



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

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 determinação de propriedades geométricas de agregados

Estudo realizado por solicitação do Departamento
de Transportes do LNEC

Lisboa • Dezembro de 2009

I&D INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA

RELATÓRIO 380/2009 – NQM

**Avaliação de Incertezas de Medição no
Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT):
Ensaios de Determinação de Propriedades Geométricas de Agregados**

Resumo

Este relatório descreve o processo de avaliação de incertezas de medição dos ensaios de determinação das propriedades geométricas de agregados 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 (análise granulométrica pelo método da peneiração, índice de forma, equivalente de areia e azul de metileno) apresentando, também, as respectivas tabelas de balanço de incertezas de medição obtidas com base na aplicação do método GUM.

**Evaluation of Measurement Uncertainties at the
Laboratório de Ensaios de Materiais para Pavimentação (LNEC/PAVMAT):
Tests for the Determination of Geometrical Properties of Aggregates**

Abstract

This report describes the measurement uncertainty evaluation procedure related with tests for the determination of geometrical properties of aggregates 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 particle size distribution by the sieving method, shape index, sand equivalent and methylene blue) 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 de Détermination des Propriétés Géométriques des Granulats**

Résumé

Ce rapport décrit la procédure d'évaluation des incertudes de mesure des essais de détermination des propriétés géométriques des granulats 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 étudiés (analyse granulométrique par tamisage, indice de forme, équivalent de sable et bleu de méthylène) et présente, 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 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA – MÉTODO DE PENEIRAÇÃO	3
2.1 Descrição sumária do ensaio	3
2.2 Relações e diagramas funcionais.....	6
2.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição	8
2.3.1 Estágio inicial	8
2.3.2 Estágio intermédio.....	10
2.3.3 Estágio final.....	13
2.4 Síntese de resultados	18
3. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA FORMA DAS PARTÍCULAS – ÍNDICE DE FORMA	19
3.1 Descrição sumária do ensaio	19
3.2 Relações e diagramas funcionais.....	22
3.2.1 Condição granulométrica $D \leq 2d$	22
3.2.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas.....	23
3.2.3 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas	24
3.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição	25
3.3.1 Estágio inicial	25
3.3.2 Estágio intermédio.....	27
3.3.2.1 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas	27
3.3.2.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas	30
3.3.3 Estágio final.....	35
3.3.3.1 Condição granulométrica $D \leq 2d$	35
3.3.3.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas	36
3.3.3.3 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas	39
3.4 Síntese de resultados	40

4. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FINOS – EQUIVALENTE DE AREIA.....	41
4.1 Descrição sumária do ensaio.....	41
4.2 Relações e diagramas funcionais.....	43
4.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição	45
4.3.1 Estágio inicial	45
4.3.1.1 Equivalente de areia.....	45
4.3.1.2 Massa do provete.....	47
4.3.2 Estágio intermédio	48
4.3.2.1 Equivalente de areia	48
4.3.2.2 Massa do provete.....	48
4.3.3 Estágio final.....	52
4.3.3.1 Equivalente de areia.....	52
4.3.3.2 Massa do provete.....	53
4.4 Síntese de resultados	54
5. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FINOS – ENSAIO DO AZUL DE METILENO	55
5.1 Descrição sumária do ensaio.....	55
5.2 Relações e diagramas funcionais.....	59
5.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição	62
5.3.1 Ensaio do azul de metileno sem adição de caulinite	62
5.3.1.1 Estágio inicial.....	62
5.3.1.2 Estágio intermédio	66
5.3.1.3 Estágio final	71
5.3.2 Ensaio do azul de metileno com adição de caulinite.....	72
5.3.2.1 Estágio inicial.....	72
5.3.2.2 Estágio intermédio	73
5.3.2.3 Estágio final	74
5.4 Síntese de resultados	76

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	77
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	79
ANEXO A – MÉTODO GUM PARA AVALIAÇÃO DE INCERTEZAS DE MEDIÇÃO ..	80
A.1 Introdução.....	80
A.2 Fase de formulação.....	81
A.3 Fase de cálculo	82
A.4 Tabela de balanço de incertezas de medição	89
ANEXO B – MAJORAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE GRANDEZAS	
DO TIPO Σx_i CONSIDERANDO O EFEITO DE CORRELAÇÃO $0 \leq r(x_i, x_j) \leq 1$	91

1. INTRODUÇÃO

No Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC) coexistem diversos laboratórios que desenvolvem uma significativa actividade experimental incorporando, nos ensaios desenvolvidos, a medição de grandezas mensuráveis e, conseqüentemente, 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 de propriedades geométricas de agregados – análise granulométrica

pelo método da peneiração, índice de forma, equivalente de areia e azul de metileno – fundamentado na actividade laboratorial desenvolvida no LNEC/PAVMAT.

Os Capítulos 2 a 5 contêm 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 6 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 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA – MÉTODO DA PENEIRAÇÃO

2.1 Descrição sumária do ensaio

O ensaio em avaliação no presente Capítulo tem por objectivo a caracterização granulométrica de agregados, ou seja, a determinação da distribuição dimensional das partículas que os constituem. Para esse efeito recorre-se a um conjunto de peneiros normalizados cuja dimensão das aberturas permite avaliar a materialização dos limites granulométricos de um agregado. A série de peneiros – semelhantes ao apresentado na Figura 2.1 – permite promover a separação do agregado em diversas classes granulométricas que contém, individualmente, as partículas com dimensões compreendidas entre os valores de abertura de malha de dois peneiros sucessivos nessa série.



Figura 2.1: Exemplo de peneiro de malha metálica utilizado pelo LNEC/PAVMAT.

A actividade laboratorial desenvolvida pelo LNEC/PAVMAT na caracterização granulométrica de agregados utilizados em pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias é fundamentada na norma de ensaio EN 933-1 [3], a qual estabelece os diversos requisitos técnicos necessários à sua concretização experimental. Importa salientar que, o método de ensaio aí exposto apenas é aplicável a agregados de origem natural¹ ou artificial² (incluindo agregados leves³) cuja dimensão nominal não ultrapasse 90 mm. São, também, excluídos os agregados do tipo filer – agregados que passam maioritariamente num peneiro com abertura de 0,063 mm e cuja adição a determinados materiais de construção provoca uma alteração significativa das suas propriedades – cuja análise granulométrica é definida por um enquadramento normativo próprio (*vide* a norma de ensaio NP EN 933-10).

¹ Agregado de origem mineral obtido directamente do meio natural e cuja intervenção humana consiste unicamente no seu processamento mecânico.

² Agregado de origem mineral obtido mediante aplicação de um determinado processo industrial de natureza química.

³ Agregado caracterizado por uma massa volúmica inferior a 2000 kg·m⁻³.

A fase de preparação do provete de ensaio (ilustrada esquematicamente na Figura 2.2) é iniciada por um processo de redução da dimensão das amostras laboratoriais aplicando um dos métodos previstos na norma NP EN 932-2 [4], visando a obtenção do número necessário de provetes de ensaio, cujo valor mínimo de massa admissível é definido de acordo com a máxima dimensão granulométrica do agregado, conforme referido pela norma de ensaio e transcrito no Quadro 2.1.

Quadro 2.1: Massa mínima do provete de ensaio a obter do processo de redução [3].

Máxima dimensão granulométrica do agregado (mm)	Massa mínima do provete de ensaio (kg)
90	80
63	40
32	10
16	2,6
8	0,6
≤ 4	0,2

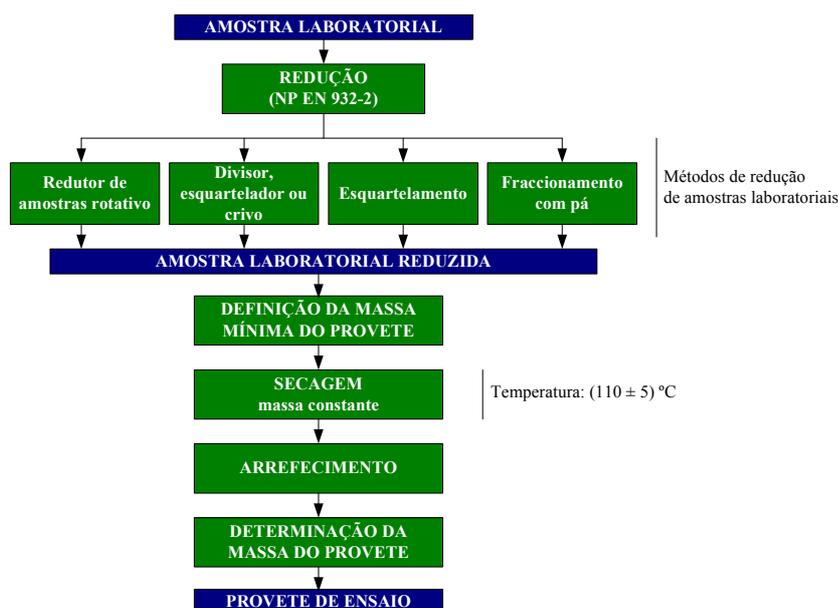


Figura 2.2: Representação esquemática da fase de preparação do provete de ensaio.

A amostra laboratorial reduzida é posteriormente sujeita a uma operação de secagem em estufa ventilada a uma temperatura de $(110 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ até ser atingida a situação de massa constante (determinações sucessivas da sua massa efectuadas com, pelo menos, uma hora de intervalo, revelam diferenças inferiores a 0,1 %). Segue-se, então, o arrefecimento até à temperatura ambiente promovendo, em seguida, a determinação indirecta da massa do provete de ensaio, m_1 , com recurso a um instrumento de pesagem.

Note-se que, o processo de secagem referido anteriormente pode promover a união de partículas para alguns tipos de agregados impedindo, deste modo, a sua posterior separação durante a realização do ensaio. Nestes casos, é necessário recorrer a um provete de ensaio complementar que permita a determinação da fracção mássica de água mediante o conhecimento da sua massa antes e após um processo de secagem em estufa a uma temperatura (110 ± 5) °C até ser atingida a situação de massa constante. Assumindo que ambos os provetes possuem uma fracção mássica de água idêntica, a massa seca inicial, m_1' , do provete a ensaiar pode ser estimada sem se concretizar a sua secagem em estufa.

Finalizada a fase de preparação do provete, passa-se à realização do ensaio de peneiração. O procedimento de ensaio adoptado pelo LNEC/PAVMAT é suportado na norma de ensaio vigente, incorporando as três etapas consecutivas enumeradas em seguida:

- lavagem (não aplicável ao caso de agregados cujas características físico-químicas são susceptíveis de sofrer alterações provocadas pelo processo de lavagem);
- peneiração a seco;
- determinação de massa.

A lavagem do provete de ensaio tem por objectivo a separação completa e suspensão de finos – fracção granulométrica de um agregado que passa num peneiro de 0,063 mm – presente em agregados cuja geometria se pretende caracterizar. Para tal, é utilizado um peneiro com abertura de 0,063 mm (protegido por um peneiro com abertura de 1 mm ou 2 mm colocado no seu topo), sobre o qual se faz passar uma suspensão constituída pelo provete de ensaio e água. Considera-se que a lavagem dos elementos presente em cada peneiro é finalizada mediante a constatação qualitativa da limpidez da água que atravessa o peneiro com abertura de 0,063 mm.

Concluído este processo, o agregado com granulometria superior a 0,063 mm é sujeito a secagem idêntica à referida anteriormente para a fase de preparação dos provetes de ensaio. Após o arrefecimento, é determinada a sua massa, m_2 .

O processo de peneiração é realizado numa coluna de peneiros normalizados. Atendendo ao facto da lavagem não permitir eliminar, na totalidade, os finos presente nos provetes de ensaio, é necessário incluir nesta coluna um peneiro com abertura de 0,063 mm. Numa fase inicial, a peneiração abrange a totalidade da coluna de peneiros a que se segue a agitação manual de cada peneiro que constitui a coluna.

A utilização de uma tampa e de um fundo permite evitar a perda de agregado do provete e assegura a transferência do agregado que passa no peneiro para o peneiro seguinte (de menor dimensão de abertura). De acordo com a norma de ensaio, a peneiração é considerada completa quando a massa do agregado retido não se altera mais do que 1 % após um minuto de peneiração.

Finalizada a etapa de peneiração, é realizada a determinação da massa de agregado retido em cada peneiro, $R_1, R_2, \dots, R_i, \dots, R_n$ (quanto maior a magnitude do índice n , menor é a dimensão da abertura nominal do peneiro). Finalmente, é, também, determinada a massa do agregado peneirado retido no fundo, P .

2.2 Relações e diagramas funcionais

As mensurandas obtidas por via directa e mencionadas na secção anterior, permitem determinar um conjunto de grandezas de saída de interesse, nomeadamente:

- massa de finos removidos por lavagem, m_f , mediante a expressão

$$m_f = m_1 - m_2; \quad (2.1)$$

- massa final do provete ensaiado, m_p , ou seja

$$m_p = \sum R_n + P; \quad (2.2)$$

- valor percentual da massa de finos total, f , que inclui a que foi removida por lavagem e a massa de finos secos que passam no peneiro final com abertura de 0,063 mm, isto é,

$$f = \left(\frac{m_f + P}{m_1} \right) \times 100; \quad (2.3)$$

- valor percentual da massa do provete retida num peneiro, m_{rn} , dada por

$$m_{rn} = \left(\frac{R_n}{m_1} \right) \times 100; \quad (2.4)$$

- valor percentual cumulativo da massa do provete peneirado, m_{c_n} , obtido por

$$m_{c_n} = \left(\frac{\sum R_n}{m_1} \right) \times 100. \quad (2.5)$$

As expressões (2.1) a (2.5) permitem estabelecer um diagrama funcional do ensaio de peneiração (*vide* Figura 2.3), onde é possível identificar a existência de três estágios: inicial, intermédio e final. Nas secções seguintes (2.3.1 a 2.3.3) são apresentadas as respectivas tabelas de balanço de incertezas relativas às grandezas presentes em cada um dos estágios de propagação de incertezas de medição identificados.

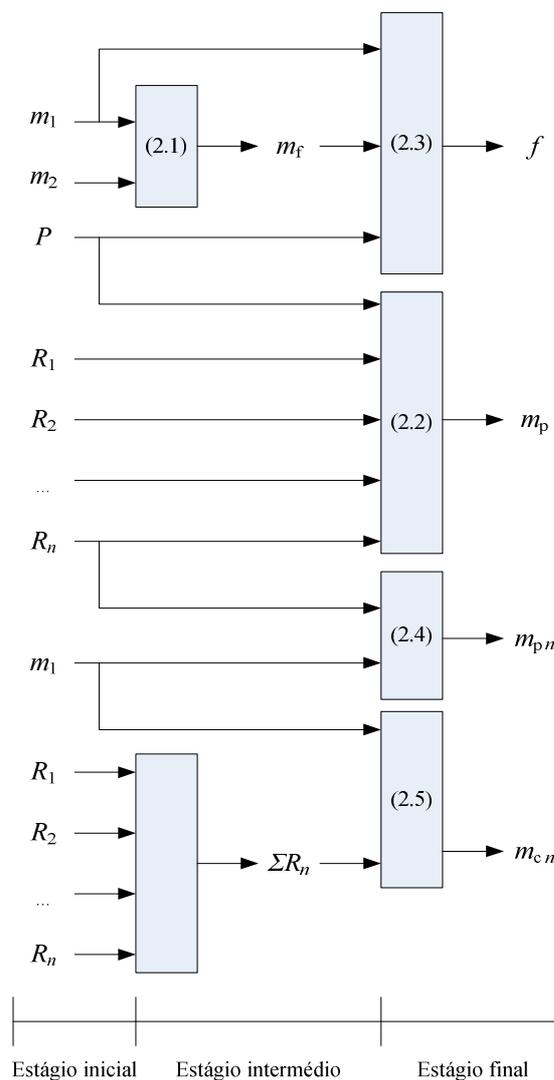


Figura 2.3: Diagrama funcional do ensaio de peneiração.

2.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

2.3.1 Estágio inicial

A análise da medição das grandezas presentes no estágio inicial ilustrado no diagrama da Figura 2.3 evidencia que as componentes de incerteza identificadas são relacionadas, predominantemente, com o instrumento de pesagem utilizado (referência interna EQ06.5) e com o método de ensaio adoptado. Esta última contribuição é originada por requisitos técnicos normativos de ensaio, em particular, a estabilidade (a curto prazo) da estimativa da massa do provete em situação de *massa constante* e a definição de peneiração completa.

Os Quadros 2.2 a 2.4 apresentam a caracterização probabilística das componentes de incerteza associadas às mensurandas identificadas no estágio inicial do diagrama funcional do ensaio de peneiração. Na elaboração deste tipo de Quadros, a selecção das funções densidade de probabilidade decorre da aplicação de critérios suportados na natureza estatística dos dados obtidos num ensaio (tipo A) ou baseadas em conhecimento prévio (tipo B), encontrando-se descritas no Anexo A.

Quadro 2.2: Caracterização probabilística das componentes de incerteza das grandezas massa seca inicial do provete, m_1 , e massa seca do provete após lavagem, m_2 .

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Límites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,05$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,05$ g	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 0,20$ g	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,10$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,40$ g	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (1,5 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio
δm_{est}	Estabilidade	$\pm (0,005 \cdot m)$ g	Uniforme	Norma de ensaio

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

Quadro 2.3: Caracterização probabilística das componentes de incerteza da grandeza massa de agregado retido num peneiro, R_n .

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
$\delta R_{n_{cal}}$	Calibração	$\pm 0,05$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
$\delta R_{n_{rev}}$	Reversibilidade	$\pm 0,05$ g	Triangular	
$\delta R_{n_{exc}}$	Excentricidade	$\pm 0,20$ g	Triangular	
$\delta R_{n_{rep}}$	Repetibilidade	$\pm 0,10$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
$\delta R_{n_{lin}}$	Linearidade	$\pm 0,40$ g	Uniforme	
$\delta R_{n_{der}}$	Deriva térmica*	$\pm (1,5 \cdot 10^{-6} \cdot R_n \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
$\delta R_{n_{zero}}$	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio
$\delta R_{n_{pen}}$	Peneiração incompleta	$\pm (0,005 \cdot R_n)$ g	Uniforme	Norma de ensaio

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

Quadro 2.4: Caracterização probabilística das componentes de incerteza da massa do agregado peneirado retido no fundo, P .

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δP_{cal}	Calibração	$\pm 0,05$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δP_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,05$ g	Triangular	
δP_{exc}	Excentricidade	$\pm 0,20$ g	Triangular	
δP_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,10$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δP_{lin}	Linearidade	$\pm 0,40$ g	Uniforme	
δP_{der}	Deriva térmica*	$\pm (1,5 \cdot 10^{-6} \cdot P \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
δP_{zero}	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio

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

No Quadro 2.2 é possível destacar a componente de incerteza de estabilidade (a curto prazo) originada pelo processo de secagem a que o provete de ensaio está sujeito. Segundo a norma de ensaio [3], a massa do provete é considerada estável (situação designada por massa constante) sempre que pesagens sucessivas, efectuadas com pelo menos uma hora de intervalo, não diferem mais de 0,1 %. A quantificação desta componente de incerteza resulta da adopção de uma função densidade de probabilidade uniforme, considerando

equiprováveis todas as estimativas da grandeza massa compreendidas entre zero e o requisito normativo referido anteriormente.

No caso da grandeza massa de agregado retido num peneiro, é necessário proceder à contabilização de uma componente de incerteza adicional relativa à definição normativa de peneiração completa. De acordo com a norma de ensaio [3], a peneiração é considerada completa quando a massa do agregado retido no peneiro não se altera mais do que 1 % durante um minuto. Deste modo, existe a possibilidade de o peneiro ainda reter agregado cuja dimensão granulométrica é inferior à pretendida, pelo que se considera adequado quantificar esta componente de incerteza mediante uma função densidade de probabilidade uniforme com limites de variação definidos segundo o requisito normativo referido anteriormente.

2.3.2 Estágio intermédio

No estágio intermédio exposto na Figura 2.3 é possível identificar duas grandezas intermédias de interesse no ensaio de peneiração: a massa de finos removidos por lavagem, m_f , e a massa total de agregado retido em n peneiros, ΣR_n .

