo da correlação existente entre as duas grandezas de entrada visto que as suas estimativas são obtidas com recurso ao mesmo instrumento de pesagem o que implica, no caso de medição de duas massas, que o coeficiente de correlação possa variar entre zero e um, dada a natureza similar destas duas grandezas. Atendendo ao sinal dos coeficientes de sensibilidade apresentados anteriormente, a majoração do termo de correlação na expressão (8) resulta de se considerar que a correlação entre as das grandezas de entrada é nula. A incerteza de medição padrão combinada da grandeza intermédia em análise pode assim ser escrita como

$$u(M_{cin}) = \sqrt{u^2(M_{cad+cin}) + u^2(M_{cad})}, \quad (9)$$

O Quadro 2.5 apresenta o balanço de incertezas de medição da mensuranda de interesse construída com base na informação probabilística que consta no Quadro 2.3 apresentado na secção precedente e particularizado para um ensaio tipo (referenciado por “amostra #1”).

Quadro 2.5 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa das cinzas no volume da solução captada para efeito de quantificação de matéria mineral num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| $M_{cad+cin}$ | 73,164 g | 0,008 5 g | 1 | 0,008 5 g | 50 |
| M_{cad} | 72,329 g | 0,000 38 g | -1 | 0,000 38 g | 124 |
| M_{cin} | 0,835 g | Incerteza de medição combinada | | 0,008 5 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 50 | |
| | | Fator de expansão | | 2,05 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 0,017 g | |

O raciocínio exposto pode igualmente ser aplicado aos casos das grandezas intermédias massa do agregado após extração de betume por centrifugação,

$$u(M_1) = \sqrt{u^2(M_{r+f+ag}) + u^2(M_{r+f})}, \quad (10)$$

massa do provete ensaiado,

$$u(M) = \sqrt{u^2(M_{r+f+p}) + u^2(M_{r+f})}, \quad (11)$$

e massa de betume

$$u(M_b) = \sqrt{u^2(M) + u^2(M_{ag+cin})}. \quad (12)$$

As expressões obtidas por aplicação da LPI permitem elaborar os Quadros 2.6 e 2.7, constituindo o balanço de incertezas da grandeza massa de agregado após extração de betume por centrifugação e da grandeza massa seca do provete ensaiado, respetivamente.

Quadro 2.6 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de agregado após extração do betume por centrifugação num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| M_{r+f+ag} | 3007,9 g | 0,36 g | 1 | 0,36 g | 56 |
| M_{r+f} | 1943,7 g | 0,24 g | -1 | 0,24 g | 66 |
| M_1 | 1064,2 g | Incerteza de medição combinada | | 0,43 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 100 | |
| | | Fator de expansão | | 2,03 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 0,88 g | |

Quadro 2.7 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa seca do provete num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| M_{r+f+p} | 3090,6 g | 0,37 g | 1 | 0,37 g | 56 |
| M_{r+f} | 1943,7 g | 0,24 g | -1 | 0,24 g | 66 |
| M | 1146,9 g | Incerteza de medição combinada | | 0,44 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 99 | |
| | | Fator de expansão | | 2,03 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 0,89 g | |

Por sua vez, a aplicação da LPI à grandeza intermédia massa total de cinzas após processo de separação da matéria mineral, obtida por via indireta mediante a relação funcional dada pela expressão (6), permite escrever

$$u^2(M_2) = c_{M_{cin}}^2 \cdot u^2(M_{cin}) + c_{V_1}^2 \cdot u^2(V_1) + c_{V_3}^2 \cdot u^2(V_3), \quad (13)$$

onde $C_{M_{cin}} = \frac{V_1}{V_3}$, $C_{V_1} = \frac{M_{cin}}{V_3}$ e $C_{V_3} = -\frac{M_{cin} \cdot V_1}{V_3^2}$.

Esta expressão, em conjunto com a caracterização probabilística presente nos Quadros 2.1, 2.2 e 2.5, permite definir o balanço de incertezas da grandeza massa total de cinzas após processo de separação da matéria mineral apresentada, em seguida, no Quadro 2.8.

