

CENTRO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA Núcleo de Qualidade Metrológica

Proc. 1104/551/00878

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

Ensaios de misturas betuminosas

Estudo realizado por solicitação do Departamento de Transportes do LNEC

Lisboa • Outubro de 2009

I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 336/2009 – NQM

## Avaliação de Incertezas de Medição no Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT): Ensaios de Misturas Betuminosas

#### Resumo

Este relatório descreve o processo de avaliação de incertezas de medição dos ensaios de misturas betuminosas realizados pelo Laboratório de Ensaios de Materiais para a Pavimentação do Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT). O presente documento contém uma descrição sumária dos ensaios estudados (determinação do teor de betume e baridade) apresentando, também, as respectivas tabelas de balanço de incertezas de medição obtidas com base na aplicação do método GUM.

## Evaluation of the Measurement Uncertainties at the Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT): Tests for Bituminous Mixtures

#### Abstract

This report describes the measurement uncertainty evaluation procedure related with tests for the bituminous mixtures performed at the Laboratório de Ensaios de Materiais para a Pavimentação of the Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT). The present document contains a brief description of the studied tests (determination of the bitumen content and bulk density) and also presents the corresponding measurement uncertainty budget tables obtained through the use of the GUM method.

## Évaluation des Incertudes de Mesure au Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT): Essais des Mélanges Bitumineux

## Résumé

Ce rapport décrit la procédure d'évaluation des incertudes de mesure des essais des mélanges bitumineux réalisés au Laboratório de Ensaios de Materiais para a Pavimentação du Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC/PAVMAT). Le présent document contient une brève description des essais étudies (détermination de la teneur en bitume et de la masse volumique apparente) et présent, aussi, les respectifs tableaux du bilan des incertitudes de mesure basé sur l'application de la méthode GUM.

# Índice de matérias

1. INTRODUÇÃO 1
2. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE BETUME
2.1 Descrição sumária do ensaio 3
2.2 Relação e diagrama funcional 6
2.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição 8
2.3.1 Estágio inicial
2.3.2 Estágio intermédio 11
2.3.3 Estágio final 15
3. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA BARIDADE17
3.1 Descrição sumária do ensaio17
3.2 Relação e diagrama funcional18
3.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição20
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS 25
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS
ANEXO A – MÉTODO GUM PARA AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO 28
A.1 Introdução
A.2 Fase de formulação 29
A.3 Fase de cálculo
A.4 Tabela de balanço de incertezas de medição37

## 1. INTRODUÇÃO

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

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

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

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

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

Neste documento é descrito o processo de avaliação das incertezas de medição nos ensaios de determinação do teor de betume (pelo método de centrifugação) e da baridade (pelo método SDD – *Saturated Surface Dry*) de misturas betuminosas com base na

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

Os capítulos 2 e 3 do presente documento (dedicados, respectivamente, ao ensaio de determinação do teor de betume e ao ensaio de determinação da baridade) apresentam uma descrição sumária dos ensaios estudados no que se refere aos seus objectivos, métodos e procedimentos de ensaio adoptados. Mencionam, igualmente, o conjunto de relações funcionais que se estabelecem entre as várias grandezas de entrada e saída envolvidas, bem como, a caracterização probabilística que conduz à elaboração das respectivas tabelas de balanço de incertezas pelo método GUM [2], atendendo à reduzida não-linearidade associada aos modelos matemáticos representativos dos processos de medição. O capítulo 4 é dedicado às considerações finais.

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

## 2. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE BETUME

### 2.1 Descrição sumária do ensaio

O presente ensaio tem por objectivo a determinação da grandeza teor de betume associada a uma mistura betuminosa<sup>1</sup>, constituindo um dos vários ensaios experimentais realizados pelo LNEC/PAVMAT no âmbito da sua actividade laboratorial de caracterização de materiais utilizados na pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias.

A norma de ensaio vigente EN 12697-1 [3] expõe um conjunto diferenciado de métodos de ensaio visando a determinação do teor de betume em misturas betuminosas, entre os quais, o método de centrifugação, presentemente adoptado pelo LNEC/PAVMAT na concretização experimental deste ensaio. Como a sua designação sugere, este método de ensaio é suportado na utilização de um equipamento dedicado (*vide* Figura 2.1) que promove, por centrifugação, a remoção do betume presente na amostra ensaiada sujeita à acção química de um solvente.



Figura 2.1: Equipamento de centrifugação utilizado pelo LNEC/PAVMAT.

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

1. aquecimento da amostra de mistura betuminosa numa estufa durante um período de três horas; esta acção visa diminuir a resistência da amostra à sua posterior

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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).

descompactação; salienta-se que, a temperatura de aquecimento não deve ultrapassar os 90 °C de modo a evitar uma alteração significativa da amostra laboratorial;

- descompactação da amostra, isto é, a separação das partículas de agregado aglomeradas pelo betume que constituem a mistura betuminosa;
- realização de ensaio de peneiração visando a determinação da dimensão máxima de agregado que constitui a amostra de mistura betuminosa; note-se que existe uma relação normativa entre a dimensão máxima de agregado e a massa mínima do provete de ensaio;
- redução da amostra laboratorial, por exemplo, pelo método de esquartelamento, tendo por objectivo a diminuição da sua massa para valores mais próximos dos necessários à formação de um provete de ensaio;
- formação de um provete de ensaio de acordo com o valor de massa mínima 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 do teor de betume, no caso do LNEC/PAVMAT, pelo método de centrifugação. O procedimento de ensaio adoptado é suportado na norma de ensaio vigente [3], no qual se identificam diversas etapas descritas em seguida e ilustradas esquematicamente na Figura 2.2.

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 [3], é determinada pela realização de pesagens sucessivas, em intervalos de meia hora, que revelem diferenças relativas inferiores a 0,05 %.

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



Figura 2.2: Representação esquemática do procedimento de ensaio de determinação do teor de betume pelo método de centrifugação.

A centrifugação do provete decorre a uma velocidade de rotação máxima de 3600 rotações por minuto promovendo-se, durante este processo, a adição sucessiva de solvente (aproximadamente 200 mm<sup>3</sup>) até se constatar qualitativamente que a solução captada por centrifugação (contendo betume, solvente e matéria mineral) se apresenta incolor indicando, deste modo, a finalização do processo de extracção do betume que envolve as partículas de agregado que constituem o provete de ensaio. Posteriormente, é efectuada a determinação da massa do conjunto recipiente de centrifugação, filtro e agregado após extracção de betume (em situação de massa constante), bem como, do volume total da solução captada durante o processo de centrifugação.

A determinação da mensuranda teor 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 efectuada por via de evaporação mediante o aquecimento do cadinho em banho de vapor ou placa eléctrica.

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, compreendida entre 500 °C e 600 °C, durante um período de tempo de uma hora, tendo por objectivo 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 do LNEC/PAVMAT.