A aplicação da Lei de Propagação de Incertezas (LPI) ao caso da grandeza massa de finos removidos por lavagem obtida mediante o modelo matemático (2.1),

$$m_f = m_1 - m_2,$$

permite escrever a sua incerteza de medição padrão como

$$u(m_f) = \sqrt{c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1) + c_{m_2}^2 \cdot u^2(m_2) + 2 \cdot c_{m_1} \cdot c_{m_2} \cdot u(m_1) \cdot u(m_2) \cdot r(m_1, m_2)}. \quad (2.6)$$

onde $c_{m_1} = 1$ e $c_{m_2} = -1$.

A expressão anterior inclui um termo representativo da correlação existente entre as duas grandezas de entrada visto que as suas estimativas são obtidas com base no mesmo instrumento de medição o que implica, no caso da medição de duas massas, que o coeficiente de correlação $r(m_1, m_2)$ possa variar entre zero e um. Atendendo ao sinal dos coeficientes de sensibilidade apresentados anteriormente, a majoração do termo de correlação na expressão (2.6) resulta em se considerar que a correlação entre as duas grandezas de entrada é nula, motivo pelo qual não foi contabilizado o coeficiente de correlação em causa.

O Quadro 2.5 apresenta a tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de finos removidos por lavagem construída com base na LPI dada pela expressão (2.6).

Quadro 2.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de finos removidos por lavagem num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_1	10 171,1 g	± 50,9 g	1	± 50,9 g	50
m_2	9 767,5 g	± 48,8 g	-1	± 48,8 g	50
		Incerteza de medição padrão		± 70,5 g	
		Graus de liberdade efectivos			100
m_f	403,6 g	Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 141,0 g	

Por sua vez, na aplicação da LPI ao caso da grandeza massa total de agregado retido em n peneiros é necessário contabilizar as correlações existentes (resultantes da utilização do mesmo instrumento de medição) entre diferentes pares de medições de massa. Este facto, conjugado com o elevado número de peneiros com eventual utilização num ensaio de peneiração (uma série de peneiros pode atingir 18 unidades), motiva a simplificação da aplicação da LPI recorrendo à majoração da incerteza de medição padrão das massas de agregado retidas nos vários peneiros, $u_{\text{maj}}(R_n)$.

No que respeita ao coeficiente de correlação associado aos diversos pares de medições de massa possíveis, é também promovida uma simplificação da LPI visto que o seu valor pode variar entre zero e um (atendendo à natureza idêntica das grandezas envolvidas), sendo adoptada uma majoração do coeficiente de correlação que se considera unitário e idêntico para todas as $\frac{n \cdot (n-1)}{2}$ combinações possíveis de pares de medições de massa.

Atendendo às simplificações referidas nos dois últimos parágrafos (*vide* Anexo B), a aplicação da LPI à grandeza massa total de material retido nos peneiros conduz a

$$u(\sum R_n) \leq n \cdot u_{\text{maj}}(R_n). \quad (2.7)$$

A majoração da incerteza de medição padrão das massas de agregado retidas nos vários peneiros implica que os graus de liberdade efectivos de $\sum R_n$ correspondam aos graus de liberdade da incerteza de medição padrão majorada, $u_{maj}(R_n)$.

O Quadro 2.6 apresenta a tabela de balanço de incertezas da grandeza massa total de material retido nos peneiros obtida com base na expressão (2.7).

Quadro 2.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa total de agregado retido nos peneiros num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
R_1	318,3 g	± 1,0 g	1	± 1,0 g	59
R_2	2 553,8 g	± 7,4 g	1	± 7,4 g	50
R_3	950,2 g	± 2,8 g	1	± 2,8 g	51
R_4	420,9 g	± 1,2 g	1	± 1,2 g	55
R_5	344,1 g	± 1,0 g	1	± 1,0 g	58
R_6	624,6 g	± 1,8 g	1	± 1,8 g	52
R_7	545,5 g	± 1,6 g	1	± 1,6 g	53
R_8	408,7 g	± 1,2 g	1	± 1,2 g	55
R_9	877,2 g	± 2,6 g	1	± 2,6 g	51
R_{10}	755,1 g	± 2,2 g	1	± 2,2 g	52
R_{11}	601,4 g	± 1,8 g	1	± 1,8 g	52
R_{12}	488,9 g	± 1,4 g	1	± 1,4 g	54
R_{13}	381,3 g	± 1,1 g	1	± 1,1 g	56
R_{14}	278,2 g	± 0,8 g	1	± 0,8 g	62
R_{15}	197,8 g	± 0,6 g	1	± 0,6 g	73
		Incerteza de medição padrão		± 111,0 g	
		Graus de liberdade efectivos			50
ΣR_n	9 746,0 g	Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 222,0 g	

2.3.3 Estágio final

A presente secção descreve o processo de determinação das incertezas de medição das grandezas de saída de interesse no ensaio de análise granulométrica pelo método da peneiração, contabilizando a propagação das incertezas de medição nas grandezas de entrada e intermédias, conforme exposto nas secções anteriores. Contabiliza, igualmente, as componentes de repetibilidade e reprodutibilidade obtidas pelo laboratório mediante a realização de um conjunto de estudos de avaliação de desempenho de diferentes técnicos autorizados para a execução do ensaio em causa, que constituiram elementos de suporte no âmbito da actual acreditação do LNEC/PAVMAT no Sistema Português da Qualidade.

A aplicação da LPI ao caso da grandeza valor percentual da massa de finos que passa no peneiro com abertura de 0,063 mm obtida mediante o modelo matemático (2.3),

$$f = \left(\frac{m_f + P}{m_1} \right) \times 100 ,$$

permite escrever a sua incerteza de medição padrão como

$$u(f) = \sqrt{c_{m_f}^2 \cdot u^2(m_f) + c_P^2 \cdot u^2(P) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1) + 2(c_{m_f} \cdot c_P \cdot u(m_f) \cdot u(P) \cdot r(m_f, P) + c_{m_f} \cdot c_{m_1} \cdot u(m_f) \cdot u(m_1) \cdot r(m_f, m_1) + c_P \cdot c_{m_1} \cdot u(P) \cdot u(m_1) \cdot r(P, m_1))}, \quad (2.8)$$

onde

$$c_{m_f} = c_P = \frac{100}{m_1} \text{ e } c_{m_1} = -\frac{100(m_f + P)}{m_1^2} .$$

Relativamente ao primeiro termo de correlação apresentado na expressão (2.8), a natureza das duas grandezas correlacionadas permite afirmar que $-1 \leq r(m_f, P) \leq 0$ pelo que, atendendo ao sinal positivo dos respectivos coeficientes de sensibilidade, a majoração deste termo consiste em considerar o coeficiente de correlação nulo.

Por sua vez, o segundo termo de correlação pode, também, ser considerado nulo uma vez que m_f constitui uma grandeza obtida por via indirecta enquanto que a medição de m_1 é efectuada por via directa. Este facto é traduzido numa correlação com reduzido significado.

Por último, relativamente ao terceiro termo de correlação presente em (2.8) constata-se que o coeficiente de sensibilidade c_{m_1} é negativo e que o coeficiente de correlação se

encontra compreendido entre zero e um (atendendo à natureza das grandezas envolvidas), o que implica que a majoração deste termo se obtém considerando $r(m_1, P) = 0$.

Tendo em conta o exposto, pode-se simplificar a expressão da incerteza de medição padrão da grandeza valor percentual da massa de finos, dada por

$$u(f) \leq \sqrt{c_{m_f}^2 \cdot u^2(m_f) + c_P^2 \cdot u^2(P) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1)}, \quad (2.9)$$

conforme apresentado no Quadro 2.7 onde constam, também, as respectivas componentes de incerteza de repetibilidade e reprodutibilidade.

Quadro 2.7: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor percentual da massa de finos num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_1	10 171,1 g	± 50,9 g	$9,8 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± 0,69 %	50
P	16,2 g	± 0,3 g	$9,8 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± 0,0026 %	91
m_f	403,6 g	± 70,5 g	$-4,1 \times 10^{-4} \text{ g}^{-1}$	± 0,021 %	100
δf_{repet}	0 %	± 0,30 %	1	± 0,30 %	3
δf_{repro}	0 %	± 0,21 %	1	± 0,21 %	2
				Incerteza de medição padrão	
				± 0,78 %	
				Graus de liberdade efectivos	45
				Factor de expansão	2,01
f	4,7 %			Incerteza de medição expandida (95 %)	
				± 1,6 %	

No caso da grandeza massa final do provete ensaiado, cujo modelo matemático (2.2) corresponde a

$$m_p = \sum R_n + P,$$

a aplicação da LPI conduz à seguinte expressão

$$u(m_p) = \sqrt{c_{\sum R_n}^2 \cdot u^2(\sum R_n) + c_P^2 \cdot u^2(P) + 2 \cdot c_{\sum R_n} \cdot c_P \cdot u(\sum R_n) \cdot u(P) \cdot r(\sum R_n, P)}, \quad (2.10)$$

onde

$$c_{\sum R_n} = c_P = 1.$$

Neste caso, a correlação entre as duas grandezas de entrada pode ser considerada nula em resultado do facto de $\sum R_n$ ser obtida por via indirecta enquanto que P é determinada directamente. Com efeito, a expressão anterior é reduzida para

$$u(m_p) = \sqrt{u^2(\sum R_n) + u^2(P)}. \quad (2.11)$$

A tabela de balanço de incertezas desta grandeza é apresentada no Quadro 2.8 onde constam, igualmente, as respectivas componentes de incerteza de repetibilidade e reprodutibilidade da mensuranda de interesse.

Quadro 2.8: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa final do provete num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum R_n$	9 746,0 g	± 111,0 g	1	± 111,0 g	50
P	16,2 g	± 0,3 g	1	± 0,3 g	91
$\delta m_{p \text{ repet}}$	0 g	± 14,4 g	1	± 14,4 g	3
$\delta m_{p \text{ repro}}$	0 g	± 5,4 g	1	± 5,4 g	2
		Incerteza de medição padrão		± 112,1 g	
		Graus de liberdade efectivos			52
m_p	9 762,2 g	Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 224,2 g	

No estágio final ilustrado na Figura 2.3, é possível identificar a grandeza valor percentual da massa do provete retida num peneiro, obtida indirectamente pela expressão (2.4), isto é,

$$m_{r_n} = \left(\frac{R_n}{m_1} \right) \times 100.$$

Neste caso, a aplicação da LPI permite escrever a incerteza de medição padrão da mensuranda de interesse como

$$u(m_{r_n}) = \sqrt{c_{R_n}^2 \cdot u^2(R_n) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1) + 2 \cdot c_{R_n} \cdot c_{m_1} \cdot u(R_n) \cdot u(m_1) \cdot r(R_n, m_1)}, \quad (2.12)$$

onde

$$c_{R_n} = \frac{100}{m_1} \text{ e } c_{m_1} = -\frac{100 \cdot R_n}{m_1^2}.$$

Analisando o termo relativo à correlação é possível constatar que, pela natureza idêntica das duas grandezas de entrada, o coeficiente de correlação estará compreendido entre zero e um. Este facto, em conjunto com o valor negativo do coeficiente de sensibilidade c_{m_1} , permite efectuar uma majoração deste termo considerando $r(R_n, P) = 0$.

Desta forma, a incerteza de medição padrão da grandeza valor percentual da massa do provete retido num peneiro corresponde a

$$u(m_{r_n}) \leq \sqrt{c_{R_n}^2 \cdot u^2(R_n) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1)}, \quad (2.13)$$

conforme exposto no Quadro 2.9.

Quadro 2.9: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor percentual da massa do provete retido no peneiro num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
R_n	2 553,8 g	± 1,0 g	$9,8 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± $9,8 \times 10^{-3} \%$	59
m_1	1 0171,1 g	± 50,9 g	$-2,5 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± 0,13 %	50
$\delta m_{r_n \text{ repet}}$	0 %	± 1,2 %	1	± 1,2 %	3
$\delta m_{r_n \text{ repro}}$	0 %	± 1,5 %	1	± 1,5 %	2
Incerteza de medição padrão				± 1,9 %	
Graus de liberdade efectivos					4
m_{r_n}	25,1 %	Factor de expansão			2,78
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 5,4 %	

No que respeita à grandeza valor percentual cumulativo da massa do provete peneirado, obtida usando a expressão (2.5),

$$m_{c_n} = \left(\frac{\sum R_n}{m_1} \right) \times 100,$$

a aplicação da LPI conduz a

$$u(m_{c_n}) = \sqrt{c_{\sum R_n}^2 \cdot u^2(\sum R_n) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1) + 2 \cdot c_{\sum R_n} \cdot c_{m_1} \cdot u(\sum R_n) \cdot u(m_1) \cdot r(\sum R_n, m_1)}, \quad (2.14)$$

onde

$$c_{\sum R_n} = \frac{100}{m_1} \text{ e } c_{m_1} = -\frac{100 \cdot \sum R_n}{m_1^2}.$$

Atendendo ao sinal negativo do coeficiente de sensibilidade c_{m_1} e ao facto de $0 \leq r(\sum R_n, m_1) \leq 1$, o termo da correlação pode ser majorado considerando $r(\sum R_n, m_1) = 1$. Desta forma, a incerteza de medição padrão da mensuranda de interesse é escrita como

$$u(m_{c_n}) \leq \sqrt{c_{\sum R_n}^2 \cdot u^2(\sum R_n) + c_{m_1}^2 \cdot u^2(m_1)}, \quad (2.15)$$

em que $u(\sum R_n)$ é obtida pela expressão (2.7) exposta na secção 2.3.2.

O Quadro 2.10 apresenta a tabela de balanço de incertezas aplicável à grandeza de interesse em estudo.

Quadro 2.10: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor percentual cumulativo da massa do provete retido no peneiro num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum R_n$	6166,1 g	± 111,0 g	$9,8 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± 1,1 %	55
m_1	10171,1 g	± 50,9 g	$-6,0 \times 10^{-3} \text{ g}^{-1}$	± 0,31 %	50
$\delta m_{c_n \text{ repet}}$	0 %	± 1,0 %	1	± 1,0 %	3
$\delta m_{c_n \text{ repro}}$	0 %	± 1,8 %	1	± 1,8 %	2
Incerteza de medição padrão				± 2,4 %	
Graus de liberdade efectivos					5
m_{c_n}	39,4 %	Factor de expansão			2,57
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 6,2 %	

2.4 Síntese de resultados

O Quadro 2.11, apresentado em seguida, resume os valores de incerteza de medição expandida (para um intervalo de confiança de 95 %) obtidos para as diversas grandezas de saída de interesse do ensaio de peneiração, de acordo com o processo de avaliação de incertezas de medição descrito nas secções anteriores.

Quadro 2.11: Síntese das incertezas de medição das grandezas de saída do ensaio de peneiração.

Grandeza de interesse	Incerteza de medição expandida (95 %)
Valor percentual da massa de finos	$\pm 1,6 \%$
Massa final do provete ensaiado	$\pm 224,2 \text{ g}$
Valor percentual da massa do provete retida num peneiro	$\pm 5,4 \%$
Valor percentual cumulativo da massa do provete peneirado	$\pm 6,2 \%$

Os valores de incerteza de medição apresentados podem ser considerados representativos das melhores incertezas de medição (ou capacidades metrológicas) do LNEC/PAVMAT na realização do ensaio em estudo. A justificação para este facto deriva da reduzida contribuição da estimativa da grandeza massa – incluindo componentes de incerteza como a deriva térmica, a estabilidade e a peneiração incompleta – para a incerteza de medição das grandezas de saída, comparativamente com outras componentes de incerteza que são dominantes, designadamente, a repetibilidade e a reprodutibilidade.

Salienta-se que, a quantificação destas duas componentes de incerteza decorreu da realização de estudos de avaliação do desempenho dos técnicos do LNEC/PAVMAT, que suportam a actual acreditação do laboratório no que respeita ao requisito de avaliação de incertezas de medição. Os resultados obtidos no presente estudo confirmam o aspecto dominante destas duas componentes na incerteza de medição das mensurandas de interesse validando a abordagem preliminar efectuada pelo LNEC/PAVMAT.

3. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DA FORMA DAS PARTÍCULAS – ÍNDICE DE FORMA

3.1 Descrição sumária do ensaio

No contexto da actividade laboratorial desenvolvida pelo LNEC/PAVMAT, a caracterização geométrica de agregados utilizados na pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias pode, também, ser efectuada mediante a realização do ensaio de determinação do índice de forma, cujo enquadramento normativo é definido pela norma EN 933-4 [5], na qual se baseiam o método e o procedimento de ensaio adoptados pelo LNEC/PAVMAT.

O método de ensaio consiste na classificação das partículas constituintes de uma fracção granulométrica⁴ de uma amostra de agregado de acordo com a relação existente entre o comprimento e a espessura da partícula. A mensuranda de interesse – índice de forma – corresponde ao valor percentual da massa das partículas com rácio $L/E > 3$ relativamente à massa total seca das partículas ensaiadas, em que L corresponde ao comprimento da partícula e E é a respectiva espessura definidas, respectivamente, como a maior e a menor distância entre dois planos paralelos tangenciais à superfície da partícula.

Esta classificação é suportada no recurso a um paquímetro (Figura 3.1) dedicado cujas pontas de medição permitem materializar o rácio $L/E = 3$ entre o comprimento e espessura da partícula.



Figura 3.1: Paquímetro utilizado pelo LNEC/PAVMAT no ensaio de determinação do índice de forma.

⁴ A fracção granulométrica, d_i/D_i , de um agregado é definida como a fracção de um agregado que passa por um peneiro com maior abertura de malha, D_i , e é retido pelo peneiro com menor abertura de malha, d_i . Salienta-se que o ensaio em estudo apenas é aplicável aos casos em que $D_i \leq 63$ mm e $d_i \geq 4$ mm.

Previamente à realização do ensaio de determinação do índice de forma, decorre a fase de preparação dos provetes de ensaio, ilustrada esquematicamente na Figura 3.2, que inclui a promoção das seguintes operações:

1. redução da massa da amostra de agregado mediante um dos métodos prescritos no enquadramento normativo aplicável (NP EN 932-2);
2. secagem da amostra a uma temperatura de $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ visando a situação de massa constante definida pela realização de pesagens sucessivas da amostra, após secagem e com pelo menos uma hora de intervalo, revelando diferenças inferiores a 0,1 %;
3. peneiração da amostra laboratorial que assegure a rejeição de partículas retidas num peneiro com abertura de malha de 63 mm e as partículas passadas num peneiro com abertura de malha de 4 mm;
4. realização de nova redução da amostra (*vide* ponto 1), caso se considere necessário;
5. determinação indirecta da massa do provete de ensaio com recurso a um instrumento de pesagem e tendo em conta o valor mínimo estabelecido pela norma de ensaio, conforme exposto no Quadro 3.1.

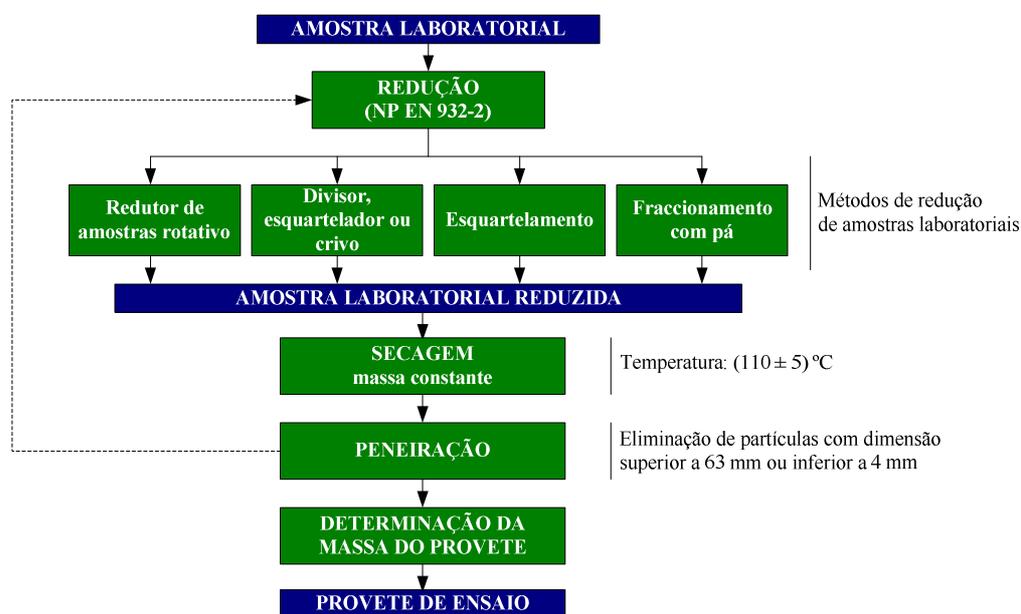


Figura 3.2: Representação esquemática da fase de preparação de provetes no ensaio de determinação do índice de forma.

