



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**

Ensaio Marshall



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

Ensaio Marshall

Estudo realizado por solicitação do Departamento
de Transportes do LNEC

Lisboa • abril 2024

**I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA
E TECNOLOGIAS DE INFORMAÇÃO**

RELATÓRIO 117/2024 – CICTI/NQM

Título

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

Ensaio Marshall

Autoria

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLOGIAS DE INFORMAÇÃO

Luís Filipe Lages Martins

Investigador Auxiliar, Núcleo de Qualidade Metrológica

Álvaro Silva Ribeiro

Investigador Principal, 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 117/2024

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

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

Ensaio Marshall

Resumo

Este relatório descreve o processo de reavaliação das incertezas de medição no ensaio Marshall de misturas betuminosas 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 / Ensaio Marshall / Mistura betuminosa / Pavimento / Transportes

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

Marshall test

Abstract

This report describes the measurement uncertainty re-evaluation procedure of measurement uncertainties in the Marshall test of bituminous mixtures, performed by the Pavements and Materials for Transport Infrastructures Laboratory of LNEC – Testing and Metrology (UPAVMAT / LNEC-EM). The present document contains a brief description of the studied test, presenting the corresponding measurement uncertainty budget obtained by the GUM method.

Keywords: Measurement uncertainty / Marshall test / Bituminous mixture / Pavement / Transport

Índice

1	Introdução	1
2	Ensaio Marshall.....	3
2.1	Descrição sumária	3
2.2	Relações e diagramas funcionais	7
2.3	Balanço de incertezas de medição	10
2.3.1	Estágio inicial	10
2.3.2	Estágio intermédio	11
2.3.3	Estágio final.....	16
2.3.4	Incerteza de medição dos valores médios declarados no boletim de ensaio	17
3	Considerações finais	22
	Referências bibliográficas	24
	ANEXO Dados de referência para validação de cálculos	25

Índice de figuras

Figura 2.1 – Curva típica de estabilidade <i>versus</i> deformação obtida num ensaio Marshall.....	3
Figura 2.2 – Máquina de compressão uniaxial utilizada pela UPAVMAT	4
Figura 2.3 – Provete cilíndrico para ensaio Marshall	5
Figura 2.4 – Representação esquemática da fase de preparação dos provetes de ensaio.....	6
Figura 2.5 – Pontos de interesse da curva estabilidade <i>versus</i> deformação no ensaio Marshall	7
Figura 2.6 – Diagrama funcional das grandezas de interesse no ensaio Marshall	10

Índice de quadros

Quadro 2.1 – Formulação probabilística da grandeza volume do provete de ensaio.....	10
Quadro 2.2 – Formulação probabilística da grandeza estabilidade.....	11
Quadro 2.3 – Formulação probabilística da grandeza deformação	11
Quadro 2.4 – Balanço da incerteza de medição da grandeza estabilidade máxima num ensaio tipo .	12
Quadro 2.5 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação do provete em situação de estabilidade máxima (deformação total) num ensaio tipo	12
Quadro 2.6 – Balanço da incerteza de medição da grandeza fator de correção num ensaio tipo	13
Quadro 2.7 – Balanço da incerteza de medição da grandeza estabilidade máxima corrigida num ensaio tipo.....	13
Quadro 2.8 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação (no ponto a) num ensaio tipo	15
Quadro 2.9 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação (no ponto b) num ensaio tipo	15
Quadro 2.10 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação num ensaio tipo	16
Quadro 2.11 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação tangencial num ensaio tipo	17
Quadro 2.12 – Balanço da incerteza de medição da grandeza quociente Marshall num ensaio tipo ..	17
Quadro 2.13 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação	18
Quadro 2.14 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação tangencial.....	19
Quadro 2.15 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação total	19
Quadro 2.16 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da estabilidade máxima corrigida ..	19
Quadro 2.17 – Balanço da incerteza de medição do valor médio do quociente Marshall	20
Quadro 2.18 – Incertezas de medição expandidas (95 %) dos valores médios obtidos em amostras distintas de provetes de ensaio	20
Quadro 3.1 – Síntese das melhores incertezas de medição expandidas (95 %) da UPAVMAT no ensaio Marshall	22
Quadro A.1 – Dados de entrada – amostra id. 78/19-A.....	27
Quadro A.2 – Dados de entrada – amostra id. 78/19-B.....	27
Quadro A.3 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação	27
Quadro A.4 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação tangencial	28
Quadro A.5 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação total	28
Quadro A.6 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da estabilidade máxima corrigida	28
Quadro A.7 – Balanço da incerteza de medição do valor médio do quociente Marshall	29

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 e Tecnologias de Informação, 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 Marshall de misturas betuminosas, 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 reavaliação das incertezas de medição no ensaio Marshall de 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; 2010), 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. Em acréscimo, a revisão do referencial normativo

(NP EN ISO/IEC 17025; 2018), em particular no que se refere ao requisito da avaliação da incerteza de medição nos ensaios realizados pelos laboratórios acreditados, conduziu a uma perspetiva alargada sobre a expressão da dispersão dos valores atribuída às mensurandas de interesse, incluindo a contribuição da amostra experimental de valores medidos para a incerteza de medição.

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 enquanto, em anexo, são apresentados os dados de referência relativos às grandezas de entrada e de saída, para apoio à validação de ferramentas computacionais de cálculo das incertezas de medição.

2 | Ensaio Marshall

2.1 Descrição sumária

O presente ensaio tem por objetivo a determinação das grandezas – estabilidade máxima corrigida, deformação, deformação tangencial, deformação total e quociente Marshall – associadas a uma mistura betuminosa¹, constituindo um dos vários ensaios experimentais realizados pela UPAVMAT no âmbito da sua atividade laboratorial acreditada de caracterização de materiais utilizados na pavimentação de infraestruturas rodoviárias e aeroportuárias.

Nesta Unidade Operativa do LNEC-EM, a concretização experimental do ensaio Marshall procura obedecer aos requisitos especificados na norma de referência (EN 12697-34; 2020) no que respeita ao equipamento, método e procedimento de ensaio adotados. Da sua realização resulta a representação gráfica da curva de estabilidade² *versus* deformação relativa a um provete de ensaio sujeito a uma carga de compressão uniaxial usando um equipamento de ensaio dedicado. A Figura 2.1 ilustra uma representação esquemática da referida curva.

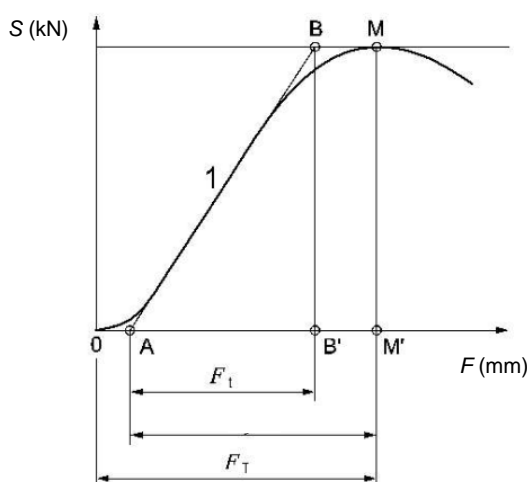


Figura 2.1 – Curva típica de estabilidade *versus* deformação obtida num ensaio Marshall

De acordo com a referida norma, as grandezas de interesse acima mencionadas apresentam as seguintes definições:

- estabilidade máxima corrigida – corresponde à carga máxima de compressão uniaxial observada durante o ensaio, sujeita a uma correção associada à altura ou volume do provete ensaiado;

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 Tendo em conta o enquadramento metrológico definido no Sistema Internacional de Unidades (SI), a grandeza *estabilidade* corresponde, efetivamente, à grandeza força. Por motivo de coerência com a nomenclatura estabelecida pela norma de referência, é mantida, no presente documento, a designação normativa *estabilidade*.

