AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS E EFEITOS DE MEDIÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA EM PESOS PADRÃO DA CLASSE E_2 SEGUNDO MÉTODO "D" DA RECOMENDAÇÃO OIML R111

Marcelo Castilho de Freitas

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

_____
Prof. Ari Sauer Guimarães, D.Sc.

_____
Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

_____
Prof. Luis Felipe Guimarães de Souza, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

SETEMBRO DE 2005

FREITAS, MARCELO CASTILHO DE

Avaliação dos Resultados e Efeitos de Medição da Massa Específica em Pesos Padrão da Classe E_2 segundo Método "D" da recomendação OIML R111 [Rio de Janeiro] 2005

VIII, 127 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005).

Dissertação – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Pesos Padrão
2. Ensaio de Massa Específica
3. Metrologia Legal

I. COPPE/UFRJ II. Título (série).

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha esposa Amanda e aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Aos meus orientadores Professor Ari Sauer e Professor Tsuneharu Ogasawara pelo estímulo e parceria para a realização deste trabalho.

Ao INMETRO, mas especificamente a Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL), na pessoa do Diretor Roberto Luiz de Lima Guimarães, pelo incentivo à pesquisa, cultura metrológica e melhoria dos recursos humanos, mesmo em períodos difíceis, engrandecendo assim a diretoria.

A todos os colegas da Divisão de Instrumentos de Medição de Massa (DIMAS) que de alguma maneira me ajudaram a alcançar este objetivo, mas gostaria de agradecer, principalmente, a pessoa do chefe da divisão, Mauro Corrêa Fagundes, pelo incentivo, paciência e auxílio na realização deste trabalho.

Aos meus pais, pela educação, atenção, apoio e carinho em todas as horas.

À Amanda, minha esposa, pela paciência, dedicação, carinho e auxílio, me ajudando assim a alcançar o objetivo maior, a finalização deste trabalho.

Resumo da Dissertação apresentada a COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS E EFEITOS DE MEDIÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA EM PESOS PADRÃO DA CLASSE E_2 SEGUNDO MÉTODO "D" DA RECOMENDAÇÃO OIML R111

Marcelo Castilho de Freitas

Setembro/2005

Orientador: Ari Sauer Guimarães

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

No mundo, mais de 60% do que é comercializado passa por uma balança, demonstrando que as medições de massa precisam ser confiáveis. Para que os instrumentos de pesagem estejam confiáveis é necessário que os pesos padrão que executam suas verificações e ajustes estejam com uma qualidade assegurada. O INMETRO, através de sua Diretoria de Metrologia Legal, elaborou um regulamento técnico metrológico, baseado na recomendação internacional da Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) da qual o Brasil é um país membro. Este regulamento apresenta procedimentos para a aprovação de modelo e verificações dos pesos padrão até 50 kg. A OIML está apresentando uma revisão da recomendação internacional, aprimorando os procedimentos para verificação dos pesos padrão, com isso o Brasil terá que se adaptar aos novos exames e ensaios propostos na revisão. Entre os novos ensaios está o ensaio de massa específica. Este trabalho tem como objetivo mostrar o estudo e avaliação da influência do ensaio de massa específica em pesos padrão até 50 kg, de acordo com a versão revisada da recomendação internacional OIML R 111, que será, em futuro próximo, a regulamentação nacional para fabricação e utilização de pesos padrão.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

DENSITY MEASUREMENT RESULTS AND EFFECTS EVALUATION OF CLASS E_2 WEIGTHS ACCORDING TO METHOD "D" OF R111 OIML RECOMMENDATION

Marcelo Castilho de Freitas

September/2005

Advisor: Ari Sauer Guimarães

Department: Materials and Metallurgical Engineering

A scale is used for weighting more than 60% of goods that they are commercialized on the world so the mass measurements shall be reliable. The weights are used to verification and adjustment of weighting instruments so they shall be reliable and with their quality assured in order to ensure that the weighting instruments are reliable. INMETRO (Brazilian National Metrology Institute), by your Legal Metrology Division, made a metrological technical regulation based on the international recommendation of Legal Metrology International Organization (OIML) which Brazil is member. This regulation shows procedures to type approval and verifications of weights up to 50 kg. OIML is showing a revision of the international recommendation that is improving the procedures to verification of weights like this Brazil will have to suit to new exams and tests proposed by revision. One of the new tests proposed is the density test. This work has like objective to show the study and evaluation of influence of density test on weights according with the revised version of international recommendation OIML R 111 that will be, in the near future, the national regulation to manufacture and handling of weights up to 50 kg.

SUMÁRIO

I – Introdução 1

II – Revisão bibliográfica 5

II.1 Metrologia 5

II.2 Metrologia legal 10

II.3 Controle metrológico 13

II.4 Controle metrológico no país 13

II.5 Aprovação de modelo de pesos padrão 16

II.5.1 Peso padrão 17

II.5.2 Aprovação de Modelo 19

II.5.3 Seqüência dos Ensaios para Aprovação de Modelo 20

II.5.4 Análise da Documentação e Inspeção Visual 21

II.5.4.1 Exame administrativo 21

II.5.4.2 Comparação da construção com a documentação 21

II.5.4.3 Exame inicial 21

II.5.5 Limpeza dos Pesos Padrão 21

II.5.5.1 Estabilização Térmica 22

II.5.6 Rugosidade Superficial 23

II.5.7 Propriedades Magnéticas 25

II.5.7.1 Magnetização permanente 26

II.5.7.2 Susceptibilidade Magnética 27

II.5.8 Massa Específica 29

II.5.8.1 Correções para o desvio da massa específica do ar 30

II.5.8.2 Pesos padrão utilizados para calibração / verificação de balanças 31

II.5.8.3 Métodos para a medição da massa específica 32

II.5.9 Calibração de um peso padrão ou coleção de pesos padrão 35

II.5.9.1 Medição da massa convencional 35

II.5.9.2 Condições ambientais 36

II.5.9.3 Instrumento de pesagem 37

II.5.9.4 Padrões de referência 37

II.5.9.5 Método da pesagem por comparação direta 37

II.5.9.6 Método da pesagem de subdivisões 38

II.5.9.7 Erros máximos admissíveis 38

II.6 Técnicas estatísticas 40

II.6.1 Estatística descritiva 40

II.6.1.1 Média aritmética 40

II.6.1.2 Variância amostral 41

II.6.1.3 Desvio padrão 41

II.6.2 Probabilidades 42

II.6.2.1 Distribuição normal de probabilidade 42

II.6.2.2 Distribuição t de Student 43

II.6.3 Estatística inferencial 43

II.6.3.1 Teste de hipóteses a respeito da diferença entre duas médias 44

II.7 Avaliação da massa específica em pesos padrão 47

II.7.1 Considerações Gerais 47

II.7.2 Base Teórica 49
II.7.2.1 Princípio de medição 49
II.7.2.2 Obtenção do modelo matemático para medição da massa específica 53
II.7.3 Cálculo da Incerteza de Medição 56
II.7.3.1 Introdução 56
II.7.3.2 Definições e conceitos básicos 56
II.7.3.3 Análise da incerteza de medição 59
II.7.3.4 Repetibilidade do método (Incerteza do Tipo A) 61
II.7.3.5 Estimativa de incerteza de medição 63
II.7.4 Sistema de Medição de Massa Específica 64
II.7.4.1 Visão Geral do Sistema de Medição 65
II.7.4.2 Comparador de Massa 67
II.7.4.3 Sensores ambientais 67
II.7.4.4 Água destilada 68
II.7.5 Ensaio 69
II.7.5.1 Considerações gerais 69
II.7.5.2 Preparação 72
II.7.5.3 Precauções 73
II.7.5.4 Procedimento de medição 73
II.7.5.5 Procedimento de cálculo 76

III – Métodos e Materiais ***79***

III.1 Métodos **79**
III.1.1 Volume do picnômetro 80
III.1.2 Incerteza total de medição para o método D 82
III.1.3 Avaliação do efeito dos ensaios de massa específica nos pesos padrão 83

III.2 Materiais **84**
III.2.1 Ensaios para obtenção do volume do picnômetro 84
III.2.2 Ensaios para obtenção da incerteza do Tipo A do método D 87
III.2.3 Ensaios para avaliação da massa específica de pesos padrão 89
III.2.4 Medições para avaliação do efeito do ensaio de massa específica 90

IV – Resultados ***92***

IV.1 Volume do picnômetro **92**

IV.2 Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A) do método D **97**

IV.3 Avaliação da massa específica de pesos padrão **108**

IV.4 Efeito do ensaio de massa específica nos pesos padrão **113**

V – Discussão ***117***

V.1 Volume do picnômetro **117**

V.2 Incerteza total de medição do método D **117**

V.3 Avaliação da massa específica dos pesos padrão **119**

V.4 Efeito do ensaio de avaliação de massa específica nos pesos padrão **121**

VI – Conclusões ***123***

VII – Bibliografia ***125***

VIII – Sugestões para trabalhos futuros ***127***

I – INTRODUÇÃO

No mundo, a maioria das transações comerciais passa por balanças. São estes instrumentos que pesam a soja, o minério, os produtos na feira ou no supermercado. São eles que garantem o peso das mercadorias pré-medidas, como o feijão e o arroz, que estão presentes no prato de milhões de brasileiros.

É necessário que a medida certa das coisas seja garantida, por isso os instrumentos de medir são submetidos a um controle metrológico efetuado pelo Governo Brasileiro através do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO), que verifica se os instrumentos de medição fabricados no país, ou importados de outros países e comercializados no país, atendem a requisitos mínimos, de acordo com normas e recomendações internacionais, de modo que o consumidor e a sociedade não sejam vítimas de fraudes, ou medições incorretas, que poderão ser muito perigosas, a ponto de causar a morte de um indivíduo.

No caso das balanças, para garantir que os valores de peso medidos estejam com uma confiabilidade mínima, estes instrumentos devem ser submetidos a verificações e ajustes. As balanças precisam ter qualidade e exatidão nos valores de massa medidos, então os pesos padrão (medidas materializadas de massa, ou padrões de massa); que são utilizados para ajustar e verificar os instrumentos de pesagem; devem ter sua qualidade assegurada.

Para assegurar a qualidade dos pesos padrão no país e, conseqüentemente, garantir a confiabilidade e qualidade dos instrumentos de pesagem, o INMETRO efetua

um controle metrológico que compreende a aprovação do modelo do peso padrão e verificações do padrão após a fabricação e durante sua utilização.

Os procedimentos para a execução destas verificações constam de um regulamento técnico elaborado pelo INMETRO, baseado na recomendação internacional OIML R111 [1], que foi idealizada e redigida pela Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML), da qual o Brasil é um país membro.

Para que os pesos padrão possam ser comercializados no país existem algumas exigências que devem ser cumpridas, a primeira delas é a aprovação de modelo de peso padrão, que é realizada pelo INMETRO, de acordo com o regulamento técnico aprovado pela Portaria INMETRO n.º 233/94 [2] e a recomendação internacional OIML R111 [1].

A R111 [1] está sendo revisada para melhorar a maneira de se garantir a confiabilidade dos pesos padrão e uniformizar os procedimentos de metrologia legal no mundo.

Nesta revisão serão adicionados alguns procedimentos novos para avaliação de determinadas características físicas e metrológicas dos padrões.

Entre os novos procedimentos para aprovação de modelo de peso padrão constarão alguns ensaios, que devem ser realizados com finalidade de constatar a qualidade dos padrões em termos construtivos e metrológicos. Estes ensaios são os seguintes:

- Ensaio para a verificação da rugosidade superficial do peso padrão.
- Ensaios para verificação das propriedades magnéticas atestam o grau de magnetização permanente e a susceptibilidade magnética do peso padrão.
- Ensaio de verificação de massa específica do peso padrão, que tem como finalidade encontrar a massa específica do padrão examinado, para

atestar a qualidade da construção, certificando que não ocorrerão alterações na estabilidade dimensional (massa) do peso padrão.

Portanto o INMETRO, assim que efetuar a revisão na regulamentação para atender a R111 [1], terá a necessidade de executar estes ensaios nos pesos padrão para garantir sua qualidade mínima para fabricação, comercialização e utilização.

Surge assim a necessidade de se estabelecer estudos para avaliar a influência destes ensaios nos pesos padrão, verificando se os pesos padrão, que serão comercializados no país estariam atendendo aos requisitos técnicos e metrológicos da R111 [1].