Quadro 3.1: Massa mínima do provete de ensaio [5]

Dimensão granulométrica superior do agregado (mm), D	Massa mínima do provete de ensaio (kg)
63	45
32	6
16	1
8	0,1

O procedimento de ensaio adoptado pelo LNEC/PAVMAT, idêntico ao exposto em [5], admite variantes consoante a condição granulométrica $D \leq 2d$ ou $D > 2d$ do provete de ensaio.

No primeiro caso (condição $D \leq 2d$), o procedimento de ensaio preconiza a realização das seguintes acções:

1. separação da fracção granulométrica predominante d_i/D_i pelo método da peneiração descrito pela norma EN 933-1 [3] (*vide* a descrição do ensaio no Capítulo 2);
2. rejeição de qualquer partícula com dimensão granulométrica inferior a d_i e superior a D_i ;
3. determinação da massa, m_1 , da fracção granulométrica predominante d_i/D_i ;
4. avaliação da relação comprimento/espessura de cada partícula, com recurso a um paquímetro semelhante ao apresentado na Figura 3.1, visando a separação das partículas que cumpram a relação $L/E > 3$, classificadas como partículas não-cúbicas;
5. determinação da massa, m_2 , das partículas não-cúbicas.

No segundo caso (condição $D > 2d$), o procedimento de ensaio é composto pelas seguintes operações:

1. separação do provete de ensaio em fracções granulométricas pelo método da peneiração definido pela norma EN 933-1 [3];
2. determinação da massa, m_i , de cada fracção granulométrica e do respectivo valor percentual, V_i , em relação à massa inicial do provete, m_0 ; rejeição de qualquer

- fracção granulométrica que contenha menos de 10 % do valor de massa inicial do provete de ensaio;
3. redução da massa das fracções granulométricas que contenham um número excessivo de partículas recorrendo a um dos métodos expostos na norma de ensaio aplicável (NP EN 932-2 [4]); após finalização do processo de redução, a fracção granulométrica em questão terá de conter, pelo menos, 100 partículas;
 4. determinação da massa m_{1i} do conjunto de partículas pertencentes a cada uma das fracções granulométricas sujeitas a ensaio;
 5. avaliação da relação comprimento/espessura de cada partícula, com recurso a um paquímetro semelhante ao apresentado na Figura 3.1, visando a separação das partículas que cumpram a relação $L/E > 3$, classificadas como partículas não-cúbicas;
 6. determinação da massa m_{2i} , das partículas não-cúbicas.

3.2 Relações e diagramas funcionais

As secções seguintes descrevem as relações e os respectivos diagramas funcionais associados às três variantes de ensaio identificadas de acordo com a condição granulométrica do provete ensaiado e a eventual operação de redução de fracções granulométricas.

3.2.1 Condição granulométrica $D \leq 2d$

Para o caso de provetes de ensaio em que se verifique a relação $D \leq 2d$, a grandeza índice de forma é obtida indirectamente mediante a expressão

$$SI = \frac{m_2}{m_1} \times 100, \quad (3.1)$$

em que m_1 corresponde à massa da fracção granulométrica predominante e m_2 é a massa das partículas não-cúbicas. A Figura 3.3 ilustra o respectivo diagrama funcional.

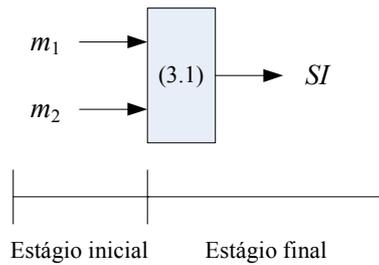


Figura 3.3: Diagrama funcional do ensaio de determinação do índice de forma – provetes que verificam a relação $D \leq 2d$.

3.2.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas

Para o caso dos provetes de ensaio em que se verifica a relação $D > 2d$ e a inexistência de fracções granulométricas reduzidas, o índice de forma é determinado pela seguinte expressão

$$SI = \frac{\sum m_{2i}}{\sum m_{1i}} \times 100, \quad (3.2)$$

em que $\sum m_{1i}$ é o somatório das massas das partículas de cada uma das fracções granulométricas ensaiadas e $\sum m_{2i}$ é o somatório das partículas não-cúbicas de cada uma das fracções granulométricas ensaiadas.

Por sua vez, a determinação da grandeza de saída valor percentual, V_i , da massa de cada fracção granulométrica ensaiada, m_{1i} , em relação à massa inicial do provete de ensaio, m_0 , implica o recurso à seguinte expressão:

$$V_i = \frac{m_{1i}}{m_0} \times 100. \quad (3.3)$$

A Figura 3.4 representa o diagrama funcional das grandezas de entrada, intermédias e de saída envolvidas no ensaio de determinação do índice de forma – condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas – no qual é possível definir três estágios (inicial, intermédio e final) de propagação de incertezas de medição.

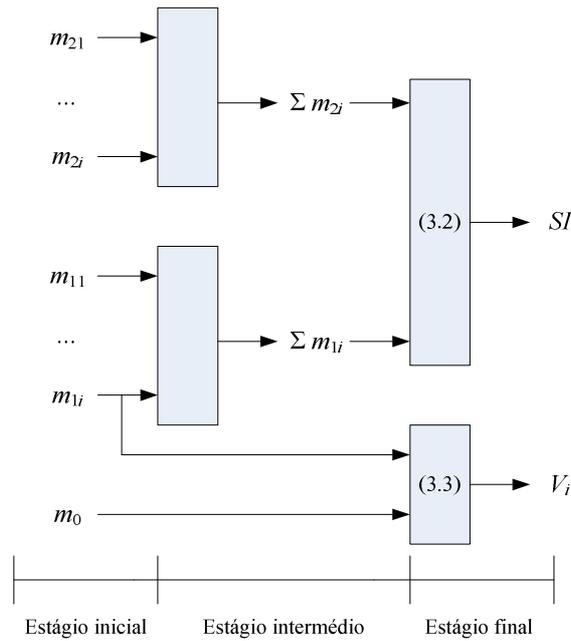


Figura 3.4: Diagrama funcional do ensaio de determinação do índice de forma – condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas.

3.2.3 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas

A presente secção é dedicada à determinação do índice de forma de provetes com fracções granulométricas reduzidas em que se verifique a relação $D > 2d$. Neste caso, o valor percentual da massa da fracção granulométrica na amostra ensaiada é dado por

$$V_i = \frac{m_i}{m_0} \times 100, \quad (3.4)$$

em que m_i é a massa da fracção granulométrica sujeita posteriormente a redução de massa e m_0 é a massa inicial do provete de ensaio.

Por sua vez, o valor percentual da massa de partículas não-cúbicas na fracção granulométrica i é obtido mediante a expressão

$$SI_i = \frac{m_{2i}}{m_{1i}} \times 100, \quad (3.5)$$

onde m_{2i} corresponde à massa das partículas não-cúbicas na fracção granulométrica e m_{1i} é a massa da fracção granulométrica após redução.

Estas duas grandezas permitem efectuar a definição da mensuranda de interesse – índice de forma, SI – mediante a expressão:

$$SI = \frac{\sum(V_i \cdot SI_i)}{\sum V_i} \quad (3.6)$$

A Figura 3.5 identifica os diversos estágios de propagação de incertezas de medição nesta variante de ensaio de determinação do índice de forma de agregados.

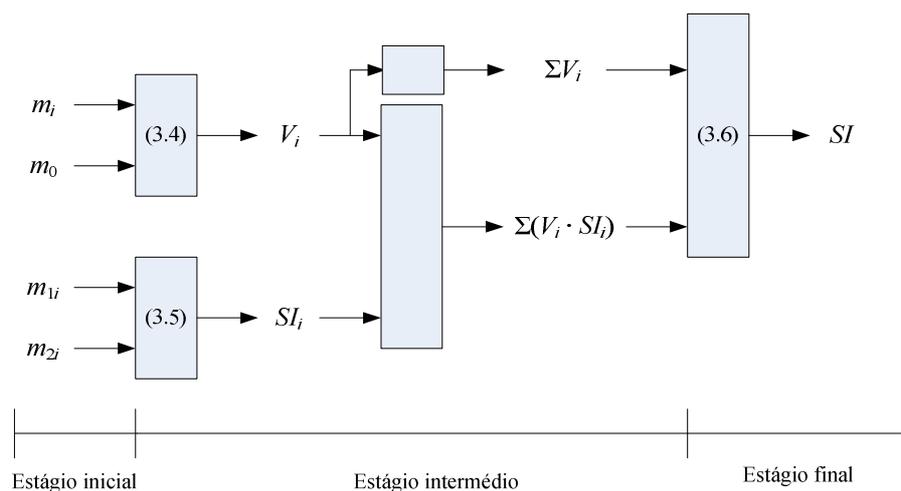


Figura 3.5: Diagrama funcional do ensaio de determinação do índice de forma – condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas.

3.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

3.3.1 Estágio inicial

A observação das Figuras 3.3 a 3.5 permite constatar que a grandeza massa está presente como grandeza de entrada nos estágios iniciais de todas as variantes de ensaio descritas anteriormente. O recurso ao mesmo método e instrumentos de pesagem na sua determinação permite que a formulação probabilística apresentada, nesta secção, seja igualmente válida para todas as variantes do ensaio em estudo.

No âmbito do ensaio de determinação do índice de forma, o LNEC/PAVMAT recorre a dois instrumentos de pesagem (referências internas EQ04.1 e EQ04.2) com características metrológicas distintas, em particular, no que diz respeito ao seu alcance e à sua resolução.

Nos Quadros 3.2 e 3.3 é apresentada a caracterização probabilística das componentes de incerteza identificadas para a medição indirecta da grandeza massa usando os instrumentos de pesagem EQ04.1 e EQ04.2, respectivamente.

Quadro 3.2: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza massa mediante a utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 (alcance 60 kg, resolução 1 g).

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,38$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,5$ g	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 2,0$ g	Triangular	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,5$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio

Quadro 3.3: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza massa mediante a utilização do instrumento de pesagem EQ04.2 (alcance 20 kg, resolução 0,1 g).

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,06$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,15$ g	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 1,10$ g	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,10$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,20$ g	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (3 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio

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

A consulta dos certificados de calibração de ambos os instrumentos de medição permite obter informação para a quantificação de componentes de incerteza como a calibração, a reversibilidade e a excentricidade. No caso da componente de incerteza da calibração, os limites de variação da função densidade de probabilidade adoptada são definidos de acordo com a majoração dos valores de incerteza de medição apresentados no respectivo certificado os quais abrangem toda a gama de medição. Por sua vez, as componentes de reversibilidade e excentricidade são quantificadas com base nos desvios declarados nos certificados de calibração. Na ausência de outra informação é adoptada a

função densidade de probabilidade triangular centrada para exprimir a variação probabilística dos desvios mencionados.

A contabilização de uma componente de incerteza relativa ao zero resulta do procedimento de medição adoptado que inclui a determinação do zero previamente à pesagem que se pretende efectuar. A parametrização desta componente é baseada na resolução do instrumento de pesagem utilizado, admitindo uma distribuição uniforme.

No caso do instrumento de pesagem EQ04.2, a consulta das suas especificações técnicas permite identificar e quantificar as componentes de incerteza de repetibilidade, linearidade e deriva térmica. Para o caso do equipamento EQ04.1, esta informação não se encontra disponível. Face aos resultados expostos na secção 3.3.3, não se considera este facto relevante atendendo à existência de componentes de incerteza dominantes como a repetibilidade e reprodutibilidade, cuja magnitude se revela significativamente superior à componente de incerteza de medição instrumental.

3.3.2 Estágio intermédio

3.3.2.1 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas

A determinação da incerteza de medição das grandezas intermédias $\sum m_{1i}$ ou $\sum m_{2i}$ recorre à LPI, tendo por base os seguintes pressupostos (*vide* Anexo B):

- a majoração da incerteza de medição da massa, u_{maj} , tendo por amostra o conjunto de incertezas de medição das massas parcelares;
- a majoração do termo relativo à correlação entre as combinações possíveis das medições parcelares de massa com o mesmo instrumento de medição; neste caso, é assumido um valor unitário para os coeficientes de correlação tendo em conta que os coeficientes de sensibilidade envolvidos são, também, unitários e a natureza similar das grandezas de entrada que permite considerar que os coeficientes de correlação são positivos.

A incerteza de medição padrão de $\sum m_{1i}$ e $\sum m_{2i}$ pode assim ser escrita como

$$u(\sum m_{1i}) \leq n \cdot u_{\text{maj}}(m_{1i}), \quad (3.7)$$

$$u(\sum m_{2i}) \leq n \cdot u_{\text{maj}}(m_{2i}). \quad (3.8)$$

Os Quadros 3.4 e 3.5 constituem tabelas de balanço de incertezas aplicáveis, respectivamente, ao caso da medição das grandezas $\sum m_{1i}$ e $\sum m_{2i}$ com recurso ao instrumento de pesagem EQ04.1. Analogamente, os Quadros 3.6 e 3.7 correspondem ao caso da utilização do instrumento de pesagem EQ04.2

Quadro 3.4: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum m_{1i}$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{11}	385 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{12}	363 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{13}	807 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{14}	370 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
$\sum m_{1i}$	1 925 g	Incerteza de medição padrão		$\pm 4,0$ g	
		Graus de liberdade efectivos			91
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 8,0$ g	

Quadro 3.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum m_{2i}$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{21}	29 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{22}	147 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{23}	109 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
m_{24}	26 g	$\pm 1,0$ g	1	$\pm 1,0$ g	91
$\sum m_{2i}$	311 g	Incerteza de medição padrão		$\pm 4,0$ g	
		Graus de liberdade efectivos			91
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 8,0$ g	

Quadro 3.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum m_{1i}$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{11}	384,6 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{12}	363,1 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{13}	807,0 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{14}	370,2 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
$\sum m_{1i}$	1924,9 g	Incerteza de medição padrão		± 1,9 g	
		Graus de liberdade efectivos			70
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 3,8 g	

Quadro 3.7: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum m_{2i}$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{21}	29,0 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{22}	146,5 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{23}	109,0 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
m_{24}	25,9 g	± 0,48 g	1	± 0,48 g	70
$\sum m_{2i}$	310,4 g	Incerteza de medição padrão		± 1,9 g	
		Graus de liberdade efectivos			70
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 3,8 g	

3.3.2.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas

A aplicação da LPI à mensuranda valor percentual da massa da fracção granulométrica na amostra ensaiada (*vide* expressão 3.4) permite obter a seguinte expressão

$$u^2(V_i) = c_{m_i}^2 \cdot u^2(m_i) + c_{m_0}^2 \cdot u^2(m_0) + 2 \cdot c_{m_i} \cdot c_{m_0} \cdot u(m_i) \cdot u(m_0) \cdot r(m_0, m_i), \quad (3.9)$$

em que

$$c_{m_i} = \frac{100}{m_0} \quad \text{e} \quad c_{m_0} = -\frac{100 \cdot m_i}{m_0^2}.$$

A exclusão do termo de correlação em (3.9) resulta do facto de o coeficiente de sensibilidade c_{m_0} possuir um valor negativo e o coeficiente de correlação ser positivo permitindo a majoração da expressão (3.9) ao se assumir $r(m_0, m_i) = 0$. Consequentemente, a incerteza de medição do valor percentual da massa da fracção granulométrica é expressa por

$$u^2(V_i) \leq c_{m_i}^2 \cdot u^2(m_i) + c_{m_0}^2 \cdot u^2(m_0). \quad (3.10)$$

O Quadro 3.8 apresenta a tabela de balanço de incertezas dedicada à grandeza valor percentual da massa da fracção granulométrica considerando a utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 na determinação das respectivas grandezas de entrada. Por sua vez, o Quadro 3.9 diz respeito à utilização do instrumento de pesagem EQ04.2.

Quadro 3.8: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor percentual da massa da fracção granulométrica na amostra num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_i	807 g	± 1,0 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,041 %	91
m_0	2425 g	± 1,0 g	- 0,014 % g ⁻¹	± 0,014 %	91
		Incerteza de medição padrão		± 0,043 %	
		Graus de liberdade efectivos			109
		Factor de expansão			2,00
V_i	33,3 %	Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,086 %	

Quadro 3.9: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor percentual da massa da fracção granulométrica na amostra num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_i	807,0 g	± 0,48 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,020 %	70
m_0	2424,9 g	± 0,48 g	- 0,014 % g ⁻¹	± 0,0067 %	70
		Incerteza de medição padrão		± 0,021 %	
V_i	33,3 %	Graus de liberdade efectivos			84
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,042 %	

Tendo em conta o exposto, a determinação da incerteza de medição de $\sum V_i$ recorre, para esse efeito, à LPI obtendo

$$u^2(\sum V_i) = \sum [u^2(V_i)], \quad (3.11)$$

notando-se que a mudança de variável ($V_i=100 m_i/m_0$) conduz a que a contribuição decorrente da correlação possa ser considerada desprezável. Os Quadros 3.10 e 3.11 exprimem os balanços de incertezas da mensuranda de interesse, respectivamente, para o caso da utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 e EQ04.2.

Quadro 3.10: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum V_i$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
V_1	15,8 %	± 0,042 %	1	± 0,042 %	96
V_2	35,6 %	± 0,044 %	1	± 0,044 %	114
V_3	33,3 %	± 0,043 %	1	± 0,043 %	111
V_4	15,3 %	± 0,042 %	1	± 0,042 %	95
		Incerteza de medição padrão		± 0,086 %	
$\sum V_i$	100 %	Graus de liberdade efectivos			415
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,17 %	

Quadro 3.11: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\sum V_i$ num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
V_1	15,8 %	± 0,020 %	1	± 0,020 %	74
V_2	35,6 %	± 0,021 %	1	± 0,021 %	87
V_3	33,3 %	± 0,021 %	1	± 0,021 %	85
V_4	15,3 %	± 0,020 %	1	± 0,020 %	73
		Incerteza de medição padrão		± 0,041 %	
		Graus de liberdade efectivos			319
		Factor de expansão			2,00
$\sum V_i$	100 %			Incerteza de medição expandida (95 %)	
				± 0,082 %	

No que respeita ao valor percentual da massa de partículas não-cúbicas na fracção granulométrica i , obtido com base na expressão (3.5)

$$SI_i = \frac{m_{2i}}{m_{1i}} \times 100,$$

a aplicação da LPI permite escrever a incerteza de medição desta grandeza como

$$u^2(SI_i) = c_{m_{2i}}^2 \cdot u^2(m_{2i}) + c_{m_{1i}}^2 \cdot u^2(m_{1i}) + 2 \cdot c_{m_{2i}} \cdot c_{m_{1i}} \cdot u(m_{2i}) \cdot u(m_{1i}) \cdot r(m_{2i}, m_{1i}), \quad (3.12)$$

onde $c_{m_{2i}} = \frac{100}{m_{1i}}$ e $c_{m_{1i}} = -\frac{100 \cdot m_{2i}}{m_{1i}^2}$.

A correlação resulta da utilização do mesmo instrumento de medição na determinação das mensurandas de entrada. Contudo, tal como em casos anteriores, a sua contribuição poderá ser considerada nula em virtude do coeficiente de correlação estar compreendido entre zero e um e o coeficiente de sensibilidade $c_{m_{1i}}$ ser sempre negativo, correspondendo o valor nulo a uma majoração da incerteza de medição. A expressão anterior passa a ser escrita como

$$u^2(SI_i) \leq c_{m_{2i}}^2 \cdot u^2(m_{2i}) + c_{m_{1i}}^2 \cdot u^2(m_{1i}). \quad (3.13)$$

Os Quadros 3.12 e 3.13 evidenciam a aplicação da expressão (3.13) na elaboração da tabela de balanço de incertezas, no primeiro caso, associada à utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 e, no segundo caso, ao instrumento de pesagem EQ04.2.