- deformação – diferença entre a deformação do provete registada para a situação de carga máxima e a deformação obtida por extrapolação da tangente ao gráfico para a situação de carga nula (pontos M' e A, respetivamente, no eixo das abcissas no gráfico da Figura 2.1);
- deformação tangencial – diferença entre a deformação obtida por extrapolação da tangente ao gráfico para a situação de carga máxima e a deformação obtida por extrapolação da tangente ao gráfico para a situação de carga nula (pontos B e A, respetivamente, no eixo das abcissas no gráfico da Figura 2.1);
- deformação total – deformação do provete registada para a situação de carga máxima (compreendida entre os pontos 0 a M' no eixo das abcissas no gráfico da Figura 2.1); e
- quociente Marshall – rácio entre as grandezas estabilidade máxima corrigida e deformação.

A norma de referência indica como requisito técnico para a concretização da carga de compressão uniaxial do provete de ensaio, a utilização de uma prensa (vide Figura 2.2) com uma capacidade de carga mínima de 28 kN, segundo uma taxa de compressão compreendida no intervalo 50 mm/min \pm 2 mm/min permitindo, no início do ensaio, a existência de um período transitório inferior a 20 % do tempo total de aplicação de carga sobre o provete.

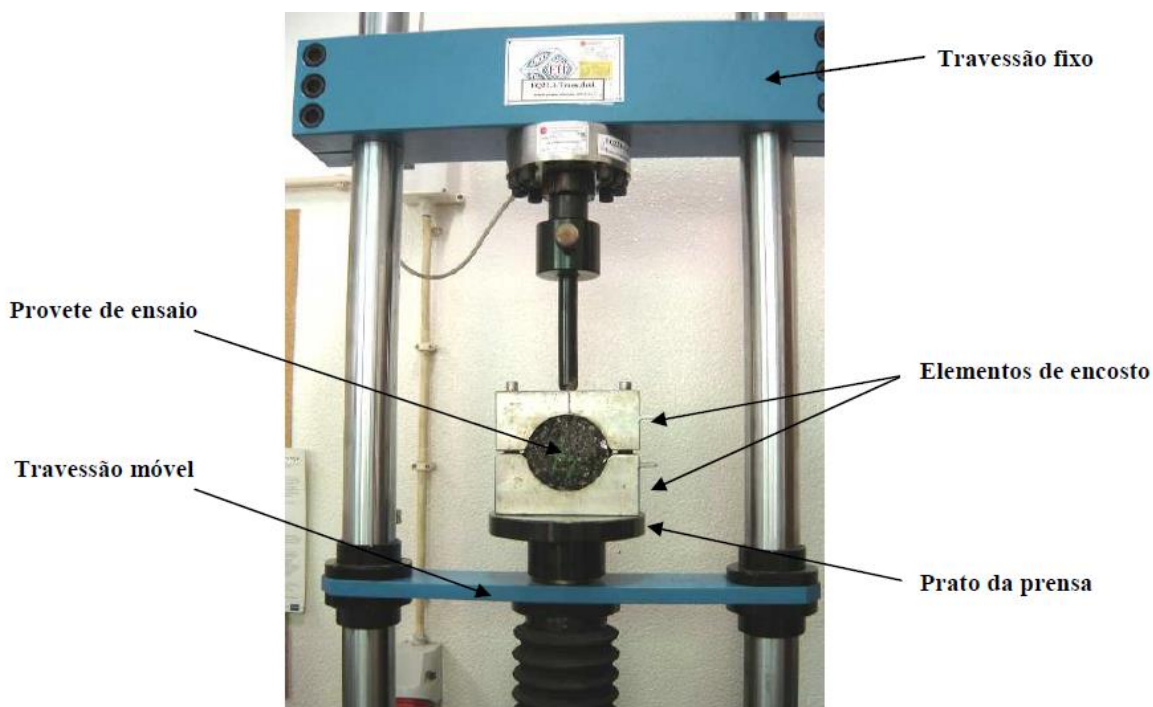


Figura 2.2 – Máquina de compressão uniaxial utilizada pela UPAVMAT

Salienta-se que os elementos estruturais do encosto e aplicação de carga de compressão no provete apresentam requisitos dimensionais e geométricos próprios que importa cumprir, dado constituírem grandezas de influência relevantes.

No ensaio Marshall é possível identificar duas cadeias de medição distintas dedicadas à medição das grandezas *estabilidade* e *deformação* do provete ensaiado. No caso da UPAVMAT, a máquina de

compressão uniaxial utilizada incorpora ambas as cadeias de medição, as quais se encontram rastreadas ao SI de Unidades nos domínios da Força e do Comprimento, respetivamente. Destacam-se como elementos de transdução, um transdutor de força na cadeia de medição de estabilidade e um transdutor de deslocamento na cadeia de medição da deformação. A aquisição, registo, processamento e indicação de valores lidos é assegurada por uma aplicação computacional incorporada no equipamento de ensaio, da qual resulta o acesso apenas aos resultados finais.

De acordo com a norma de referência (EN 12697-34; 2020), cada amostra laboratorial representativa de uma dada mistura betuminosa deverá permitir a preparação de quatro provetes de ensaio (idênticos ao apresentado na Figura 2.3), obtidos pela mistura e compactação por impacto dos seus componentes (agregado e ligante betuminoso) segundo processos experimentais normalizados (EN 12697-30; 2018) (EN 12697-35; 2016).



Figura 2.3 – Provete cilíndrico para ensaio Marshall

Cada provete preparado é previamente caracterizado mediante a realização do ensaio de determinação da baridade segundo os requisitos e as indicações mencionadas na norma aplicável (EN 12697-6; 2020) e cujo estudo de avaliação de incertezas de medição é descrito em (Lages Martins; Silva Ribeiro; 2010). Deste ensaio resulta, igualmente, a quantificação da grandeza volume do provete de ensaio que constitui uma grandeza de entrada no ensaio Marshall, conforme será exposto na secção 2.2 – Relações e diagramas funcionais.

Concluídas as etapas acima mencionadas, o ensaio Marshall é antecedido pela imersão do provete de ensaio num banho de água cuja temperatura deve estar compreendida no intervalo $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Este período de imersão do provete, visando a sua uniformização térmica, deve possuir uma duração entre 40 minutos e 60 minutos, constituindo a etapa final da fase de preparação (resumida esquematicamente na Figura 2.4).

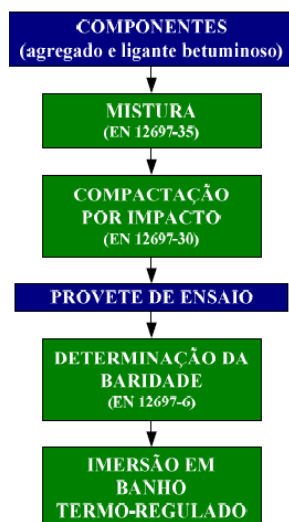


Figura 2.4 – Representação esquemática da fase de preparação dos provetes de ensaio

O procedimento de ensaio adotado pela UPAVMAT é suportado na norma de referência (EN 12697-34; 2020), sendo de destacar as seguintes etapas de concretização experimental do ensaio, executadas de forma consecutiva:

1. limpeza das guias dos travessões da máquina de compressão uniaxial e dos elementos de encosto aos provetes de ensaio;
2. aquecimento dos elementos de encosto em banho de água termorregulado para uma temperatura de $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ durante um período mínimo de 30 minutos ou de uma hora, caso o aquecimento seja efetuado em forno;
3. remoção do provete de ensaio do banho termorregulado e posterior posicionamento num dos elementos de encosto previamente aquecido (conforme previsto no ponto anterior);
4. montagem do conjunto elementos de encosto e provete de ensaio na máquina de compressão uniaxial;
5. aplicação de carga de compressão no provete de ensaio com respetivo registo numérico e gráfico das medições de estabilidade e deformação; as etapas 3, 4 e 5 do procedimento de ensaio devem ser executadas num intervalo de tempo inferior a 40 segundos; a aplicação de carga de compressão termina a partir do instante em que é atingida a carga máxima que o provete de ensaio consegue suportar; e
6. repetição dos pontos anteriores para os restantes três provetes de ensaio obtidos da amostra betuminosa em curso.