O processo de quantificação da matéria mineral é finalizado com a adição de 5 mm<sup>3</sup> por grama de resíduo incinerado de solução de carbonato de amónio visando a recuperação de material mineral perdido na incineração. Após um período de uma hora, é efectuada a determinação da massa do conjunto formado pelo cadinho e matéria mineral (cinzas) em situação de massa constante.

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

#### 2.2 Relações e diagramas funcionais

A grandeza teor 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, ou seja,

$$S = \frac{M_{\rm b}}{M} \times 100. \tag{2.1}$$

Ambas as grandezas de entrada presentes no modelo matemático apresentado são, também, obtidas por via indirecta, conforme descrito em seguida.

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

$$M_{\rm b} = M - M_{\rm ag+cin} \,. \tag{2.2}$$

Por sua vez, a massa seca de 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

$$M = M_{\rm r+f+p} - M_{\rm r+f} \,. \tag{2.3}$$

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

$$M_{\rm ag+cin} = M_1 + M_2.$$
 (2.4)

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

$$M_1 = M_{r+f+ag} - M_{r+f}, \qquad (2.5)$$

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

A massa total de cinzas é determinada por via indirecta mediante o conhecimento das grandezas volume total de 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 respectivo modelo matemático corresponde a

$$M_2 = \frac{M_{\rm cin} \cdot V_1}{V_3} \,. \tag{2.6}$$

Neste modelo, apenas a grandeza  $M_{cin}$  é obtida por via indirecta, 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 massa do cadinho utilizado no processo experimental de recuperação das cinzas,  $M_{cad}$ , ou seja,

$$M_{\rm cin} = M_{\rm cad+cin} - M_{\rm cad} \,. \tag{2.7}$$

Com o intuito de facilitar a compreensão das relações funcionais mencionadas anteriormente, a Figura 2.4 apresenta o respectivo diagrama funcional associado à definição da mensuranda de interesse teor de betume. Nesta representação esquemática é possível identificar a existência de três estágios – inicial, intermédio e final – na propagação das incertezas de medição envolvendo, respectivamente, grandezas de entrada, intermédias e, por último, a grandeza de saída.



Figura 2.4: Diagrama funcional da grandeza teor de betume.

#### 2.3 Tabelas de 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 alcance de 5 L e uma graduação de 500 mL. Atendendo a esta última característica metrológica do instrumento de medição volumétrico em análise, constatou-se que as medições efectuadas pelo operador do ensaio resultam, maioritariamente, da realização de uma interpolação da escala graduada de, aproximadamente, 100 mL. Perante este facto, as restantes componentes de incerteza associadas à medição desta mensuranda, nomeadamente, a calibração volumétrica efectuada pelo fabricante a uma temperatura conhecida, os efeitos de dilatação da solução por efeito

térmico e a repetibilidade das medições efectuadas, são consideradas desprezáveis face à magnitude da incerteza de medição associada à referida interpolação de escala, conforme indicado no Quadro 2.1 apresentado em seguida.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
$\delta V_1$	Interpolação de escala volumétrica graduada	± 50 mL	Uniforme	Operador do ensaio

Quadro 2.1: Caracterização probabilística da grandeza volume total de solução captada por centrifugação.

No que respeita à grandeza volume de solução captada para efeito de quantificação de matéria mineral, a sua medição é efectuada mediante o recurso a um balão volumétrico de 100 mL. As componentes de incerteza identificadas correspondem a:

- <u>calibração volumétrica do fabricante do balão volumétrico</u> o valor da incerteza de medição declarada pelo fabricante não possui qualquer referência indicativa de qual a função de probabilidade aplicável; por este motivo é assumida a sua representação por uma distribuição de probabilidade triangular;</u>
- <u>efeito da temperatura</u> atendendo a que o valor de incerteza de medição de calibração citado no ponto anterior apenas é válido para uma temperatura de 20 °C e que a medição volumétrica em análise decorre numa sala laboratorial com temperatura compreendida, aproximadamente, no intervalo (20 ± 5) °C, esta componente de incerteza é quantificada admitindo uma variação de temperatura de 10 °C e um coeficiente de expansão volumétrico (do tolueno) igual a 1,07 mL °C<sup>-1</sup>.

O Quadro 2.2 resume a informação de interesse associada à mensuranda volume de solução captada para efeito de quantificação de matéria mineral.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade	Fonte de informação
$\delta V_{3  cal}$	Calibração	± 0,1 mL	Triangular	Especificações técnicas
$\delta V_{3 \text{ temp}}$	Efeito térmico	$\pm (10 \text{ °C x } 1,07 \text{ mL °C}^{-1})$	Uniforme	Estimativa empírica

Quadro 2.2: Caracterização probabilística da grandeza volume de solução captada.

No domínio da massa, a utilização de instrumentos de pesagem diferenciados, consoante a mensuranda de interesse a determinar, conduz a caracterizações probabilísticas distintas. No caso da medição das grandezas massa do conjunto cadinho e cinzas e massa do cadinho, o instrumento de pesagem utilizado (com referência interna EQ03) apresenta um alcance de 180 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 referência interna EQ06.1) com um alcance de 6,1 kg e uma resolução de 0,1 g.

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

Componente	Fonte de	Limites de variação	Função densidade	Fonte de informação
de incerteza	incerteza		de probabilidade	
$\delta M_{\rm cal}$	Calibração	± 0,000 15 g	Gaussiana	Certificado de
$\delta M_{\rm rev}$	Reversibilidade	± 0,000 10 g	Triangular	instrumento de
$\delta M_{\rm exc}$	Excentricidade	$\pm$ 0,000 30 g	Triangular	pesagem
$\delta M_{\rm rep}$	Repetibilidade	± 0,000 10 g	Gaussiana	Especificações
$\delta M_{\rm lin}$	Linearidade	± 0,000 20 g	Uniforme	instrumento de
$\delta M_{\rm der}$	Deriva térmica*	$\pm (2 \cdot 10^{-6} \cdot M \cdot \Delta T) \text{ g}$	Uniforme	pesagem
$\delta M_{\rm arred}$	Arredondamento	$\pm$ 0,000 50 g	Uniforme	Norma de ensaio
$\delta M_{\rm est}$	Estabilidade **	$\pm (0,000 \ 25 \cdot M) \ g$	Uniforme	
$\delta M_{ m zero}$	Zero	$\pm$ 0,000 05 g	Uniforme	Procedimento de ensaio

Quadro 2.3: Caracterização probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem EQ03.

\* Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma amplitude de variação de temperatura de 10 °C.

\*\* Componente de incerteza apenas presente no caso da medição da grandeza massa do conjunto cadinho e cinzas.