Quadro 3.12: Tabela de balanço de incertezas da grandeza SI_i num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{1i}	600 g	± 1 g	-0,028 % g ⁻¹	± 0,028 %	91
m_{2i}	102 g	± 1 g	0,17 % g ⁻¹	± 0,17 %	91
SI_i	17 %	Incerteza de medição padrão		± 0,17 %	
		Graus de liberdade efectivos			96
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,34 %	

Quadro 3.13: Tabela de balanço de incertezas da grandeza SI_i num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{1i}	600,0 g	± 0,48 g	-0,028 % g ⁻¹	± 0,013 %	70
m_{2i}	102,0 g	± 0,48 g	-0,17 % g ⁻¹	± 0,082 %	70
SI_i	17 %	Incerteza de medição padrão		± 0,083 %	
		Graus de liberdade efectivos			73
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,17 %	

Por sua vez, a determinação da incerteza de medição da grandeza $\Sigma(V_i \cdot SI_i)$ resulta de

$$u^2[\Sigma(V_i \cdot SI_i)] = \Sigma[c_{V_i}^2 \cdot u^2(V_i) + c_{SI_i}^2 \cdot u^2(SI_i)], \quad (3.14)$$

obtida mediante a aplicação da LPI, onde $c_{V_i} = SI_i$ e $c_{SI_i} = V_i$. Esta relação permite definir as tabelas de balanço de incertezas expressas nos Quadros 3.14 e 3.15 aplicáveis, respectivamente, à utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 e EQ04.2.

Quadro 3.14: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\Sigma(V_i \cdot SI_i)$ (instrumento de pesagem EQ04.1) num ensaio tipo.

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
V_1	15,9 %	± 0,042 %	7,5 %	± 0,32 ‰	96
V_2	35,6 %	± 0,044 %	17,0 %	± 0,75 ‰	114
V_3	33,3 %	± 0,043 %	13,5 %	± 0,58 ‰	111
V_4	15,3 %	± 0,042 %	7,0 %	± 0,29 ‰	95
SI_1	7,5 %	± 0,26 %	15,9 %	± 4,1 ‰	92
SI_2	17,0 %	± 0,17 %	35,6 %	± 6,1 ‰	96
SI_3	13,5 %	± 0,18 %	33,3 %	± 6,0 ‰	94
SI_4	7,0 %	± 0,27 %	15,3 %	± 4,1 ‰	92
Incerteza de medição padrão				± 10 ‰	
$\Sigma(V_i \cdot SI_i)$	1 281 ‰	Graus de liberdade efectivos			334
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)			

Quadro 3.15: Tabela de balanço de incertezas da grandeza $\Sigma(V_i \cdot SI_i)$ (instrumento de pesagem EQ04.2) num ensaio tipo.

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
V_1	15,9 %	± 0,020 %	7,5 %	± 0,15 ‰	74
V_2	35,6 %	± 0,021 %	17,0 %	± 0,36 ‰	87
V_3	33,3 %	± 0,021 %	13,5 %	± 0,28 ‰	85
V_4	15,3 %	± 0,020 %	7,0 %	± 0,14 ‰	73
SI_1	7,5 %	± 0,13 %	15,9 %	± 2,1 ‰	71
SI_2	17,0 %	± 0,08 %	35,6 %	± 2,8 ‰	74
SI_3	13,5 %	± 0,09 %	33,3 %	± 3,0 ‰	73
SI_4	7,0 %	± 0,13 %	15,3 %	± 2,0 ‰	71
Incerteza de medição padrão				± 5,0 ‰	
$\Sigma(V_i \cdot SI_i)$	1 281 ‰	Graus de liberdade efectivos			267
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)			

3.3.3 Estágio final

3.3.3.1 Condição granulométrica $D \leq 2d$

A informação probabilística que consta na secção 3.3.1 permite, no caso do ensaio de provetes que verifiquem a condição granulométrica $D \leq 2d$, proceder à elaboração da tabela de balanço de incertezas da grandeza de saída índice de forma, conforme apresentado nos Quadros 3.16 e 3.17 consoante se recorra à utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 ou EQ04.2.

Quadro 3.16: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
m_1	2 425 g	± 1 g	-0,021 % g ⁻¹	± 0,02 %	91
m_2	1 254 g	± 1 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,04 %	91
SI_{arred}	0 %	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
SI_{repet}	0 %	± 3,3 %	1	± 3,3 %	16
SI_{reprod}	0 %	± 1,4 %	1	± 1,4 %	16
Incerteza de medição padrão				± 3,6 %	
Graus de liberdade efectivos					22
SI	52 %	Factor de expansão			2,09
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 7,5 %	

Quadro 3.17: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
m_1	2 424,9 g	± 0,49 g	-0,021 % g ⁻¹	± 0,01 %	70
m_2	1 254,6 g	± 0,48 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,02 %	70
SI_{arred}	0 %	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
SI_{repet}	0 %	± 3,3 %	1	± 3,3 %	16
SI_{reprod}	0 %	± 1,4 %	1	± 1,4 %	16
Incerteza de medição padrão				± 3,6 %	
Graus de liberdade efectivos					22
SI	52 %	Factor de expansão			2,09
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 7,5 %	

Salienta-se a presença de componentes de incerteza complementares relativas ao arredondamento da estimativa da mensuranda de interesse (conforme prescrito na norma de ensaio), e à repetibilidade e reprodutibilidade do ensaio no LNEC/PAVMAT.

3.3.3.2 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas não-reduzidas

A aplicação da LPI à mensuranda valor percentual da massa da fracção granulométrica ensaiada permite obter a seguinte expressão

$$u^2(V_i) = c_{m_i}^2 \cdot u^2(m_i) + c_{m_0}^2 \cdot u^2(m_0) + 2 \cdot c_{m_i} \cdot c_{m_0} \cdot u(m_i) \cdot u(m_0) \cdot r(m_0, m_i), \quad (3.15)$$

em que $c_{m_i} = \frac{100}{m_0}$ e $c_{m_0} = -\frac{100 \cdot m_i}{m_0^2}$.

O sinal negativo de c_{m_0} , acrescido da natureza similar das grandezas m_0 e m_i traduzida em $0 \leq r(m_0, m_i) \leq 1$, permitem considerar uma majoração do termo da correlação presente na expressão (3.15), ao se assumir $r(m_0, m_i) = 0$. Deste modo, a expressão anterior é simplificada para

$$u^2(V_i) \leq c_{m_i}^2 \cdot u^2(m_i) + c_{m_0}^2 \cdot u^2(m_0). \quad (3.16)$$

Os Quadros 3.18 e 3.19 exprimem as tabelas de balanço de incertezas aplicáveis, respectivamente, à utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 e EQ04.2.

Quadro 3.18: Tabela de balanço de incertezas valor percentual da massa da fracção granulométrica num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_i	384,6 g	± 0,48 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,02 %	70
m_0	2 424,9 g	± 0,49 g	-0,007 % g ⁻¹	± 0,003 %	70
				Incerteza de medição padrão	
				± 0,02 %	
				Graus de liberdade efectivos	74
V_i	15,86 %			Factor de expansão	2,00
				Incerteza de medição expandida (95 %)	
				± 0,04 %	

Quadro 3.19: Tabela de balanço de incertezas valor percentual da massa da fracção granulométrica num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_i	385 g	± 1,0 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,041 %	91
m_0	2 425 g	± 1,0 g	-0,007 % g ⁻¹	± 0,007 %	91
		Incerteza de medição padrão		± 0,04 %	
		Graus de liberdade efectivos			96
V_i	15,88 %	Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,08 %	

Por sua vez, a aplicação da LPI na determinação da incerteza de medição da grandeza índice de forma para a condição em estudo, conduz a

$$u(SI) = \sqrt{c_{\sum m_{1i}}^2 \cdot u^2(\sum m_{1i}) + c_{\sum m_{2i}}^2 \cdot u^2(\sum m_{2i})}, \quad (3.17)$$

onde $c_{\sum m_{1i}} = -\frac{100 \cdot \sum m_{2i}}{\sum m_{1i}^2}$ e $c_{\sum m_{2i}} = \frac{100}{\sum m_{1i}}$.

A ausência do termo da correlação resulta do facto de ambas as grandezas envolvidas serem obtidas por via indirecta.

Os Quadros 3.20 e 3.21 apresentam as tabelas de balanço de incertezas de medição onde constam componentes de incerteza adicionais relativas ao arredondamento normativo e à repetibilidade e reprodutibilidade do ensaio no LNEC/PAVMAT.

Quadro 3.20: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
Σm_{1i}	1925 g	± 4,0 g	-0,008 % g ⁻¹	± 0,032 %	70
Σm_{2i}	311 g	± 4,0 g	0,052 % g ⁻¹	± 0,21 %	70
SI_{arred}	0 %	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
SI_{repet}	0 %	± 3,3 %	1	± 3,3 %	16
SI_{reprod}	0 %	± 1,4 %	1	± 1,4 %	16
Incerteza de medição padrão				± 3,6 %	
Graus de liberdade efectivos					22
SI	16 %	Factor de expansão			2,09
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 7,5 %	

Quadro 3.21: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
Σm_{1i}	2 424,9 g	± 4,9 g	-0,005 % g ⁻¹	± 0,025 %	70
Σm_{2i}	310,4 g	± 4,9 g	0,041 % g ⁻¹	± 0,20 %	70
SI_{arred}	0 %	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
SI_{repet}	0 %	± 3,3 %	1	± 3,3 %	16
SI_{reprod}	0 %	± 1,4 %	1	± 1,4 %	16
Incerteza de medição padrão				± 3,6 %	
Graus de liberdade efectivos					21
SI	13 %	Factor de expansão			2,09
Incerteza de medição expandida (95 %)				± 7,5 %	

3.3.3.3 Condição granulométrica $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas

Tendo em conta a expressão (3.6) utilizada na quantificação da grandeza índice de forma em provetes onde se verifique a condição $D > 2d$ e fracções granulométricas reduzidas, a aplicação da LPI permite obter a expressão

$$u^2(SI) = c_{\sum(V_i \cdot SI_i)}^2 \cdot u^2[\sum(V_i \cdot SI_i)] + c_{\sum V_i}^2 \cdot u^2(\sum V_i) \quad (3.18)$$

em que $c_{\sum(V_i \cdot SI_i)} = \frac{1}{\sum V_i}$ e $c_{\sum V_i} = -\frac{\sum(V_i \cdot SI_i)}{\sum V_i^2}$.

A informação probabilística que consta na secção 3.3.2.2, em conjunto com a aplicação da expressão (3.18), permitem definir as tabelas de balanço de incertezas da mensuranda de interesse para o caso da utilização do instrumento de pesagem EQ04.1 (Quadro 3.22) e EQ04.2 (Quadro 3.23).

Quadro 3.22: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.1).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum(V_i \cdot SI_i)$	1281 %·%	± 10 %·%	0,01 % ⁻¹	± 0,10 %	334
$\sum V_i$	100 %	± 0,086 %	-0,128	± 0,01 %	415
SI_{arred}	0 %	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
SI_{repet}	0 %	± 3,3 %	1	± 3,3 %	16
SI_{reprod}	0 %	± 1,4 %	1	± 1,4 %	16
				Incerteza de medição padrão	
				± 3,6 %	
					Graus de liberdade efectivos
					22
					Factor de expansão
					2,09
				Incerteza de medição expandida (95 %)	
				± 7,5 %	

Quadro 3.23: Tabela de balanço de incertezas da grandeza índice de forma num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum(V_i \cdot SI_i)$	1281 %	$\pm 5 \%$	$0,01 \%^{-1}$	$\pm 0,05 \%$	267
$\sum V_i$	100 %	$\pm 0,041 \%$	-0,128	$\pm 0,005 \%$	319
SI_{arred}	0 %	$\pm 0,29 \%$	1	$\pm 0,29 \%$	50
SI_{repet}	0 %	$\pm 3,3 \%$	1	$\pm 3,3 \%$	16
SI_{reprod}	0 %	$\pm 1,4 \%$	1	$\pm 1,4 \%$	16
Incerteza de medição padrão				$\pm 3,6 \%$	
Graus de liberdade efectivos					22
SI	13 %	Factor de expansão			2,09
Incerteza de medição expandida (95 %)				$\pm 7,5 \%$	

3.4 Síntese de resultados

O processo de determinação das incertezas de medição da grandeza índice de forma que consta nas secções anteriores permite concluir que, independentemente da variante de ensaio realizada e do instrumento de pesagem utilizado, a incerteza de medição expandida (num intervalo de 95 %) da mensuranda de interesse é não superior a $\pm 7,5 \%$.

Na propagação das incertezas de medição nas diversas grandezas intervenientes no ensaio analisado, é possível destacar as componentes dominantes de repetibilidade e reprodutibilidade cuja quantificação decorreu de estudos de avaliação de desempenho de diferentes técnicos do LNEC/PAVMAT autorizados para a execução do ensaio no contexto da sua acreditação no Sistema Português da Qualidade, pelo que se considera que o valor de incerteza de medição encontrado é representativo da melhor incerteza de medição (ou capacidade metrológica) do laboratório.

4. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FINOS – ENSAIO DO EQUIVALENTE DE AREIA

4.1 Descrição sumária do ensaio

A quantificação experimental do teor de finos – fracção granulométrica de um agregado que passa num peneiro com abertura de malha de 0,063 mm – constitui uma actividade laboratorial com contributo relevante para a caracterização geométrica de agregados justificando, deste modo, o actual enquadramento normativo que define o conjunto de ensaios que visa atingir este objectivo. Neste âmbito, o LNEC/PAVMAT executa o ensaio do equivalente de areia em agregados naturais⁵ (em regra, areias) utilizados na pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias, cumprindo os requisitos técnicos estipulados na norma vigente NP EN 933-8 [6].

O método de ensaio aí exposto (apenas aplicável a fracções granulométricas entre 0 mm e 2 mm) determina a colocação de um provete de ensaio no interior de uma proveta cilíndrica graduada – *vide* Figura 4.1 – contendo, no seu interior, uma solução floculante composta por cloreto de cálcio, glicerina, formaldeído e água destilada ou desmineralizada. A sua posterior agitação promove a libertação das camadas de argila que envolvem as partículas de areia que constituem o provete de ensaio, assegurando a suspensão das partículas de menor dimensão (finos) acima do sedimento de areia depositado no fundo da proveta.



Figura 4.1: Proveta cilíndrica graduada utilizada pelo LNEC/PAVMAT.

A quantificação do teor de finos é efectuada mediante a grandeza equivalente de areia definida como o rácio (percentual) entre a altura de sedimento de areia e a altura total do material floculado na proveta. Faz-se notar que o resultado final do ensaio corresponde à média aritmética de duas estimativas da grandeza equivalente de areia obtidas em ensaios individuais consecutivos de provetes extraídos da amostra laboratorial em análise.

⁵ Agregado de origem mineral obtido directamente do meio natural e cuja intervenção humana consiste unicamente no seu processamento mecânico. Exemplos: areais, godos e britas.

A fase de preparação do ensaio consiste na redução da massa da amostra laboratorial, mediante um dos métodos⁶ prescritos na norma aplicável (NP EN 932-2 [4]), para o valor nominal da massa pretendida para cada provete de ensaio, na ausência de qualquer processo de secagem. Por imposição normativa, este valor é estabelecido de acordo com teor de humidade atribuído à amostra laboratorial mediante a realização de um ensaio laboratorial próprio⁷. Faz-se notar que, o ensaio do equivalente de areia apenas é aplicável a amostras laboratoriais com um teor de humidade inferior a 2 %.

O procedimento de ensaio prescrito na norma vigente [6], adoptado pelo LNEC/PAVMAT, prevê a realização do ensaio do equivalente de areia numa sala laboratorial cuja temperatura se situe no intervalo (23 ± 3) °C, sendo possível reconhecer quatro fases operacionais – enchimento, vibração, lavagem e medições – cuja descrição sumária é apresentada em seguida.

A fase de enchimento consiste na introdução de solução floculante no interior da proveta até uma distância de $(100,00 \pm 0,25)$ mm da sua base (marcação inferior da proveta, *vide* Figura 4.2), seguindo-se a colocação do provete de ensaio e a agitação manual da proveta visando a libertação de eventuais bolhas de ar e a molhagem do provete.

Após um período de repouso de (10 ± 1) minutos, é efectuada a selagem da proveta com uma rolha de borracha seguindo-se a sua fixação a uma máquina vibratória. Este equipamento de ensaio permite aplicar à proveta um movimento horizontal rectilíneo sinusoidal caracterizado por uma amplitude de (200 ± 10) mm e uma frequência de $1/3$ Hz durante um período de tempo de (30 ± 1) s.

Finalizada esta fase de vibração, segue-se a lavagem da rolha de borracha e das paredes internas da proveta com solução floculante, assegurando que todo o material é recolhido para o interior da proveta. O posicionamento do tubo de lavagem no fundo da proveta permite que a solução de lavagem agite o seu conteúdo promovendo a ascensão de



Figura 4.2: Período de repouso inicial do provete no interior da proveta contendo a solução floculante.

⁶ Métodos de redução disponíveis: redutor de amostras rotativo; divisor, esquartelador ou crivo; esquartelamento; fraccionamento com pá.

⁷ O ensaio de determinação do teor de humidade de agregados deve ser efectuado de acordo com os requisitos técnicos estabelecidos na norma EN 1097-5. O método de ensaio aí exposto consiste, genericamente, na determinação da massa de um provete de areia antes e após um processo de secagem em estufa até à situação de massa constante, definida pela realização de pesagens sucessivas em intervalos de tempo de uma hora, no mínimo, que evidenciem diferenças relativas entre estimativas inferiores a 0,1 %.

finos. A remoção do tubo de lavagem é efectuada quando o nível de solução se aproxima da distância de $(380,00 \pm 0,25)$ mm da base da proveta (marcação superior da proveta, *vide* Figura 4.1).

O enchimento com solução flocculante cessa a partir do momento em que o tubo de lavagem é inteiramente retirado da proveta e o nível de solução se mantém na marcação superior iniciando, nesse instante, a contagem do período de tempo de assentamento que se prolonga durante $(20,00 \pm 0,25)$ minutos na ausência de qualquer perturbação ou vibração.

Terminado este período de repouso, é efectuada a medição da altura total do material flocculado (sedimento de areia e suspensão de partículas) com recurso à escala graduada da proveta. Por sua vez, a medição da altura de sedimento de areia é efectuada usando um mergulhador de ensaio idêntico ao apresentado na Figura 4.3.

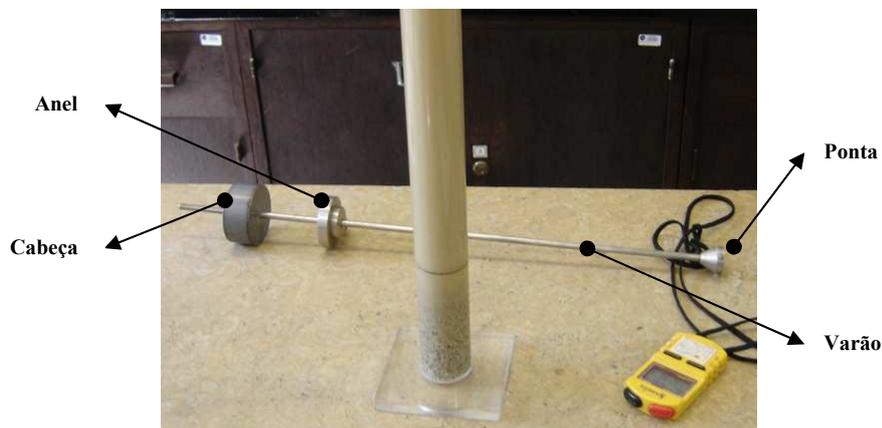


Figura 4.3: Mergulhador de ensaio do LNEC/PAVMAT.

A introdução deste elemento no interior da proveta permite que a sua ponta assente sobre o sedimento de areia. O bloqueamento do anel no topo da proveta e a posterior medição da distância (com recurso a um paquímetro) entre a face superior do anel e a face inferior da cabeça do mergulhador permite determinar a mensuranda de interesse altura de sedimento de areia.