De acordo com a norma de referência (EN 12697-34; 2020), as estimativas das grandezas estabilidade máxima corrigida e deformação no conjunto dos quatro provetes ensaiados são sujeitas a um processo de validação no qual se definem os seguintes critérios de aceitação: a diferença percentual das estimativas individuais de estabilidade máxima corrigida e de deformação relativamente aos valores médios da amostra em questão deve ser inferior a 15 % e 20 %, respetivamente. O estabelecimento destes critérios visa assegurar uma repetibilidade aceitável tendo em conta a natureza do ensaio em questão.

Caso um ou mais provetes não cumpram o critério supracitado, o provete que apresente a maior diferença percentual deverá ser rejeitado sendo repetido o processo de validação para a nova amostra composta pelos resultados dos restantes três provetes. Caso se verifique, novamente, que existe algum provete que não cumpra os critérios de aceitação acima mencionados, os resultados obtidos são considerados inválidos impondo a realização do ensaio Marshall para uma nova amostra de quatro provetes representativos da mistura betuminosa em análise.

Na secção seguinte do presente documento, é promovida a descrição dos modelos matemáticos que suportam, por via indireta, as medições das grandezas de interesse no ensaio Marshall. Neste âmbito, e tendo por objetivo facilitar a compreensão do relacionamento entre as grandezas envolvidas é, também, apresentado o respetivo diagrama funcional.

2.2 Relações e diagramas funcionais

A realização do ensaio Marshall de misturas betuminosas está centrada na obtenção do registo gráfico das grandezas de entrada estabilidade, S_i , e deformação, F_i , do provete de ensaio, conforme representado na Figura 2.5.

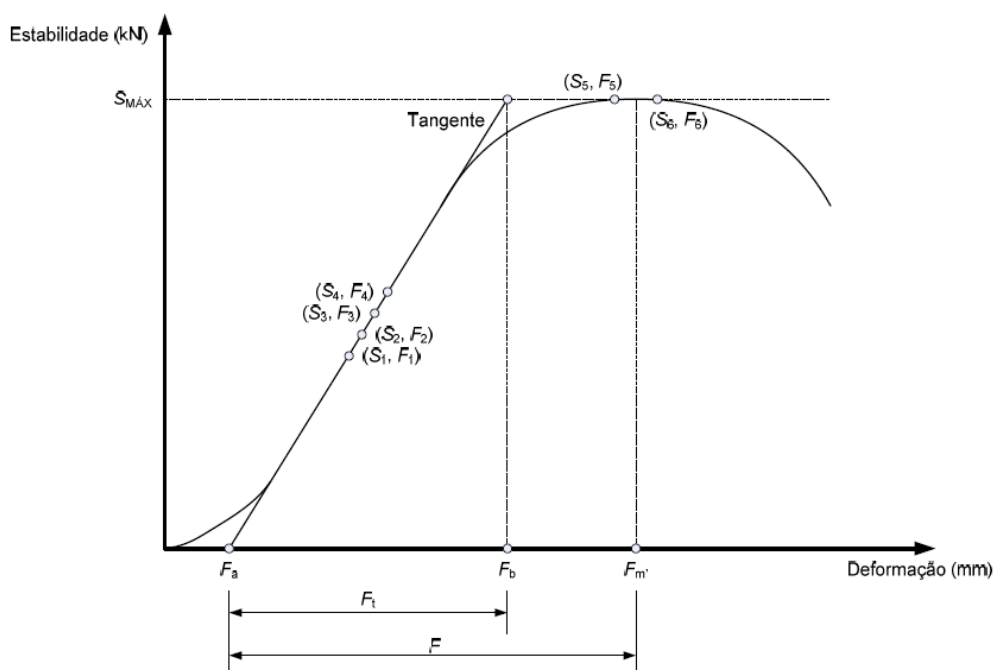


Figura 2.5 – Pontos de interesse da curva estabilidade versus deformação no ensaio Marshall

Na curva obtida é possível destacar duas zonas com interesse para a caracterização mecânica da amostra de mistura betuminosa ensaiada quando sujeita a uma carga de compressão segundo uma taxa de deformação aproximadamente constante. Em primeiro lugar, a zona onde o provete de ensaio evidencia um comportamento linear, representado graficamente pela tangente e, em segundo lugar, a zona onde se verifica a ocorrência da carga de compressão máxima, na qual se dá a rotura do provete ensaiado.

Atendendo à natureza discreta dos elementos da curva de ensaio obtida (resultante da aquisição e processamento digital dos dados experimentais), importa definir quais os algoritmos que conduzem à determinação da tangente na zona de comportamento linear e do valor máximo de carga de compressão.

O NQM procedeu a um estudo comparativo das incertezas de medição associadas aos resultados obtidos por diferentes abordagens ao problema da determinação da reta tangente (Lages Martins, *et al.*; 2012) que constitui um dos objetivos do ensaio. A adoção do método que a seguir se descreve resultou dessa análise.

A aplicação computacional proposta pelo NQM permite identificar quatro pontos experimentais da curva localizados em torno do ponto de inflexão (ponto no qual a segunda derivada da curva corresponde a zero). Mediante o recurso ao MMQ - Método dos Mínimos Quadrados (Mood, *et al.*; 1974), é possível proceder ao cálculo dos dois parâmetros – declive, m , e ordenada na origem, b – que definem a tangente, isto é,

$$m = \frac{\sum_{i=1}^n [(S_i - \bar{S}) \cdot (F_i - \bar{F})]}{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}, \quad (1)$$

e

$$b = \bar{S} - m \cdot \bar{F}, \quad (2)$$

onde \bar{S} e \bar{F} correspondem, respetivamente, aos valores médios de estabilidade e deformação da amostra composta pelos quatro pontos experimentais.

O conhecimento de ambos os parâmetros da tangente, representativa do comportamento linear do provete ensaiado, permite proceder à determinação de duas deformações de interesse no ensaio Marshall, sendo ambas definidas a partir da extrapolação da tangente, uma para a situação de carga nula – deformação F_a – e a outra para a situação de carga máxima – deformação F_b – conforme apresentado na Figura 2.5. A quantificação destas grandezas é suportada pelas expressões

$$F_a = -\frac{b}{m}, \quad (3)$$

e

$$F_b = \frac{S_{\text{máx}} - b}{m}, \quad (4)$$

onde $S_{\text{máx}}$ corresponde ao valor máximo de carga de compressão observada durante o ensaio.

Nesta abordagem, a determinação desta grandeza é apoiada na identificação de dois pontos experimentais entre os quais se verifica que a primeira derivada da curva é nula. Nesta situação, quer o valor máximo de carga de compressão quer a deformação correspondente, F_m , são definidos como as médias aritméticas das amostras em questão, ou seja,

$$S_{\text{máx}} = \frac{S_5 + S_6}{2}, \quad (5)$$

e

$$F_{m'} = \frac{F_5 - F_6}{2}. \quad (6)$$

Tendo em conta a definição de deformação total, F_T , apresentada anteriormente, verifica-se que

$$F_{m'} = F_T. \quad (7)$$

Segundo a norma de referência (EN 12697-34; 2020), o valor máximo de carga de compressão obtido pela expressão (5) deverá ser corrigido de modo a exprimir adequadamente a sua relação com a estabilidade máxima que caracteriza o provete de ensaio. Com efeito, a estabilidade máxima corrigida, S , é dada pela expressão

$$S = c \cdot S_{m\acute{a}x}, \quad (8)$$

onde c constitui um fator de correção determinado com base no volume do provete ensaiado, V , mediante o seguinte modelo matemático:

$$c = 5,24 \cdot \exp(-0,0032 \cdot V). \quad (9)$$

Por sua vez, o conhecimento da grandeza deformação em situação de carga máxima de compressão, obtida pela expressão (6), permite determinar a deformação F mediante a expressão

$$F = F_{m'} - F_a. \quad (10)$$

No que respeita às grandezas de saída do ensaio Marshall de um dado provete (deformação tangencial, F_t , e quociente Marshall, M), as grandezas de entrada e intermédias anteriormente descritas nesta secção permitem que se proceda ao seu cálculo recorrendo às seguintes expressões:

$$F_t = F_b - F_a, \quad (11)$$

e

$$M = \frac{S}{F}. \quad (12)$$

O respetivo diagrama funcional é apresentado na Figura 2.6, ilustrando o conjunto de relações funcionais que se estabelecem entre as grandezas de entrada, intermédias e de saída intervenientes no ensaio Marshall.