O ensaio de rugosidade superficial nos pesos padrão já foi alvo de estudo [10], entretanto os ensaios de propriedades magnéticas e de massa específica ainda necessitam de estudo e avaliação.

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência do ensaio de massa específica em pesos padrão que serão comercializados no país, de acordo com a versão revisada da recomendação internacional OIML R111 [1], que será, em futuro próximo, a regulamentação nacional para fabricação, comercialização e utilização de pesos padrão no país.

Com o resultado deste trabalho pretende-se implementar o controle metrológico dos pesos padrão pertencentes aos laboratórios da Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL) do INMETRO e, futuramente, o controle metrológico dos pesos padrão comercializados no país, levando-se em conta os limites estabelecidos pela recomendação internacional, bem como os efeitos provocados pelo ensaio de massa específica nos pesos padrão. Com o resultado do estudo um panorama de como está à qualidade dos pesos padrão comercializados no Brasil é obtido.

A importância da aplicação da R111 [1] é alcançar o reconhecimento internacional dos demais países integrantes da OIML, fazendo com que os pesos padrão fabricados no Brasil tenham a mesma qualidade dos padrões estrangeiros, tornando os fabricantes nacionais mais competitivos no mercado internacional e uniformizando a qualidade dos padrões comercializados e utilizados no país, fazendo com que as medições de massa tenham mais confiabilidade e exatidão.

Em resumo, com este estudo pretende-se:

a) Apresentar os termos e conceitos relativos à metrologia e metrologia legal;
b) Apresentar o material necessário para a avaliação da massa específica de pesos padrão;
c) Apresentar os métodos e procedimentos para avaliação desta massa específica;
d) Determinar, por meio de ensaios, a massa específica de pesos padrão utilizando os materiais e métodos mencionados acima;
e) Determinar o resultado final da massa específica de cada peso padrão com sua respectiva incerteza associada a sua medição e comparar com valores especificados pelos fabricantes e certificados de calibração;
f) Avaliar o resultado final para definir e aplicar uma metodologia de ensaio para avaliação de massa específica, que fará parte de um sistema para a apreciação técnica de modelo (aprovação de modelo) de pesos padrão no Brasil.

II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

II.1 METROLOGIA

De acordo com o vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia (VIM) [3], Metrologia é a ciência da medição, ou seja, a ciência que estuda o conjunto de operações que tem por objetivo determinar um valor de uma grandeza [3].

A metrologia é uma ciência importante, não somente no sentido de preservar as medições feitas em laboratório, mas tem uma importância vital para toda a sociedade.

Histórico

Desde os tempos mais remotos o homem utiliza-se da medição nas mais diversas áreas da ciência, seja para quantificar os resultados de um experimento qualquer, seja em transações comerciais ou sociais.

Os pesos e medidas têm sido padronizados pelos mais diversos povos desde a Antigüidade, representando um marco para os avanços sociais e econômicos destes povos.

Os mais antigos sistemas de pesos e medidas eram baseados na morfologia dos seres humanos, e até os dias de hoje, o nome de algumas unidades de medida fazem referência a partes do corpo humano, como por exemplo: a polegada, o pé, entre outras. Em conseqüência disso, as unidades de medida não eram fixas e variações aconteciam de um lugar para outro [4].

Este problema de falta de padronização era uma fonte de erros de medição e fraudes nas transações comerciais e sociais, colocando em risco o comércio entre as nações e o desenvolvimento da ciência [4].

No século XVIII, dá-se o início da tentativa de unificação do sistema de medição. Um decreto da Assembléia Nacional da França, em 7 de abril de 1795, institui a primeira definição do metro, que seria igual à décima de milionésima parte de um quarto do meridiano terrestre. O quilograma foi definido, originalmente, como uma massa de um certo volume de água [4].

Assim o sistema métrico decimal foi criado pela lei de pesos e medidas da França. Devido a sua simplicidade e universalidade, o sistema métrico decimal se difundiu rapidamente para outros países [4]. A Figura II.1 mostra as medidas materializadas de massa e comprimento.

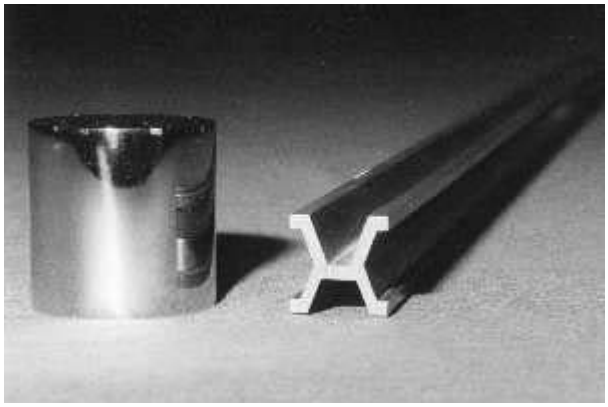

Figura II.1 - Medidas Materializadas de Massa (Quilograma) e Comprimento (Metro)

Com o desenvolvimento da indústria e das ferrovias, as transações comerciais e sociais exigiam exatidão e confiabilidade nas medições. Até 1860, o sistema métrico decimal já tinha sido adotado por diversos países do mundo, entre eles a Itália, Holanda, Espanha e o Brasil. Entre 1866 e 1871, os Estados Unidos, o Canadá e a Alemanha também adotaram o sistema métrico decimal, entretanto esses países dependiam de seus padrões e unidades de medida nacionais que eram transferidos a partir dos padrões do

sistema métrico decimal. Esta dependência limitou a tão desejada padronização internacional das unidades de medida [4].

Para superar estas e outras dificuldades, em 1875, foi fundado o BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*) por meio de um acordo diplomático conhecido como a Convenção do Metro [4]. O selo comemorativo dos 100 anos da Convenção do Metro é mostrado na Figura II.2.

Figura II.2 - Selo comemorativo dos 100 anos da Convenção do Metro

O BIPM tem como missão promover e difundir o sistema métrico pelo mundo [5]. O Brasil é um dos países signatários da Convenção do Metro, de 1875, e um membro do BIPM desde sua fundação. Na Figura II.3 é mostrado o logotipo do BIPM.

Figura II.3 - Logotipo do *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM)

O sistema métrico decimal a partir de 1960 passou a ser conhecido como Sistema Internacional de unidades (SI). A Figura II.4 mostra o logotipo do SI.

As definições de unidades do SI têm mudado ao longo dos anos para atender o crescimento das exigências em termos de exatidão das medições na indústria e no comércio, tanto que hoje em dia, a definição do metro é: *O comprimento de uma onda*

de luz no vácuo durante um intervalo de tempo de 1/299792458 de segundo, para uma velocidade da luz fixada em 299792458 m.s^{-1}.

Figura II.4 - Logotipo do Sistema Internacional de Unidades (SI)

Os campos de aplicação da metrologia são ilimitados, a partir do momento em que novas áreas de estudo se tornem acessíveis ao conhecimento humano serão necessários novos instrumentos de medição e, algumas vezes, a criação de novas unidades de medida.

A Metrologia é uma ciência que, continuamente, apresenta idéias desafiadoras sobre o que é possível ou o que pode ser possível [5].

Conceituação

A Metrologia engloba tanto as determinações experimentais quanto às teóricas em qualquer nível de incerteza e em qualquer campo da ciência e tecnologia [6].

Todas os tipos de medições físicas ou químicas afetam a qualidade de vida da população mundial. Medições erradas ou com pouca exatidão podem levar a decisões erradas, com conseqüências sérias, que custarão muito dinheiro ou até mesmo algumas vidas. Por isso é importante que se tenham medições confiáveis e com exatidão, as quais serão garantidas e aceitas pelas autoridades dos diversos países do mundo.

No mundo todo, os metrologistas estão empenhados em continuamente desenvolver novas técnicas de medição, instrumentos e procedimentos, para satisfazer a intensa demanda por exatidão, com a confiabilidade necessária [6].

A exatidão das medidas não afeta somente cientistas e engenheiros, é essencial que os instrumentos de medição usados em qualquer lugar estejam ajustados e confiáveis [6]. Para isso a metrologia se subdivide em dois campos distintos:

- A metrologia científica, que se preocupa em desenvolver novas técnicas de medição e novas unidades de medida, se necessário, e manter a rastreabilidade dos padrões utilizados em determinado país, através de uma cadeia de rastreabilidade, que é uma cadeia contínua de comparações entre padrões nacionais e internacionais [3].
- A metrologia legal, que tem como foco primário às medições que afetam diretamente os consumidores e a sociedade.[6].

Tanto a metrologia científica, quanto à metrologia legal tem sido essenciais para garantir a consistência e proteção da exatidão das medições. A conseqüência de uma medição sem exatidão no comércio ou na medicina afeta todos nós, demonstrando que a metrologia é, hoje em dia, uma ciência muito importante [6]. A Figura II.5 mostra o campus do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO) em Xerém, Duque de Caxias – RJ, onde estão localizadas a diretoria de metrologia legal (DIMEL) e a maior parte da diretoria de metrologia científica (DIMCI).

Figura II.5 - Campus do INMETRO – Xerém

II.2 METROLOGIA LEGAL

Metrologia Legal é, por definição, à parte da metrologia que se refere às exigências legais, técnicas e administrativas, relativas às unidades de medida, aos métodos de medição, aos instrumentos de medir e às medidas materializadas [7].

Histórico

A metrologia legal surgiu a mais de 5000 anos atrás com o desenvolvimento das civilizações, que exigiam a consistência das medições usadas no dia-a-dia das pessoas. Estas incluíam:

- O tempo e o calendário;
- As distâncias e áreas e;
- Os pesos e medidas.

Atualmente os Governos necessitam, cada vez mais, da metrologia legal para prover a informação necessária para organizar, planejar, defender e cobrar taxas com eficiência. E a metrologia legal necessita dos Governos para garantir o cumprimento das exigências metrológicas [8].

Ao longo do tempo, a metrologia legal exerceu um papel importante, seja economicamente, como por exemplo, na defesa do consumidor ou nas exportações, na área social, com a redução de mortes ou ferimentos por acidentes e com a educação tecnológica.

Em 1955, foi fundada a Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) que é uma organização intergovernamental em que os países membros participam ativamente dos comitês técnicos, é tem como objetivo promover a harmonização global dos procedimentos em metrologia legal [9], fazendo com que os países membros tenham procedimentos similares para garantir as exigências metrológicas. A Figura II.6 mostra o logotipo da OIML.

Figura II.6 - Logotipo da *Organisation Internationale de Métrologie Légale* (OIML)

No Brasil, o controle metrológico por meio da metrologia legal teve início nos anos 30 com a promulgação de uma "Lei de Metrologia", mas a implantação de um controle metrológico em nível nacional só começou a partir dos anos 60, com a criação do Instituto Nacional de Pesos e Medidas (INPM), gradativamente substituído pelo Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO), que é uma autarquia federal vinculada ao Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior (MDIC), que dispõe de uma Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL), sendo está responsável por organizar e executar as atividades de metrologia legal no Brasil [9]. A Figura II.7 mostra a logomarca do INMETRO.

Figura II.7 - Logomarca do INMETRO

O INMETRO trabalha para assegurar que a metrologia legal seja uniformemente aplicada no mundo, realizando um papel ativo em cooperação com o Mercosul e a OIML, da qual o Brasil é um país membro [10].

Metrologia legal no Brasil

A Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL) do INMETRO é responsável pela implementação de leis e regulamentos no campo da metrologia legal no Brasil e suas principais funções são [7]:

- Assegurar a conservação e a exatidão dos padrões de referência e trabalho, que são definidos como:
  - Padrão de referência – padrão, geralmente tendo mais alta qualidade metrológica disponível em um dado local ou em uma dada organização, a partir do qual as medições lá executadas são derivadas [3];
  - Padrão de trabalho – padrão utilizado rotineiramente para calibrar ou controlar medidas materializadas, instrumentos de medição ou materiais de referência [3];
- Efetuar trabalhos científicos e técnicos no âmbito da metrologia legal;
- Elaborar projetos de lei referente à metrologia legal;
- Regulamentar, aconselhar, supervisionar e controlar a fabricação e a manutenção de instrumentos de medir e medidas materializadas;
- Efetuar o controle de instrumentos de medir e medidas materializadas em serviço, bem como o seu modo de utilização;
- Coordenar as atividades das autoridades de supervisão metrológica que, embora não estejam sob o controle administrativo do serviço, cooperam com ele para assegurar o cumprimento da regulamentação da metrologia legal;
- Organizar o ensino da metrologia legal;

- Representar o país em atividades internacionais referentes à metrologia legal.