Componente	Fonte de	Limites de variação	Função densidade	Fonte de informação
de incerteza	incerteza		de probabilidade	
$\delta M_{ m cal}$	Calibração	± 0,04 g	Gaussiana	Certificado de calibração
$\delta M_{\rm rev}$	Reversibilidade	$\pm$ 0,05 g	Triangular	do instrumento de
$\delta M_{\rm exc}$	Excentricidade	± 0,20 g	Triangular	pesagem
$\delta M_{\rm rep}$	Repetibilidade	± 0,05 g	Gaussiana	Especificações técnicas
$\delta M_{\rm lin}$	Linearidade	± 0,10 g	Uniforme	do instrumento de
$\delta M_{ m der}$	Deriva térmica	$\pm (5 \cdot 10^{-6} \cdot M \cdot \Delta T) \text{ g}$	Uniforme	pesagem
$\delta M_{est}$	Estabilidade	$\pm (0,000 \ 25 \cdot M) \ g$	Uniforme	Procedimento de ensajo
$\delta M_{ m zero}$	Zero	± 0,05 g	Uniforme	

Quadro 2.4: Caracterização probabilística da grandeza massa medida com recurso ao instrumento de pesagem EQ06.1.

\* Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma amplitude de variação de temperatura de 10 °C.

#### 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 [2].

No caso da grandeza massa das cinzas no volume de solução captada para efeito de quantificação da matéria mineral, obtida mediante a relação funcional (2.7), a aplicação da LPI conduz a

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

$$(2.8)$$

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

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 (2.8) resulta de se considerar que a correlação entre as duas grandezas de entrada é nula. A incerteza de medição padrão da grandeza intermédia em análise pode assim ser escrita como

$$u(M_{\rm cin}) = \sqrt{u^2 (M_{\rm cad+cin}) + u^2 (M_{\rm cad})} .$$
 (2.9)

O Quadro 2.5 apresenta a tabela de balanço de incertezas de medição da mensuranda de interesse construída com base na informação probabilística que consta no Quadro 2.3 apresentado na secção anterior.

Grandezas Estimativas Coeficientes de Contribuições para a incerteza Incertezas Graus de de entrada padrão sensibilidade de medição padrão liberdade  $X_i$  $u(x_i)$  $C_i$  $u_i(y)$  $V_i$  $x_i$  $M_{\text{cad+cin}}$ 73,164 g  $\pm 0,011$  g 1  $\pm 0,011$  g 51  $M_{\rm cad}$ 72,329 g  $\pm 0,001$  g  $\pm 0,001$  g 72 -1 Incerteza de medição padrão  $\pm 0,011$  g Graus de liberdade efectivos 52  $M_{\rm cin}$ 0.835 g 2,00 Factor de expansão Incerteza de medição expandida  $\pm 0,022$  g (95 %)

Quadro 2.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa das cinzas no volume de solução captada para efeito de quantificação de matéria mineral num ensaio tipo.

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

$$u(M_1) = \sqrt{u^2 (M_{r+f+ag}) + u^2 (M_{r+f})} , \qquad (2.10)$$

massa seca do provete ensaiado,

$$u(M) = \sqrt{u^2 (M_{\rm r+f+p}) + u^2 (M_{\rm r+f})} , \qquad (2.11)$$

e massa de betume,

$$u(M_{\rm b}) = \sqrt{u^2(M) + u^2(M_{\rm ag+cin})}$$
 (2.12)

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

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$X_i$	$u(x_i)$	${\cal C}_i$	$u_i(y)$	$\mathcal{V}_i$
$M_{\rm r+f+ag}$	3007,9 g	$\pm$ 0,46 g	1	± 0,46 g	63
$M_{ m r+f}$	1943,7 g	± 0,31 g	-1	± 0,31 g	75
		Incerteza	de medição padrão	± 0,56 g	
		Graus de	liberdade efectivos		114
$M_{1}$	1064,2 g		Factor de expansão		2,00
		Incerteza de	medição expandida		
			(95 %)	± 1,1 g	

Quadro 2.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de agregado após extracção de betume por centrifugação num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	${\cal C}_i$	$u_i(y)$	$V_i$
$M_{\rm r+f+p}$	3090,6 g	$\pm$ 0,47 g	1	$\pm$ 0,47 g	62
$M_{ m r+f}$	1943,7 g	± 0,31 g	-1	± 0,31 g	75
		Incerteza	de medição padrão	± 0,57 g	
		Graus de	liberdade efectivos		111
M	1146,9 g		Factor de expansão		2,00
		Incerteza de	medição expandida	-11-	
			(95 %)	± 1,1 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 indirecta mediante a relação funcional dada pela expressão (2.6), permite escrever

$$u^{2}(M_{2}) = c^{2}_{M_{\rm cin}} \cdot u^{2}(M_{\rm cin}) + c^{2}_{V_{1}} \cdot u^{2}(V_{1}) + c^{2}_{V_{3}} \cdot u^{2}(V_{3}), \qquad (2.13)$$

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

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

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	$c_i$	$u_i(y)$	$V_i$
$V_1$	3570 mL	± 29 mL	0,0084 g·mL <sup>-1</sup>	± 0,24 g	50
$V_3$	100 mL	± 6,2 mL	-0,298 g⋅mL <sup>-1</sup>	± 1,8 g	50
$M_{\rm cin}$	0,835 g	± 0,011 g	35,7	± 0,39 g	52
		Incerteza	de medição padrão	± 1,9 g	
		Graus de	liberdade efectivos		57
$M_2$	29,8 g		Factor de expansão		2,00
		Incerteza de	medição expandida (95 %)	± 3,8 g	

Quadro 2.8: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa total de cinzas após processo de separação da matéria mineral num ensaio tipo.

No que respeita à grandeza massa de agregado e cinzas, obtida usando a expressão (2.4), a aplicação da LPI conduz a

$$u^{2}(M_{\rm ag+cin}) = c_{M_{1}}^{2} \cdot u^{2}(M_{1}) + c_{M_{2}}^{2} \cdot u^{2}(M_{2}), \qquad (2.14)$$

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 da tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de agregado e cinzas apresentada no Quadro 2.9.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$X_i$	$u(x_i)$	${\cal C}_i$	$u_i(y)$	$V_i$
$M_{1}$	1064,2 g	± 0,56 g	1	± 0,56 g	114
$M_{2}$	29,8 g	± 1,9 g	1	± 1,9 g	57
		Incerteza	l de medição padrão	± 2,0 g	
		Graus de	e liberdade efectivos		67
$\boldsymbol{M}_{\rm ag+cin}$	1094,0 g		Factor de expansão		2,00
		Incerteza de	medição expandida		
			(95 %)	± 4,0 g	

Quadro 2.9: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa agregado e cinzas num ensaio tipo.

As incertezas de medição declaradas nos Quadros 2.7 e 2.9 permitem efectuar o balanço de incerteza de medição da grandeza massa de betume, com base na aplicação da expressão (2.12) apresentada anteriormente. O resultado final obtido consta no Quadro 2.10.