Quadro 2.8 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa total de cinzas após processo de separação da matéria mineral num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| V_1 | 3570 mL | 6,1 mL | 0,0084 g·mL ⁻¹ | 0,005 1 g | 50 |
| V_3 | 100 mL | 3,1 mL | -0,298 g·mL ⁻¹ | 0,93 g | 52 |
| M_{cin} | 0,835 g | 0,008 5 g | 35,7 | 0,30 g | 50 |
| M_2 | 29,8 g | Incerteza de medição combinada | | 1,0 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 63 | |
| | | Fator de expansão | | 2,04 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 2,0 g | |

No que respeita à grandeza massa de agregado e cinzas, obtida usando a expressão (4), a aplicação da LPI conduz a

$$u^2(M_{ag+cin}) = c_{M_1}^2 \cdot u^2(M_1) + c_{M_2}^2 \cdot u^2(M_2), \quad (14)$$

onde $c_{M_1} = c_{M_2} = 1$.

A informação que consta nos Quadros 2.6 e 2.8, conjugada com a expressão anterior, permite a elaboração do balanço de incerteza de medição da grandeza massa de agregado e cinzas apresentada no Quadro 2.9.

Quadro 2.9 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de agregado e cinzas num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| M_1 | 1064,2 g | 0,43 g | 1 | 0,43 g | 100 |
| M_2 | 29,8 g | 1,0 g | 1 | 1,0 g | 63 |
| M_{ag+cin} | 1094,0 g | Incerteza de medição combinada | | 1,1 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 87 | |
| | | Fator de expansão | | 2,03 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 2,2 g | |

As incertezas de medição declaradas nos Quadros 2.7 e 2.9 permitem efetuar o balanço da incerteza de medição da grandeza massa de betume, com base na aplicação da expressão (12) apresentada anteriormente. O resultado final obtido consta no Quadro 2.10.

Quadro 2.10 – Balanço da incerteza de medição da grandeza massa de betume num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| M_{ag+cin} | 1094,0 g | 1,1 g | -1 | 1,1 g | 87 |
| M | 1146,9 g | 0,44 g | 1 | 0,44 g | 99 |
| M_b | 52,9 | Incerteza de medição combinada | | 1,2 g | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 115 | |
| | | Fator de expansão | | 2,02 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 2,3 g | |

2.3.3 Estágio final

A formulação probabilística das diversas grandezas de entrada e intermédias que intervêm na quantificação indireta da grandeza percentagem de betume (*vide* Figura 2.4) permite que, por aplicação da LPI ao modelo matemático (1), seja possível determinar a respetiva incerteza de medição mediante

$$u^2(S) = c_{M_b}^2 \cdot u^2(M_b) + c_M^2 \cdot u^2(M), \quad (15)$$

onde $c_{M_b} = \frac{100}{M}$ e $c_M = -\frac{100 \cdot M_b}{M^2}$.

O Quadro 2.1 apresenta o respetivo balanço da incerteza de medição da percentagem de betume resultante da aplicação da expressão (15).

Quadro 2.11 – Balanço da incerteza de medição da grandeza percentagem de betume num ensaio tipo (amostra #1)

| Grandezas de entrada X_i | Estimativas x_i | Incertezas padrão de medição $u(x_i)$ | Coefficientes de sensibilidade c_i | Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$ | Graus de liberdade v_i |
|-------------------------------|----------------------|--|---|---|-----------------------------|
| M_b | 52,9 g | 1,2 g | $0,087 \% \cdot g^{-1}$ | 0,10 % | 115 |
| M | 1146,9 g | 0,44 g | $-0,004 \% \cdot g^{-1}$ | 0,001 8 % | 99 |
| S | 4,6 % | Incerteza de medição combinada | | 0,10 % | |
| | | Graus de liberdade efetivos | | 115 | |
| | | Fator de expansão | | 2,02 | |
| | | Incerteza de medição expandida (95 %) | | 0,20 % | |

A propagação de incertezas de medição descrita anteriormente foi aplicada a outros ensaios tipo realizados pela UPAVMAT (referenciados por amostra #2, #3 e #4), tendo-se obtido os resultados que constam no Quadro 2.12.