Para exercer suas funções a DIMEL conta com uma rede nacional de metrologia legal e qualidade industrial (RNMLQ-I), composta de órgãos metrológicos regionais em cada estado do país, que executam as verificações, as inspeções e a supervisão metrológica [10].

II.3 CONTROLE METROLÓGICO

O controle metrológico das medidas materializadas existentes no país, bem como dos instrumentos de medir é realizado pelo INMETRO, mais especificamente, por sua Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL).

II.4 CONTROLE METROLÓGICO NO PAÍS

As atividades de controle metrológico são as operações que visam assegurar a garantia pública nos principais campos da metrologia legal [7].

O controle metrológico compreende [7]:

- O controle dos instrumentos de medir ou medidas materializadas;
- A supervisão metrológica;
- A perícia metrológica.

O controle dos instrumentos de medir ou medidas materializadas é o conjunto de operações, constituído de ações descritas a seguir [7]:

a) Procedimentos de aprovação de modelo;

b) Verificação;

c) Inspeção.

A supervisão metrológica é caracterizada como: procedimentos de controle metrológicos realizados na fabricação, na utilização, na manutenção e no conserto de um instrumento de medir ou medida materializada para assegurar que estão sendo atendidas as exigências regulamentares: esses procedimentos se estendem, também, ao controle da exatidão das indicações colocadas nas mercadorias pré-medidas [7].

Perícia metrológica é o conjunto de operações que tem por fim examinar e certificar as condições em que se encontra um instrumento de medir ou medida materializada e determinar suas qualidades metrológicas de acordo com as exigências regulamentares específicas. Uma perícia metrológica é realizada, por exemplo, para a emissão de um laudo para fins judiciais [7]. A Figura II.8 mostra a verificação em campo de balanças utilizadas em restaurantes e mercados.

Figura II.8 - Verificação de balanças utilizadas em restaurantes e mercados

O controle metrológico compreende todas as atividades citadas, entretanto o presente trabalho irá se ater ao controle das medidas materializadas de massa ou pesos padrão que são comercializados no país. Este controle é realizado por meio de procedimentos de aprovação de modelo, verificações e inspeção.

O procedimento de aprovação de modelo se resume a um conjunto de operações técnicas e administrativas que tem por fim verificar se o modelo submetido à apreciação

técnica está de acordo com as exigências regulamentares [7]. O regulamento técnico metrológico (RTM), aprovado pela Portaria INMETRO n.º 233, de 22 de dezembro de 1994 [2], que se baseia na R 111 [1], é que contém as exigências regulamentares, no caso dos pesos padrão.

Este RTM tem por finalidade estabelecer as condições que deverão ser observadas na fabricação e utilização de pesos padrão [2]. No RTM são estabelecidas as regras para a aprovação de modelo e verificações.

São realizados, além da aprovação de modelo do peso padrão, para cumprir o controle metrológico, dois tipos de verificação:

- Verificação inicial – É a verificação do padrão ou pesos padrão aprovados logo após sua construção e antes de sua utilização [7], conforme as exigências do RTM.
- Verificação periódica – É a verificação do padrão, ou pesos padrão, aprovado após ter sido submetido à verificação inicial. É efetuada em intervalos de tempo predeterminados [7], segundo procedimentos fixados pelo RTM.

As verificações são realizadas por órgãos metrológicos regionais delegados pelo INMETRO para este fim, que integram a Rede Nacional de Metrologia Legal e Qualidade Industrial (RNMLQ).

Já as aprovações de modelo são realizadas nas dependências do INMETRO, ou, em casos especiais, nas dependências do fabricante do modelo de peso padrão a ser examinado.

Os órgãos metrológicos regionais delegados pelo INMETRO que integram a RNMLQ, também são conhecidos como os Institutos de Pesos e Medidas (IPEM). Os IPEM fazem verificação em diversos tipos de instrumentos – balança comercial, bomba

medidora de combustível, taxímetros, etc – e medidas materializadas – pesos padrão. Em um ano verificam, em todo o Brasil, cerca de um milhão de balanças [10]. Para tanto, são necessários pesos padrão de qualidade e confiabilidade assegurada. Na Figura II.9 é mostrada a verificação em campo de uma balança de grande porte, utilizando um caminhão com pesos padrão.

Figura II.9 - Verificação de balanças de grande porte

II.5 APROVAÇÃO DE MODELO DE PESOS PADRÃO

Aprovação de modelo de pesos padrão é uma decisão técnica e metrológica reconhecendo se um determinado modelo de peso padrão atende as exigências construtivas e metrológicas da Portaria INMETRO n.º 233, de 22 de dezembro de 1994 [2], que se baseia na R111 [1].

Com a revisão da recomendação internacional, a avaliação necessária para a aprovação de modelo de peso padrão será aprimorada. Novos exames e ensaios serão adicionados para assegurar uma qualidade mínima aos pesos padrão. Este capítulo faz uma breve explicação sobre pesos padrão e comenta sobre os exames e ensaios que fazem parte da versão revisada da recomendação internacional OIML R111 [1].

II.5.1 Peso padrão

Peso padrão (Figura II.10) é a medida materializada de massa, regulamentada em suas características físicas e metrológicas, como: forma, dimensões, material, qualidade superficial, valor nominal, massa específica, propriedades magnéticas e erros máximos admissíveis.

Figura II.10 – Pesos padrão

Os pesos padrão são classificados em classes de exatidão, que são classes que satisfazem certas exigências metrológicas destinadas a enquadrar os erros dentro de limites especificados.

As classes de exatidão dos pesos padrão são:

Classe E_1 – Padrões destinados a assegurar a rastreabilidade entre os pesos padrão nacionais (com os valores derivados do padrão internacional do quilograma, mostrado na Figura II.11) e os padrões de classe inferior E_2. Os pesos padrão da classe E_1, ou coleção de pesos padrão da classe E_1 devem estar acompanhados de um certificado de calibração (documento que registra o resultado de uma calibração [2]).

Figura II.11 - Padrão Internacional do Quilograma

Classe E_2 – Padrões destinados à verificação de padrões de classe F_1 e para utilização com instrumentos de pesagem da classe de exatidão I. Padrões, ou coleções de padrões (Figura II.12), de massa da classe E_2 devem estar acompanhados de um certificado de calibração. Podem ser utilizados como padrões de classe E_1, se satisfizerem as prescrições relativas à rugosidade e a susceptibilidade magnética para os padrões de classe E_1 e seu certificado de calibração deve mencionar estes dados, de acordo com a recomendação internacional OIML R 111 [1].

Figura II.12 - Coleção de Pesos Padrão - Classe E_2

Classe F_1 – Padrões destinados à verificação de padrões de classe F_2 e para utilização com instrumentos de pesagem da classe de exatidão I e II.

Classe F_2 – Padrões destinados à verificação de padrões de classe M_1 e, possivelmente, de classe M_2. São destinados, também, a serem utilizados nas transações comerciais importantes (exemplo: ouro e pedras preciosas) em instrumentos de pesagem da classe de exatidão II.

Classe M_1 (Figura II.13) – Padrões destinados à verificação de padrões de classe M_2 e para utilização com instrumentos de pesagem de classe de exatidão III.

Figura II.13 - Peso Padrão retangular da classe M_1

Classe M_2 – Padrões destinados à verificação de padrões de classe M_3, para utilização em transações comerciais normais e para utilização com instrumentos de pesagem da classe de exatidão III.

Classe M_3 – Padrões destinados a serem utilizados com instrumentos de pesagem de classe de exatidão III e IV.

Existem ainda as classes intermediárias M_{1-2} e M_{2-3}, que são utilizadas para pesos padrão iguais ou maiores que 50 kg e não serão alvos deste trabalho.

II.5.2 Aprovação de Modelo

No Brasil, onde o controle metrológico dos pesos padrão é exercido pelo Estado, existem três formas de controle, já citadas anteriormente: a aprovação de modelo, a verificação inicial e a verificação subseqüente dos pesos padrão.

A Tabela II.1 mostra um guia para determinação de quais ensaios devem ser realizados durante cada estágio de controle metrológico, segundo a versão revisada da recomendação internacional OIML R111 [1].

Tabela II.1 - Guia para a determinação de quais ensaios devem ser realizados para cada estágio de controle metrológico [1]

Padrão ou coleção a ser ensaiada	**Ensaio**	**Massa Específica, ρ**			**Rugosidade Superficial**			**Susceptibilidade Magnética, χ**			**Magnetização permanente, $\mu_0 M$**			**Massa convencional, m_0**		
	Classe	***E***	***F***	***M***	***E***	***F***	***M***	***E***	***F***	***M***	***E***	***F***	***M***	***E***	***F***	***M***
Todos os padrões da coleção	**AM**	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK		OK	OK	OK	OK	OK	OK
	VI	OK+			V	V	V	OK	OK		OK	OK	OK	OK	OK	OK
	VS				V	V	V				*	*	*	OK	OK	OK

Legenda:

AM Aprovação de Modelo.

VI Verificação inicial.

VS Verificação subseqüente ou periódica.

V Apenas inspeção visual.

OK Ensaio deve ser realizado.

* Em caso de dúvida, o ensaio de magnetização permanente pode ser executado durante a verificação subseqüente.

\+ Aplicado apenas para classe E_1

II.5.3 Seqüência dos Ensaios para Aprovação de Modelo

Os ensaios e exames que são apresentados nesta seção se aplicam a pesos padrão individuais, ou coleções de pesos padrão.

São efetuados os seguintes exames e ensaios, para avaliação dos padrões submetidos à aprovação de modelo [1]:

a) Análise da documentação e inspeção visual dos pesos padrão;

b) Limpeza dos padrões;

c) Ensaio para avaliação da rugosidade superficial dos padrões;

d) Ensaio para avaliação das propriedades magnéticas dos padrões;

e) Ensaio para avaliação da massa específica dos padrões;

f) Calibração[a] dos padrões ou coleção de padrões (para obter a massa convencional).

II.5.4 Análise da Documentação e Inspeção Visual

II.5.4.1 Exame administrativo

A documentação relativa aos pesos padrão deve ser examinada, incluindo fotografias, desenhos e qualquer informação técnica relevante a respeito dos pesos padrão que serão submetidos à aprovação de modelo.

II.5.4.2 Comparação da construção com a documentação

A aparência física dos pesos padrão e da caixa onde serão guardados deve ser examinada para atestar a sua conformidade com a documentação apresentada.

II.5.4.3 Exame inicial

São examinadas as características construtivas, metrológicas e as inscrições obrigatórias dos pesos padrão, com a finalidade de verificar se estão de acordo com as especificações da recomendação internacional.

São verificados as unidades de medida, valores nominais e seqüência, no caso de uma coleção, dos pesos padrão submetidos à aprovação de modelo.

II.5.5 Limpeza dos Pesos Padrão

A limpeza dos pesos padrão é importante antes da realização de qualquer medição (ensaio), pois o processo de limpeza pode alterar a massa do padrão. A limpeza não deve remover qualquer quantidade significativa de material do padrão.

[a] Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou valores apresentados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidas por padrões [2].

Padrões devem ser manuseados e armazenados de maneira que se mantenham limpos. Poeira e partículas estranhas deverão ser removidas antes da calibração ou ensaio, utilizando-se, por exemplo, fluxo de gás (gás de limpeza, não pode ser ar comprimido) ou uma escova macia. Cuidados devem ser tomados para que a superfície dos padrões não seja alterada (arranhões nos padrões).

Se um peso padrão contém uma quantidade significante de sujeira que não pode ser removida por nenhum método de limpeza, então o peso padrão, ou partes do peso padrão pode ser lavado com álcool, água destilada ou outros solventes. Pesos padrão com cavidades internas não devem ser imersos em solvente, para evitar a possibilidade do fluído penetrar na cavidade. Se existe a possibilidade de monitoramento da estabilidade do peso padrão em uso, a massa deste padrão deve, se possível, ser determinada antes da limpeza.

Após a limpeza dos pesos padrão com solventes, eles devem ser estabilizados por um período de tempo, conforme a Tabela II.2 [1].