Quadro 2.10: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de betume num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	${\cal C}_i$	$u_i(y)$	$V_i$
${M}_{ m ag+cin}$	1094,0 g	± 2,0 g	1	± 2,0 g	67
М	1146,9 g	± 0,57 g	1	± 0,57 g	111
		Incerteza	de medição padrão	± 2,1 g	
		Graus de	liberdade efectivos		78
$M_{\rm b}$	52,9 g		Factor de expansão		2,00
		Incerteza de	medição expandida	- 4 <b>2</b> <del>2</del>	
			(95 %)	± 4,2 g	

#### 2.3.3 Estágio final

A formulação probabilística das diversas grandezas de entrada e intermédias que intervêm na quantificação indirecta da grandeza teor de betume (*vide* Figura 2.4) permite que, por aplicação da LPI ao modelo matemático (2.1), seja possível determinar a respectiva incerteza de medição mediante

$$u^{2}(S) = c_{M_{b}}^{2} \cdot u^{2}(M_{b}) + c_{M}^{2} \cdot u^{2}(M), \qquad (2.15)$$

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

O Quadro 2.11 constitui a respectiva tabela de balanço de incertezas na qual se encontram indicadas componentes de incerteza adicionais relativas à repetibilidade e à reprodutibilidade do ensaio em análise, quantificadas de acordo com os resultados obtidos pelo estudo dedicado a esta matéria realizado pelo LNEC/PAVMAT.

~		-	8		1
Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	$\mathcal{C}_i$	$u_i(y)$	$V_i$
$M_{\mathrm{b}}$	52,9 g	± 2,1 g	0,087 %·g <sup>-1</sup>	$\pm 0,18$ %	78
M	1146,9 g	± 0,57 g	-0,004 %·g <sup>-1</sup>	± 0,002 3 %	111
$S_{\rm repet}$	0 %	± 0,25 %	1	± 0,25 %	8
$S_{ m repro}$	0 %	± 0,08 %	1	$\pm$ 0,08 %	8
		Incerteza	de medição padrão	± 0,32 %	
		Graus de	liberdade efectivos		21
S	4,6 %		Factor de expansão		2,09
		Incerteza de	medição expandida	$\pm 0,67$ %	
			(95 %)		0

Quadro 2.11: Tabela de balanço de incertezas da grandeza teor de betume num ensaio tipo.

O valor de incerteza de medição citado no Quadro anterior para a grandeza teor de betume pode ser considerado como representativo da melhor incerteza de medição (ou capacidade metrológica) do LNEC/PAVMAT na realização do ensaio em estudo. De facto é possível constatar que, a maioria das componentes de incerteza de medição dominantes não possuem uma significativa influência das estimativas das grandezas de entrada, pelo que se considera que o valor de incerteza de medição obtido é igualmente aplicável a outras estimativas na gama de medição da mensuranda de interesse.

## 3. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA BARIDADE

### 3.1 Descrição sumária do ensaio

O ensaio descrito no presente capítulo tem por objectivo a determinação da baridade, definida como a massa volúmica aparente de uma mistura betuminosa a uma dada temperatura, exprimindo o quociente entre a massa e o volume dos seus elementos constituintes, incluindo o volume dos vazios existentes no seu interior. Este último aspecto constitui o factor de diferenciação entre as grandezas baridade e massa volúmica real de uma mistura betuminosa.

Para além de contribuir para a caracterização física de uma dada mistura betuminosa, o ensaio em análise permite determinar, adicionalmente, o volume aparente do provete ensaiado que exprime o somatório do volume de agregado, betume e vazios que o constituem. A natureza não-destrutiva do ensaio torna possível a posterior utilização do provete em outros ensaios de misturas betuminosas, nomeadamente, o ensaio Marshall<sup>2</sup>, onde o volume aparente do provete de ensaio constitui uma mensuranda de interesse. A Figura 3.1 ilustra a configuração geométrica típica de provetes de ensaio de misturas betuminosas cuja baridade e volume aparente se pretende determinar.



Figura 3.1: Provetes de ensaio de misturas betuminosas.

No âmbito da sua actividade laboratorial de ensaio de misturas betuminosas utilizadas em pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias, o LNEC/PAVMAT efectua o ensaio de determinação da baridade de acordo com o enquadramento definido pela

 $<sup>^2</sup>$  Ensaio de mistura betuminosa que consiste, genericamente, na aplicação de uma carga de compressão uniaxial a um provete cilíndrico recorrendo a equipamento de ensaio dedicado, que assegure uma velocidade de deformação constante e a medição das grandezas força e deformação. Este ensaio decorre até ser atingida a carga máxima de compressão que o provete de ensaio suporta. Salienta-se que os principais elementos intervenientes no processo de compressão – provete e cabeças de encosto – se encontram a uma temperatura próxima de 60 °C durante a realização do ensaio.

norma EN 12697-6 [4], sendo adoptado o método de ensaio SSD – *Saturated Surface Dry* – aí exposto. Este método de ensaio preconiza a determinação da massa do provete de ensaio em três condições experimentais distintas: seca; submersão total em água; e saturação interna com água e superfície externa seca. A quantificação destas grandezas, em conjunto com o conhecimento da massa volúmica da água utilizada no ensaio a uma dada temperatura, permite determinar indirectamente as mensurandas baridade e volume aparente mediante as expressões indicadas na secção seguinte (3.2).

O procedimento de ensaio adoptado pelo LNEC/PAVMAT é baseado na norma de ensaio vigente sendo constituído pelas seguintes operações sequenciais:

- determinação indirecta da massa do provete de ensaio seco em condição de massa constante (determinada pela realização de pesagens sucessivas em intervalos de tempo de seis horas, no mínimo, que revelem uma variação de massa inferior a 0,1 %), com recurso a um instrumento de pesagem;
- submersão total do provete de ensaio num banho de água, cuja temperatura é conhecida, durante um período de tempo suficiente para garantir uma condição de saturação estacionária, a qual é caracterizada pela ausência de variação da estimativa da massa do provete submerso;
- remoção do provete de ensaio do banho de água referido no ponto anterior e posterior secagem da sua superfície;
- determinação da massa do provete de ensaio imediatamente após a conclusão do processo de secagem superficial, garantida a condição de saturação interna com água.

#### 3.2 Relações e diagrama funcional

De acordo com a definição apresentada na secção anterior, a baridade de uma mistura betuminosa,  $\rho_{\rm b}$ , é expressa por

$$\rho_{\rm b} = \frac{M}{V_{\rm a}},\tag{3.1}$$

onde *M* corresponde à massa de agregado e betume e  $V_a$  é o volume aparente da mistura betuminosa. A adopção do método de ensaio SSD descrito anteriormente, permite escrever a baridade do provete de ensaio,  $\rho_{b_{SSD}}$ , como

$$\rho_{b_{SSD}} = \frac{M_1}{V_a},\tag{3.2}$$

em que  $M_1$  corresponde à massa do provete de ensaio seco e cuja medição directa está prevista no procedimento de ensaio.

O conhecimento da grandeza volume aparente decorre do balanço de forças aplicadas no provete de ensaio no processo de medição da sua massa quando totalmente submerso em água. Nesta situação de equilíbrio, ilustrada esquematicamente na Figura 3.2, o provete de ensaio está sujeito às seguintes forças:

- força gravítica, P, resultante da acção da gravidade sobre os elementos constituintes do provete de ensaio (agregados, betume e a água presente nos espaços anteriormente vazios);
- força hidrostática, *I*, originada pelo deslocamento do volume de água resultante da submersão do provete;
- força de reacção, R, decorrente da ligação do provete ao instrumento de pesagem.