Salienta-se que, a norma de referência prevê que as estimativas das grandezas de interesse (estabilidade máxima corrigida, deformação, deformação total, deformação tangencial e quociente Marshall) associadas a uma determinada amostra laboratorial de mistura betuminosa correspondam às respetivas médias aritméticas dos resultados obtidos para a amostra de provetes ensaiados. A dimensão desta amostra pode ser igual a três ou quatro, dependendo do resultado do processo de validação, conforme descrito anteriormente na secção 2.1.

Após a descrição das relações funcionais que suportam a realização do ensaio Marshall de misturas betuminosas procede-se, em seguida, à definição dos balanços de incerteza de medição aplicáveis aos diferentes estágios de propagação de incertezas de medição.

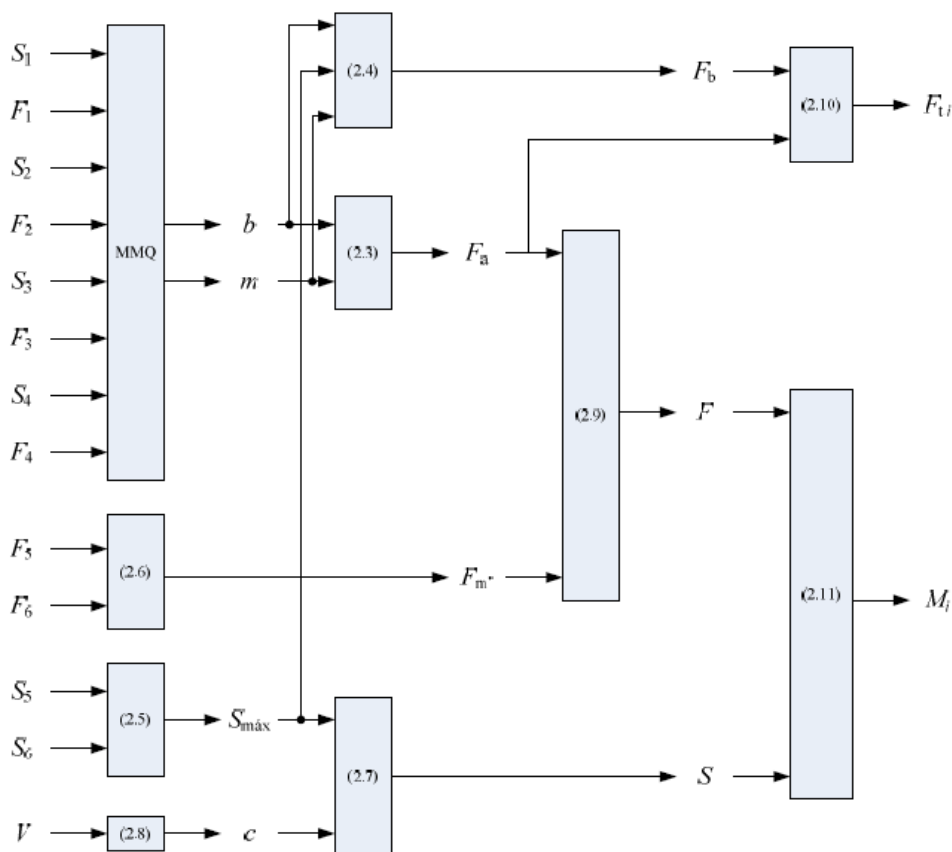


Figura 2.6 – Diagrama funcional das grandezas de interesse no ensaio Marshall

2.3 Balanço de incertezas de medição

2.3.1 Estágio inicial

No diagrama funcional apresentado na Secção 2.2, é possível identificar as três grandezas de entrada do ensaio Marshall – volume, estabilidade e deformação do provete de ensaio. Estas grandezas compõem o estágio inicial da propagação de incertezas de medição pelas restantes grandezas intermédias e de saída, motivando a realização da sua formulação probabilística, conforme exposto nos Quadros seguintes.

No caso da grandeza volume do provete de ensaio, o estudo efetuado no âmbito da determinação da baridade de misturas betuminosas (Lages Martins; Silva Ribeiro; 2009) permitiu concluir que, na UPAVMAT, a melhor incerteza padrão de medição (para um intervalo de confiança de 68 %) desta grandeza corresponde a 0,20 mL, tendo em conta a adoção de uma distribuição de probabilidade gaussiana, conforme mencionado no Quadro 2.1

Quadro 2.1 – Formulação probabilística da grandeza volume do provete de ensaio

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Distribuição de probabilidade	Incerteza padrão de medição	Graus de liberdade
δV	Volume do provete de ensaio	Gaussiana	0,20 mL	50

No que respeita às grandezas estabilidade e deformação, o presente estudo permitiu identificar quatro componentes de incerteza de medição – calibração, desvios sistemáticos, realização do zero e resolução do indicador – mediante a consulta dos respetivos certificados de calibração das cadeias de medição de força e dimensional que integram a prensa utilizada pela UPAVMAT no contexto da realização do ensaio Marshall. As respetivas distribuições de probabilidade e incertezas padrão de medição consideradas são apresentadas nos Quadros 2.2 e 2.3, respetivamente, para as cadeias de medição de força e dimensional.

Quadro 2.2 – Formulação probabilística da grandeza estabilidade

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Distribuição de probabilidade	Incerteza padrão de medição	Graus de liberdade
$\delta S_{i,cal}$	Calibração da cadeia de medição	Gaussiana	$0,0030 \cdot S_i$ kN	50
$\delta S_{i,dev}$	Desvios sistemáticos da cadeia de medição	Uniforme	$\frac{0,002 \cdot S_i}{\sqrt{3}} = 0,0012 \cdot S_i$ kN	50
$\delta S_{i,zer}$	Realização do zero de medição	Uniforme	$\frac{0,5 \cdot 0,01}{\sqrt{3}} = 0,0029$ kN	50
$\delta S_{i,res}$	Resolução do indicador	Uniforme	$\frac{0,5 \cdot 0,01}{\sqrt{3}} = 0,0029$ kN	50

Quadro 2.3 – Formulação probabilística da grandeza deformação

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Distribuição de probabilidade	Incerteza padrão de medição	Graus de liberdade
$\delta F_{i,cal}$	Calibração da cadeia de medição	Gaussiana	0,010 mm	50
$\delta F_{i,dev}$	Desvios sistemáticos da cadeia de medição	Uniforme	$\frac{0,029}{\sqrt{3}} = 0,017$ mm	50
$\delta F_{i,zer}$	Realização do zero de medição	Uniforme	$\frac{0,5 \cdot 0,001}{\sqrt{3}} = 0,00029$ mm	50
$\delta F_{i,res}$	Resolução do indicador	Uniforme	$\frac{0,5 \cdot 0,001}{\sqrt{3}} = 0,00029$ mm	50

2.3.2 Estágio intermédio

O algoritmo proposto para a determinação do valor da estabilidade máxima registado durante o ensaio Marshall, conforme referido na secção 2.2, permite identificar os dois pontos experimentais da curva estabilidade / deformação (pontos (S_5, F_5) e (S_6, F_6) da Figura 2.5), entre os quais se localiza a mensuranda pretendida. A quantificação das grandezas intermédias estabilidade máxima, $S_{m\acute{a}x}$, e deformação do provete em situação de estabilidade máxima, F_m , é efetuada mediante o cálculo das respetivas médias aritméticas.