Tabela II.2 - Tempo de estabilização após limpeza [1]

Classe de Exatidão	E_1	E_2	F_1	F_2 a M_3
Após limpeza com álcool	7 a 10 dias	3 a 6 dias	1 a 2 dias	1 hora
Após limpeza com água destilada	4 a 6 dias	2 a 3 dias	1 dia	1 hora

II.5.5.1 Estabilização Térmica

Antes da realização de qualquer ensaio, ou calibração, os pesos padrão necessitam ser aclimatados às condições ambientais do laboratório. Em particular, os pesos padrão das classes E_1, E_2 e F_1 devem estar com sua temperatura bem próxima ao da área de pesagem.

Os tempos mínimos necessários para estabilização da temperatura dos padrões (dependendo do tamanho do padrão, classe e da diferença entre a temperatura inicial dos pesos padrão e a temperatura ambiente do laboratório) são mostrados na Tabela II.3.

Como uma diretriz prática, o tempo de aclimatação de 24 horas é recomendado na maioria dos casos [1].

Tabela II.3 - Estabilização Térmica em Horas [1]

ΔT *	Valor Nominal	Classe E_1	Classe E_2	Classe F_1	Classe F_2
± 20ºC	1000, 2000, 5000 kg	-	-	79	5
	100, 200, 500 kg	-	70	33	4
	10, 20, 50 kg	45	27	12	3
	1, 2, 5 kg	18	12	6	2
	100, 200, 500 g	8	5	3	1
	10, 20, 50 g	2	2	1	1
	< 10 g	1			0,5
± 5ºC	1000, 2000, 5000 kg	-	-	1	1
	100, 200, 500 kg	-	40	2	1
	10, 20, 50 kg	36	18	4	1
	1, 2, 5 kg	15	8	3	1
	100, 200, 500 g	6	4	2	0,5
	10, 20, 50 g	2	1	1	0,5
	< 10 g	0,5			
± 2ºC	1000, 2000, 5000 kg	-	-	1	0,5
	100, 200, 500 kg	-	16	1	0,5
	10, 20, 50 kg	27	10	1	0,5
	1, 2, 5 kg	12	5	1	0,5
	100, 200, 500 g	5	3	1	0,5
	< 100 g	2	1		0,5
± 0,5ºC	1000, 2000, 5000 kg	-	-	-	-
	100, 200, 500 kg	-	1	0,5	0,5
	10, 20, 50 kg	11	1	0,5	0,5
	1, 2, 5 kg	7	1	0,5	0,5
	100, 200, 500 g	3	1	0,5	0,5
	< 100 g	1	0,5		

* ΔT = Diferença entre a temperatura inicial do peso padrão e a temperatura do laboratório

II.5.6 Rugosidade Superficial

A estabilidade da massa de um padrão é extremamente dependente da estrutura superficial do padrão. Um peso padrão com uma superfície polida (suave) é, normalmente, mais estável que um padrão com uma superfície rugosa.

É importante que a superfície do peso padrão esteja limpa quando sua rugosidade superficial for avaliada.

Para pesos padrão novos, sem arranhões visíveis, a rugosidade superficial pode ser quantificada. Entretanto, para padrões com superfícies com muitos arranhões é mais difícil à quantificação da rugosidade superficial. Em metrologia dimensional,

rugosidade superficial é claramente diferenciada de defeitos superficiais, como arranhões. Porém, arranhões podem acumular sujeira se os padrões forem expostos a ela, então a quantidade de arranhões deve ser avaliada em paralelo a rugosidade de regiões não arranhadas da superfície do padrão.

A avaliação da rugosidade de um peso padrão é feita, inicialmente, pela inspeção visual; entretanto para padrões das classes E e F maiores ou iguais a 1 g, a avaliação também deve ser realizada utilizando-se rugosímetros [1].

Figura II.14 - Rugosímetro com impressora

A rugosidade superficial pode ser caracterizada por diferentes parâmetros de rugosidade. Cada parâmetro descreve uma característica da superfície, que é importante para uma função específica da superfície.

A superfície dos pesos padrão (incluindo a base e os cantos) deve ser suave e as arestas devem ser arredondadas.

Na Tabela II.4 são apresentados os valores máximos de rugosidade superficial para os pesos padrão das classes E e F, maiores ou iguais a 1 g. O valor máximo de rugosidade superficial permitido para pesos padrão maiores que 50 kg deve ser o dobro dos valores especificados na Tabela II.4 [1].

Tabela II.4 - Valores Máximos de Rugosidade Superficial [1]

Classe	E_1	E_2	F_1	F_2
R_z (μm)	0,5	1	2	5
R_a (μm)	0,1	0,2	0,4	1

R_z – Rugosidade parcial média
R_a – Rugosidade média

II.5.7 Propriedades Magnéticas

Forças magnéticas podem afetar de maneira adversa o processo de pesagem. Sem uma investigação sistemática, estas forças não podem ser distinguidas das forças gravitacionais na determinação da massa.

Forças magnéticas podem surgir de interações mútuas entre dois pesos padrão diferentes, bem como entre um peso padrão e o comparador de massa, ou balança, utilizado para a pesagem, ou qualquer outro objeto magnético próximo.

As propriedades magnéticas (magnetização e susceptibilidade magnética) de um peso padrão devem ser determinadas antes da calibração do padrão, a fim de garantir que estas interações serão desprezíveis. Um peso padrão que não consegue aprovação nos ensaios de avaliação das propriedades magnéticas (magnetismo) não deve ser calibrado.

Não é necessária a medição das propriedades magnéticas de um peso padrão feito de alumínio, pois o alumínio é conhecido por ser não magnético e ter uma susceptibilidade magnética, χ, muito menor que 0,01. Adicionalmente, para pesos padrão pequenos (< 2g) e para classes com baixa exatidão (F_1 e classes inferiores, < 20g), as especificações de propriedades magnéticas fornecidas pelos fabricantes dos padrões devem ser consideradas, não sendo necessário que sejam realizados os ensaios de magnetismo nestes pesos padrão.

Muitos pesos padrão da classe M são construídos de ferro fundido ou ligas de aço simples. Portanto, pesos padrão da classe M, mais freqüentemente que os padrões das classes E e F, apresentam altos erros relativos devido à interação magnética entre o peso padrão e o instrumento de pesagem.

Todos os metais têm alguma susceptibilidade magnética. Entretanto, ligas que contém impurezas magnéticas terão sua susceptibilidade aumentada e podem se tornar magnetizáveis.

Uma completa caracterização da magnetização de pesos padrão é tecnicamente impraticável, devido à complexidade deste tipo de caracterização.

A Figura II.15 mostra um susceptômetro para medição da susceptibilidade magnética em pesos padrão.

Figura II.15 – Susceptômetro para pesos padrão

II.5.7.1 Magnetização permanente

A magnetização permanente de um peso padrão pode ser estimada a partir de uma medição de um campo magnético próximo ao peso padrão com o Gaussímetro. Este método pode ser utilizado com todas as classes de exatidão apresentadas na Tabela II.5.

Tabela II.5 - Magnetização Permanente, Gaussímetro [1]

Tamanho do Peso Padrão	Classe de Exatidão
≥ 100 g (sensor Hall) ≥ 1 g (Porta de Fluxo Magnético)	E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_2 e M_3

A magnetização permanente também pode ser estimada utilizando-se o método do susceptômetro (Figura II.15), que é utilizado para se estimar a susceptibilidade magnética. A Tabela II.6 mostra as condições de utilização do método do susceptômetro para se estimar a magnetização permanente de pesos padrão.

Tabela II.6 - Magnetização Permanente, Método do Susceptômetro [1]

Tamanho do Peso Padrão	Classe
> 50 g	E_1, E_2, F_1 e F_2, em padrões sem cavidade de ajuste
≤ 50 g	E_1 e E_2

II.5.7.2 Susceptibilidade Magnética

Quatro métodos podem ser utilizados para se estimar a susceptibilidade magnética de pesos padrão:

a) Método do susceptômetro;

b) Método da atração;

c) Especificação do material;

d) Método da porta de fluxo magnético.

O método do susceptômetro, que também é utilizado para se estimar a magnetização permanente, consiste na medição da força exercida sobre um peso padrão exposto ao gradiente de campo magnético de um forte imã permanente.

No método da atração, a grandeza que será medida é a permeabilidade magnética relativa, determinada pela comparação da força magnética exercida por um imã permanente num peso padrão com uma força correspondente sobre um objeto com a permeabilidade conhecida. Neste método o imã permanente pode ser atraído tanto pelo peso padrão quanto pelo objeto com a permeabilidade conhecida, dependerá do que tiver a maior permeabilidade magnética.

Para padrões pequenos, menores que 2 g e padrões das classes E_2, F_1 e F_2, menores que 20 g, a especificação de material do fabricante, para as propriedades magnéticas do material utilizado para a construção do peso padrão, é suficiente, não sendo necessário efetuar qualquer ensaio de magnetismo. Para outros tamanhos e classes de padrão pode se realizar o ensaio com susceptômetro em um corpo de prova retirado do material que será utilizado para construção do peso padrão.

O método da porta de fluxo magnético determina a permeabilidade magnética relativa de um objeto por meio do uso de um magnetômetro com porta de fluxo magnético com uma ponta de prova de permeabilidade magnética conhecida contendo um imã permanente colocado próximo ao objeto. Este procedimento é arriscado, pois pode causar uma magnetização permanente do peso padrão ensaiado e deve ser realizado com cuidado.

A Tabela II.7 mostra quais os métodos de se estimar a susceptibilidade magnética que devem ser utilizados para cada tamanho de peso padrão e cada classe de exatidão [1].

Tabela II.7 – Susceptibilidade [1]

<table>
<tr><th colspan="2">Tamanho do Padrão</th><th>Classe E_1</th><th>Classe E_2</th><th>Classe F_1</th><th>Classe F_2</th></tr>
<tr><td>5000</td><td>kg</td><td rowspan="6"></td><td rowspan="2"></td><td rowspan="6">F
A
S*</td><td rowspan="6">F
A
S*</td></tr>
<tr><td>2000</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>1000</td><td>kg</td><td rowspan="4">S*
F
A</td></tr>
<tr><td>500</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>200</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>100</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>50</td><td>kg</td><td rowspan="10">S
F</td><td rowspan="10">S
F
A</td><td rowspan="10">F
A
S</td><td rowspan="10">F
A
S</td></tr>
<tr><td>20</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>10</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>5</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>2</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>1</td><td>kg</td></tr>
<tr><td>500</td><td>g</td></tr>
<tr><td>200</td><td>g</td></tr>
<tr><td>100</td><td>g</td></tr>
<tr><td>50</td><td>g</td><td rowspan="6">S</td><td rowspan="6">S
A</td><td>A
S</td><td>A
S</td></tr>
<tr><td>20</td><td>g</td><td rowspan="5">Sp</td><td rowspan="5">Sp</td></tr>
<tr><td>10</td><td>g</td></tr>
<tr><td>5</td><td>g</td></tr>
<tr><td>2</td><td>g</td></tr>
<tr><td>1</td><td>g</td><td rowspan="11">Sp</td><td rowspan="11">Sp</td></tr>
<tr><td>500</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>200</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>100</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>50</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>20</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>10</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>5</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>2</td><td>mg</td></tr>
<tr><td>1</td><td>mg</td></tr>
</table>

Legenda: Sp – Especificação do material pelo fabricante, S – Susceptômetro para padrões sem cavidade de ajuste, A – Método da atração, F – Porta de fluxo magnético + imã permanente.

S* - Os métodos F e A são preferenciais para padrões da classe E_2 de 100 kg a 1000 kg. Isto se deve ao fato de que o trabalho necessário para a construção de um dispositivo apropriado para a

realização das medições com o susceptômetro excede ao beneficio quando comparado com os métodos F e A para padrões da classe E_2 de 100 kg a 1000 kg. O método do susceptômetro não é recomendado para pesos padrão construídos com múltiplas partes.

Os limites estipulados pela recomendação internacional para a magnetização permanente são fornecidos pela Tabela II.8 [1].

Tabela II.8 - Magnetização Permanente Máxima, $\mu_0 M$ (μT) [1]

Classe do Padrão	E_1	E_2	F_1	F_2	M_1	M_2	M_3
Magnetização máxima, $\mu_0 M$ (μT)	2,5	8	25	80	250	800	2500

Os limites para a susceptibilidade magnética são fornecidos pela Tabela II.9 [1].

Tabela II.9 - Susceptibilidade Máxima, χ [1]

Classe do Padrão	E1	E2	F1	F2
m ≤ 1 g	0,25	0,9	10	-
2 g ≤ m ≤ 10 g	0,06	0,18	0,7	4
20 g ≤ m	0,02	0,07	0,2	0,8

Se os valores de todas as medições de magnetização e susceptibilidade estiverem abaixo destes limites, então pode ser assumido que os componentes da incerteza de medição referentes ao magnetismo do peso padrão são insignificantes.