Quadro 2.12 – Estimativas e incertezas de medição obtidos para diferentes amostras ensaiadas

| Amostra: | #1 | #2 | #3 | #4 |
|---|------|-------|-------|-------|
| Estimativa (%): | 4,6 | 4,4 | 3,9 | 3,9 |
| Incerteza de medição combinada (%): | 0,10 | 0,099 | 0,063 | 0,054 |
| Graus de liberdade efetivos: | 115 | 253 | 264 | 244 |
| Fator de expansão: | 2,02 | 2,01 | 2,01 | 2,01 |
| Incerteza de medição expandida 95% (%): | 0,20 | 0,20 | 0,13 | 0,11 |

Como se pode observar no Quadro 2.12, no intervalo de medição da percentagem de betume compreendido entre 3,9 % e 4,6 %, a incerteza de medição expandida (95 %) varia, respetivamente, entre 0,11 % e 0,20 %, considerando um critério de massa constante igual a 0,02 % (diferença relativa entre pesagens sucessivas com um intervalo de, pelo menos, uma hora).

O critério de massa constante constitui uma componente de incerteza relevante visto contribuir significativamente para a dispersão final dos valores de percentagem de betume. De facto, de acordo com a norma de ensaio, o critério de massa constante apresenta um valor limite superior igual a 0,10 %, o que se reflete num aumento da incerteza de medição, conforme se mostra na Figura 2.5, considerando os dados relativos às mesmas amostras estudadas anteriormente.

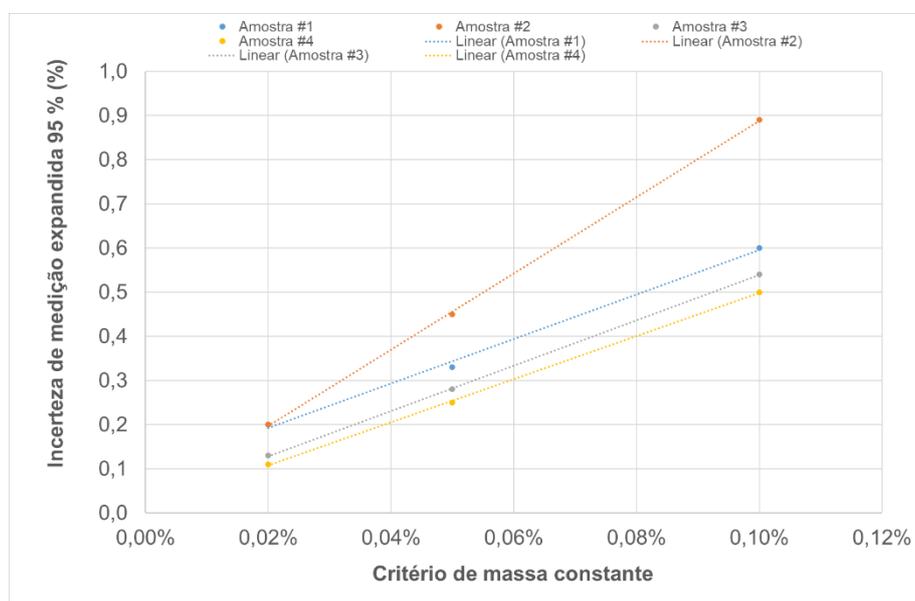


Figura 2.5 – Impacto do critério de massa constante na incerteza de medição da percentagem de betume

A Figura 2.5 ilustra como a adoção de valores de massa constante inferiores ao limite (0,10 %) mencionado na norma de ensaio, é benéfica para a melhoria da exatidão das medições de percentagem de betume, caso seja possível concretizar esta prática operacional no laboratório, visto que se traduz num aumento do tempo de execução do ensaio (realização de pesagens sucessivas em intervalos de tempo superiores a uma hora).

3 | Considerações finais

O presente estudo permitiu reavaliar as incertezas de medição associadas ao ensaio de determinação da percentagem de betume em misturas betuminosas, realizado pela UPAVMAT, mediante a caracterização probabilística das diversas grandezas de entrada envolvidas tendo em conta o método de ensaio, os instrumentos de medição e a amostra de provetes ensaiados.

A aplicação do método GUM, centrado na aplicação da Lei da Propagação de Incertezas (JCGM 100; 2008) revelou-se adequada face à linearidade ou reduzida não linearidade dos modelos matemáticos utilizados no processo de medição.

A reavaliação efetuada permitiu atualizar o estado do conhecimento do nível de exatidão da UPAVMAT na determinação da percentagem de betume em misturas betuminosas, tendo em conta a evolução do enquadramento normativo e da prática laboratorial entretanto ocorrida.