4.2 Relações e diagramas funcionais

A quantificação do teor de finos mediante a determinação da grandeza equivalente de areia, SE_i , envolve a medição directa de duas grandezas de entrada – a altura total de material flocculado, h_1 , e a altura de sedimento de areia, h_2 – sendo definida pela expressão

$$SE_i = \frac{h_2}{h_1} \times 100. \quad (4.1)$$

Como o resultado final do ensaio corresponde à média aritmética de duas determinações da grandeza equivalente de areia, ou seja,

$$\overline{SE} = \frac{SE_1 + SE_2}{2}, \quad (4.2)$$

o diagrama funcional representativo do ensaio em estudo é constituído por três estágios de propagação de incertezas de medição, conforme ilustrado na Figura 4.4.

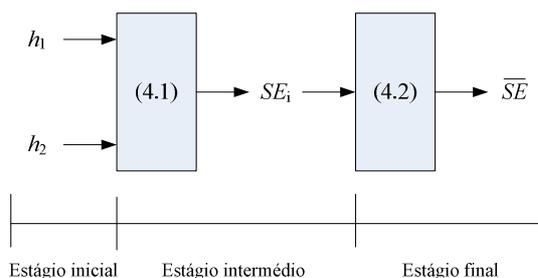


Figura 4.4: Diagrama funcional da grandeza valor médio de equivalente de areia.

No contexto da realização deste ensaio, é possível notar a existência de uma outra mensuranda de interesse – a massa do provete de ensaio, m – cujo valor nominal é definido pela expressão

$$m = 120 \left(1 + \frac{\omega_{H_2O}}{100} \right), \quad (4.3)$$

onde ω_{H_2O} corresponde ao teor de humidade da amostra laboratorial em análise. Esta grandeza é quantificada experimentalmente recorrendo ao conhecimento da massa de água presente numa amostra laboratorial, m_{H_2O} , e a massa da mesma amostra após processo de secagem em estufa ventilada, m_{seca} , ou seja,

$$\omega_{H_2O} = \frac{m_{H_2O}}{m_{seca}} \times 100. \quad (4.4)$$

A massa de água na amostra laboratorial é obtida por

$$m_{H_2O} = m_{t+ah} - m_{t+as}, \quad (4.5)$$

onde m_{t+ah} corresponde à massa do conjunto recipiente e amostra na condição húmida e m_{t+as} corresponde à massa do conjunto recipiente e amostra na condição seca. Por sua vez, a massa da amostra após processo de secagem é determinada pela expressão

$$m_{\text{seca}} = m_{\text{t+as}} - m_{\text{t}}, \quad (4.6)$$

em que m_{t} é a massa do recipiente para colocação da amostra sujeita a processo de secagem.

A Figura 4.5 ilustra o conjunto de relações funcionais descritas nos parágrafos anteriores relativamente à quantificação da grandeza massa do provete de ensaio e respectiva propagação de incertezas de medição.

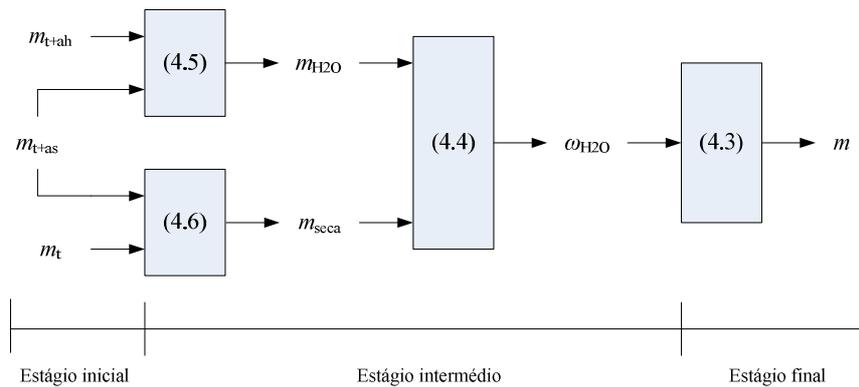


Figura 4.5: Diagrama funcional da grandeza massa do provete.

4.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

4.3.1 Estágio inicial

4.3.1.1 Equivalente de areia

No LNEC/PAVMAT, a medição da grandeza de entrada altura total de material floculado decorre da utilização da escala graduada incorporada na proveta cilíndrica. O Quadro 4.1 descreve os elementos de caracterização probabilística das diversas componentes de incerteza identificadas para a mensuranda em análise tendo em conta o método e o instrumento de medição utilizados.

Quadro 4.1: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza altura total de material floculado.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
$\delta h_{1\text{ res}}$	Resolução*	$\pm 0,5$ mm	Uniforme	Proveta graduada
$\delta h_{1\text{ est}}$	Estabilidade	$\pm 0,5$ mm	Uniforme	Estimativa empírica
$\delta h_{1\text{ par}}$	Erro de paralaxe	$\pm 0,5$ mm	Uniforme	
$\delta h_{1\text{ ter}}$	Efeito térmico	$\pm (3,2 \times 10^{-4} \cdot h_1)$ mm	Uniforme	

* Coincide com o arredondamento imposto pela norma de ensaio.

A componente de estabilidade referida no Quadro 4.1 tem origem no facto de, ocasionalmente, o período de tempo de assentamento mencionado na norma de ensaio não ser suficiente para assegurar uma adequada estabilização da altura de sedimento e suspensão de floculado.

Faz-se também notar que, os limites de variação apresentados para a componente de incerteza associada aos efeitos térmicos foram determinados com base no coeficiente volumétrico de dilatação térmica da água a 20 °C (igual a $2,1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) e numa variação de temperatura da sala laboratorial correspondente a 6 °C.

No que respeita à mensuranda altura de sedimento, a sua medição no ensaio de determinação do equivalente de areia é efectuada com um paquímetro analógico. O Quadro 4.2 descreve os elementos de caracterização probabilística das componentes de incerteza consideradas com intervenção neste processo de medição no LNEC/PAVMAT.

Quadro 4.2: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza altura de sedimento.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
$\delta h_{2\text{ cal}}$	Calibração	$\pm 0,0075$ mm	Gaussiana	Certificado de calibração
$\delta h_{2\text{ par}}$	Paralelismo das pontas de medição	$\pm 0,06$ mm	Triangular	
$\delta h_{2\text{ rep}}$	Repetibilidade	$\pm 0,005$ mm	Gaussiana	
$\delta h_{2\text{ arred}}$	Arredondamento normativo	$\pm 0,5$ mm	Uniforme	Norma de ensaio
$\delta h_{2\text{ paralaxe}}$	Erro de paralaxe	$\pm 0,005$ mm	Uniforme	Estimativa empírica

4.3.1.2 Massa do provete

No que respeita às diversas medições de entrada da grandeza massa citadas na secção 4.2, o LNEC/PAVMAT recorre, alternativamente, a dois instrumentos de pesagem (referência interna EQ04.2 e EQ06.5), o que conduz a que a caracterização probabilística das componentes de incerteza se diferenciem em função dos dois equipamentos em causa, conforme exposto nos Quadros 4.3 e 4.4.

Quadro 4.3: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza massa mediante a utilização do instrumento de pesagem EQ04.2 (alcance 20 kg, resolução 0,1 g).

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,057$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,15$ g	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 1,1$ g	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,1$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,2$ g	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (3 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,05$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio

* Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma amplitude de variação de temperatura de 6 °C.

Quadro 4.4: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza massa mediante a utilização do instrumento de pesagem EQ06.5 (alcance 22 kg, resolução 0,1 g).

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

* Considera-se que a sala laboratorial do LNEC/PAVMAT está sujeita a uma amplitude de variação de temperatura de 6 °C.

4.3.2 Estágio intermédio

4.3.2.1 Equivalente de areia

A formulação apresentada nos Quadros 4.1 e 4.2 permite efectuar o cálculo da incerteza de medição da grandeza intermédia equivalente de areia mediante a aplicação da LPI tendo em conta a relação funcional (4.1), obtendo-se

$$u^2(SE_i) = c_{h_2}^2 \cdot u^2(h_2) + c_{h_1}^2 \cdot u^2(h_1), \quad (4.7)$$

onde $c_{h_2} = \frac{100}{h_1}$ e $c_{h_1} = -\frac{100 \cdot h_2}{h_1^2}$.

Desta expressão pode-se elaborar a tabela de balanço de incertezas da mensuranda de interesse, exposta no Quadro 4.5. Faz-se notar a introdução de uma componente de incerteza adicional decorrente do arredondamento normativo imposto na quantificação da estimativa desta grandeza.

Quadro 4.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza equivalente de areia num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
h_2	83 mm	± 0,29 mm	0,37 mm ⁻¹	± 0,11 %	51
h_1	268 mm	± 0,52 mm	-0,12 mm ⁻¹	± 0,062 %	176
$\delta SE_{i \text{ arred}}$	0	± 0,029 %	1	± 0,029 %	50
Incerteza de medição padrão				± 0,13 %	
Graus de liberdade efectivos					95
Factor de expansão					2,00
SE_i	31,0 %	Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,26 %	

4.3.2.2 Massa do provete

Relativamente à grandeza intermédia massa de água presente na amostra laboratorial, a aplicação da LPI à expressão (4.5) permite escrever

$$u^2(m_{H_2O}) = c_{m_{t+ah}}^2 \cdot u^2(m_{t+ah}) + c_{m_{t+as}}^2 \cdot u^2(m_{t+as}) + 2 \cdot c_{m_{t+ah}} \cdot c_{m_{t+as}} \cdot u(m_{t+ah}) \cdot u(m_{t+as}) \cdot r(m_{t+ah}, m_{t+as}), \quad (4.8)$$

onde $c_{m_{t+ah}} = 1$ e $c_{m_{t+as}} = -1$.

A correlação existente entre as grandezas de entrada, de natureza similar, é traduzida num coeficiente de correlação necessariamente compreendido entre zero e um. Atendendo ao valor negativo do termo da correlação na expressão (4.8), resultante do coeficiente $c_{m_{t+as}}$, pode-se adoptar uma majoração deste termo considerando que $r(m_{t+ah}, m_{t+as}) = 0$. A expressão (4.8) é, então, simplificada para

$$u^2(m_{H_2O}) \leq u^2(m_{t+ah}) + u^2(m_{t+as}). \quad (4.9)$$

O mesmo raciocínio pode ser efectuado para a grandeza massa da amostra seca permitindo que se obtenha, neste caso,

$$u^2(m_{seca}) \leq u^2(m_{t+as}) + u^2(m_t). \quad (4.10)$$

Os Quadros 4.6 e 4.7 constituem as tabelas de balanço de incertezas aplicáveis, respectivamente, às mensurandas massa de água na amostra e massa da amostra seca, suportadas pela caracterização probabilística que consta no Quadro 4.3 relativa à medição indirecta de massa com recurso ao instrumento de pesagem EQ04.2 do LNEC/PAVMAT.

Em alternativa, os Quadros 4.8 e 4.9 correspondem às tabelas de balanço de incertezas aplicáveis ao caso da utilização do instrumento de pesagem EQ06.5 do LNEC/PAVMAT, fundamentadas na caracterização probabilística apresentada no Quadro 4.4.

Quadro 4.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de água na amostra num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_{t+ah}	810,8 g	± 0,51 g	1	± 0,51 g	79
m_{t+as}	802,0 g	± 0,51 g	-1	± 0,51 g	79
		Incerteza de medição padrão		± 0,72 g	
		Graus de liberdade efectivos			155
		Factor de expansão			2,00
m_{H_2O}	8,8 g	Incerteza de medição expandida (95 %)		± 1,4 g	

Quadro 4.7: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa da amostra seca num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ.04.2).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
m_t	216,9 g	± 0,51 g	-1	± 0,51 g	79
m_{t+as}	802,0 g	± 0,51 g	1	± 0,51 g	79
m_{seca}	585,1 g	Incerteza de medição padrão		± 0,72 g	
		Graus de liberdade efectivos			155
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 1,4 g	

Quadro 4.8: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa de água na amostra num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ.06.5).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
m_{t+ah}	810,8 g	± 0,42 g	1	± 0,42 g	63
m_{t+as}	802,0 g	± 0,42 g	-1	± 0,42 g	63
m_{H_2O}	8,8 g	Incerteza de medição padrão		± 0,59 g	
		Graus de liberdade efectivos			123
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 1,2 g	

Quadro 4.9: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa da amostra seca num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ0.6.5).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
m_t	216,9 g	± 0,42 g	-1	± 0,42 g	63
m_{t+as}	802,0 g	± 0,42 g	1	± 0,42 g	63
m_{seca}	585,1 g	Incerteza de medição padrão		± 0,59 g	
		Graus de liberdade efectivos			123
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 1,2 g	

Os resultados que constam nas tabelas anteriores, em conjunto com a aplicação da LPI à grandeza teor de humidade da amostra laboratorial, obtida em (4.4), permitem determinar a sua incerteza de medição padrão com base na expressão seguinte:

$$u^2(\omega_{\text{H}_2\text{O}}) = c_{m_{\text{H}_2\text{O}}}^2 \cdot u^2(m_{\text{H}_2\text{O}}) + c_{m_{\text{seca}}}^2 \cdot u^2(m_{\text{seca}}), \quad (4.11)$$

onde $c_{m_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{100}{m_{\text{seca}}}$ e $c_{m_{\text{seca}}} = -\frac{100 \cdot m_{\text{H}_2\text{O}}}{m_{\text{seca}}^2}$.

Os Quadros 4.10 e 4.11 constituem as tabelas de balanço de incertezas da grandeza teor de humidade da amostra laboratorial considerando, respectivamente, a utilização do instrumento de pesagem EQ.04.2 e EQ.06.5.

Quadro 4.10: Tabela de balanço de incertezas da grandeza teor de humidade da amostra laboratorial num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
$m_{\text{H}_2\text{O}}$	8,8 g	± 0,72 g	0,17 g ⁻¹	± 0,12 %	155
m_{seca}	585,1 g	± 0,72 g	-8,8 x 10 ⁻⁵ g ⁻¹	± 6,3 x 10 ⁻⁵ %	155
$\omega_{\text{H}_2\text{O}}$	1,50 %	Incerteza de medição padrão		± 0,12 %	
		Graus de liberdade efectivos			155
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,24 %	

Quadro 4.11: Tabela de balanço de incertezas da grandeza teor de humidade da amostra laboratorial num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ06.5).

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
$m_{\text{H}_2\text{O}}$	8,8 g	± 0,59 g	0,17 g ⁻¹	± 0,10 %	123
m_{seca}	585,1 g	± 0,59 g	-8,8 x 10 ⁻⁵ g ⁻¹	± 5,2 x 10 ⁻⁵ %	123
$\omega_{\text{H}_2\text{O}}$	1,50 %	Incerteza de medição padrão		± 0,10 %	
		Graus de liberdade efectivos			123
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,20 %	

4.3.3 Estágio final

4.3.3.1 Equivalente de areia

Sendo a grandeza de saída do ensaio em estudo uma média aritmética das estimativas de equivalente de areia obtidas para dois provetes de ensaio, a incerteza de medição da mensuranda de interesse é constituída por uma parcela relativa ao desvio-padrão experimental da média (dpem) e por uma parcela correspondente ao desvio-padrão experimental da amostra (dpea) com dimensão igual a dois.

Adicionalmente, são contabilizadas as componentes de incerteza da repetibilidade e reprodutibilidade decorrentes de estudos realizados pelo LNEC/PAVMAT no âmbito do seu processo de acreditação no Sistema Português da Qualidade e que determinaram o desempenho dos técnicos do laboratório que realizam o ensaio em análise. Importa referir, também, a componente de incerteza resultante do requisito de arredondamento existente na norma de ensaio.

O Quadro 4.12 reúne as componentes de incerteza mencionadas anteriormente e apresenta o resultado final da incerteza de medição da grandeza valor médio de equivalente de areia.

Quadro 4.12: Tabela de balanço de incertezas da grandeza valor médio de equivalente de areia num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\overline{\delta SE}_{dpem}$	0	± 0,092 %	1	± 0,092 %	50
$\overline{\delta SE}_{dpea}$	0	± 0,71 %	1	± 0,71 %	50
$\overline{\delta SE}_{rep}$	0	± 0,36 %	1	± 0,36 %	16
$\overline{\delta SE}_{repro}$	0	± 0,96 %	1	± 0,96 %	16
$\overline{\delta SE}_{arred}$	0	± 0,29 %	1	± 0,29 %	50
		Incerteza de medição padrão		± 1,3 %	
		Graus de liberdade efectivos			46
		Factor de expansão			2,01
\overline{SE}	32 %	Incerteza de medição expandida (95 %)		± 2,6 %	

4.3.3.2 Massa do provete

No que respeita à mensuranda massa do provete, é possível identificar duas componentes de incerteza dominantes: a definição nominal da mensuranda e a concretização experimental da medição pretendida.

No primeiro caso, recordando a definição nominal da mensuranda dada pela expressão (4.3)

$$m = 120 \left(1 + \frac{\omega_{\text{H}_2\text{O}}}{100} \right),$$

a aplicação da LPI conduz a

$$u_{\text{def}}^2(m) = 1,44 \cdot u^2(\omega_{\text{H}_2\text{O}}). \quad (4.12)$$

No segundo caso, a quantificação da componente de incerteza de medição é fundamentada na informação relativa à caracterização probabilística apresentada nos Quadros 4.3 ou 4.4, consoante o instrumento de pesagem utilizado.

Os Quadros 4.13 e 4.14 constituem as tabelas de balanço de incertezas associadas, respectivamente, à utilização dos instrumentos de pesagem EQ04.2 e EQ06.5 do LNEC/PAVMAT.

Quadro 4.13: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa do provete num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ04.2).

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\omega_{\text{H}_2\text{O}}$	1,50 %	± 0,12 %	1,2 g	± 0,14 g	155
δm_{med}	120 g	± 0,51 g	1	± 0,51 g	79
δm_{arred}	0	± 0,29 g	1	± 0,29 g	50
		Incerteza de medição padrão		± 0,60 g	
		Graus de liberdade efectivos			132
m	122 g	Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		± 1,2 g	

Quadro 4.14: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa do provete num ensaio tipo (instrumento de pesagem EQ06.5).

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\omega_{\text{H}_2\text{O}}$	1,50 %	$\pm 0,10$ %	1,2 g	$\pm 0,12$ g	123
δm_{med}	120 g	$\pm 0,42$ g	1	$\pm 0,42$ g	63
δm_{arred}	0	$\pm 0,29$ g	1	$\pm 0,29$ g	50
Incerteza de medição padrão				$\pm 0,52$ g	
Graus de liberdade efectivos					119
m	122 g	Factor de expansão			2,00
Incerteza de medição expandida (95 %)				$\pm 1,0$ g	

4.4 Síntese de resultados

O processo de avaliação de incertezas de medição descrito nas secções anteriores permite concluir que a incerteza de medição expandida (para um intervalo de confiança de 95 %) da grandeza equivalente de areia corresponde a $\pm 2,6$ %, apresentando como principais contribuições para este valor a reprodutibilidade do ensaio e o desvio-padrão experimental da amostra das estimativas de equivalente de areia. Este valor pode ser considerado como representativo da melhor incerteza de medição (ou capacidade metrológica) do LNEC/PAVMAT, uma vez que, as componentes de incerteza identificadas não possuem uma influência significativa das estimativas das grandezas de entrada.

No que respeita à grandeza massa do provete, a incerteza de medição expandida (para um intervalo de confiança de 95 %) corresponde a $\pm 1,2$ g ou a $\pm 1,0$ g, consoante se recorra ao instrumento de pesagem com a referência EQ04.2 ou EQ06.5, respectivamente. Note-se que, a incerteza de medição citada está associada a uma estimativa da grandeza massa do provete de ensaio que, por imposição normativa, se situa próxima de 120 g.

5. ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FINOS – ENSAIO DO AZUL DE METILENO

5.1 Descrição sumária do ensaio

O ensaio do azul de metileno visa, de forma idêntica ao ensaio do equivalente de areia discutido no Capítulo 4, a quantificação do teor de finos como via de caracterização geométrica de agregados. A actividade laboratorial desenvolvida pelo LNEC/PAVMAT no contexto dos agregados utilizados na pavimentação de infra-estruturas rodoviárias e aeroportuárias, inclui a realização deste ensaio cumprindo, neste caso, os requisitos técnicos citados na norma de ensaio aplicável NP EN 933-9 [7].

O método de ensaio adoptado determina a quantificação da grandeza fracção mássica de corante de azul de metileno adsorvido⁸ pela fracção granulométrica de 0 mm a 2 mm de um agregado fino – agregado com dimensão granulométrica superior⁹, D , igual ou inferior a 4 mm – ou do tipo *tout-venant* – agregado britado sem recomposição de granulometria extensa.