Para além das incertezas de medição combinadas associadas às estimativas das grandezas, é igualmente considerada a componente de incerteza da interpolação entre os valores de estabilidade /

deformação, quantificada com base na adoção de uma distribuição uniforme com amplitude igual à diferença entre os dois valores medidos de forma consecutiva. De acordo com a Lei de Propagação de Incertezas (LPI), a incerteza de medição padrão associada às estimativas de $S_{m\acute{a}x}$ e $F_{m'}$ corresponde, respetivamente, a

$$u(S_{m\acute{a}x}) = \sqrt{c_{S_5}^2 \cdot u^2(S_5) + c_{S_6}^2 \cdot u^2(S_6) + \left[\frac{1}{2} \frac{(S_6 - S_5)}{\sqrt{3}}\right]^2}, \quad (13)$$

e

$$u(F_{m'}) = \sqrt{c_{F_5}^2 \cdot u^2(F_5) + c_{F_6}^2 \cdot u^2(F_6) + \left[\frac{1}{2} \frac{(F_6 - F_5)}{\sqrt{3}}\right]^2}, \quad (14)$$

onde $c_{S_5} = c_{S_6} = c_{F_5} = c_{F_6} = \frac{1}{2}$.

Estas expressões permitem construir as respetivas tabelas de incertezas de medição (vide Quadros 2.4 e 2.5), conforme indicado em (JCGM 100; 2008).

Quadro 2.4 – Balanço da incerteza de medição da grandeza estabilidade máxima num ensaio tipo

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incetezas-padrão de medição $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
S_5	19,486 kN	0,066 kN	0,5	0,033 kN	50
S_6	19,490 kN	0,066 kN	0,5	0,033 kN	50
S_{inter}	0 kN	0,0012 kN	1	0,0012 kN	50
$S_{m\acute{a}x}$	19,488 kN	Incerteza de medição combinada		0,047 kN	
		Graus de liberdade efetivos		100	
		Fator de expansão		2,03	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,095 kN	

Quadro 2.5 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação do provete em situação de estabilidade máxima (deformação total) num ensaio tipo

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incetezas-padrão de medição $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição combinada $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
F_5	2,783 mm	0,020 mm	0,5	0,010 mm	50
F_6	2,856 mm	0,020 mm	0,5	0,010 mm	50
F_{inter}	0 mm	0,021 mm	1	0,021 mm	50
$F_{m'}$ ou F_T	2,820 mm	Incerteza de medição combinada		0,025 mm	
		Graus de liberdade efetivos		95	
		Fator de expansão		2,03	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,051 mm	

A formulação probabilística da grandeza de entrada volume (apresentada no Quadro 2.1) e o conhecimento do modelo matemático dado pela expressão (8) permite que se proceda, mediante a aplicação da LPI, à determinação da incerteza de medição padrão do fator de correção, c , da estabilidade máxima a que o provete de ensaio está sujeito. Neste caso a expressão obtida corresponde a

$$u(c) = \sqrt{c_v^2 \cdot u^2(V)}, \quad (15)$$

onde $c_v = -0,0167 \cdot \exp(-0,0032 \cdot V)$. O Quadro 2.6 apresenta o quadro de balanço da incerteza de medição aplicada à mensuranda em questão.

Quadro 2.6 – Balanço da incerteza de medição da grandeza fator de correção num ensaio tipo

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incetezas-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	512,4 mL	0,20 mL	-0,0032 mL ⁻¹	0,000 65	50
c	1,016 8	Incerteza de medição combinada		0,000 65	
		Graus de liberdade efetivos		50	
		Fator de expansão		2,05	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,001 3	

A determinação da incerteza de medição das grandezas intermédias estabilidade máxima e fator de correção (vide expressões 13 e 15, respetivamente) permite assegurar, por sua vez, a incerteza da medição da grandeza estabilidade máxima corrigida, S , através da seguinte expressão

$$u(S) = \sqrt{c_c^2 \cdot u^2(c) + c_{S_{\text{máx}}}^2 \cdot u^2(S_{\text{máx}})}, \quad (16)$$

em que $c_c = S_{\text{máx}}$ e $c_{S_{\text{máx}}} = c$. O Quadro 2.7 apresenta o balanço da incerteza de medição aplicável a esta mensuranda de interesse no ensaio Marshall.

Quadro 2.7 – Balanço da incerteza de medição da grandeza estabilidade máxima corrigida num ensaio tipo

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incetezas-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
c	1,016 8	0,000 65	19,488 kN	0,013 kN	50
$S_{\text{máx}}$	19,488 kN	0,047 kN	1,016 8	0,048 kN	100
S	19,815 kN	Incerteza de medição combinada		0,049 kN	
		Graus de liberdade efetivos		113	
		Fator de expansão		2,02	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,10 kN	

O recurso ao MMQ para a determinação da tangente à curva estabilidade *versus* deformação da matriz variância covariância para o cálculo das incertezas de medição associadas à parametrização da tangente, nomeadamente, o seu declive, m , e a sua ordenada na origem, b , ou seja,

$$\begin{bmatrix} \text{var}(b) & \text{cov}(b, m) \\ \text{cov}(b, m) & \text{var}(m) \end{bmatrix}. \quad (17)$$

O algoritmo adotado pela UPAVMAT permite identificar quatro pontos experimentais da curva estabilidade *versus* deformação (pontos (S_1, F_1) a (S_4, F_4) da Figura 2.5), pelos quais se define a tangente representativa do comportamento linear do provete de ensaio quando sujeito a uma carga de compressão segundo uma taxa de deformação considerada, aproximadamente, constante. As expressões que determinam os elementos da matriz são as seguintes:

$$\text{var}(b) = \frac{\sigma^2}{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}, \quad (18)$$

$$\text{var}(m) = \sigma^2 \left[\frac{1}{n} + \frac{\bar{F}^2}{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2} \right], \quad (19)$$

$$\text{cov}(b, m) = \frac{-\sigma^2 \cdot \bar{F}}{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}, \quad (20)$$

onde

$$\sigma^2 = \text{var}(\varepsilon_i) = \frac{\sum_{i=1}^n [S - S(F_i)]^2}{n-2}, \quad (21)$$

em que \bar{S} e \bar{F} correspondem às médias aritméticas das amostras de estabilidade e de deformação, ε_i representa os erros residuais da regressão linear efetuada e n é a dimensão da amostra de pontos experimentais (neste caso, igual a quatro). Em seguida, é apresentado um conjunto de valores típicos da matriz de variância covariância associada à parametrização da tangente à curva do ensaio Marshall:

$$\begin{bmatrix} 5,04 \cdot 10^{-3} \text{ kN}^2 & -4,47 \cdot 10^{-3} \text{ kN}^2 \cdot \text{mm}^{-1} \\ -4,47 \cdot 10^{-3} \text{ kN}^2 \cdot \text{mm}^{-1} & 3,97 \cdot 10^{-3} \text{ kN}^2 \cdot \text{mm}^{-2} \end{bmatrix}. \quad (22)$$

O conhecimento desta matriz permite que se efetue, posteriormente, a aplicação da LPI à grandeza deformação F_a , definida como a deformação associada ao ponto de intersecção da tangente à curva com o eixo das abcissas do gráfico estabilidade *versus* deformação (*vide* Figura 2.5). Neste caso, usando a LPI, a incerteza de medição da referida grandeza é dada por

$$u(F_a) = \sqrt{c_b^2 \cdot u^2(b) + c_m^2 \cdot u^2(m) + 2 \cdot c_b \cdot c_m \cdot u(b) \cdot u(m) \cdot r(m, b)}, \quad (23)$$

onde $c_b = -\frac{1}{m}$, $c_m = \frac{b}{m^2}$ e $r(m, b)$ corresponde ao coeficiente de correlação associado à parametrização da tangente, obtido por:

$$r(m, b) = \frac{\text{cov}(b, m)}{u(b) \cdot u(m)} \cong -1. \quad (24)$$

O balanço da respetiva incerteza de medição é apresentado no Quadro 2.8.