Os valores máximos de magnetização permanente e susceptibilidade magnética dados pelas Tabelas 8 e 9 são tais que, em campo magnético e em gradientes de campos magnéticos, possivelmente, presentes em balanças, eles produzirão uma alteração da massa convencional menor que 1/10 do erro máximo admissível para o peso padrão ensaiado.

II.5.8 Massa Específica

A massa específica do material utilizado em pesos padrão deve ser tal que um desvio de 10% da massa específica do ar (1,2 $kg.m^{-3}$) não deve produzir um erro que exceda ¼ do erro máximo admissível especificado para o peso padrão [1].

Tabela II.10 - Limites mínimo e máximo para massa específica (ρ_{min}, ρ_{max}) [1]

Valor Nominal	ρ_{min}, ρ_{max} (10^3 kg.m^{-3})					
	Classe do Peso Padrão (para Classe M3 nenhum valor é especificado)					
	E1	**E2**	**F1**	**F2**	**M1**	**M2**
≥ 100 g	7,934... 8,067	7,81... 8,21	7,39... 8,73	6,4... 10,7	≥ 4,4	≥ 2,3
50 g	7,92... 8,08	7,74... 8,28	7,27... 8,89	6,0... 12,0	≥ 4,0	
20 g	7,84... 8,17	7,50... 8,57	6,6... 10,1	4,8... 24,0	≥ 2,6	
10 g	7,74... 8,28	7,27… 8,89	6,0... 12,0	≥ 4,0	≥ 2,0	
5 g	7,62... 8,42	6,9… 9,6	5,3... 16,0	≥ 3,0		
2 g	7,27... 8,89	6,0…12,0	≥ 4,0	≥ 2,0		
1 g	6,9... 9,6	5,3... 16,0	≥ 3,0			
500 mg	6,3... 10,9	≥ 4,4	≥ 2,2			
200 mg	5,3... 16,0	≥ 3,4				
100 mg	≥ 4,4					
50 mg	≥ 3,4					
20 mg	≥ 2,3					

A massa específica ρ de um peso padrão deve satisfazer as condições apresentadas na Equação II.1.

Equação II.1 – Condições para massa específica [1]

$$8000\,kg/m^3 \times \frac{1}{1+10^5 \cdot \left(\frac{\delta m/m_0}{6}\right)} \le \rho \le 8000\,kg/m^3 \times \frac{1}{1-10^5 \cdot \left(\frac{\delta m/m_0}{6}\right)} \quad , se \quad \delta m/m_0 < 6\times10^{-5}$$

$$8000\,kg/m^3 \times \frac{1}{1+10^5 \cdot \left(\frac{\delta m/m_0}{6}\right)} \le \rho \quad , se \quad \delta m/m_0 \ge 6\times10^{-5}$$

Independentemente das exigências com relação à massa específica de pesos padrão, é desejável que se obtenha para padrões de referência ou àqueles com um valor nominal alto, uma massa específica de 8000 kg.m^{-3}.

II.5.8.1 Correções para o desvio da massa específica do ar

Se o desvio da massa específica do ar (ρ_a) for maior que ± 10%, em relação ao valor de ρ_0 = 1,2 kg.m^{-3}, e a massa específica do peso padrão ensaiado (ρ_t) tenha um

desvio em relação ao valor convencional de 8000 kg.m^{-3}, a massa convencional do peso padrão a ser ensaiado (m_{ct}) deve ser corrigida pelo termo C mostrado na Equação II.2.

Equação II.2 - Massa convencional do peso padrão ensaiado com fator de correção C [1]

$$m_{ct} = m_{cr} \cdot (1 + C) + \overline{\Delta m_c}$$

com :

$$C = (\rho_a - \rho_0) \cdot \left[\frac{1}{\rho_t} - \frac{1}{\rho_r} \right]$$

Legenda:

$\overline{\Delta m_c}$	Média da diferença das pesagens entre o peso padrão ensaiado e o peso padrão de referência.
m_{cr}	Massa convencional do peso padrão de referência.
ρ_r	Massa específica do peso padrão de referência.

II.5.8.2 Pesos padrão utilizados para calibração / verificação[b] de balanças

A altitude causa alterações na massa específica do ar afetando assim o erro de medição quando se utiliza a massa convencional de pesos padrão; portanto, a correção devido ao empuxo do ar de 10,2 deve ser utilizada, exigindo que a massa específica do peso padrão seja conhecida. Se pesos padrão das classes E_1 e E_2 serão utilizados em altitudes acima de 330 metros, a massa específica dos pesos padrão deve ser fornecida, bem como a sua incerteza associada. Para classe F_1, a mesma exigência é verdadeira, mas para altitudes acima de 800 metros. Caso contrário, o fabricante deve considerar o efeito do empuxo do ar reduzido em elevadas altitudes, na especificação da classe dos pesos padrão.

[b] Conjunto de operações, compreendendo o exame, a marcação ou selagem e (ou) a emissão de um certificado e que constate que o instrumento de medir ou medida materializada satisfaz às exigências regulamentares [6].

II.5.8.3 Métodos para a medição da massa específica

Existem seis métodos aceitos para a determinação da massa específica de pesos padrão. Métodos alternativos, como por exemplo, a pesagem com uma balança imersa em fluorcarbono líquido [11], ou usando um medidor acústico de volume [12-13], podem ser utilizados se sua validação estiver fundamentada em uma documentação apropriada, que esteja anexada ao relatório de ensaio. Os métodos A, B, C e D utilizam água ou outro líquido de ensaio adequado com uma massa específica de referência (conhecida). Os métodos E e F são apropriados para uma classe de pesos padrão mais baixa, ou se a imersão em um líquido não for aceitável (padrões com cavidades). A Tabela II.11 é um resumo dos métodos para a determinação da massa específica [1].

Tabela II.11 - Métodos para a determinação da massa específica [1]

Método	Descrição
A	Método mais exato. Uma técnica hidrostática que compara o peso padrão a ser ensaiado com um peso padrão de referência, tanto no ar, quanto imerso em um líquido de massa específica conhecida.
B	O método mais rápido e mais adequado. Pesagem do peso padrão imerso em água e verificação se a indicação da balança está dentro dos valores limite tabelados, ou cálculo da densidade a partir da indicação da balança e da massa real conhecida do peso padrão.
C	Determinação separada da massa e do volume do peso padrão. O volume é determinado a partir do aumento da leitura da indicação na balança quando o peso padrão estiver imerso em água dentro de um recipiente que está sobre o prato da balança.
D	**Esta técnica é adequada para pesos padrão > 1 kg. Pesagem de um recipiente de ensaio com volume definido cheio de um líquido, com o peso padrão de ensaio dentro e fora deste recipiente.**
E	Esta técnica é apropriada para pesos padrão com cavidades que não possam ser imersos em água. O cálculo do volume é feito a partir das dimensões do peso padrão.
F	Estimativa da densidade baseada na composição conhecida da liga a partir da qual o peso padrão é fabricado.

Além destes métodos listados na Tabela 11, existe a possibilidade da medição da massa específica de uma amostra do material que será utilizado para construção do peso padrão. A amostra a ser ensaiada é retirada de tal forma que tenha uma massa a mais próxima possível da massa do padrão e tenha um volume adequado de forma que seja possível a medição da massa específica. A rugosidade da amostra deve ser a mesma, ou menor, que a rugosidade do peso padrão. A massa específica do peso padrão é assumida como igual à massa específica da amostra. A incerteza padrão da medição feita na

amostra é obtida pela combinação do componente da incerteza relativa padrão, igual a 5 x 10^{-5}, com a incerteza padrão da massa específica da amostra a ser ensaiada. A Figura II.16 mostra um sistema utilizando um picnômetro para medir a massa específica de pesos padrão.

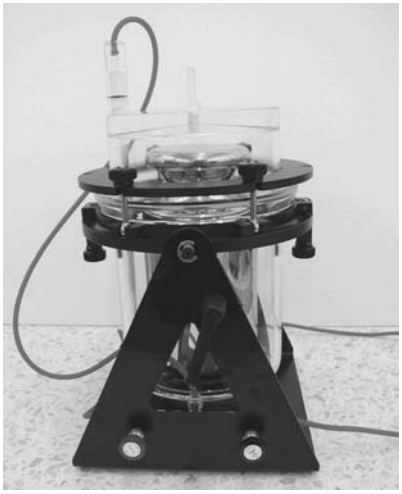

Figura II.16 - Picnômetro utilizado para medição da massa específica de pesos padrão

A verificação dos limites de massa específica tem que levar em conta a incerteza inerente ao ensaio utilizado. A Tabela II.12 fornece uma estimativa geral da incerteza associada a cada método. Para cada método, a incerteza expandida[c], U, para k[d] = 2, da massa específica deve estar dentro dos limites especificados na Equação II.3 [1].

Equação II.3 - Limites para a incerteza expandida U [1]

$$\rho_{mín} + U \leq \rho \leq \rho_{máx} - U$$

[c] Medição adicional de incerteza que satisfaz o requisito de fornecer um intervalo em torno do resultado da medição com o qual se espera abranger uma extensa fração da distribuição de valores que poderiam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando [14].
[d] Fator de abrangência em que se baseia o nível de confiança da incerteza expandida [14].

Tabela II.12 - Incertezas estimadas, U (para k = 2) por método e tamanho de peso padrão (em kg/m^3) [1]

Método	50 kg	1 kg	1 g
A1	-	1,5	60
A2/A3	-	3	60
B1	5	5	60
B2	20	20	60
C	10	10	100
D	5	10	-
E	30	40	600
F	130 a 600		

Entretanto, se a incerteza do ensaio de massa específica puder ser mantida baixa, uma faixa de medição aumentada pode ser considerada para a verificação, conforme ilustra a Figura II.17. Incertezas menores podem ser atingidas com um trabalho cuidadoso.

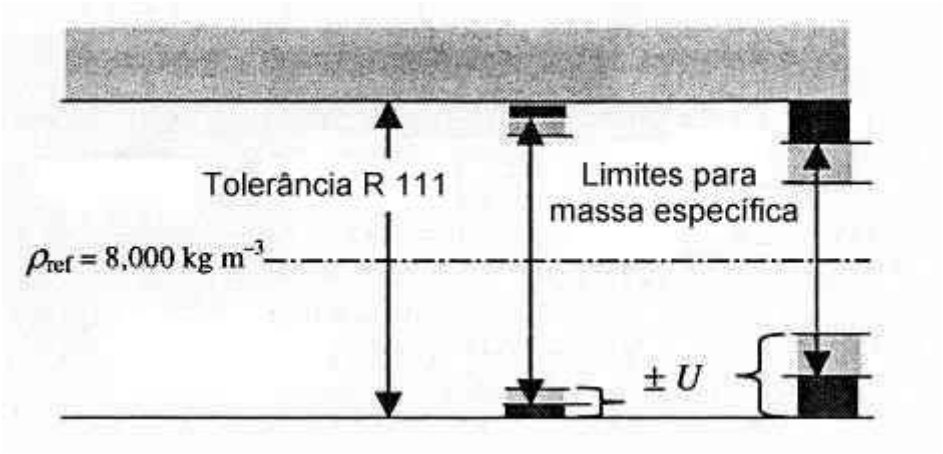

Figura II.17 - Tolerância para massa específica e limites de verificação com relação a incerteza de medição [1]

A Tabela II.13 mostra os métodos recomendados para a determinação da massa específica por classe de peso padrão.