A realização do ensaio em estudo consiste, genericamente, na incrementação sucessiva de uma solução corante de azul de metileno a uma suspensão de água contendo o provete de ensaio – *vide* Figura 5.1 – até se atingir a sua capacidade máxima de adsorção. Esta situação é evidenciada pela presença de corante livre (não adsorvido) na suspensão e cuja determinação experimental decorre da execução do ensaio da mancha em papel de filtro, após a adição de cada incremento de solução corante. A presença de uma significativa quantidade de partículas de reduzida dimensão acentua o fenómeno de adsorção, conduzindo a um maior número de adições de solução corante até à presença de corante livre na suspensão evidenciando, deste modo, um teor de finos mais elevado.



Figura 5.1: Montagem experimental do ensaio do azul de metileno.

(Legenda: 1 – solução corante; 2 – doseador; 3 – papel de filtro; 4 – suspensão; 5 – agitador)

⁸ Entende-se por *adsorção* o fenómeno de acumulação de um gás ou soluto na superfície de um sólido.

⁹ *Vide* a nota 4 da secção 3.1, página 19.

A fase de preparação dos provetes de ensaio (descrita esquematicamente na Figura 5.2), é iniciada pela operação de redução da massa da amostra laboratorial (caso seja necessário), mediante um dos métodos expostos na norma aplicável NP EN 932-2 [4], visando a obtenção de uma sub-amostra com uma massa mínima de 200 g. Segue-se a sua secagem a uma temperatura de $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ até à situação de massa constante, determinada pela realização de pesagens sucessivas intervaladas de uma hora, no mínimo, que revelem diferenças relativas entre estimativas inferiores a 0,1 %.

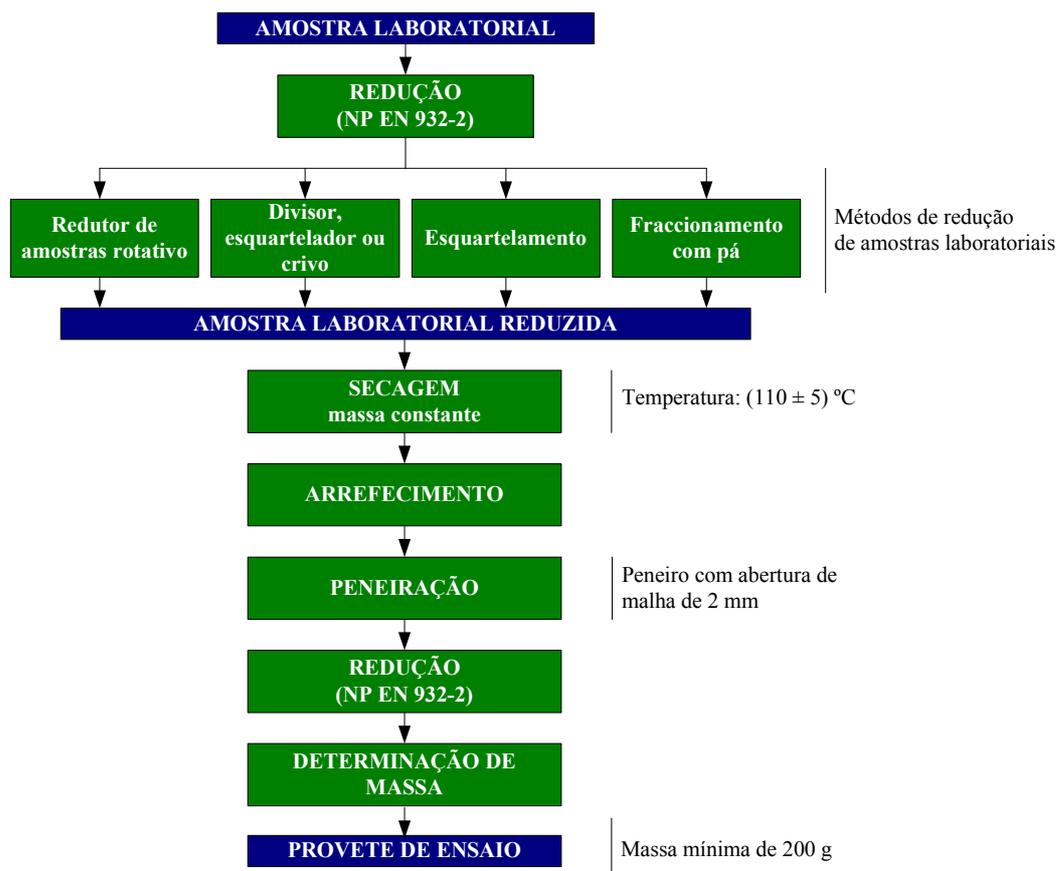


Figura 5.2: Representação esquemática da fase de preparação de provetes de ensaio.

Após arrefecimento, a sub-amostra seca é passada num peneiro com abertura de malha de 2 mm, assegurando-se a recolha da totalidade das partículas da fracção granulométrica 0 mm a 2 mm que, caso seja considerado necessário, podem ser sujeitas a nova operação de redução de massa de modo a obter um provete de ensaio com a massa mínima de 200 g. A fase de preparação é concluída pela determinação da massa do provete de ensaio. Por imposição normativa, a estimativa obtida é arredondada às gramas.

O procedimento de ensaio adoptado pelo LNEC/PAVMAT, idêntico ao exposto na norma de referência mencionada [7], compreende a realização de duas etapas: a preparação da suspensão do provete de ensaio em água destilada ou desmineralizada; e a determinação da massa de azul de metileno adsorvido.

A primeira etapa é iniciada pela mistura de (500 ± 5) mL de água destilada ou desmineralizada com o provete de ensaio no interior de um recipiente, no qual é posicionada a ventoinha do agitador (aproximadamente, 10 mm acima da base do recipiente). A activação deste equipamento de ensaio, regulado para uma frequência inicial de (600 ± 60) rotações por minuto, visa promover a agitação do conteúdo do recipiente durante cinco minutos.

Finalizado este período de tempo, é efectuada a adição de 5 mL de solução corante¹⁰ sendo promovida a redução da frequência de rotação do agitador para (400 ± 40) rotações por minuto durante um intervalo de tempo mínimo de um minuto. Em seguida, é efectuada o ensaio da mancha que consiste na remoção de uma gota¹¹ do conteúdo do recipiente de agitação (suspensão de provete de ensaio em água e solução corante adicionada) mediante o recurso a uma vara e a sua deposição sobre o papel de filtro previamente colocado no topo de um recipiente vazio. Esta acção origina uma mancha no papel de filtro composta por uma zona central de material depositado (de cor azul escura), rodeada por uma zona húmida incolor, conforme é possível notar na Figura 5.3.



Figuras 5.3 e 5.4: Realização do ensaio da mancha e pormenor da auréola azul clara indicadora da presença de corante livre na suspensão.

¹⁰ Segundo a norma de ensaio, a concentração em massa do azul de metileno na solução deve estar compreendida no intervalo $(10,0 \pm 0,1)$ g·L⁻¹.

¹¹ A gota retirada deverá permitir a formação de uma mancha com um diâmetro compreendido entre 8 mm e 12 mm.

O resultado deste ensaio é considerado positivo (presença de corante não adsorvido) se, na zona húmida, persistir uma auréola azul clara com cerca de um milímetro de espessura em torno do depósito central (*vide* Figura 5.4). Em caso de resultado negativo (ausência de corante livre), são adicionados mais 5 mL de solução corante, promovendo a agitação durante um minuto procedendo, em seguida, à realização de um novo ensaio da mancha.

As acções descritas no parágrafo anterior são repetidas sucessivamente até que o resultado do ensaio da mancha seja positivo. Ocorrida esta situação, cessa a adição de solução corante mantendo a agitação da suspensão, sendo realizados sucessivos ensaios da mancha em intervalos de um minuto durante um período de tempo de cinco minutos. Caso a auréola desapareça durante os primeiros quatro minutos, é adicionada uma dose de 5 mL de solução corante. Caso a auréola desapareça durante o quinto minuto, apenas são adicionados 2 mL de solução corante.

Em ambos os casos deve ser promovida a agitação e a realização de ensaios da mancha até que a auréola permaneça visível durante cinco minutos efectuando, então, o registo do volume total de solução corante adicionada à suspensão que, por imposição normativa, deve ser arredondado aos mililitros.

A Figura 5.5 apresenta uma representação esquemática do processo experimental anteriormente descrito tendo por objectivo facilitar a sua compreensão. O conjunto de acções exposto decorre da existência de um tempo de resposta para a adsorção completa de corante de azul de metileno por parte de minerais argilosos [7].

Caso a quantidade de finos existente no provete de ensaio não seja suficiente para assegurar a formação de uma auréola na realização do ensaio da mancha, o procedimento de ensaio prevê, na fase de preparação da suspensão, a adição de $(30,0 \pm 0,1)$ g de caulinite – previamente secada a uma temperatura de $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ até à situação de massa constante – e do correspondente volume de solução corante que é previsivelmente adsorvido por esta substância.

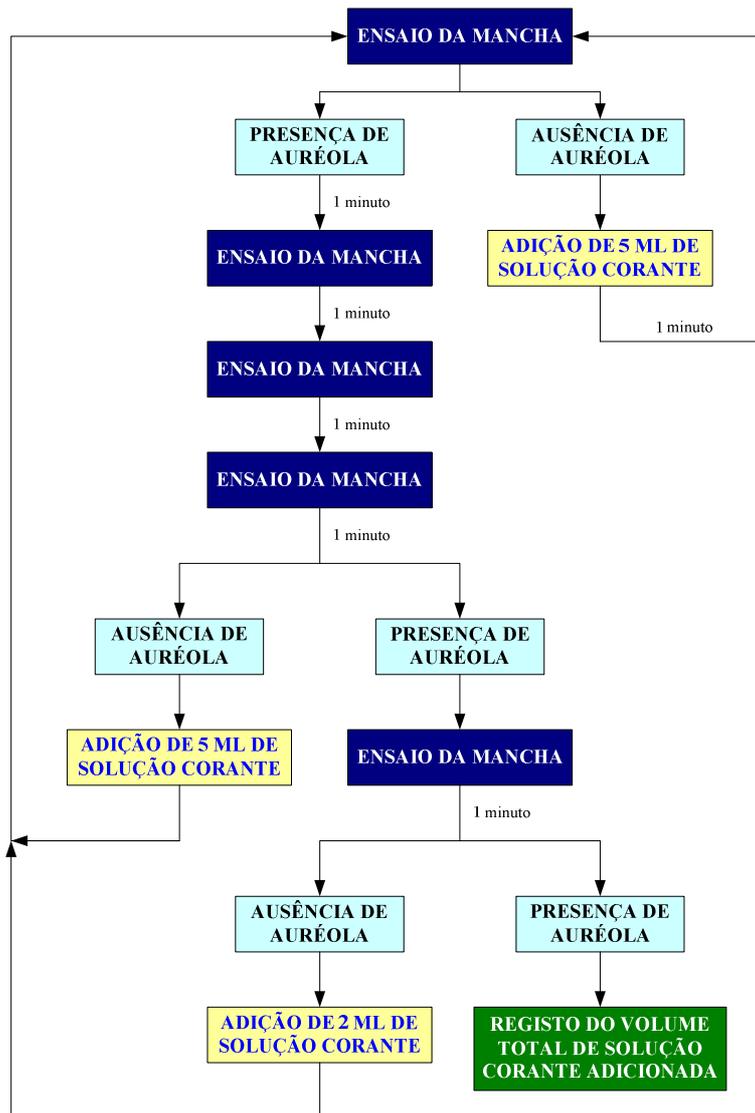


Figura 5.5: Representação esquemática do processo experimental.

5.2 Relações e diagramas funcionais

De acordo com a descrição sumária apresentada na secção anterior, o ensaio de azul de metileno apresenta duas variantes consoante a presença ou a ausência da caulinite como reagente adicionado à suspensão do provete em água. Este facto justifica a apresentação de relações e diagramas funcionais distintos associados a cada uma das variantes de ensaio.

No caso de não se promover a adição de caulinite, isto é, na situação em que existe uma quantidade suficiente de finos para se formar uma auréola no ensaio de mancha, a

mensuranda de interesse fracção mássica de azul de metileno¹², ω_{MB} , expressa em gramas de corante adsorvido por quilograma da fracção granulométrica ensaiada, é determinada de forma indirecta mediante a expressão

$$\omega_{MB} = \frac{\sum V_i}{m} \times \rho_{MB}, \quad (5.1)$$

onde m é a massa do provete de ensaio (em gramas), $\sum V_i$ é o volume total de solução corante adicionada (expresso em mililitros) e ρ_{MB} é a concentração mássica de azul de metileno na solução corante utilizada (expressa em gramas por litro).

Nesta expressão, a concentração mássica de azul de metileno constitui a única grandeza obtida por via indirecta, sendo a sua estimativa obtida experimentalmente pelo LNEC/PAVMAT mediante a determinação da massa húmida de azul de metileno em pó, m_d , dissolvida num volume de água, $V_{\rho_{MB}}$, durante a fase de preparação da solução corante. Deste modo, a concentração mássica de azul de metileno na solução corante corresponde a

$$\rho_{MB} = \frac{m_d}{V_{\rho_{MB}}}. \quad (5.2)$$

De acordo com a norma de referência do ensaio [7], o valor nominal da massa húmida de azul de metileno em pó a dissolver na solução (equivalente a uma massa seca de azul de metileno de 10 g) é dado pela expressão

$$m_d = 10(1 + \omega_{H_2O}), \quad (5.3)$$

onde a fracção mássica de água presente no pó húmido de azul de metileno, ω_{H_2O} , é, também, obtida experimentalmente submetendo uma determinada massa húmida de azul de metileno, m_h , a um processo de secagem até atingir a situação de massa constante, m_g .

Desta forma, a fracção mássica de água é dada por

$$\omega_{H_2O} = \frac{m_h - m_g}{m_g}. \quad (5.4)$$

¹² A designação normativa desta grandeza corresponde a “*azul de metileno*”, cujo símbolo é “*MB*”. Contudo, no presente documento, são adoptadas a designação e simbologia impostas pelo Sistema Internacional de Unidades (SI).

A Figura 5.6 ilustra o conjunto de relações funcionais e respectivas grandezas de entrada e saída descritas anteriormente para a variante de ensaio de azul de metileno sem adição de caulinite.

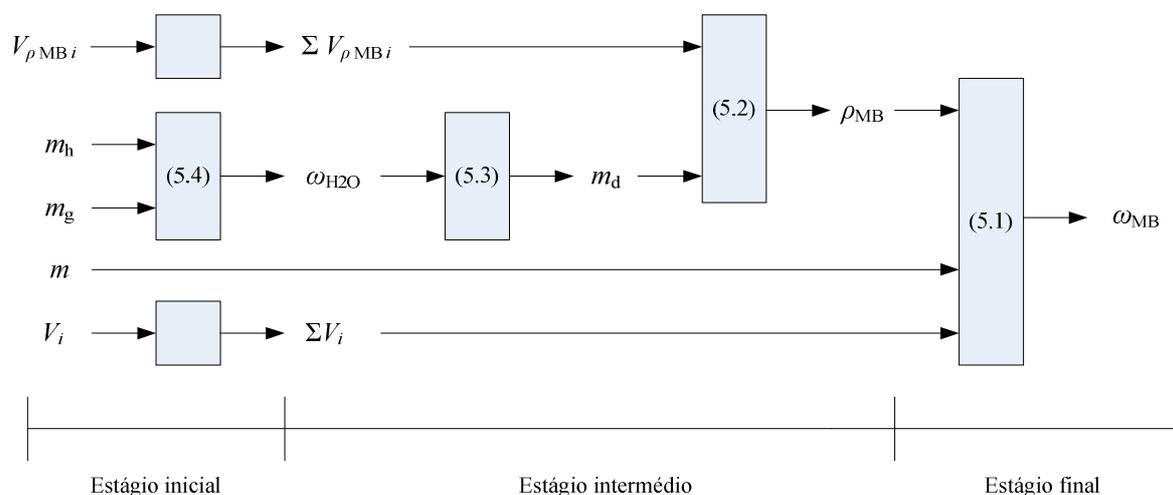


Figura 5.6: Diagrama funcional do ensaio do azul de metileno sem adição de caulinite.

Por sua vez, a variante de ensaio relativa à adição de caulinite nos casos em que a quantidade de finos presente na suspensão se revela insuficiente para originar uma auréola no ensaio da mancha, conduz a uma reformulação da relação funcional (5.1) que traduz a mensuranda de interesse fracção mássica de azul de metileno, obtendo-se,

$$\omega_{MB} = \frac{\sum V_i - V'}{m} \times \rho_{MB}, \quad (5.5)$$

onde V' é o volume de solução corante adicionado na fase de preparação da suspensão em resultado da adição da caulinite. Esta alteração constitui uma correcção ao resultado final do ensaio visto que V' corresponde ao volume de solução corante que é adsorvido pela massa de caulinite adicionada à suspensão, m_k , ou seja,

$$V' = \frac{m_k \cdot \omega_{MB_k}}{\rho_{MB}}. \quad (5.6)$$

Faz-se notar que, a determinação da fracção mássica de azul de metileno da caulinite, ω_{MB_k} , decorre de um processo experimental idêntico ao descrito anteriormente para um ensaio convencional de azul de metileno aplicado, neste caso, à caulinite e não a um provete de ensaio obtido de uma determinada amostra de agregado.

A Figura 5.7 apresenta o diagrama funcional aplicável a esta variante de ensaio evidenciando, na zona sombreada, a parcela adicional de propagação de incertezas de medição atribuída à utilização de caulinite, ausente na Figura 5.6 relativa ao ensaio de azul de metileno sem recurso à adição de caulinite.

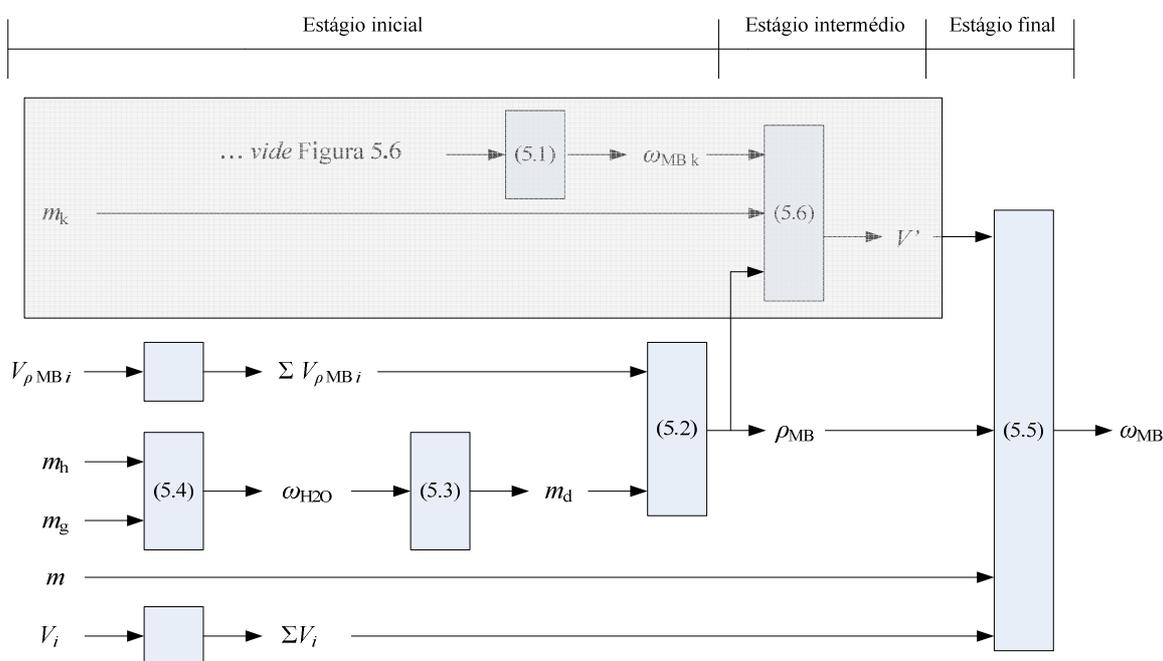


Figura 5.7: Diagrama funcional do ensaio do azul de metileno com adição de caulinite.