Quadro 2.8 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação (no ponto a) num ensaio tipo

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
b	-5,741 kN	0,071 kN	-0,060 7 kN ⁻¹ ·mm	0,004 3 mm	-
m	16,471 kN·mm ⁻¹	0,063 kN·mm ⁻¹	-0,021 2 kN ⁻¹ ·mm ²	0,001 3 mm	-
F_a	0,349	Incerteza de medição combinada		0,003 0 mm	
		Graus de liberdade efetivos		2	
		Fator de expansão		4,53	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,013 mm	

De igual modo, a aplicação da LPI à grandeza intermédia deformação F_b , definida como a deformação associada ao ponto de intersecção da tangente à curva com o valor da estabilidade máxima registado no ensaio (vide Figura 2.5), resulta em:

$$u(F_b) = \sqrt{c_b^2 \cdot u^2(b) + c_m^2 \cdot u^2(m) + c_{S_{\text{máx}}}^2 \cdot u^2(S_{\text{máx}}) + 2 \cdot c_b \cdot c_m \cdot u(b) \cdot u(m) \cdot r(m, b)}, \quad (25)$$

onde $c_b = -\frac{1}{m}$, $c_m = -\frac{(S_{\text{máx}}-b)}{m^2}$ e $c_{S_{\text{máx}}} = \frac{1}{m}$.

O Quadro 2.9 constitui o balanço da incerteza de medição aplicável, definida de acordo com a expressão (25).

Quadro 2.9 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação (no ponto b) num ensaio tipo

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
b	-5,741 kN	0,071 kN	-0,060 7 kN ⁻¹ ·mm	0,004 3 mm	-
m	16,471 kN·mm ⁻¹ 1	0,063 kN·mm ⁻¹	-0,093 0 kN ⁻¹ ·mm ²	0,005 9 mm	-
$S_{\text{máx}}$	19,488 kN	0,047 kN	0,060 7 kN ⁻¹ ·mm	0,002 9 mm	-
F_b	1,532 mm	Incerteza de medição combinada		0,003 0 mm	
		Graus de liberdade efetivos		2	
		Fator de expansão		4,53	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,015 mm	

No que respeita à grandeza deformação F do provete de ensaio, a aplicação da LPI à expressão (10) permite quantificar a respetiva incerteza de medição através de

$$u(F) = \sqrt{c_{F_{m'}}^2 \cdot u^2(F_{m'}) + c_{F_a}^2 \cdot u^2(F_a) + 2 \cdot c_{F_{m'}} \cdot c_{F_a} \cdot u(F_{m'}) \cdot u(F_a) \cdot r(F_{m'}, F_a)}, \quad (26)$$

em que $c_{F_{m'}} = 1$ e $c_{F_a} = -1$. Salienta-se que, na expressão anterior, o termo representativo da correlação existente entre $F_{m'}$ e F_a . Atendendo à definição destas grandezas (vide Figura 2.5), verifica-se que o coeficiente de correlação apresenta um valor negativo. Para efeito de majoração da incerteza da medição da deformação F , é assumido que $r(F_{m'}, F_a) = -1$, atendendo ao sinal negativo do coeficiente de sensibilidade c_{F_a} . O balanço da incerteza de medição aplicável a esta mensuranda de interesse é, portanto, a que se apresenta no Quadro 2.10.

Quadro 2.10 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação num ensaio tipo

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
$F_{m'}$	2,820 mm	0,025 mm	1	0,0025 mm	95
F_a	0,349 mm	0,003 mm	-1	0,003 mm	2
F	2,471 mm	Incerteza de medição combinada		0,028 mm	
		Graus de liberdade efetivos		146	
		Fator de expansão		2,02	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,057 mm	

2.3.3 Estágio final

No estágio final de propagação das incertezas de medição no ensaio Marshall são identificadas duas grandezas de saída associadas ao provete ensaiado: a deformação tangencial, F_t , e o quociente Marshall, M .

No caso da primeira grandeza mencionada, a aplicação da LPI ao seu modelo matemático (vide expressão 11) resulta em

$$u(F_t) = \sqrt{c_{F_b}^2 \cdot u^2(F_b) + c_{F_a}^2 \cdot u^2(F_a) + 2 \cdot c_{F_b} \cdot c_{F_a} \cdot u(F_b) \cdot u(F_a) \cdot r(F_b, F_a)}, \quad (27)$$

onde $c_{F_b} = 1$ e $c_{F_a} = -1$. Mais uma vez salienta-se, na expressão anterior, o termo representativo da correlação existente entre F_b e F_a . Tal como no caso anterior, atendendo à definição destas grandezas (vide Figura 2.5), verifica-se que o coeficiente de correlação apresenta um valor negativo. Para efeito de majoração da incerteza da medição da deformação F_t , é assumido que $r(F_b, F_a) = -1$, atendendo ao sinal negativo do coeficiente de sensibilidade c_{F_a} . O Quadro 2.11 resume o balanço da incerteza de medição aplicável a esta grandeza.

No caso da grandeza quociente Marshall, a aplicação da LPI à expressão (12) permite determinar a respetiva incerteza de medição através de

$$u(M) = \sqrt{c_S^2 \cdot u^2(S) + c_F^2 \cdot u^2(F)}, \quad (28)$$

onde $c_S = \frac{1}{F}$ e $c_F = -\frac{S}{F^2}$. O Quadro 2.11 resume o balanço da incerteza de medição aplicável a esta grandeza de saída.

Quadro 2.11 – Balanço da incerteza de medição da grandeza deformação tangencial num ensaio tipo

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
F_b	1,532 mm	0,003 2 mm	1	0,0032 mm	2
F_a	0,349 mm	0,003 0 mm	-1	0,032 mm	2
F_t	1,183 mm	Incerteza de medição combinada		0,062 mm	
		Graus de liberdade efetivos		2	
		Fator de expansão		4,53	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,028 mm	

Quadro 2.12 – Balanço da incerteza de medição da grandeza quociente Marshall num ensaio tipo

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
F	2,471 mm	0,0028 mm	-3,245 kN·mm ⁻²	0,092 kN·mm ⁻¹	146
S	19,815 kN	0,049 kN	0,4047 mm ⁻¹	0,020 kN·mm ⁻¹	113
M	8,019 kN·mm ⁻¹	Incerteza de medição combinada		0,094 kN·mm ⁻¹	
		Graus de liberdade efetivos		159	
		Fator de expansão		2,02	
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,19 kN·mm ⁻¹	

2.3.4 Incerteza de medição dos valores médios declarados no boletim de ensaio

Conforme referido anteriormente, a norma de referência (EN 12697-34; 2020) seguida pela UPAVMAT prevê o ensaio de quatro provetes extraídos de uma dada amostra de mistura betuminosa, estando os resultados obtidos sujeitos a um processo de validação que poderá conduzir a três situações distintas:

1. rejeição dos resultados obtidos e a conseqüente repetição do ensaio;
2. rejeição do provete com o maior desvio percentual em relação aos resultados médios da amostra; neste caso, as estimativas finais correspondem às médias aritméticas das estimativas associadas aos restantes três provetes de ensaio cujos resultados são considerados válidos;
3. aceitação dos resultados obtidos para os quatro provetes ensaiados; neste caso, as estimativas finais correspondem às médias aritméticas das estimativas dos quatro provetes ensaiados.

Deste modo, as estimativas das grandezas de interesse declaradas num boletim de ensaio correspondem a valores médios, pelo que importa avaliar as correspondentes incertezas de medição.