Tendo em conta o valor adotado (0,02 %) pela UPAVMAT para definição da situação de massa constante e considerando o intervalo de medição de percentagem de betume estudado (entre 3,9 % e 4,6 %), a incerteza de medição expandida obtida para um intervalo de confiança de 95 % variou entre 0,11 % e 0,20 %, respetivamente.

Considerando os resultados mencionados como representativos do desempenho laboratorial da UPAVMAT no ensaio de determinação da percentagem de betume em misturas betuminosas, e adotando uma majoração da dispersão dos valores experimentais obtidos, a melhor incerteza de medição neste contexto corresponde, deste modo, a 0,20 %.

Lisboa, LNEC, agosto de 2022

VISTO

O Diretor do Centro de Instrumentação Científica



João Carlos Viegas

AUTORIA



Luís Filipe Lages Martins
Investigador Auxiliar



Álvaro Silva Ribeiro
Investigador Auxiliar
Chefe do Núcleo de Qualidade Metrológica

Referências bibliográficas

EN 12697-1:2020 – **Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 1: Soluble binder content**. European Committee for Standardization, 2020.

ILAC G17:01/2021 – **ILAC Guidelines for measurement uncertainty in testing**. ILAC, 2021.

JCGM 100:2008 – **Evaluation of measurement data. Guide to the expression of uncertainty in measurment (GUM 1995 with minor corrections)**. Joint Committee for Guides in Metrology, 2008.

JCGM 200:2012 – **International vocabular of metrology. Basic and general concepts and associated terms (2008 version with minor corrections)**. Joint Committee for Guides in Metrology, 2012.

LAGES MARTINS, Luís F.; SILVA RIBEIRO, Álvaro, 2009 – **Avaliação de incertezas de medição no Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação. Ensaios de misturas betuminosas**. LNEC - Proc. 1104/551/00878. Relatório 336/2009 – CIC/NQM.

NP EN ISO/IEC 17025:2018 – **Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração**. Instituto Português da Qualidade, 2018.

ANEXO

Este Anexo apresenta, nos Quadros A.1 e A.2, o conjunto de dados de referência relativos às estimativas das grandezas de entrada e os correspondentes valores de saída (estimativa, incerteza combinada, graus de liberdade efetivos, fator de expansão e incerteza expandida) associados à grandeza percentagem de betume, tendo por base a formulação probabilística e matemática apresentada no Capítulo 2 deste relatório, tendo por objetivo a sua utilização na validação de ferramentas computacionais desenvolvidas para o cálculo automático da incerteza de medição no ensaio de determinação da percentagem de betume realizado pela UPAVMAT.

Quadro A.1 – Dados de referência de entrada do ensaio de determinação da percentagem de betume na UPAVMAT

| Amostra: | #1 | #2 | #3 | #4 |
|---|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Massa do cadinho + cinzas (g): | 73,164 | 60,222 | 72,801 | 70,854 |
| Massa do cadinho (g): | 72,329 | 59,444 | 72,202 | 70,547 |
| Massa do recipiente, filtro e agregado (g): | 3007,9 | 5181,1 | 3288,5 | 3155,8 |
| Massa do recipiente e filtro (g): | 1943,7 | 4019,8 | 2099,1 | 1937,0 |
| Massa do recipiente, filtro e provete (g): | 3090,6 | 5251,6 | 3349,4 | 3211,9 |
| Volume total da solução captada por centrifugação (mL): | 3570 | 2100 | 2000 | 2000 |
| Volume da solução captada utilizada p/ separação da matéria mineral (mL): | 100 | 100 | 100 | 100 |

Quadro A.2 – Dados de referência de saída do ensaio de determinação da percentagem de betume na UPAVMAT

| Amostra: | #1 | #2 | #3 | #4 |
|---|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Estimativa (%): | 4,6 | 4,4 | 3,9 | 3,9 |
| Incerteza de medição combinada (%): | 0,10 | 0,099 | 0,063 | 0,054 |
| Graus de liberdade efetivos: | 115 | 253 | 264 | 244 |
| Fator de expansão: | 2,02 | 2,01 | 2,01 | 2,01 |
| Incerteza de medição expandida 95% (%): | 0,20 | 0,20 | 0,13 | 0,11 |



www.lnec.pt

AV DO BRASIL 101 • 1700-066 LISBOA • PORTUGAL
tel. (+351) 21 844 30 00
lnec@lnec.pt www.lnec.pt