5.3 Tabelas de balanço de incertezas de medição

5.3.1 Ensaio de azul de metileno sem adição de caulinite

5.3.1.1 Estágio inicial

O estágio inicial ilustrado na Figura 5.6 é composto por grandezas de entrada inseridas no domínio da massa – massa húmida e massa seca do pó de azul de metileno, massa do provete ensaiado – e no domínio da volumetria – volume parcial da água constituinte da solução corante e volume parcial de solução corante adicionada no ensaio do azul de metileno.

As duas grandezas massa húmida e massa seca de azul de metileno possuem componentes de incerteza de medição idênticas visto se recorrer, na sua determinação, ao mesmo método e instrumento de medição. Porém, no caso da grandeza massa seca de azul

de metileno, importa referir a contabilização de uma componente de incerteza adicional relativa à estabilidade de curto prazo associada ao processo de secagem e à situação de massa constante. O Quadro 5.1 apresenta a caracterização probabilística das componentes de incerteza identificadas para as duas mensurandas de interesse mencionadas tendo por base a utilização instrumento de pesagem (referência interna EQ04.3) do LNEC/PAVMAT.

Quadro 5.1: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição das grandezas massa húmida e massa seca de azul de metileno.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,0005 \text{ g}$	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,001 \text{ g}$	Triangular	
δm_{exc}	Excentricidade	$\pm 0,001 \text{ g}$	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,001 \text{ g}$	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,002 \text{ g}$	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (2 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta T) \text{ g}$	Uniforme	
δm_{arred}	Arredondamento	$\pm 0,005 \text{ g}$	Uniforme	Norma de ensaio
δm_{est}	Estabilidade a curto prazo**	$\pm (0,0005 \cdot m) \text{ g}$	Uniforme	
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,0005 \text{ g}$	Uniforme	Procedimento de ensaio

* 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 ao caso da medição em situação de *massa constante*.

Para efectuar a medição da grandeza massa do provete, o LNEC/PAVMAT recorre a um instrumento de medição (referência interna EQ06.2) diferente do mencionado no Quadro anterior, o que conduz à uma caracterização probabilística distinta das respectivas componentes de incerteza (*vide* Quadro 5.2).

No caso da medição da grandeza volume parcial de água constituinte da solução corante, o LNEC/PAVMAT recorre à utilização de uma proveta graduada com alcance de 500 mL e uma graduação de 5 mL. Salienta-se que, o volume total da solução corante preparada corresponde a 1000 mL o que, atendendo ao alcance da proveta utilizada para este efeito, motiva a realização de duas medições de volume de água.

Quadro 5.2: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza massa do provete de ensaio.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δm_{cal}	Calibração	$\pm 0,004$ g	Gaussiana	Certificado de calibração do instrumento de medição
δm_{rev}	Reversibilidade	$\pm 0,005$ g	Triangular	
δm_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,01$ g	Gaussiana	Especificações técnicas do instrumento de medição
δm_{lin}	Linearidade	$\pm 0,02$ g	Uniforme	
δm_{der}	Deriva térmica*	$\pm (2 \cdot 10^{-6} \cdot m \cdot \Delta T)$ g	Uniforme	
δm_{arred}	Arredondamento	$\pm 0,5$ g	Uniforme	Norma de ensaio
δm_{zero}	Zero	$\pm 0,005$ g	Uniforme	Procedimento de ensaio

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

As componentes de incertezas de medição identificadas para esta grandeza correspondem a:

- calibração volumétrica da proveta graduada pelo fabricante – o valor da incerteza de medição declarada pelo fabricante não possui qualquer indicação de qual a função de probabilidade aplicável; por este motivo assume-se uma representação probabilística dada por uma distribuição triangular;
- efeito da temperatura – atendendo a que o valor de incerteza de medição de calibração citado no ponto anterior é válido apenas para uma temperatura de 20 °C e dado que a preparação da solução corante decorre a uma temperatura de (20 ± 1) °C, esta componente de incerteza é quantificada admitindo uma amplitude de variação de temperatura de 2 °C e um coeficiente de expansão volumétrico da água igual a $0,21 \text{ mL } ^\circ\text{C}^{-1}$;
- repetibilidade – na ausência de informação relevante acerca de repetibilidade das medições de volume efectuadas pelo LNEC/PAVMAT, a componente de incerteza é estimada de forma empírica com base na graduação da proveta utilizada no ensaio.

O Quadro 5.3 resume a informação de interesse associada à mensuranda volume parcial de água utilizada na preparação da solução corante.

Quadro 5.3: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza volume parcial de água.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δV_{cal}	Calibração	$\pm 1,9 \text{ mL}$	Triangular	Especificações técnicas
δV_{temp}	Efeito térmico	$\pm (2 \text{ }^\circ\text{C} \times 0,21 \text{ mL } ^\circ\text{C}^{-1})$	Uniforme	Estimativa empírica
δV_{rep}	Repetibilidade	$\pm 2,5 \text{ mL}$	Uniforme	

No que respeita à grandeza volume parcial de solução corante adicionada, a sua medição no LNEC/PAVMAT decorre da utilização de um doseador com alcance de 10 mL e uma graduação de 0,2 mL. Neste caso, as componentes de incerteza identificadas são:

- calibração volumétrica do doseador – o fabricante do instrumento de medição declara uma incerteza de medição de calibração (a 20 °C) igual a $\pm 0,3 \%$ na totalidade da gama de medição; é assumida uma função de densidade probabilidade triangular;
- repetibilidade – segundo o fabricante do doseador, este instrumento de medição possui uma repetibilidade igual a $\pm 0,1 \%$; na ausência de qualquer outra informação de natureza probabilística, é assumida uma função densidade de probabilidade triangular cujos limites de variação correspondem a $\pm 0,1 \%$ na totalidade da gama de medição.

O Quadro 5.4 apresenta a caracterização probabilística da grandeza de entrada volume parcial de solução corante adicionada.

Quadro 5.4: Caracterização probabilística das componentes de incerteza na medição da grandeza volume parcial de solução corante adicionada.

Componente de incerteza	Fonte de incerteza	Limites de variação	Função densidade de probabilidade	Fonte de informação
δV_{cal}	Calibração	$\pm (0,003 \times 10) \text{ mL}$	Triangular	Especificações técnicas
δV_{rep}	Repetibilidade	$\pm 0,01 \text{ mL}$	Triangular	

5.3.1.2 Estágio intermédio

A determinação do volume total de água da solução corante de azul de metileno, $\sum V_{\rho MB i}$, decorre da soma de duas parcelas de volume parcial (cujas estimativas correspondem a 500 mL) em resultado da limitação do alcance da proveta graduada utilizada, ou seja,

$$\sum V_{\rho MB i} = V_{\rho MB 1} + V_{\rho MB 2} \quad (5.7)$$

A aplicação da LPI ao caso desta grandeza intermédia conduz a

$$u^2(\sum V_{\rho MB i}) = u^2(V_{\rho MB 1}) + u^2(V_{\rho MB 2}) + 2 \cdot c_1 \cdot c_2 \cdot u(V_{\rho MB 1}) \cdot u(V_{\rho MB 2}) \cdot r(V_{\rho MB 1}, V_{\rho MB 2}), \quad (5.8)$$

onde $c_1 = c_2 = \frac{\partial \sum V_{\rho MB i}}{\partial V_{\rho MB 1}} = \frac{\partial \sum V_{\rho MB i}}{\partial V_{\rho MB 2}} = 1$.

Atendendo que, as medições de volume parcial são efectuadas mediante o recurso ao mesmo instrumento (proveta graduada) e método de medição, é assumido que

$$u^2(V_{\rho MB 1}) = u^2(V_{\rho MB 2}) = u^2(V_{\rho MB i}), \quad (5.9)$$

sendo contabilizada a respectiva componente de correlação citada na expressão (5.8), a qual passa a ser escrita como

$$u^2(\sum V_{\rho MB i}) = 2 \cdot u^2(V_{\rho MB i}) [1 + r(V_{\rho MB 1}, V_{\rho MB 2})], \quad (5.10)$$

Tendo em conta a natureza similar (volumétrica) das grandezas de entrada correlacionadas, o respectivo coeficiente de correlação terá necessariamente de estar compreendido entre zero e um. Por observação da expressão (5.10), é possível efectuar uma majoração da incerteza de medição da grandeza de saída assumindo $r(V_{\rho MB 1}, V_{\rho MB 2}) = 1$, ou seja,

$$u^2(\sum V_{\rho MB i}) \leq 4 \cdot u^2(V_{\rho MB i}). \quad (5.11)$$

Esta expressão, em conjunto com a informação probabilística presente no Quadro 5.3, permite construir a tabela de balanço de incertezas da grandeza volume total de água da solução corante, conforme se expõe no Quadro 5.5.

Quadro 5.5: Tabela de balanço de incertezas da grandeza volume total de água da solução corante de azul de metileno num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$V_{\rho_{MBi}}$	500 mL	$\pm 1,7$ mL	2	$\pm 3,3$ mL	50
		Incerteza de medição padrão		$\pm 3,3$ mL	
$\sum V_{\rho_{MBi}}$	1000 mL	Graus de liberdade efectivos			50
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 6,6$ mL	

No caso da grandeza volume total de solução corante adicionada, determinada por uma expressão do tipo

$$\sum V_i = V_1 + V_2 + \dots + V_n, \quad (5.12)$$

onde n corresponde ao número de adições de solução corante efectuadas, a aplicação da LPI conduz à seguinte expressão

$$u^2(\sum V_i) = n \cdot u^2(V_i) + 2 \cdot \sum_i \sum_{j=i-1} c_i \cdot c_j \cdot u^2(V_i) \cdot r(V_i, V_j), \quad (5.13)$$

onde se assume que $u(V_1) = \dots = u(V_i) = \dots = u(V_n)$.

O termo associado à correlação relativo à medição de volume parcial de solução corante adicionada (resultante da utilização do mesmo instrumento de medição) pode sofrer um conjunto de simplificações com base num processo de majoração dessas componentes. De facto, é possível notar que $c_i = c_j = 1$ e, ainda que, $0 \leq r(V_i, V_j) \leq 1$ atendendo à natureza equivalente das grandezas correlacionadas, do que resulta a majoração do termo da correlação considerando $r(V_i, V_j) = 1$. Tendo em conta que existem $\frac{n(n-1)}{2}$ combinações possíveis entre as diferentes medições parciais de volume correlacionadas, a expressão (5.13) é simplificada (*vide* Anexo B) para

$$u^2(\sum V_i) \leq n^2 \cdot u^2(V_i). \quad (5.14)$$

Por imposição normativa, a estimativa do volume total de solução corante adicionada deve ser arredondada aos mililitros pelo que é necessário contabilizar uma componente de incerteza adicional, conforme exposto no Quadro 5.6 que constitui a tabela de balanço de incertezas aplicável.

Quadro 5.6: Tabela de balanço de incertezas da grandeza volume total de solução corante de adicionada num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
V_i	---	$\pm 0,013$ mL	n	$\pm (n \cdot 0,013)$ mL	50
$\delta V_{i\text{arred}}$	0	$\pm 0,29$ mL	1	$\pm 0,29$ mL	50
ΣV_i	15 mL	Incerteza de medição padrão		$\pm (0,29 + n \cdot 0,013)$ mL	
		Graus de liberdade efectivos			52 ($n=3$)
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 2 (0,29 + n \cdot 0,013)$ mL	

A aplicação da LPI com vista à determinação da incerteza de medição da grandeza fracção mássica de água presente pó húmido de azul de metileno, tendo por base a expressão (5.6)

$$\omega_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_h - m_g}{m_g},$$

permite que se escreva a seguinte expressão

$$u^2(\omega_{\text{H}_2\text{O}}) = c_{m_h}^2 \cdot u^2(m_h) + c_{m_g}^2 \cdot u^2(m_g) + 2 \cdot c_{m_h} \cdot c_{m_g} \cdot u(m_h) \cdot u(m_g) \cdot r(m_h, m_g), \quad (5.15)$$

onde $c_{m_h} = \frac{1}{m_g}$ e $c_{m_g} = -\frac{m_h}{m_g^2}$.

Tendo em conta a natureza similar das duas grandezas correlacionadas (massa húmida e massa seca do pó de metileno determinadas com recurso ao mesmo instrumento de medição), o respectivo coeficiente de correlação estará compreendido entre zero e um.

Atendendo ao valor negativo do coeficiente de sensibilidade c_{m_g} , é possível efectuar uma majoração do termo representativo da correlação tal que $r(m_h, m_g) = 0$. Deste modo, a expressão (5.15) tem a seguinte forma reduzida

$$u^2(\omega_{H_2O}) \leq \left(\frac{1}{m_g}\right)^2 \cdot u^2(m_h) + \left(-\frac{m_h}{m_g^2}\right)^2 \cdot u^2(m_g). \quad (5.16)$$

A tabela de balanço de incertezas aplicável à grandeza em análise é apresentada, em seguida, no Quadro 5.7, sendo suportada pela caracterização probabilística exposta no Quadro 5.1. e na expressão (5.16). Salienta-se a inclusão de uma componente de incerteza adicional que traduz o requisito da norma de referência do ensaio relacionada com o arredondamento do resultado da medição.

Quadro 5.7: Tabela de balanço de incertezas da grandeza fracção mássica de água presente no pó de azul de metileno num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_h	5,02 g	± 0,003 4 g	0,207 g ⁻¹	± 0,000 70	89
m_g	4,84 g	± 0,003 7 g	-0,214 g ⁻¹	± 0,000 79	117
$\delta\omega_{H_2O \text{ arred}}$	0 g	± 0,000 29	1	± 0,000 29	50
		Incerteza de medição padrão		± 0,001 1	
		Graus de liberdade efectivos			233
		Factor de expansão			2,00
ω_{H_2O}	0,037	Incerteza de medição expandida (95 %)		± 0,002 2	

Na medição da grandeza massa húmida de pó de azul de metileno a dissolver durante a preparação da solução corante (correspondente a uma massa seca de azul de metileno de 10 g) é possível identificar duas componentes:

- a incerteza definicional resultante da definição normativa da mensuranda dada pela expressão (5.3), i.e.

$$m_d = 10(1 + \omega_{H_2O}),$$

na qual a grandeza fracção mássica de água constitui uma grandeza de entrada;

- a incerteza de medição experimental resultante da concretização da medição por via da utilização de um instrumento de pesagem e um método de medição, fundamentada na caracterização probabilística que consta do Quadro 5.1.

A aplicação da LPI permite escrever a seguinte expressão

$$u^2(m_d) = c_{\omega_{H_2O}}^2 \cdot u^2(\omega_{H_2O}) + c_m^2 \cdot u^2(m), \quad (5.17)$$

onde $c_{\omega_{H_2O}} = 10$ e $c_m = 1$. A respectiva tabela de balanço de incertezas é apresentada no Quadro 5.8.

Quadro 5.8: Tabela de balanço de incertezas da grandeza massa húmida de azul de metileno em pó dissolvida na solução num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
ω_{H_2O}	0,037	$\pm 0,001$ 1	10 g	$\pm 0,002$ 2 g	233
m	10,37 g	$\pm 0,003$ 4 g	1	$\pm 0,003$ 4 g	89
m_d	10,37 g	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,004$ 1 g	
		Graus de liberdade efectivos			176
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 0,008$ g	

Os resultados expressos nos Quadros 5.5 e 5.8 são relativos, respectivamente, à grandeza volume total de água da solução corante e à massa húmida de azul de metileno em pó dissolvido na solução, permitindo determinar a incerteza de medição associada à concentração mássica de azul de metileno da solução corante mediante a aplicação da LPI, que se traduz em

$$u^2(\rho_{MB}) = c_{m_d}^2 \cdot u^2(m_d) + c_{\sum V_{\rho_{MB}i}}^2 \cdot u^2(\sum V_{\rho_{MB}i}), \quad (5.18)$$

onde $c_{m_d} = \frac{1}{\sum V_{\rho_{MB}i}}$ e $c_{\sum V_{\rho_{MB}i}} = -\frac{m_d}{(\sum V_{\rho_{MB}i})^2}$.

O Quadro 5.9 constitui a tabela de balanço de incerteza aplicável à grandeza concentração mássica de azul de metileno da solução corante.

Quadro 5.9: Tabela de balanço de incertezas da grandeza concentração mássica de azul de metileno da solução corante num ensaio tipo.

<i>Grandezas de entrada</i>	<i>Estimativas</i>	<i>Incertezas padrão</i>	<i>Coefficientes de sensibilidade</i>	<i>Contribuições para a incerteza de medição padrão</i>	<i>Graus de liberdade</i>
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
m_d	10 g	$\pm 0,004$ 1 g	1 L ⁻¹	$\pm 0,004$ 1 g·L ⁻¹	176
$\sum V_{\rho_{MB}i}$	1 L	$\pm 0,006$ 6 L	- 10 g·L ⁻²	$\pm 0,066$ g·L ⁻¹	50
		Incerteza de medição padrão		$\pm 0,066$ g·L ⁻¹	
		Graus de liberdade efectivos			50
		Factor de expansão			2,00
ρ_{MB}	10 g·L ⁻¹	Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 0,13$ g·L ⁻¹	

5.3.1.3 Estágio final

O Quadro 5.10 apresenta a tabela de balanço de incertezas relativa à grandeza de saída fracção mássica de azul de metileno na ausência de adição de caulinite, construída com base na informação probabilística que consta nos Quadros 5.2, 5.6 e 5.9 apresentados nas secções anteriores. A LPI aplicada à expressão (5.1) permite escrever

$$u^2(\omega_{MB}) = c_{\sum V_i}^2 \cdot u^2(\sum V_i) + c_m^2 \cdot u^2(m) + c_{\rho_{MB}}^2 \cdot u^2(\rho_{MB}), \quad (5.19)$$

onde $c_{\sum V_i} = \frac{\rho_{MB}}{m}$, $c_m = -\frac{\sum V_i \cdot \rho_{MB}}{m^2}$ e $c_{\rho_{MB}} = \frac{\sum V_i}{m}$.

Os estudos de avaliação do desempenho dos técnicos do LNEC/PAVMAT autorizados a executar o ensaio do azul de metileno e que serviram de suporte à actual acreditação do laboratório no contexto do Sistema Português da Qualidade permitem contabilizar duas componentes de incerteza adicionais de repetibilidade e reprodutibilidade. Por sua vez, o arredondamento formulado na norma de ensaio (à décima de grama por quilograma) está também contabilizado no balanço efectuado.

Quadro 5.10: Tabela de balanço de incertezas da grandeza fracção mássica de azul de metileno num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum V_i$	15 mL	$\pm 0,29$ mL	$0,050$ L ⁻¹	$\pm 0,015$	52
m	201 g	$\pm 0,29$ g	$-0,0037$ mL·L ⁻¹ ·g ⁻¹	$\pm 0,001$	50
ρ_{MB}	10 g·L ⁻¹	$0,066$ g·L ⁻¹	$0,075$ mL·g ⁻¹	$\pm 0,005$	50
$\delta\omega_{MB\text{ repet}}$	0	$\pm 0,064$	1	$\pm 0,064$	50
$\delta\omega_{MB\text{ repro}}$	0	$\pm 0,13$	1	$\pm 0,13$	50
$\delta\omega_{MB\text{ arred}}$	0	$\pm 0,029$	1	$\pm 0,029$	50
ω_{MB}	$0,7$ g·kg ⁻¹	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,15$ g·kg ⁻¹	
		Graus de liberdade efectivos			81
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 0,30$ g·kg ⁻¹	

5.3.2 Ensaio de azul de metileno com adição de caulinite

5.3.2.1 Estágio inicial

No caso em que o ensaio de azul de metileno se efectua com adição de caulinite, comparativamente com a realização do ensaio sem adição de caulinite, o estágio inicial inclui a avaliação da incerteza de medição da grandeza fracção mássica de azul de metileno da caulinite utilizada. Este processo é idêntico ao descrito na secção 5.3.1, apresentando-se os respectivos resultados no Quadro 5.11.