Independentemente da grandeza avaliada, são identificadas três componentes de incerteza de medição associadas aos valores médios:

- arredondamento das estimativas – de acordo com a norma de referência (EN 12697-34; 2020), os valores médios determinados com base nas respetivas amostras experimentais dos valores medidos nos quatro ou três provetes de ensaio de uma amostra de mistura betuminosa, devem ser arredondados para uma casa decimal; na formulação probabilística desta componente de incerteza é adotada uma distribuição uniforme com uma semi amplitude igual a metade da resolução imposta pelo arredondamento efetuado;
- incerteza instrumental e do método de ensaio de um provete – esta componente reúne as contribuições dos instrumentos de medição e do método de ensaio para a incerteza de medição associada a um provete de ensaio, conforme a avaliação da incerteza de medição descrita anteriormente nas secções 2.3.1 a 2.3.2; como uma amostra válida de provetes no ensaio Marshall apresenta uma dimensão igual a três ou quatro considera-se, numa perspectiva de majoração desta componente, a adoção do valor máximo das incertezas de medição associadas aos provetes de ensaio válidos; e
- variabilidade da amostra – tendo em conta a quantificação da estimativa de medição com base na média aritmética dos valores individuais obtidos em cada um dos provetes de ensaio considerados válidos, a variabilidade da amostra de mistura betuminosa ensaiada pode ser quantificada com base na determinação do desvio padrão experimental da média.

Com base na formulação probabilística mencionada para as componentes de incerteza identificadas, os Quadros 2.13 a 2.17 exemplificam os balanços de incertezas de medição das grandezas de interesse numa amostra de mistura betuminosa (identificação 78/19-A) ensaiada pela UPAVMAT.

Quadro 2.13 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	2,471	0,028	146	$0,05/\sqrt{3} = 0,029$	50	0,25	3
2	2,627	0,024	108				
3	3,373	0,026	133				
4	3,449	0,030	168				
Valor médio	3,0	Incerteza de medição combinada		0,25 mm			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,84 mm			

Quadro 2.14 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação tangencial

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	1,183	0,006 2	2	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,16	3
2	1,549	0,010	2				
3	1,932	0,014	2				
4	1,684	0,025	2				
Valor médio	1,6	Incerteza de medição combinada		0,16 mm			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,53 mm			

Quadro 2.15 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação total

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	2,820	0,025	95	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,39	3
2	3,392	0,024	103				
3	4,273	0,024	101				
4	4,498	0,025	95				
Valor médio	3,7	Incerteza de medição combinada		0,39 mm			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		1,3 mm			

Quadro 2.16 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da estabilidade máxima corrigida

Id. do provete	Estimativa / kN	Incerteza instrumental e método / kN	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / kN	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / kN	Graus de liberdade
1	19,815	0,049	113	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,17	3
2	20,657	0,052	114				
3	20,209	0,050	113				
4	20,117	0,050	113				
Valor médio	20,2	Incerteza de medição combinada		0,18 kN			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,61 kN			

Quadro 2.17 – Balanço da incerteza de medição do valor médio do quociente Marshall

Id. do provete	Estimativa / kN·mm ⁻¹	Incerteza instrumental e método / kN·mm ⁻¹	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / kN·mm ⁻¹	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / kN·mm ⁻¹	Graus de liberdade
1	8,019	0,094	159	0,05/√3 = 0,029	50	0,59	3
2	7,865	0,075	123				
3	5,991	0,048	160				
4	5,832	0,052	195				
Valor médio	6,9	Incerteza de medição combinada		0,60 kN·mm ⁻¹			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		2,0 kN·mm ⁻¹			

Conforme se pode observar nos Quadros anteriores (2.13 a 2.17), a contribuição dominante para incertezas de medição dos valores médios de todas as mensurandas, corresponde à variabilidade associada à amostra de provetes ensaiados. Esta constatação motivou a extensão da avaliação da incerteza de medição para outras amostras de provetes ensaiados pela UPAVMAT, de modo a confirmar este resultado. No Quadro 2.18 são apresentadas as respetivas incertezas de medição relativas expandidas, considerando um intervalo de confiança de 95 %, a mesma formulação probabilística das grandezas de entrada adotada anteriormente e o impacto da contabilização da variabilidade da amostra de provetes ensaiados.

Quadro 2.18 – Incertezas de medição expandidas (95 %) dos valores médios obtidos em amostras distintas de provetes de ensaio

Identificação da amostra	78/19-A		78/19-B		ECI 2020		ECI 2019	
Número de provetes válidos	4		4		4		3	
Grandezas	Incerteza de medição expandida (95 %) relativa / %							
	S/ amostra	C/ amostra	S/ amostra	C/ amostra	S/ amostra	C/ amostra	S/ amostra	C/ amostra
Deformação	3	28	4	13	3	14	3	30
Deformação tangencial	5	33	6	6	9	12	5	36
Deformação total	2	35	3	14	2	14	2	20
Estabilidade máxima corrigida	1	3	1	12	1	5	1	29
Quociente Marshall	3	29	3	16	2	17	2	37

Os resultados apresentados no Quadro 2.18 confirmam que a variabilidade da amostra é a contribuição dominante para a incerteza de medição dos valores médios das grandezas de interesse no ensaio Marshall. Esta constatação é ainda mais evidente no caso de uma amostra de provetes de ensaio válidos com dimensão igual a três (*vide*, no Quadro 2.18, os resultados obtidos para a amostra com a

identificação ECI 2019). Note-se que, nos ensaios das amostras mencionadas, foram cumpridos os critérios de validação dos resultados de estabilidade máxima corrigida e de deformação (diferença percentual das estimativas individuais relativamente aos valores médios da amostra inferior a 15 % e 20 %, respetivamente). A magnitude destes critérios mostra que é expectável a obtenção de uma elevada dispersão de resultados associada às grandezas de entrada, a qual será propagada para as grandezas de saída de interesse.

Os resultados obtidos permitem igualmente quantificar a melhor incerteza de medição da UPAVMAT para o ensaio Marshall, tendo em conta as incertezas de medição obtidas sem contabilização da variabilidade da amostra, ou seja, considerando apenas as contribuições das incertezas nas vertentes instrumental e do método de ensaio bem como o arredondamento normativo das estimativas das mensurandas. Os valores mínimos das incertezas de medição mencionadas no Quadro 2.19 na ausência da contribuição da incerteza da amostra correspondem às seguintes melhores incertezas de medição expandidas (95 %) relativas da UPAVMAT:

- deformação – 3 %;
- deformação tangencial – 5 %;
- deformação total – 2 %;
- estabilidade máxima corrigida – 1 %;
- quociente Marshall – 2 %.

3 | Considerações finais

O presente estudo permitiu reavaliar as incertezas de medição associadas às estimativas de grandezas mensuráveis no ensaio Marshall de misturas betuminosas realizado pela UPAVMAT, no contexto atual da acreditação desta Unidade Operativa do LNEC-EM.

O conhecimento adquirido acerca da qualidade das medições efetuadas pela UPAVMAT (quantificada pelas respetivas incertezas de medição), possibilita um julgamento fundamentado e rigoroso do seu desempenho na concretização experimental do referido ensaio laboratorial, em particular, no contexto da realização de ensaios interlaboratoriais com outras entidades e da avaliação de conformidade de misturas betuminosas.

A variabilidade da amostra de provetes ensaiados constitui a contribuição mais significativa para as incertezas de medição das mensurandas de interesse, refletindo a natureza heterogénea de uma mistura betuminosa e a reduzida dimensão da amostra de provetes ensaiados (três ou quatro). Tendo em consideração que a preparação dos provetes de ensaio segue um processo experimental normalizado, a redução da magnitude desta componente de incerteza passará necessariamente pelo aumento da dimensão da amostra de provetes de ensaio (com resultados preliminares validados segundo os critérios normativos estabelecidos), sobretudo em estudos experimentais exigentes, caracterizados por um elevado nível de exatidão das mensurandas de interesse. Este aspeto é particularmente relevante quando se verifica uma proximidade das estimativas das medições aos limites das tolerâncias normativas que determinam a avaliação do desempenho do laboratório ou da mistura betuminosa ensaiada.