Figura 3.2: Forças que actuam no provete de ensaio em situação de submersão total em água.

Deste modo, o balanço de forças aplicadas ao provete de ensaio é dado por

$$\vec{P} = \vec{I} + \vec{R} \,, \tag{3.3}$$

sendo possível efectuar o desenvolvimento matemático das parcelas intervenientes, obtendo-se a expressão

$$M_3 \cdot \vec{g} = \rho_{\rm w} \cdot V_{\rm a} \cdot \vec{g} + M_2 \cdot \vec{g} , \qquad (3.4)$$

onde  $M_3$  corresponde à massa do provete na condição de saturação interna com água e superfície externa seca,  $M_2$  é a massa do provete na condição de submersão total em água,

 $\vec{g}$  representa a aceleração gravítica e  $\rho_{\rm w}$  é a massa volúmica da água à temperatura de ensaio.

Deste modo, a grandeza volume aparente do provete de ensaio (representativo da mistura betuminosa) pode ser determinada indirectamente pela relação

$$V_{\rm a} = \frac{M_3 - M_2}{\rho_{\rm w}},\tag{3.5}$$

mediante a medição directa das grandezas  $M_2$  e  $M_3$ . Note-se que, a estimativa da massa volúmica da água resulta da adopção de valores estipulados pela norma de ensaio de acordo com a temperatura da água observada no ensaio.

A aplicação da relação exposta (3.5) na expressão (3.2) traduz-se em

$$\rho_{\mathbf{b}_{\mathrm{SSD}}} = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \times \rho_{\mathrm{w}}. \tag{3.6}$$

Tendo em conta as duas últimas expressões apresentadas anteriormente, o ensaio de determinação da baridade de uma mistura betuminosa é representado esquematicamente pelo diagrama funcional da Figura seguinte.



Figura 3.3: Diagrama funcional da grandeza baridade e volume aparente.

#### 3.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

Na realização do presente ensaio, o LNEC/PAVMAT recorre a um instrumento de pesagem (referência interna EQ06.1) com um alcance de 6,1 kg e uma resolução de 0,1 g, tendo por objectivo a medição da massa do provete em condições diferenciadas ao longo do ensaio, conforme referido nas secções anteriores. No Quadro 3.1 é possível notar a presença das diversas componentes de incerteza identificadas quer na vertente instrumental quer na vertente do método de ensaio adoptado.

Componente	Fonte de	Limites de variação	Função densidade	Fonte de informação
de incerteza	incerteza		de probabilidade	
$\delta M_{ m cal}$	Calibração	± 0,04 g	Gaussiana	Certificado de calibração
$\delta M_{\rm rev}$	Reversibilidade	± 0,05 g	Triangular	do instrumento de
$\delta M_{\rm exc}$	Excentricidade	± 0,20 g	Triangular	pesagem
$\delta M_{\rm rep}$	Repetibilidade	± 0,05 g	Gaussiana	Especificações técnicas
$\delta M_{ m lin}$	Linearidade	± 0,10 g	Uniforme	do instrumento de
$\delta M_{ m der}$	Deriva térmica*	$\pm (5 \cdot 10^{-6} \cdot M \cdot \Delta T) \text{ g}$	Uniforme	pesagem
$\delta M_{\rm est}$	Estabilidade **	$\pm (0,001 \cdot M)$ g	Uniforme	Norma de ensaio
$\delta M_{ m zero}$	Zero	± 0,05 g	Uniforme	Procedimento de ensaio

Quadro 3.1: Caracterização probabilística da grandeza massa obtida com recurso ao instrumento de pesagem EQ06.1.

\* Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma amplitude de variação de temperatura de 10 °C.

\*\* Componente de incerteza apenas aplicável no caso da medição da massa do provete seco em resultado da condição normativa de massa constante.

Atendendo ao facto de, o LNEC/PAVMAT recorrer a um banho de água com uma temperatura controlada de  $(25 \pm 1)$  °C, a incerteza de medição associada à grandeza massa volúmica da água resulta da adopção de uma função densidade de probabilidade uniforme cujos limites de variação correspondem às estimativas de massa volúmica da água para as temperaturas de 24 °C e 26 °C (*vide* Quadro 3.2), conforme é possível observar no Quadro 3.3.

Temperatura da água (°C)	Massa volúmica da água (kg·m <sup>-3</sup> )
24	997,4
25	997,1
26	996,8

Quadro 3.2: Valores de massa volúmica da água em função da temperatura [4].

Quadro 3.3: Caracterização probabilística da grandeza massa volúmica da água.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
$\delta ho_{ m w}$	Temperatura do banho	$\pm$ 0,3 kg·m <sup>-3</sup>	Uniforme	Norma e procedimento de ensaio

Tendo em conta o modelo matemático (3.6), a aplicação do método GUM, que preconiza a utilização da LPI, conduz à seguinte expressão:

$$u^{2}(\rho_{b_{SSD}}) = c_{M_{1}}^{2} \cdot u^{2}(M_{1}) + c_{\rho_{w}}^{2} \cdot u^{2}(\rho_{w}) + c_{M_{3}}^{2} \cdot u^{2}(M_{3}) + c_{M_{2}}^{2} \cdot u^{2}(M_{2}) + + 2 \cdot c_{M_{1}} \cdot c_{M_{2}} \cdot u(M_{1}) \cdot u(M_{2}) \cdot r(M_{1}, M_{2}) + 2 \cdot c_{M_{1}} \cdot c_{M_{3}} \cdot u(M_{1}) \cdot u(M_{3}) \cdot r(M_{1}, M_{3}) + + 2 \cdot c_{M_{2}} \cdot c_{M_{3}} \cdot u(M_{2}) \cdot u(M_{3}) \cdot r(M_{2}, M_{3})$$
(3.7)

onde 
$$c_{m_1} = \frac{\rho_w}{M_3 - M_2}$$
,  $c_{\rho_w} = \frac{M_1}{M_3 - M_2}$ ,  $c_{m_3} = -\frac{M_1 \cdot \rho_w}{(M_3 - M_2)^2}$  e  $c_{m_2} = \frac{M_1 \cdot \rho_w}{(M_3 - M_2)^2}$ 

A expressão anterior inclui três termos representativos das correlações existentes entre as grandezas de entrada associadas à medição da massa do provete em diferentes estágios de realização do ensaio, visto que as suas estimativas são obtidas com base no mesmo instrumento de pesagem o que implica, no caso da medição de duas massas, que o coeficiente de correlação possa variar entre zero e um. Este facto, em conjunto com o sinal dos coeficientes de sensibilidade apresentados anteriormente, permite efectuar a majoração da incerteza de medição da grandeza de saída considerando  $r(M_1, M_2) = 1$  e  $r(M_1, M_3) = r(M_1, M_3) = 0$ . A expressão (3.7) é, assim, simplificada para

$$u^{2}(\rho_{b_{SSD}}) = c_{M_{1}}^{2} \cdot u^{2}(M_{1}) + c_{\rho_{w}}^{2} \cdot u^{2}(\rho_{w}) + c_{M_{3}}^{2} \cdot u^{2}(M_{3}) + c_{M_{2}}^{2} \cdot u^{2}(M_{2}) + 2 \cdot c_{M_{1}} \cdot c_{M_{2}} \cdot u(M_{1}) \cdot u(M_{2})$$
(3.8)

Os ensaios experimentais de repetibilidade realizados pelo LNEC/PAVMAT com recurso a duas séries de provetes de ensaio com porosidade distinta (*vide*, por exemplo, a Figura 3.1), revelaram dispersões diferenciadas de valores atribuídos à estimativa da mensuranda de interesse, conforme apresentado no Quadro 3.4.