Tabela II.13 - Métodos recomendados para a determinação da massa específica por classe de peso padrão [1]

<table>
<tr><th>Pesos Padrão</th><th>E_1</th><th>E_2</th><th>F_1</th><th>F_2, M_1 e M_2</th></tr>
<tr><td>5000 kg</td><td rowspan="6"></td><td></td><td rowspan="4">E, F</td><td rowspan="15">F</td></tr>
<tr><td>2000 kg</td><td rowspan="5">E, F</td></tr>
<tr><td>1000 kg</td></tr>
<tr><td>500 kg</td></tr>
<tr><td>200 kg</td></tr>
<tr><td>100 kg</td></tr>
<tr><td>50 kg</td><td rowspan="2">A, C, D</td><td rowspan="5">D, E, F</td><td rowspan="5">D, E, F</td></tr>
<tr><td>20 kg</td></tr>
<tr><td>10 kg</td><td rowspan="3">A, B1, C, D</td></tr>
<tr><td>5 kg</td></tr>
<tr><td>2 kg</td></tr>
<tr><td>1 kg</td><td rowspan="4">A, B, C</td><td rowspan="4">B, F</td><td rowspan="4">B, C, F</td></tr>
<tr><td>500 g</td></tr>
<tr><td>200 g</td></tr>
<tr><td>100 g</td></tr>
<tr><td>50 g</td><td rowspan="3">A, B1</td><td rowspan="2">B, C, F</td><td rowspan="4">F</td></tr>
<tr><td>20 g</td></tr>
<tr><td>10 g</td><td rowspan="4">F</td></tr>
<tr><td>5 g</td></tr>
<tr><td>2 g</td><td rowspan="2">B, F1</td></tr>
<tr><td>1 g</td></tr>
<tr><td>500 mg</td><td rowspan="5">F1</td><td rowspan="3"></td><td rowspan="3"></td><td rowspan="3"></td></tr>
<tr><td>200 mg</td></tr>
<tr><td>100 mg</td></tr>
<tr><td>50 mg</td><td></td><td></td><td></td></tr>
<tr><td>20 mg</td></tr>
</table>

Nota[1]: Massa específica geralmente não interessa para pesos padrão M_3.

Nota[2]: A limpeza dos padrões deve ser repetida após cada medição de massa específica se o fluído utilizado no sistema de medição da massa específica não for água (outros fluídos, como fluorcarbonos, deixam resíduos que devem ser removidos por meio da limpeza com um solvente, como o álcool).

II.5.9 Calibração de um peso padrão ou coleção de pesos padrão

II.5.9.1 Medição da massa convencional

A recomendação internacional R 111 [1] descreve dois métodos para a determinação da massa convencional de pesos padrão em um conjunto de padrões. Os dois métodos são:

1) O método da comparação direta;

2) O método da pesagem de subdivisões.

Por estes métodos, três diferentes ciclos de pesagem (procedimentos de ensaio) podem ser utilizados. Todos eles são formas de pesagem por substituição, destinados ao (mas não limitados a) uso de balanças com um único prato.

Antes da determinação da massa, a massa específica dos pesos padrão deve ser conhecida com suficiente exatidão. Além disso, as condições ambientais e as características metrológicas dos instrumentos de pesagem utilizados na determinação da massa devem ser conhecidas com suficiente exatidão.

II.5.9.2 Condições ambientais

A calibração de pesos padrão deve ser realizada em condições ambientais permanentes sob pressão atmosférica ambiente e em temperaturas próximas da temperatura do ambiente.

Também é importante que a diferença da temperatura entre os pesos padrão e o ar dentro do comparador de massa seja a menor possível. Esta diferença na temperatura pode ser reduzida mantendo-se o padrão de referência e o padrão a ser ensaiado dentro do comparador de massa antes e durante a calibração.

Os valores típicos recomendados para as condições ambientais, a fim de se obter resultados com sucesso, são apresentados na Tabela II.14 e II.15.

Tabela II.14 - Condições Ambientais durante a calibração (temperatura) [1]

Classe do Padrão	Variação de temperatura durante a calibração[e]
E_1	±0,3°C por hora, com um máximo de ±0,5°C por 12 horas
E_2	±0,7°C por hora, com um máximo de ±1,0°C por 12 horas
F_1	±1,5°C por hora, com um máximo de ±2,0°C por 12 horas
F_2	±2,0°C por hora, com um máximo de ±3,5°C por 12 horas
M_1	±3,0°C por hora, com um máximo de ±5,0°C por 12 horas

[e] Esta é a variação de temperatura do laboratório. Estabilização térmica das balanças e pesos padrão também requer uma temperatura de estabilização apropriada do laboratório por 24 horas antes da calibração.

Tabela II.15 - Condições Ambientais durante a calibração (umidade relativa) [1]

Classe do Padrão	A umidade relativa do ar (*hr*) deve estar na faixa
E_1	40% a 60%, com um máximo de ± 5% por 4 horas
E_2	40% a 60%, com um máximo de ± 10% por 4 horas
F	40% a 60%, com um máximo de ± 15% por 4 horas

Para pesos padrão das classes E_1 e E_2, a temperatura deve ser entre 18°C e 27°C. As condições ambientais devem estar dentro das especificações do instrumento de pesagem.

Se a massa específica do ar variar de 1,2 $kg.m^{-3}$ por mais de 10%, os valores das massas específicas devem ser utilizados nos cálculos e a massa convencional deve ser calculada a partir da massa específica.

II.5.9.3 Instrumento de pesagem

As características metrológicas do instrumento de pesagem utilizado devem ser conhecidas a partir de medições anteriores, especialmente, sua resolução, linearidade, repetibilidade e excentricidade devem ser tais que a incerteza exigida possa ser atingida.

II.5.9.4 Padrões de referência

Os padrões de referência devem ser de classe de exatidão mais elevada do que o peso padrão a ser calibrado. Na calibração de pesos padrão da classe E_1, o padrão de referência deve ter características metrológicas similares ou melhores (propriedades magnéticas, rugosidade da superfície, etc.) do que o peso padrão a ser calibrado.

II.5.9.5 Método da pesagem por comparação direta

Usualmente, o peso padrão a ser ensaiado deve ser calibrado por comparação contra um ou mais padrões de referência. Em cada comparação, as massas nominais do padrão a ser ensaiado e do padrão de referência devem ser iguais. Um padrão de verificação pode ser utilizado para monitorar o processo de medição [15].

II.5.9.6 Método da pesagem de subdivisões

Um conjunto inteiro de pesos padrão pode ser calibrado contra um, ou mais, padrões de referência. Este método exige muitas pesagens dentro de cada década do conjunto. Nestas pesagens, as combinações diferentes de pesos padrão de massa nominal total igual são comparadas. Este método é usado, principalmente, para calibrar coleções de pesos padrão da classe E_1, quando a mais elevada exatidão é exigida. Se com este método, apenas um padrão de referência for utilizado, o número de equações de pesagem deve ser maior que o número de pesos padrão desconhecidos e um cálculo de ajuste apropriado deve ser realizado, a fim de evitar a propagação de erros. Se mais de um padrão de referência for utilizado, o número de equações de pesagem pode ser igual ao número de pesos padrão desconhecidos. Neste caso, não é necessário nenhum cálculo de ajuste. A vantagem desse método está no fato de que ele inclui uma certa redundância que oferece grande confiabilidade aos resultados. Entretanto, esse método, particularmente o cálculo de ajuste, exige uma matemática mais avançada.

Problemas podem surgir na calibração de pesos padrão da classe E_1 menores que um grama. Isto é devido a uma incerteza relativamente grande dos padrões de referência nesta faixa. Além disso, a instabilidade dos instrumentos de pesagem e uma área superficial grande são fatores que influenciam a incerteza da medição de uma forma negativa. Portanto, o método da subdivisão é extremamente recomendado para tais pesos padrão.

II.5.9.7 Erros máximos admissíveis

Os erros máximos admissíveis na aprovação de modelo e verificação inicial são apresentados na Tabela II.16, a seguir, e se referem à massa convencional.

Tabela II.16 - Erros máximos admissíveis para pesos padrão ($\pm\delta m$ em mg) [1]

Valor nominal	Classe E_1	Classe E_2	Classe F_1	Classe F_2	Classe M_1	Classe M_2	Classe M_3
5000 kg			25000	80000	250000	800000	2500000
2000 kg			10000	30000	100000	300000	1000000
1000 kg		1600	5000	16000	50000	160000	500000
500 kg		800	2500	8000	25000	80000	250000
200 kg		300	1000	3000	10000	30000	100000
100 kg		160	500	1600	5000	16000	50000
50 kg	25	80	250	800	2500	8000	25000
20 kg	10	30	100	300	1000	3000	10000
10 kg	5,0	16	50	160	500	1600	5000
5 kg	2,5	8,0	25	80	250	800	2500
2 kg	1,0	3,0	10	30	100	300	1000
1 kg	0,5	1,6	5,0	16	50	160	500
500 g	0,25	0,8	2,5	8,0	25	80	250
200 g	0,10	0,3	1,0	3,0	10	30	100
100 g	0,05	0,16	0,5	1,6	5,0	16	50
50 g	0,03	0,10	0,3	1,0	3,0	10	30
20 g	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	8,0	25
10 g	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	6,0	20
5 g	0,016	0,05	0,16	0,5	1,6	5,0	16
2 g	0,012	0,04	0,12	0,4	1,2	4,0	12
1 g	0,010	0,03	0,10	0,3	1,0	3,0	10
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	
100 mg	0,005	0,016	0,05	0,16	0,5	1,6	
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4		
20 mg	0,003	0,010	0,03	0,10	0,3		
10 mg	0,003	0,008	0,025	0,08	0,25		
5 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		
2 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		
1 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		

Para cada peso padrão, o valor da incerteza expandida, U, para $k = 2$, da massa convencional, deve ser menor ou igual a 1/3 do erro máximo admissível dado pela Tabela II.16, conforme Equação II.4.

Equação II.4 - Incerteza expandida para cada peso padrão [1]

$$U \leq 1/3 \cdot \delta m$$

Para cada peso padrão, a massa convencional, m_c (determinada com a incerteza expandida, U) não deve diferir mais do que a diferença do erro máximo admissível δm menos a incerteza expandida, em relação ao valor nominal do peso padrão m_0, conforme Equação II.5.

Equação II.5 - Limites para a massa convencional [1]

$$m_0 - (\delta m - U) \leq m_c \leq m_0 + (\delta m - U)$$

Para os pesos padrão das classes E_1 e E_2, que estão sempre acompanhados de certificados de calibração fornecendo os dados adequados, o desvio em relação ao valor nominal, $m_0 - m_c$, deve ser levado em conta pelo usuário.

II.6 TÉCNICAS ESTATÍSTICAS

Serão descritas a seguir as técnicas estatísticas empregadas no presente trabalho.

II.6.1 Estatística descritiva

Conforme o próprio nome indica, a estatística descritiva tem por finalidade descrever as unidades de observação coletadas da amostra. Ela permite fazer comentários simples, da maneira mais informativa possível, usando métodos numéricos e métodos gráficos. A interpretação dos resultados não está incluída no foco da estatística descritiva, isto é função da inferência estatística [22].

II.6.1.1 Média aritmética

A média aritmética de uma amostra é um número que, levando em conta o total de elementos da amostra, pode representar a todos sem alterar a soma total desses elementos. Como a soma dos *n* elementos deve ser igual a *n* vezes a média aritmética, para determinar a média aritmética (simples) da amostra (ou, apenas, média), calculada a partir de um conjunto de valores, somam-se todos os valores e divide-se essa soma pela quantidade total de valores [22]. É mostrada pela Equação II.6.

Equação II.6 - Média aritmética

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n}$$

II.6.1.2 Variância amostral

É a medida de variabilidade resultante da divisão por *(n-1)* da soma das diferenças ao quadrado entre cada valor da amostra e a média da amostra [22]. O cálculo da variância amostral de *n* valores, simbolizada por s^2, é mostrado na Equação II.7.

Equação II.7 - Variância amostral

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{x})^2}{n-1}$$

II.6.1.3 Desvio padrão

No cálculo da variância amostral ao se elevar ao quadrado à diferença entre cada valor e a média aritmética da amostra, a unidade de medida dos valores originais é também elevada ao quadrado. Para que as unidades de medida retornem às suas dimensões originais, torna-se necessário extrair a raiz quadrada da variância amostral. Quando isto é realizado, define-se a mais importante medida de dispersão de uma amostra, denominada desvio padrão amostral (ou simplesmente, desvio padrão), raiz quadrada positiva da variância amostral [22]. O desvio padrão de *n* valores é simbolizado por *s*, sendo calculado pela Equação II.8.

Equação II.8 - Desvio padrão amostral

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{x})^2}{n-1}}$$

II.6.2 Probabilidades

II.6.2.1 Distribuição normal de probabilidade

A distribuição mais amplamente usada nos problemas estatísticos é a distribuição de DeMoivre-Laplace-Gauss, conhecida como distribuição normal. Ela é aplicada em situações nas quais os valores tendem a concentrar-se regularmente em torno de um valor central [22]. A função da densidade de probabilidade de uma variável aleatória DeMoivre-Laplace-Gauss é dada pela Equação II.9.