Tendo em conta as alterações do enquadramento normativo em que a UPAVMAT se insere, nomeadamente, do referencial (NP EN ISO/IEC 17025; 2018) que suporta a sua acreditação no Sistema Português da Qualidade e do próprio ensaio Marshall (EN 12697-34; 2020), o estudo efetuado permitiu reavaliar as melhores incertezas de medição desta Unidade Operativa do LNEC-EM, sendo apresentado no Quadro 3.1 um resumo dos valores obtidos considerando um intervalo de confiança de 95 %.

Quadro 3.1 – Síntese das melhores incertezas de medição expandidas (95 %) da UPAVMAT no ensaio Marshall

Grandezas de interesse no ensaio Marshall	Melhor incerteza de medição expandida (95 %)
	/ %
Deformação	3
Deformação tangencial	5
Deformação total	2
Estabilidade máxima corrigida	1
Quociente Marshall	2

Lisboa, LNEC, abril de 2024

VISTO

O Diretor do Centro de Instrumentação Científica e Tecnologias de Informação



João Carlos Viegas

AUTORIA



Luís Filipe Lages Martins
Investigador Auxiliar



Álvaro Silva Ribeiro
Investigador Principal
Chefe do Núcleo de Qualidade Metrológica

Referências bibliográficas

- EN 12697-6:2020 – **Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 6: Determination of bulk density of bituminous specimens.** European Committee for Standardization, 2020.
- EN 12697-30:2018 – **Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 30: Specimen preparation by impact compactor.** European Committee for Standardization, 2018.
- EN 12697-34:2020 – **Bituminous mixtures. Test methods. Part 34: Marshall test.** European Committee for Standardization, 2020.
- EN 12697-35:2016 – **Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 35: Laboratory mixing.** European Committee for Standardization, 2016.
- 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 measurement (GUM 1995 with minor corrections).** Joint Committee for Guides in Metrology, 2008.
- JCGM 200:2012 – **International vocabulary 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. 1104/551/01062. Relatório 336/2009 – CIC/NQM.
- LAGES MARTINS, Luís F.; SILVA RIBEIRO, Álvaro, 2010 – **Avaliação de incertezas de medição no Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação. Ensaio Marshall.** LNEC - Proc. 1104/551/01062. Relatório 221/2010 – CIC/NQM.
- LAGES MARTINS, Luís F.; SILVA RIBEIRO, Álvaro; FREIRE, Ana C.; BATISTA, Fátima.; MAIA, Anabela, 2012 – **Seleção do método matemático para determinação da tangente no ensaio Marshall suportada na avaliação de incertezas de medição.** Medições e Ensaios 1 (2), pp. 3-10, maio de 2012, SPMet – Sociedade Portuguesa de Metrologia. ISSN 2182-5424.
- MOOD, Alexander M.; GRAYBILL, Franklin A.; BOES, Duane C., 1974 – **Introduction to the theory of statistics.** 3rd edition, Singapore: McGraw-Hill International Editions.
- NP EN ISO/IEC 17025:2018 – **Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração.** Instituto Português da Qualidade, 2018.

ANEXO

Dados de referência para validação de cálculos

Dados de entrada

Quadro A.1 – Dados de entrada – amostra id. 78/19-A

Grandeza	Provete 1	Provete 2	Provete 3	Provete 4
S_5	19,486 kN	19,846 kN	19,726 kN	19,728 kN
S_6	19,490 kN	19,861 kN	19,733 kN	19,729 kN
F_5	2,783 mm	3,358 mm	4,239 mm	4,461 mm
F_6	2,856 mm	3,425 mm	4,307 mm	4,534 mm
V	512,4 mL	505,2 mL	510,1 mL	511,5 mL
b	(-5,741±0,071) kN	(-9,806±0,047) kN	(-9,189±0,026) kN	(-12,276±0,070) kN
m	(16,471±0,063) kN·mm ⁻¹	(12,820±0,067) kN·mm ⁻¹	(10,212±0,049) kN·mm ⁻¹	(11,71±0,11) kN·mm ⁻¹

Quadro A.2 – Dados de entrada – amostra id. 78/19-B

Grandeza	Provete 1	Provete 2	Provete 3	Provete 4
S_5	21,471 kN	19,906 kN	22,080 kN	23,261 kN
S_6	21,474 kN	19,916 kN	22,080 kN	23,267 kN
F_5	2,657 mm	2,848 mm	2,465 mm	2,982 mm
F_6	2,739 mm	2,913 mm	2,512 mm	3,059 mm
V	510,2 mL	511,1 mL	505,1 mL	506,8 mL
b	(-5,521±0,091) kN	(-8,59±0,17) kN	(-6,421±0,081) kN	(-7,552±0,047) kN
M	(19,505±0,067) kN·mm ⁻¹	(17,37±0,16) kN·mm ⁻¹	(20,208±0,057) kN·mm ⁻¹	(20,364±0,038) kN·mm ⁻¹

Dados de saída – Amostra 78/19-A

Vide Quadros 2.13 a 2.17 na Secção 2.3.4 do Capítulo 2.

Dados de saída – Amostra 78/19-B

Quadro A.3 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	2,415	0,031	140	0,05/√3 = 0,029	50	0,10	3
2	2,386	0,029	205				
3	2,171	0,023	235				
4	2,650	0,028	115				
Valor médio	2,4	Incerteza de medição combinada		0,11 mm			
		Graus de liberdade efetivos		4			
		Fator de expansão		2,87			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,31 mm			

Quadro A.4 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação tangencial

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	1,101	0,006 3	2	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,014	3
2	1,146	0,011	2				
3	1,093	0,005 7	2				
4	1,142	0,004 4	2				
Valor médio	1,1	Incerteza de medição combinada		0,034 mm			
		Graus de liberdade efetivos		50			
		Fator de expansão		2,05			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,069 mm			

Quadro A.5 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da deformação total

Id. do provete	Estimativa / mm	Incerteza instrumental e método / mm	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / mm	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / mm	Graus de liberdade
1	2,698	0,028	86	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,12	3
2	2,881	0,023	105				
3	2,489	0,020	136				
4	3,021	0,026	91				
Valor médio	2,8	Incerteza de medição combinada		0,12 mm			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		0,40 mm			

Quadro A.6 – Balanço da incerteza de medição do valor médio da estabilidade máxima corrigida

Id. do provete	Estimativa / kN	Incerteza instrumental e método / kN	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / kN	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / kN	Graus de liberdade
1	21,987	0,055	113	0,05/ $\sqrt{3}$ = 0,029	50	0,80	3
2	20,330	0,051	113				
3	22,981	0,057	113				
4	24,082	0,060	113				
Valor médio	22,3	Incerteza de medição combinada		0,80 kN			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		2,6 kN			

Quadro A.7 – Balanço da incerteza de medição do valor médio do quociente Marshall

Id. do provete	Estimativa / kN·mm⁻¹	Incerteza instrumental e método / kN·mm⁻¹	Graus de liberdade	Arredondamento normativo / kN·mm⁻¹	Graus de liberdade	Variabilidade da amostra / kN·mm⁻¹	Graus de liberdade
1	9,11	0,12	150	0,05/√3 = 0,029	50	0,44	3
2	8,52	0,10	222				
3	10,59	0,11	260				
4	9,09	0,10	127				
Valor médio	9,3	Incerteza de medição combinada		0,46 kN·mm ⁻¹			
		Graus de liberdade efetivos		3			
		Fator de expansão		3,31			
		Incerteza de medição expandida (95 %)		1,5 kN·mm ⁻¹			



www.lnec.pt

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