	Provetes com agr	egados de basalto	Provetes com agi	regados de granito
	2484	2492	2434	2412
Estimativas (kg·m <sup>-3</sup> )	2513	2530	2422	2426
	2521	2525	2424	2422
Valor médio (kg·m <sup>-3</sup> )	2511		24	23
Desvio-padrão experimental da média (kg·m <sup>-3</sup> )	± 7,6		± 2,9	

Quadro 3.4: Influência da porosidade dos provetes na repetibilidade do ensaio.

Tendo em conta que estes se realizaram em condições de repetibilidade (operador, condições ambientais, amostras das misturas betuminosas, método de ensaio e instrumentos de medição), a componente de incerteza representativa da influência da porosidade do provete nos resultados dos ensaios de repetibilidade,  $u_{por}$ , é quantificada mediante a diferença quadrática entre os desvios-padrão experimentais das médias obtidas para as duas séries de provetes ensaiados,  $u_{S1}$  e  $u_{S2}$ , ou seja,

$$u_{\rm por}^2 = u_{\rm S1}^2 - u_{\rm S2}^2 \,. \tag{3.9}$$

O Quadro 3.5 apresenta a tabela de balanço de incertezas da grandeza baridade construída com base na LPI dada pela expressão (3.8) e nas componentes de incerteza adicionais associadas ao arredondamento normativo e à repetibilidade e reprodutibilidade do ensaio, ambas obtidas mediante a realização de estudos experimentais conduzidos pelo LNEC/PAVMAT.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	$C_i$	$u_i(y)$	$V_i$
$M_{1}$	1195,9 g	± 0,7 g	1,952 kg·g <sup>-1</sup> ·m <sup>-3</sup>	$\pm$ 1,4 kg·m <sup>-3</sup>	54
$M_{2}$	691,5 g	± 0,13 g	4,572 kg·g <sup>-1</sup> ·m <sup>-3</sup>	$\pm 0.59 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	185
$M_{3}$	1202,2 g	± 0,13 g	-4,572 kg·g <sup>-1</sup> ·m <sup>-3</sup>	$\pm 0,59 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	201
$ ho_{ m w}$	997,1 kg·m <sup>-3</sup>	$\pm 0,17 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	2,341	$\pm 0,40 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	50
$\delta S_{\rm por}$	0 kg·m <sup>-3</sup>	$\pm$ 7,1 kg·m <sup>-3</sup>	1	$\pm$ 7,1 kg·m <sup>-3</sup>	12
$\delta S_{\rm repet}$	0 kg·m <sup>-3</sup>	$\pm$ 7,3 kg·m <sup>-3</sup>	1	$\pm$ 7,3 kg·m <sup>-3</sup>	27
$\delta S_{\rm repro}$	0 kg·m <sup>-3</sup>	$\pm$ 1,95 kg·m <sup>-3</sup>	1	$\pm$ 1,95 kg·m <sup>-3</sup>	27
$\delta S_{\rm arred}$	0 kg·m <sup>-3</sup>	$\pm 0,29 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	1	$\pm 0,29 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	50
		Incerteza	l de medição padrão	$\pm 10,5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	
		Graus de	e liberdade efectivos		39
S	2235 kg·m <sup>-3</sup>		Factor de expansão		2,02
		Incortoza do	medição expandida		,
		incenteza de	(95 %)	$\pm 21 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	

Quadro 3.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza baridade num ensaio tipo.

No caso da grandeza volume aparente, a aplicação da LPI ao seu modelo matemático (3.5) apresentado na secção anterior, permite obter a seguinte expressão

$$u^{2}(V_{a}) = c_{M_{3}}^{2} \cdot u^{2}(M_{3}) + c_{M_{2}}^{2} \cdot u^{2}(M_{2}) + c_{\rho_{w}}^{2} \cdot u^{2}(\rho_{w}) + 2 \cdot c_{M_{3}} \cdot c_{M_{2}} \cdot u(M_{3}) \cdot u(M_{2}) \cdot r(M_{3}, M_{2})$$
(3.10)

onde 
$$c_{M_3} = \frac{1}{\rho_w}$$
,  $c_{M_2} = -\frac{1}{\rho_w}$  e  $c_{\rho_w} = -\frac{(M_3 - M_2)}{\rho_w^2}$ 

No presente caso, o termo de correlação resultante da utilização do mesmo instrumento de pesagem na determinação das duas massas pode, numa perspectiva de majoração de incerteza de medição, ser assumido como nulo atendendo ao sinal negativo de  $c_{M_2}$  e à natureza similar das grandezas correlacionadas traduzida em  $0 \le r(M_3, M_2) \le 1$ .

Por este motivo, a expressão (3.9) é simplificada para

$$u^{2}(V) = c_{M_{3}}^{2} \cdot u^{2}(M_{3}) + c_{M_{2}}^{2} \cdot u^{2}(M_{2}) + c_{\rho_{w}}^{2} \cdot u^{2}(\rho_{w}).$$
(3.11)

Esta expressão permite construir a tabela de balanço de incertezas de medição da grandeza volume aparente apresentada no Quadro 3.6.

Grandezas de entrada X <sub>i</sub>	Estimativas X <sub>i</sub>	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coeficientes de sensibilidade <i>C</i> <sub>i</sub>	Contribuições para a incerteza de medição padrão u <sub>i</sub> (y)	Graus de liberdade <i>V</i> <sub>i</sub>
$M_{2}$	691,5 g	$\pm$ 0,13 g	$1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{g}^{-1}$	± 0,13 mL	185
$M_{3}$	1202,2 g	± 0,13 g	$-1.10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{g}^{-1}$	± 0,13 mL	201
$ ho_{ m w}$	997,1 kg·m⁻³	$\pm 0,17 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	-5,1·10 <sup>-4</sup> g·m <sup>6</sup> ·kg <sup>-2</sup>	$\pm$ 0,087 mL	50
		Incerte	eza de medição padrão	$\pm$ 0,20 mL	
		Graus	de liberdade efectivos		416
$V_{a}$	512,2 mL		Factor de expansão		2,00
		Incerteza	de medição expandida (95 %)	± 0,40 mL	

*Quadro 3.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza volume aparente do provete num ensaio tipo.* 

O valor de incerteza de medição obtido é igualmente aplicável a outras estimativas da grandeza volume aparente do provete em virtude da reduzida influência das estimativas das grandezas de entrada na quantificação das componentes de incerteza identificadas podendo, desta forma, ser adoptado como melhor incerteza de medição do LNEC/PAVMAT.