Equação II.9 - Função densidade de probabilidade de uma variável aleatória DeMoivre-Laplace-Gauss

$$f(t) = \frac{1}{\sigma \cdot \sqrt{2 \cdot \pi}} \cdot \exp\left[\frac{-(t-\mu)^2}{2 \cdot \sigma^2}\right] \text{para} -\infty < t < +\infty$$

Legenda:

μ	*Média aritmética da população*
σ	*Desvio padrão da população*

A Figura II.18 mostra a distribuição de DeMoivre-Laplace-Gauss (Normal).

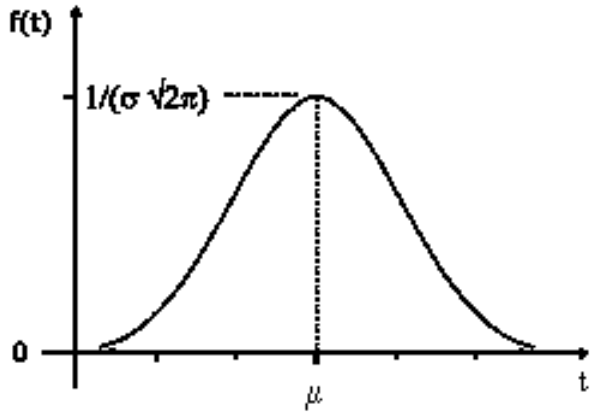

Figura II.18 - Distribuição normal de probabilidade (DeMoivre-Laplace-Gauss)

A distribuição de DeMoivre-Laplace-Gauss constitui uma família infinita de distribuições, uma para cada μ e para cada σ. É simétrica em torno da média, é a média corresponde ao máximo da função [22].

II.6.2.2 Distribuição t de Student

Esta distribuição foi introduzida por William Gosset em 1908, que publicava os seus trabalhos sob o pseudônimo de Student, para não divulgar a concorrência da fábrica em que trabalhava, a utilização dos métodos estatísticos nos processos de fabricação.

Esta distribuição tem um papel importante na inferência estatística, e fica identificada por um parâmetro, o grau de liberdade. A variável aleatória com a distribuição de Student representa-se por t(n). A Equação II.10 mostra a função da densidade da probabilidade da distribuição t.

Equação II.10 - Função densidade de probabilidade da distribuição t

$$f(x)=\frac{\Gamma\left(\frac{n+1}{2}\right)}{\sqrt{n\cdot\pi}\cdot\Gamma(n/2)}\cdot\left(1+\frac{x^2}{n}\right)^{-\left(\frac{n+1}{2}\right)}\text{, onde } -\infty<x<+\infty$$

Os valores de t, também, podem ser obtidos por tabelas.

II.6.3 Estatística inferencial

O objetivo da estatística é a tomada de decisão em situações de incerteza, e por esse motivo os métodos de inferência estatística podem ser unificados sob os conceitos gerais da teoria da decisão. As conclusões a respeito de uma população serão baseadas em informações limitadas a partir de uma amostra [22].

Os dois principais procedimentos da estatística inferencial são a estimação e os testes de hipóteses [22].

II.6.3.1 Teste de hipóteses a respeito da diferença entre duas médias

O objetivo do teste de hipóteses é verificar se são verdadeiras as afirmações sobre os parâmetros de uma população [22].

Em qualquer teste, existem duas hipóteses: a hipótese nula H_0 e a hipótese alternativa H_1. A hipótese nula representa o *status quo*, ou seja, a circunstância que está sendo testada, e o objetivo dos testes de hipóteses é sempre tentar rejeitar a hipótese nula. A hipótese alternativa representa o que se deseja provar ou estabelecer, sendo formulada para contradizer a hipótese nula [22]. Usualmente, as hipóteses são formuladas do seguinte modo:

H_0: parâmetro da população = valor numérico

H_1: parâmetro da população $\neq$ valor numérico

Esse é um exemplo de um teste bilateral, em que a hipótese alternativa é estipulada para detectar afastamentos, em ambos os sentidos, de um parâmetro, a partir de um valor especificado [22].

Deve-se lembrar que o objetivo do teste de hipóteses é sempre tentar rejeitar a hipótese nula com base em uma amostra. Se não se conseguiu rejeitar a hipótese nula em determinado teste, é porque aquela amostra não forneceu elementos suficientes para conseguir a rejeição. Nos testes de hipóteses, a hipótese nula é considerada verdadeira, a menos que se prove o contrário. Se existe uma evidência, contraditória estatisticamente significativa para a hipótese nula, ela será rejeitada; caso contrário, não será rejeitada. O nível de significância do teste (α) serve para se determinar a região de rejeição, que determina se a hipótese nula será verdadeira, ou seja, se aquela amostra forneceu elementos suficientes para conseguir uma rejeição, ou não [22].

Ocorre que se fixou o valor de α e se calculou o ponto de corte, regra inflexível. Modernamente, usa-se um valor normalizado do parâmetro como estatística do teste, dependendo de o desvio padrão da população ser ou não conhecido [22].

No caso da média amostral, se o desvio padrão da população é considerado conhecido, o valor normalizado da média amostral é dado por:

Equação II.11 - Valor de z

$$z = \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma / \sqrt{n}}$$

Se o desvio padrão da população é desconhecido, o valor padronizado da média amostral é dado por:

Equação II.12 - Valor de t

$$t = \frac{\bar{x} - \mu}{s / \sqrt{n}}$$

Assim sendo a região de rejeição não é especificamente delimitada. Supõe-se que a hipótese nula é verdadeira e calcula-se a probabilidade de se retirar àquela determinada amostra. Se a probabilidade for muito baixa e a amostra foi selecionada, então a hipótese nula deve ser falsa, ou seja, deve ser rejeitada [22].

Essa probabilidade é conhecida como *valor p*, associado a essa estatística de teste. Esse *valor p*, também conhecido como o nível de significância observado, é então comparado a α, o nível de significância escolhido. Se o *valor p* é menor que α, a hipótese nula é rejeitada [22].

Há dois tipos de erros nos testes de hipóteses: tipo I e tipo II [22].

O erro tipo I ocorre quando se rejeita uma hipótese nula sendo a hipótese nula verdadeira. A probabilidade de um erro tipo I é indicada por α, o nível de significância do teste [22].

O erro do tipo II ocorre quando a hipótese nula não é rejeitada apesar de ser falsa. A probabilidade de um erro do tipo II é simbolizada por β. Para calcular a probabilidade de um erro do tipo II necessita-se de informação adicional sobre o parâmetro da população (ou, pelo menos, de uma afirmativa sobre ele) [22].

Os valores de α e β são relacionados entre si de tal sorte que, se todos os demais parâmetros permanecerem constantes, o erro β diminuirá com o aumento do erro α, e vice-versa [22].

Comumente deseja-se estudar os efeitos de tratamentos experimentais ou diferenças de tratamentos entre dois grupos [22]. As duas grandes categorias nas quais esses testes podem ser agrupados são as seguintes:

- Independentes, quando os dados são coletados de tal maneira que as observações não são relacionadas umas às outras;
- Dependentes (comumente chamadas de pareadas), quando, ou uma característica é medida duas vezes em condições diferentes, ou pares de elementos são escolhidos de tal sorte que sejam semelhantes um ao outro.

Em qualquer desses casos, os dados são resumidos pelas médias amostrais, as quais podem ser comparadas por meio de um teste *t* ou pelo teste *z* [22].

Teste t para duas amostras em pares

Deve-se fazer uma suposição de que os dados sigam a distribuição normal de probabilidade e os experimentos são dependentes.

As hipóteses serão:

H_0: $(\overline{x} - \overline{y}) = 0$

H_1: $(\overline{x} - \overline{y}) \neq 0$

Rejeito a hipótese nula quando:

Equação II.13 - Rejeição da hipótese nula

$$\frac{\overline{W}}{s_W/\sqrt{n}} \geq t(\alpha/2; n-1), \text{ onde } W = x - y$$

Legenda:

$\overline{W}$	Média dos valores de *W*
s_W	Desvio padrão dos valores de *W*

O programa computacional Microsoft Excel® fornece um suplemento para análise de dados que executa a rotina para cálculo do teste t: para duas amostras em par para médias.

II.7 AVALIAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA EM PESOS PADRÃO

Neste capítulo será abordado, especificamente, o ensaio para avaliação de massa específica em pesos padrão no controle metrológico de aprovação de modelo, que é executado pelo INMETRO, mais especificamente pela Divisão de Instrumentos de Medição de Massas (DIMAS), da Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL).

O ensaio para avaliação da rugosidade superficial de pesos padrão já foi estudado e avaliado [10] e os ensaios de avaliação das propriedades magnéticas serão estudados oportunamente.

II.7.1 Considerações Gerais

A determinação da massa de um corpo está ligada diretamente com o seu volume e sua massa específica. Assim, fundamentalmente, para determinarmos a massa de um corpo seria necessário que se indicassem duas grandezas: Volume e massa específica [16].

O volume de um corpo pode ser determinado a partir de alguns métodos como, por exemplo:

a) Pelo dimensionamento da forma geométrica do corpo;
b) Por meio de uma balança hidrostática;
c) Por meio da imersão do corpo em um líquido num recipiente de volume conhecido.

A massa específica pode ser definida com a razão entre a massa e o volume de um dado material.

Cada material apresenta uma massa específica distinta, que é influenciada, principalmente por sua composição química.

Portanto para que a massa específica de um dado material seja avaliada é necessário que se saiba o volume e a massa com uma exatidão razoável.

São nestes conceitos básicos que se baseia os ensaios de avaliação da massa específica em pesos padrão. O volume e a massa são medidos para que se obtenha o valor da massa específica.

A recomendação internacional R 111 [1] apresenta uma série de métodos para a determinação da massa específica de pesos padrão, todos baseados neste conceito apresentado. Este trabalho irá se concentrar no método D, que calcula a massa específica por meio da pesagem de um recipiente de ensaio com volume definido cheio de um líquido de massa específica conhecida, com o peso padrão de ensaio dentro e fora deste recipiente [1]. Este método é um dos mais simples e tem uma incerteza baixa, apesar de só ser possível de realizar em tamanhos específicos de peso padrão, e foi escolhido devido ao fato de que o equipamento e do material utilizado para realização deste método ser de mais fácil obtenção no mercado, além disso, este método cobre boa parte dos pesos padrão que serão futuramente ensaiados no país, tanto em classes de

exatidão, quanto em tamanhos, ficando atrás somente dos métodos mais simples (métodos E e F). A Tabela II.17 mostra com quais classes de exatidão e tamanhos de pesos padrão o método D pode ser utilizado.

Tabela II.17 - Classes e tamanhos de pesos padrão para o método D [1]

Pesos Padrão	E_1	E_2	F_1
50 kg	D		
20 kg			
10 kg			
5 kg			
2 kg			

Como observado na Tabela II.17, o método D limita os tamanhos dos padrões a serem ensaiados.

O sistema de medição de massa específica que será utilizado para os ensaios permite apenas a avaliação da massa específica de pesos padrão até 20 kg, portanto os pesos padrão que serão objeto de estudo estarão compreendidos entre 2 kg e 20 kg.

II.7.2 Base Teórica

II.7.2.1 Princípio de medição

O princípio de medição utilizado no método D é uma idéia nova, que foi desenvolvida para determinar com exatidão a massa específica de pesos padrão maiores que 1 kg, quando o método tradicional de pesagem hidrostática (padrão suspenso em água por um fio fino abaixo da balança) é difícil de se realizar.

O picnômetro é, essencialmente, um equipamento utilizado para a medição de massa específica de líquidos. Ele é constituído por um vaso, que na maioria das vezes é de vidro, com um nível com exatidão ajustável para o líquido que está dentro dele, como mostra a Figura II.19. Usualmente um anel marcado no pequeno pescoço mostra o volume pré-definido do picnômetro [17].

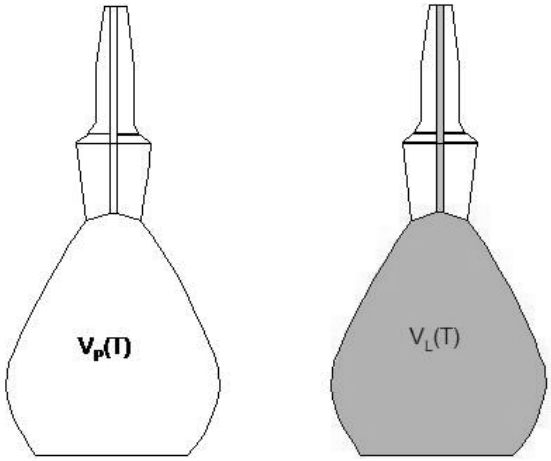

Figura II.19 – Picnômetro de Gay-Lussac vazio e cheio

O volume é definido pelo nível do líquido no topo do tubo capilar.