Quadro 5.11: Tabela de balanço de incertezas da grandeza fracção mássica de azul de metileno da caulinite num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
V_i	5 mL	$\pm 0,29$ mL	$0,33$ L ⁻¹	$\pm 0,10$	50
m	30,0 g	$\pm 0,29$ g	$-0,056$ mL·L ⁻¹ ·g ⁻¹	$\pm 0,016$	50
ρ_{MB}	10 g·L ⁻¹	$\pm 0,066$ g·L ⁻¹	$0,17$ mL·g ⁻¹	$\pm 0,011$	50
$\delta\omega_{MB\text{repet}}$	0	$\pm 0,064$	1	$\pm 0,064$	50
$\delta\omega_{MB\text{repro}}$	0	$\pm 0,13$	1	$\pm 0,13$	50
$\delta\omega_{MB\text{arred}}$	0	$\pm 0,029$	1	$\pm 0,029$	50
ω_{MB_k}	1,7 g·kg ⁻¹	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,18$ g·kg ⁻¹	
		Graus de liberdade efectivos			129
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 0,36$ g·kg ⁻¹	

No que se refere à grandeza massa de caulinite adicionada à solução corante, a determinação da sua incerteza de medição é fundamentada na caracterização probabilística que se encontra no Quadro 5.1 visto que a sua medição é efectuada com recurso ao mesmo método e instrumento de medição identificados para as grandezas aí mencionadas.

5.3.2.2 Estágio intermédio

Na avaliação da incerteza de medição da grandeza volume de solução corante (adicionada em resultado da presença de caulinite) é possível identificar três componentes principais:

- a incerteza definicional resultante da definição normativa da mensuranda dada pela expressão (5.6), i.e.

$$V^1 = \frac{m_k \cdot \omega_{MB_k}}{\rho_{MB}};$$

- a incerteza de medição experimental resultante da concretização da medição por via da utilização do doseador, fundamentada na caracterização probabilística que consta do Quadro 5.4;
- a incerteza resultante do arredondamento (ao mililitro) da estimativa da grandeza imposta pela norma de ensaio.

Promovendo a aplicação da LPI à expressão (5.6), a componente de incerteza definicional corresponde a

$$u_{\text{def}}^2(V') = c_{m_k}^2 \cdot u^2(m_k) + c_{\omega_{\text{MB}_k}}^2 \cdot u^2(\omega_{\text{MB}_k}) + c_{\rho_{\text{MB}}}^2 \cdot u^2(\rho_{\text{MB}}), \quad (5.20)$$

onde $c_{m_k} = \frac{\omega_{\text{MB}_k}}{\rho_{\text{MB}}}$, $c_{\omega_{\text{MB}_k}} = \frac{m_k}{\rho_{\text{MB}}}$ e $c_{\rho_{\text{MB}}} = -\frac{m_k \cdot \omega_{\text{MB}_k}}{\rho_{\text{MB}}^2}$.

O Quadro 5.12 expõe os resultados obtidos para as diversas componentes de incerteza identificadas e apresenta a incerteza de medição da mensuranda de interesse desta secção.

Quadro 5.12: Tabela de balanço de incertezas da grandeza volume da solução corante adicionada pela presença de caulinite num ensaio tipo.

Grandezas de entrada X_i	Estimativas x_i	Incertezas padrão $u(x_i)$	Coefficientes de sensibilidade c_i	Contribuições para a incerteza de medição padrão $u_i(y)$	Graus de liberdade ν_i
$\delta V'_{\text{def}}$	5	$\pm 0,54$ mL	1	$\pm 0,54$ mL	51
m_k	30,0 g	$\pm 0,087$ g	$0,17 \text{ g}^{-1} \cdot \text{mL}$	$\pm 0,015$ mL	138
ω_{MB_k}	$1,7 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\pm 0,18 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$	3,0 mL	$\pm 0,54$ mL	50
ρ_{MB}	$10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$	$\pm 0,066 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$	$-0,51 \text{ g}^{-1} \cdot \text{L}^{-2}$	$\pm 0,034$ mL	50
$\delta V'_{\text{med}}$	0	$\pm 0,013$ mL	1	$\pm 0,013$ mL	50
$\delta V'_{\text{arred}}$	0	$\pm 0,29$ mL	1	$\pm 0,29$ mL	50
V'	5 mL	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,61$ mL	
		Graus de liberdade efectivos			78
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida (95 %)		$\pm 1,2$ mL	

5.3.2.3 Estágio final

Esta secção descreve a determinação da incerteza de medição da grandeza de saída fracção mássica de azul de metileno para o caso particular da utilização de caulinite no ensaio em estudo. A formulação das diversas grandezas de entrada e intermédias que intervêm neste processo permite que, por aplicação da LPI ao modelo matemático (5.5)

$$\omega_{MB} = \frac{\sum V_i - V'}{m} \times \rho_{MB},$$

seja possível determinar a respectiva incerteza de medição associada à mensuranda de interesse mediante

$$u^2(\omega_{MB}) = c_{\sum V_i}^2 \cdot u^2(\sum V_i) + c_{V'}^2 \cdot u^2(V') + c_m^2 \cdot u^2(m) + c_{\rho_{MB}}^2 \cdot u^2(\rho_{MB}), \quad (5.21)$$

onde $c_{\sum V_i} = \frac{\rho_{MB}}{m}$, $c_{V'} = -\frac{\rho_{MB}}{m}$, $c_m = -\frac{(\sum V_i - V') \cdot \rho_{MB}}{m^2}$ e $c_{\rho_{MB}} = \frac{\sum V_i - V'}{m}$.

O Quadro 5.13 constitui a respectiva tabela de balanço de incertezas na qual se encontram indicadas componentes de incerteza adicionais relativas à repetibilidade e à reprodutibilidade (quantificadas de acordo com os resultados obtidos num conjunto de estudos realizados pelo LNEC/PAVMAT no contexto da sua acreditação no Sistema Português da Qualidade) e, também, a componente de incerteza associada ao arredondamento imposto pela norma de ensaio vigente.

Quadro 5.13: Tabela de balanço de incertezas da grandeza fracção mássica de azul de metileno (com adição de caulinite) num ensaio tipo.

Grandezas de entrada	Estimativas	Incertezas padrão	Coefficientes de sensibilidade	Contribuições para a incerteza de medição padrão	Graus de liberdade
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	ν_i
$\sum V_i$	30 mL	$\pm 0,30$ mL	$0,050 \text{ L}^{-1}$	$\pm 0,015$	57
m	200 g	$\pm 0,29$ g	$-0,00625 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{L}^{-1}$	$\pm 0,0018$	50
ρ_{MB}	$10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$	$\pm 0,066 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$	$0,125 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$	$\pm 0,0083$	50
V'	5 mL	$\pm 0,61$ mL	$-0,050 \text{ L}^{-1}$	$\pm 0,031$	68
$\delta\omega_{MB \text{ repet}}$	0	$\pm 0,064$	1	$\pm 0,064$	50
$\delta\omega_{MB \text{ repro}}$	0	$\pm 0,13$	1	$\pm 0,13$	50
$\delta\omega_{MB \text{ arred}}$	0	$\pm 0,029$	1	$\pm 0,029$	50
ω_{MB}	$1,3 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$	Incerteza de medição padrão		$\pm 0,15 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$	
		Graus de liberdade efectivos			88
		Factor de expansão			2,00
		Incerteza de medição expandida		$\pm 0,30 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$	

5.4 Síntese de resultados

O processo de avaliação de incertezas descrito nas secções anteriores compreende a realização do ensaio do azul de metileno com e sem a adição de caulinite. Para ambos os casos, a incerteza de medição expandida (num intervalo de confiança de 95 %) corresponde a $\pm 0,30 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$. A obtenção de um resultado idêntico resulta da presença de componentes de incertezas comuns, em particular, a reprodutibilidade do ensaio que constitui a contribuição mais significativa para a incerteza de medição da mensuranda de interesse.

Salienta-se que, a quantificação desta componente de incerteza, bem como a da componente de incerteza de repetibilidade do ensaio, é baseada nos resultados obtidos nos estudos realizados pelo LNEC/PAVMAT que suportam a actual acreditação do laboratório no Sistema Português da Qualidade no que respeita ao requisito normativo de avaliação de incertezas de medição.

A reduzida influência das estimativas das grandezas de entrada para o resultado final da incerteza de medição da grandeza de saída fracção mássica de azul de metileno permite considerar o valor de incerteza de medição citado como representativo da melhor incerteza de medição (ou capacidade metrológica) do LNEC/PAVMAT no contexto da realização laboratorial do ensaio do azul de metileno.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente estudo permitiu efectuar a avaliação das incertezas de medição associadas às estimativas de grandezas de interesse nos ensaios de determinação de propriedades geométricas de agregados realizados pelo LNEC/PAVMAT, mediante a caracterização probabilística das diversas grandezas envolvidas tendo em conta aspectos como os instrumentos 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 proposto no GUM (centrado na aplicação da Lei de Propagação de Incertezas) revelou-se adequada face à linearidade ou à reduzida não-linearidade dos modelos matemáticos envolvidos nos processos de medição.

Independentemente do ensaio estudado, as componentes de incerteza de repetibilidade e reprodutibilidade constituem, em regra, as contribuições mais significativas para o resultado final da incerteza de medição das mensurandas de interesse. Estas componentes tiveram como base um conjunto de estudos realizados pelo LNEC/PAVMAT, inseridos no contexto da sua acreditação no Sistema Português da Qualidade, e que permitiram concretizar a avaliação do desempenho dos técnicos relativamente a estes ensaios.

Este documento permite alargar a avaliação das incertezas das restantes contribuições e, dessa forma, concluir acerca da importância relativa de cada uma delas. Adicionalmente pode-se concluir que a melhoria do nível de exactidão passará, necessariamente, pelo desenvolvimento de esforços visando a redução da magnitude das contribuições experimentais que determinam estas duas componentes de incerteza.

O Quadro seguinte exprime as incertezas de medição expandidas (para um intervalo de confiança de 95 %) relativas aos ensaios de determinação de propriedades geométricas de agregados realizados pelo LNEC/PAVMAT no âmbito da sua acreditação no Sistema Português da Qualidade, constituindo a expressão do grau de Qualidade das medições.

Quadro 6: Síntese das incertezas de medição expandidas (95 %).

Análise granulométrica (EN 933-1)	
Valor percentual da massa de finos	± 1,6 %
Massa final do provete ensaiado	± 224,2 g
Valor percentual da massa do provete retida num peneiro	± 5,4 %
Valor percentual cumulativo da massa do provete peneirado	± 6,2 %
Índice de forma (EN 933-4)	
Índice de forma	± 7,5 %
Equivalente de areia (NP EN 933-8)	
Equivalente de areia	± 2,5 %
Azul de metileno (NP EN 933-9)	
Fracção mássica de azul de metileno	± 0,30 g·kg ⁻¹

LNEC, Lisboa, Dezembro de 2009

VISTOS

O Director do CIC,



Carlos Oliveira Costa

AUTORIA



Luís Filipe Lages Martins

Lic.º em Engenharia Mecânica
Bolseiro de Iniciação à Investigação Científica



Álvaro Silva Ribeiro

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

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Dezembro de 2005.
- [2] *Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*. Genève (Suíça): International Organization for Standardization (ISO), 1995.
- [3] EN 933-1:1997/A1:2005 – Tests for geometrical properties of aggregates. Part 1: Determination of particle shape – Sieving method. Brussels (Bélgica): European Committee for Standardization (CEN), October 2005.
- [4] NP EN 932-2:2002 – Ensaio das propriedades gerais de agregados. Parte 2: métodos de redução de amostras laboratoriais. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), 2002.
- [5] EN 933-4:2008 – Tests for geometrical properties of aggregates. Part 4: Determination of particle shape – Shape index. Brussels (Bélgica): European Committee for Standardization (CEN), March 2008.
- [6] NP EN 933-8:2002 – Ensaio das propriedades geométricas dos agregados. Parte 8: Determinação do teor de finos – Ensaio do equivalente de areia. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Setembro de 2002.
- [7] NP EN 933-9:2002 – Ensaio das propriedades geométricas dos agregados. Parte 9: Determinação do teor de finos – Ensaio do azul de metileno. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Novembro de 2002.
- [8] *Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM)*. 3ª Edição. Caparica (Portugal): Instituto Português da Qualidade (IPQ), Novembro de 2008.
- [9] Satterthwaite, F. E., (1946) *Biometrics Bull.* **2**(6), 110-114.
- [10] 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)*¹³[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* [8], cuja 3ª edição foi publicada em 2008 pelo *Joint Committee for Guides in Metrology* (JCGM), constituído pelas principais organizações metrológicas a nível internacional.

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

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

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

¹³ De acordo com a revisão do GUM em curso, envolvendo a introdução de alguns documentos suplementares, a nova sigla adoptada é “GUF” apontando o âmbito do Guia para um contexto mais alargado (Framework) englobando diversos métodos de avaliação de incertezas de medição.

A.2 Fase de formulação

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

A.3 Fase de cálculo

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

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

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

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

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

No caso em que se adopta o método do tipo A, subentende-se que se determina a contribuição para a incerteza de medição a partir da estatística da variância de uma amostra experimental de observações (de acordo com uma perspectiva frequentista 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 adquirido¹⁴, é utilizada a expressão analítica da variância dessa distribuição para quantificar a pretendida contribuição para a incerteza de medição (neste caso, a abordagem segue a perspectiva bayesiana do problema).

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

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

A variância experimental da média é determinada por

¹⁴ Por exemplo: dados relativos a medições anteriores; experiência ou conhecimento comum relativo ao comportamento e propriedades de materiais e instrumentos de medição; especificações de fabricantes e documentação de carácter técnico e científico; dados obtidos em calibrações, ensaios e certificados.

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

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

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

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

A selecção da função densidade de probabilidade decorre de se conhecerem a origem e a natureza dos dados experimentais, adoptando-se um critério de escolha da função densidade de probabilidade gaussiana quando a informação é do tipo A (amostragem) e, no caso de informações do tipo B, seleccionam-se habitualmente as distribuições uniforme, triangular ou arco-seno consoante os dados experimentais se encontram equitativamente distribuídos ou concentrados no centro ou nos limites de distribuição, respectivamente.

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

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

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

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

sendo exacto apenas para modelos matemáticos lineares¹⁵. Na expressão anterior, $f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N)$ representa o valor esperado μ_y , da mensuranda y e r_2 representa o resto de 2ª ordem do desenvolvimento em série de Taylor.

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

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

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

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

cujos primeiros termos são componentes da definição de variância aplicado à grandeza de saída, y , permitindo estabelecer a relação seguinte:

¹⁵ 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.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

O conhecimento do resultado da aplicação da LPI permite partir para a etapa seguinte da fase cálculo: a avaliação da incerteza de medição expandida. Esta avaliação parte do pressuposto (inerente ao GUM) de aplicabilidade do Teorema do Limite Central,

estipulando que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída, y , possui uma configuração do tipo gaussiana. Sendo assim, a incerteza de medição expandida, $U_p(y)$, resulta do produto da *incerteza de medição padrão*, $u_c(y)$, por um *factor de expansão*, k_p , que é função do intervalo de confiança pretendido,

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

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

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

Contudo, grande parte das medições não dispõe de amostras com dimensão suficientemente grande para que se possa considerar apropriada a aplicação do Teorema do Limite Central. É, portanto, necessário recorrer a uma abordagem alternativa aplicável nestes casos (recomendada num dos anexos do GUM¹⁶) baseada na distribuição de probabilidade *t*-Student.

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

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

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

A obtenção deste factor resulta da aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite [9, 10],

¹⁶ O GUM [2] refere que “reconhecendo a dificuldade de confirmar experimentalmente a presunção de aplicabilidade da distribuição gaussiana aos casos reais, apontam-se circunstâncias em que esta adequação se pode assumir, designadamente, quando os casos de aplicação possuem, pelo menos, 3 componentes distintas de incerteza, com distribuições de probabilidade bem comportadas e provenientes de grandezas independentes, por exemplo, distribuições normais e distribuições uniformes, contribuindo para a estimativa da incerteza de medição padrão com quantidades comparáveis. Nessas circunstâncias (e considerando que as amostras que as suportam também o permitem), admite-se que se está no âmbito de validade do Teorema do Limite Central e, conseqüentemente, que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída (mensuranda) é, com elevado grau de aproximação, do tipo gaussiana. Do mesmo modo, considera-se que este critério é atingido se nenhuma das componentes de incerteza obtidas por um método do tipo A for baseada numa amostra inferior a 10 observações”.

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

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

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

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

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

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

- *no caso de componentes de incerteza do tipo A, essa avaliação é directa, uma vez que, sendo a dimensão da sua amostra constituída por n observações, o número de graus de liberdade, v_i , corresponde a $(n-1)$ valores independentes (considerando que $n > 1$);*
- *no caso de componentes de incerteza do tipo B é utilizada uma expressão exposta no GUM que visa relacionar o número de graus de liberdade com o grau de fiabilidade da informação utilizada¹⁷:*

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

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

¹⁷ Considerando que se exprime o *grau de fiabilidade* por, R , então, $R=1-[\Delta u(x_i)/u(x_i)]$, onde $\Delta u(x_i)$ representa a estimativa da percentagem de “incerteza” inerente ao valor limite atribuído à incerteza de medição, $u(x_i)$. Um exemplo: considerando que o rácio $\Delta u(x_i)/u(x_i)$ é igual a 0,1 (i.e., 10%), o *grau de fiabilidade* da informação corresponde a 0,9 (ou seja, admite-se que se dispõe de um intervalo de confiança de 90% das possibilidades) e, conseqüentemente, $v_i = \frac{1}{2} \cdot [0,1]^{-2} = 50$ graus de liberdade.

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

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

A.4 Tabela de Balanço de Incertezas de Medição

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

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

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

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

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

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

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

ANEXO B – MAJORAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE GRANDEZAS DO TIPO Σx_i ; CONSIDERANDO O EFEITO DE CORRELAÇÃO $0 \leq r(x_i, x_j) \leq 1$

A determinação da incerteza de medição de uma grandeza do tipo Σx_i , em que as grandezas de entrada, x_i , se encontram correlacionadas (por exemplo, em resultado da utilização do mesmo instrumento de medição na sua quantificação), pode originar, por aplicação da LPI expressa no GUM [2], uma expressão matemática composta por um número elevado de parcelas, dificultando o cálculo expedito da respectiva incerteza de medição.

Com o intuito de simplificar o cálculo da incerteza de medição deste tipo de grandezas, segundo uma abordagem de majoração da incerteza de medição, o presente Anexo apresenta a dedução matemática que traduz o conjunto de simplificações introduzidas nesse contexto.

Considere-se, deste modo, a aplicação da LPI à grandeza Σx_i tendo em conta o efeito de correlação entre as diversas grandezas de entrada, isto é,

$$u_c^2\left(\sum_{i=1}^n x_i\right) = \sum_{i=1}^n [c_i^2 \cdot u^2(x_i)] + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n [c_i \cdot c_j \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j)], \quad (\text{A.20})$$

em que $c_i=c_j=1$ dado que

$$\sum_{i=1}^n x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_n. \quad (\text{A.21})$$

Numa perspectiva de majoração, o primeiro termo da expressão A.20 pode ser simplificado admitindo que

$$\sum_{i=1}^n u^2(x_i) \leq n \cdot u_{\text{maj}}^2(x_i), \quad (\text{A.22})$$

tendo por amostra o conjunto de incertezas de medição das grandezas de entrada intervenientes no somatório.

O segundo termo da expressão A.20 também admite simplificações, nomeadamente, quando se consideram grandezas de entrada de natureza similar, como é o caso da medição de massa em alguns dos ensaios estudados no presente documento. Nesta situação, é razoável admitir que o coeficiente de correlação se encontra compreendido entre zero e um pelo que, numa perspectiva de majoração da incerteza de medição e atendendo ao sinal positivo dos coeficientes de sensibilidade envolvidos, se considera este coeficiente unitário.

Atendendo que existem $\frac{n \cdot (n-1)}{2}$ combinações possíveis entre as n grandezas correlacionadas, o termo da correlação na expressão A.20 pode ser escrito como

$$2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n [c_i \cdot c_j \cdot u(x_i) \cdot u(x_j) \cdot r(x_i, x_j)] = n \cdot (n-1) \cdot u_{\text{maj}}^2(x_i). \quad (\text{A.23})$$

As simplificações introduzidas em ambos os termos da expressão A.20 permitem efectuar a sua reformulação segundo uma perspectiva de majoração da incerteza de medição, originando

$$u_c \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \leq n \cdot u_{\text{maj}}(x_i). \quad (\text{A.24})$$