## 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente estudo permitiu efectuar a avaliação das incertezas de medição associadas às estimativas de grandezas de interesse nos ensaios de determinação do teor de betume e baridade de misturas betuminosas realizados pelo LNEC/PAVMAT, mediante a caracterização probabilística das diversas grandezas envolvidas tendo em conta aspectos como os instrumentos de medição e os métodos de medição adoptados, bem como, a influência dos diferentes operadores na realização das medições (traduzida na componente de incerteza de reprodutibilidade do ensaio).

A utilização do método GUM (centrado na aplicação da Lei de Propagação de Incertezas) revelou-se adequada face à linearidade ou reduzida não-linearidade dos modelos matemáticos encontrados no processo de medição.

Independentemente do ensaio estudado, as componentes de incerteza de repetibilidade e reprodutibilidade constituem as contribuições mais significativas para o resultado final da incerteza de medição da mensuranda de interesse pelo que, a melhoria do nível de exactidão atingido passará, necessariamente, pelo desenvolvimento de esforços visando a redução da magnitude destas duas componentes de incerteza.

O Quadro seguinte exprime as incertezas de medição expandidas (num intervalo de confiança de 95 %) obtidas para os ensaios de determinação do teor de betume e baridade de misturas betuminosas realizados pelo LNEC/PAVMAT no contexto da sua acreditação no Sistema Português da Qualidade expressando o grau de qualidade das medições efectuadas.

Grandeza de interesse	Incerteza de medição expandida (95 %)
Teor de betume	± 0,67 %
Baridade	$\pm 21 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$

Quadro 4: Síntese das incertezas de medição nos ensaios de determinação do teor de betume e baridade de misturas betuminosas.

LNEC, Lisboa, Outubro de 2009

VISTOS

O Director do CIC,

Mirran 1-

Carlos Olíveira Costa

Juis Filye Jeges Martins

Luís Filipe Lages Martins Lic.º em Engenharia Mecânica Bolseiro de Iniciação à Investigação Científica

**AUTORIA** 

Alu Sol

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

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

 [1] NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Dezembro de 2005.

[2] *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*. Genève (Suiça): International Organization for Standardization (ISO), 1995.

[3] EN 12697-1:2005 – Bituminous mixtures – Test methods for hot mix asphalt. Part 1: soluble binder content. Brussels (Bélgica): European Committee for Standardization (CEN), November 2005.

[4] EN 12697-6:2003+A1:2007 – Bituminous mixtures – Test methods for hot mix asphalt. Part 6: determination of bulk density of bituminous specimens. Brussels (Bélgica): European Committee for Standardization (CEN), July 2007.

[5] Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), 3ª edição. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Novembro de 2008.

[6] Satterthwaite, F. E., (1946) *Biometrics Bull.* **2**(6), 110-114.

[7] Welch, B. L., (1947) Biometrika. 34, 28-35.

## ANEXO A – MÉTODO GUM PARA AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO

### A.1 Introdução

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

Um dos métodos que suporta a sua determinação é descrito no *Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*<sup>3</sup>[2] adoptado pela comunidade metrológica contendo, entre outros aspectos: o enquadramento da medição no contexto probabilístico actualmente aceite; os conceitos e definições aplicáveis; as fontes genéricas que contribuem para a avaliação da incerteza; e o procedimento de avaliação de incertezas de medição incorporando a conhecida Lei de Propagação de Incertezas (cuja designação abreviada é "LPI").

A informação que se encontra no GUM deve ser complementada com a consulta do conjunto de definições que se encontra no *Vocabulário Internacional de Metrologia* [5], cuja 3<sup>a</sup> edição foi publicada em 2008 pelo *Joint Committee for Guides in Metrology* (JCGM), constituído pelas principais organizações metrológicas a nível internacional.

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

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

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

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> De acordo com a revisão do GUM em curso, envolvendo a introdução de alguns documentos suplementares, a nova sigla adoptada é "GUF" apontando o âmbito do Guia para um contexto mais alargado (Framework) englobando diversos métodos de avaliação de incertezas de medição.

#### A.2 Fase de formulação

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

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

$$Y = f\left(X_1, \cdots, X_N\right). \tag{A.1}$$

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

$$\hat{y} = f(\hat{x}_1, \cdots, \hat{x}_N). \tag{A.2}$$

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

$$\varepsilon = \hat{A} - \tilde{A} \,. \tag{A.3}$$

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

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

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

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

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

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

## A.3 Fase de cálculo

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

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

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

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

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

No caso em que se adopta o método do tipo A, subentende-se que se determina a contribuição para a incerteza de medição a partir da estatística da variância de uma amostra experimental de observações (de acordo com uma perspectiva frequencista do problema). No caso de adopção do método do tipo B, considerando apropriada a utilização de determinada função densidade de probabilidade, cujos limites se estabelecem com base em conhecimento previamente adquirido<sup>4</sup>, é utilizada a expressão analítica da variância dessa distribuição para quantificar a pretendida contribuição para a incerteza de medição (neste caso, a abordagem segue a perspectiva bayesiana do problema).

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

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

A variância experimental da média é determinada por

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Por exemplo: dados relativos a medições anteriores; experiência ou conhecimento comum relativo ao comportamento e propriedades de materiais e instrumentos de medição; especificações de fabricantes e documentação de carácter técnico e científico; dados obtidos em calibrações, ensaios e certificados.

$$s^{2}(\overline{q}) = \frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \sum_{i=1}^{n} (q_{i} - \overline{q})^{2}, \qquad (A.5)$$

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

$$s(\overline{q}) = \sqrt{s^2(\overline{q})}.$$
 (A.6)

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

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

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

Considerando que o modelo matemático admite as estimativas  $x_i$  de N grandezas de entrada  $X_i$ , para as quais existem valores esperados  $(\mu_1, \dots, \mu_N)$ , o desenvolvimento em série de Taylor de 1<sup>a</sup> ordem em torno de  $\mu_i$  conduz a:

$$y = f(\mu_{1}, \mu_{2}, ..., \mu_{N}) + \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_{i}}\right) \cdot (x_{i} - \mu_{i}) + r_{2}(x_{i})$$
(A.7)

sendo exacto apenas para modelos matemáticos lineares<sup>5</sup>. Na expressão anterior,  $f(\mu_1, \mu_2, ..., \mu_N)$  representa o valor esperado  $\mu_y$ , da mensuranda *y* e  $r_2$  representa o resto de 2<sup>a</sup> ordem do desenvolvimento em série de Taylor.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Modelos matemáticos que não sejam fortemente não-lineares podem admitir a aplicação desta expressão enquanto aproximação ou, em alternativa, poder-se-ão incorporar termos do desenvolvimento de ordem superior, notando-se que estes introduzem um aumento significativo do grau de complexidade.



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

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

$$y - \mu_{y} = \sum_{i=1}^{N} \left( \frac{\partial f}{\partial x_{i}} \right) \cdot \left( x_{i} - \mu_{i} \right) + r_{2}(x_{i})$$
(A.8)

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

$$s_{y}^{2} = \hat{\sigma}_{y}^{2} = E\left[\left(y - \mu_{y}\right)^{2}\right] = E\left[\left(\sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_{i}}\right) \cdot \left(x_{i} - \mu_{i}\right)\right)^{2}\right].$$
 (A.9)

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

$$s^{2}(y) = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_{i}}\right)^{2} \cdot E\left[\left(x_{i} - \mu_{i}\right)^{2}\right] + 2\sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_{i}}\right) \cdot \left(\frac{\partial f}{\partial x_{j}}\right) \cdot E\left[\left(x_{i} - \mu_{i}\right) \cdot \left(x_{j} - \mu_{j}\right)\right]$$
(A.10)

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

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

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

$$u_{c}^{2}(y) = \sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} c_{i} \cdot c_{j} \cdot u(x_{i}) \cdot u(x_{j}) \cdot r(x_{i}, x_{j})$$
(A.12)

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

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

$$u_{c}^{2}(y) = \sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) = \sum_{i=1}^{N} u_{i}^{2}(y).$$
(A.13)

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

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

$$U_{\rm p}(y) = k_{\rm p} \cdot u_{\rm c}(y). \tag{A.14}$$

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

$$U_{95}(y) = k_{95} \cdot u_{\rm c}(y) = 2,00 \cdot u_{\rm c}(y). \tag{A.15}$$

Contudo, grande parte das medições não dispõe de amostras com dimensão suficientemente grande para que se possa considerar apropriada a aplicação do Teorema do Limite Central. É, portanto, necessário recorrer a uma abordagem alternativa aplicável nestes casos (recomendada num dos anexos do  $GUM^6$ ) baseada na distribuição de probabilidade *t*-Student.

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

$$U_{p}(y) = t_{p}(v) \cdot u_{c}(y) \tag{A.16}$$

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

A obtenção deste factor resulta da aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite [6, 7],

$$v_{\rm ef} = \frac{u_{\rm c}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_{i}^{4}(y)}{v_{i}}},$$
(A.17)

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

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>O GUM [2] refere que "reconhecendo a dificuldade de confirmar experimentalmente a presunção de aplicabilidade da distribuição gaussiana aos casos reais, apontam-se circunstâncias em que esta adequação se pode assumir, designadamente, quando os casos de aplicação possuem, pelo menos, 3 componentes distintas de incerteza, com distribuições de probabilidade bem comportadas e provenientes de grandezas independentes, por exemplo, distribuições normais e distribuições uniformes, contribuindo para a estimativa da incerteza de medição padrão com quantidades comparáveis. Nessas circunstâncias (e considerando que as amostras que as suportam também o permitem), admite-se que se está no âmbito de validade do Teorema do Limite Central e, consequentemente, que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída (mensuranda) é, com elevado grau de aproximação, do tipo gaussiana. Do mesmo modo, considera-se que este critério é atingido se nenhuma das componentes de incerteza obtidas por um método do tipo A for baseada numa amostra inferior a 10 observações".

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

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

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

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

- no caso de componentes de incerteza do tipo A, essa avaliação é directa, uma vez que, sendo a dimensão da sua amostra constituída por n observações, o número de graus de liberdade, v<sub>i</sub>, corresponde a (n-1) valores independentes (considerando que n > 1);
- no caso de componentes de incerteza do tipo B é utilizada uma expressão exposta no GUM que visa relacionar o número de graus de liberdade com o grau de fiabilidade da informação utilizada<sup>7</sup>:

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

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

Vef	<i>k</i> <sub>p</sub>	Vef	<i>k</i> <sub>p</sub>	Vef	<i>k</i> <sub>p</sub>	Vef	k <sub>p</sub>
1	13,97	8	2,37	15	2,18	30	2,09
2	4,53	9	2,32	16	2,17	35	2,07
3	3,31	10	2,28	17	2,16	40	2,06
4	2,87	11	2,25	18	2,15	45	2,06
5	2,65	12	2,23	19	2,14	50	2,05
6	2,52	13	2,21	20	2,13	> 50	2,00
7	2,43	14	2,20	25	2,11		

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

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> Considerando que se exprime o *grau de fiabilidade* por, *R*, então,  $R=1-[\Delta u(x_i)/u(x_i)]$ , onde  $\Delta u(x_i)$  representa a estimativa da percentagem de "incerteza" inerente ao valor limite atribuído à incerteza de medição,  $u(x_i)$ . Um exemplo: considerando que o rácio  $\Delta u(x_i)/u(x_i)$  é igual a 0,1 (i.e., 10%), o *grau de fiabilidade* da informação corresponde a 0,9 (ou seja, admite-se que se dispõe de um intervalo de confiança de 90% das possibilidades) e, consequentemente,  $v_i = \frac{1}{2} \cdot [0,1]^{-2} = 50$  graus de liberdade ·

#### A.4 Tabela de Balanço de Incertezas de Medição

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

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

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão
$X_i$	$x_i$	$u(x_i)$	Ci	$u_i(y)$
$X_1$	$x_1$	$u(x_1)$	$c_1$	$u_1(y)$
<i>X</i> <sub>2</sub>	$x_2$	$u(x_2)$	$c_2$	$u_2(y)$
$X_{ m N}$	$x_{ m N}$	$u(x_{\rm N})$	$c_{ m N}$	$u_{\rm N}(y)$
Y	У			$u_{\rm c}(y)$

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

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

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coeficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
$X_i$	$X_i$	$u(x_i)$	Ci	$u_i(y)$	$V_i$
$X_1$	$x_1$	$u(x_1)$	$c_1$	$u_{l}(y)$	$V_{l}$
$X_2$	$x_2$	$u(x_2)$	$c_2$	$u_2(y)$	$V_2$
$X_N$	$x_N$	$u(x_N)$	${\cal C}_N$	$u_N(y)$	$ u_N$
		Incerteza de	e medição padrão	$u_{\rm c}(y)$	
		Graus de lib	erdade efectivos		$V_{ m ef}$
Y	У	Factor	de expansão		$t_{\rm p}(v_{\rm ef})$
		Incertez ex	a de medição pandida	$U_{\rm p}(y)$	

Quadro 11. 1. 1 abera de baranço de mechezas de medição (distribulção i Studeni	Quadro A.4: Tabela d	e balanço de incert	ezas de medição	(distribuição	t-Student)
---	----------------------	---------------------	-----------------	---------------	------------

Divisão de Divulgação Científica e Técnica - LNEC