Após um enchimento cuidadoso, é assumido que a Equação II.14 é verdadeira, dizendo que o líquido contido no picnômetro tem o volume $V_L(T)$ igual ao volume do picnômetro $V_P(T)$, onde T é a temperatura.

Equação II.14 - Volumes iguais

$$V_L(T) = V_P(T)$$

Volume e massa específica são sempre uma função da temperatura (considerada aqui como 20°C).

Este modelo é uma descrição razoável somente se não existirem bolhas de gás no líquido dentro do picnômetro.

O volume do picnômetro é calibrado utilizando-se um método de conversão gravimétrica, isto é, uma pesagem com ele vazio e depois completamente cheio com um líquido com propriedades conhecidas, usualmente uma água destilada pura e livre de ar.

A massa específica do líquido $\rho_L(T)$ pode ser obtida a partir da Equação II.15, se a massa do líquido m_L é medida. A pesagem do picnômetro vazio e cheio faz com que se obtenha está massa. Novamente este simples modelo matemático somente é correto

se a massa do picnômetro m_P *(vazio)* for constante e não existirem bolhas de gás no líquido.

Equação II.15 – Massa do líquido

$$m_L = m_P(cheio) - m_P(vazio)$$

Se as duas condições de pesagens não forem idênticas, isto é, a massa específica do ar, ou a temperatura do picnômetro não forem às mesmas, correções são necessárias para se encontrar a massa correta do líquido m_L.

Para uma determinação cuidadosa da massa do líquido, correções devido ao empuxo do líquido devem ser aplicadas. Com a massa do líquido e o volume conhecido do picnômetro, a massa específica do líquido é calculada de acordo com a Equação II.16.

Equação II.16 - Massa específica do líquido

$$\rho_L(T) = \frac{m_L}{V_L(T)} = \frac{m_L}{V_P(T)}$$

Inversamente, se a massa específica do líquido é dada, o volume do picnômetro é calculado usando a Equação II.17. Esta é uma maneira de realizar a calibração do volume do picnômetro.

Equação II.17 - Volume do picnômetro

$$V_P(T) = \frac{m_L}{\rho_L(T)}$$

Variações no volume do picnômetro relacionadas à temperatura são tratadas de acordo com a Equação II.18.

Equação II.18 - Volume do picnômetro com variações de temperatura

$$V_P(T) = V_P(T_{20}) \cdot \left[1 + \alpha_P \left(T - T_{20}\right)\right]$$

Legenda:

$V_P(T)$	*Volume do picnômetro na temperatura atual (equivalente à temperatura do líquido).*
$V_P(T_{20})$	*Volume do picnômetro na temperatura de referência de 20°C.*
α_P	*Coeficiente de expansão térmica (10 ppm/°C para o vidro).*

Uma extensão do princípio do picnômetro pode ser utilizada para o cálculo de volumes e massas específicas de sólidos. A idéia básica é a de que um objeto sólido *O*, que é colocado dentro do líquido contido no picnômetro, irá deslocar seu próprio volume $V_O(T)$, efetuando uma correspondente redução do volume do líquido contido $V_L(T)$ para $V_{LO}(T)$, de acordo com a Figura II.20 e Equação II.19.

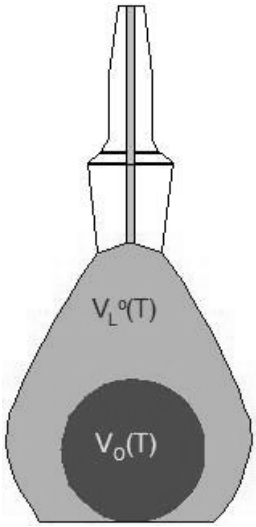

Figura II.20 - Picnômetro com água destilada e objeto

Equação II.19 – Cálculo do volume do objeto sólido

$$V_P(T) = V_L(T) = V_O(T) + V_{LO}(T) \quad ou \quad V_O(T) = V_P(T) - V_{LO}(T)$$

O volume reduzido do líquido V_{LO} está relacionado à massa reduzida do líquido m_{LO}, conforme Equação II.20.

Equação II.20 - Volume reduzido do líquido

$$V_{LO}(T) = \frac{m_{LO}}{\rho_L(T)}$$

O volume do picnômetro $V_P(T)$ é conhecido a partir de uma calibração e da medição da temperatura. O volume reduzido do líquido $V_{LO}(T)$, pode ser determinado por uma pesagem, se a massa específica do líquido for conhecida. Usando uma água destilada muito pura e medindo a temperatura, a massa específica $\rho_L(T)$, é obtida de tabelas, ou calculada utilizando-se uma equação analítica ajustada aos dados experimentais.

Para o passo final no cálculo da massa específica do sólido $\rho_O(T)$, de um objeto na temperatura T e com massa m_O, deve ser conhecida uma medição independente, conforme Equação II.21.

Equação II.21 - Massa específica do objeto sólido

$$\rho_O(T) = \frac{m_O}{V_O(T)}$$

Deste modo, se a massa do objeto sólido m_O, for dada e, duas pesagens do picnômetro forem realizadas; uma contendo o sólido e água e outra contendo somente água, em ambos os casos cheios até uma marca pré-definida; então isto é suficiente para a obtenção do volume do objeto sólido e desta forma a sua massa específica.

II.7.2.2 Obtenção do modelo matemático para medição da massa específica

A massa específica de um objeto é medida utilizando-se duas pesagens [17]. Na primeira o picnômetro é pesado contendo o objeto e o líquido (água com massa

específica conhecida). Na segunda pesagem o picnômetro é pesado somente com o líquido. A situação é modelada nas Equações II.22 e II.23.

Equação II.22 - Pesagem do picnômetro com o sólido e o líquido

$$m_P \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_P}\right) + m_O \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_O}\right) + m_{LO} \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_L}\right) = I_O \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)$$

Equação II.23 - Pesagem do picnômetro somente com o líquido

$$m_P \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_P}\right) + m_L \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_L}\right) = I \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)$$

Legenda:

m_P Massa do picnômetro (assumida constante).

ρ_a Massa específica do ar (conhecida por medição e assumida como sendo a mesma em ambas as pesagens).

ρ_p Massa específica do material do picnômetro (assumida constante sob condições de laboratório).

m_O Massa do objeto sólido (conhecida).

ρ_O Massa específica do objeto sólido.

m_{LO} Massa do líquido contido entre o objeto e o picnômetro, 1ª medição (indiretamente obtido).

ρ_L Massa específica do líquido (conhecida pela temperatura e assumida como sendo a mesma em ambas as pesagens).

I_O Indicação da balança quando é realizada a pesagem do picnômetro com a água e o objeto, 1a medição.

ρ_{Radj} Massa específica de referência na qual a balança foi ajustada durante a calibração (conhecida).

m_L Massa do líquido contido no picnômetro, 2ª medição (conhecida indiretamente).

I Indicação da balança quando é realizada a pesagem do picnômetro com a água, 2ª medição.

V_O Volume do objeto sólido na temperatura dada.

V_P Volume do picnômetro (conhecido em função da temperatura).

V_L Volume do líquido (igual ao volume do picnômetro).

A diferença entre a equação II.22 e II.23 é apresentada na Equação II.24.

Equação II.24 - Diferença entre as pesagens

$$(m_L - m_{LO}) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_L}\right) - m_O \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_O}\right) = (I - I_O) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)$$

Como as massas dos líquidos são conhecidas através do volume do picnômetro e a massa específica do líquido, a seguinte substituição é feita e mostrada na Equação II.25.

Equação II.25 - Substituição para simplificar Equação II.16

$$(m_L - m_{LO}) = (\rho_L \cdot V_P) - \rho_L \cdot (V_P - V_O) = \rho_L \cdot V_O = \rho_L \cdot \frac{m_O}{\rho_O}$$

Inserindo na Equação II.26, temos:

Equação II.26 - Inserindo Equação II.18 na Equação II.17

$$\left(\rho_L \cdot \frac{m_O}{\rho_O}\right) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_L}\right) - m_O \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_O}\right) = (I - I_O) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)$$

Então temos,

$$\rho_L \cdot \frac{m_O}{\rho_O} - \frac{m_O \cdot \rho_a}{\rho_O} + \frac{\rho_a}{\rho_O} \cdot m_O - m_O = (I - I_O) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)$$

Colocando a equação em função da massa específica do objeto obtemos a Equação II.27, que nos dá a massa específica do objeto.

Equação II.27 - Massa específica do objeto

$$\rho_O = \frac{m_O \cdot \rho_L}{m_O - (I - I_O) \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{RAdj}}\right)}$$

Por simplificação, muitas hipóteses assumidas influenciam a exatidão dos valores de massa específica calculados. Uma delas é que a balança é perfeitamente linear, um segundo é que a água e o ar sempre têm a mesma massa específica em duas situações diferentes de pesagem. Além disso, um valor constante de 1,2 kg/m^3 é adotado para a massa específica do ar.

II.7.3 Cálculo da Incerteza de Medição

II.7.3.1 Introdução

Quando se relata o resultado de medição de uma grandeza física, é obrigatório que seja dada alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de forma tal que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade [14].

É necessário então que exista um procedimento implementado, facilmente compreendido e de aceitação geral para caracterizar a qualidade do resultado de medição, isto é, para avaliar e expressar a sua incerteza, isto é, a dúvida acerca de quão corretamente o resultado da medição representa o valor da grandeza que está sendo medida.

II.7.3.2 Definições e conceitos básicos

Incerteza de medição é definida como parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos ao mesurando [3].

Existem dois métodos para avaliação da incerteza: o do Tipo A e do Tipo B. O método de avaliação do Tipo A consiste na análise estatística de séries de observações, e o método do Tipo B consiste em avaliar a incerteza por outros meios que não a análise estatística de séries de observações.

O objetivo de uma medição é determinar o valor do mensurando, isto é, o valor de uma grandeza específica a ser medida. Em geral, o resultado de uma medição é apenas uma aproximação ou estimativa do valor do mensurando e, assim, só é completo quando acompanhado pela declaração da incerteza dessa estimativa.

Em muitos casos, o resultado de uma medição é determinado com base em séries de observações obtidas sob condições de repetibilidade. Supõe-se que as variações em observações repetidas apareçam porque as grandezas de influência (temperatura ambiente, umidade relativa, etc.), que possam afetar o resultado da medição, não são mantidas completamente constantes.

Essa falta de conhecimento sobre as grandezas de influência (temperatura ambiente, umidade relativa, etc.) contribui para incerteza do resultado da medição, assim como contribui as variações das observações repetidas e qualquer incerteza associada com o próprio modelo matemático utilizado.

Uma medição tem imperfeições que dão origem a um erro no resultado da medição. Tradicionalmente, este erro é visto como tendo dois componentes: um componente aleatório e um componente sistemático.

O erro aleatório se origina de variações temporais ou espaciais, estocásticas ou imprevisíveis, de grandezas de influência. Não é possível compensar este erro, entretanto ele pode ser reduzido aumentando-se o número de observações.

O erro sistemático, como o erro aleatório, não pode ser eliminado, porém ele também, freqüentemente, pode ser reduzido. O efeito do erro sistemático pode ser

quantificado e, se for significativo com relação à exatidão requerida da medição, uma correção ou fator de correção pode ser aplicado para compensar este efeito.

Na prática, existem muitas fontes possíveis de incerteza em uma medição, incluindo:

a) Definição incompleta do mensurando;

b) Realização imperfeita da definição do mensurando;

c) Amostragem não-representativa – a amostra medida pode não representar o mensurando definido;

d) Conhecimento inadequado dos efeitos das condições ambientais sobre a medição ou medição imperfeita das condições ambientais;

e) Erro de tendência pessoal na leitura de instrumentos analógicos;

f) Resolução finita do instrumento ou limiar de mobilidade;

g) Valores inexatos dos padrões de medição e materiais de referência;

h) Valores inexatos de constantes e de outros parâmetros obtidos de fontes externas e usados no algoritmo de redução de dados;

i) Aproximações e suposições incorporadas ao método e procedimento de medição;

j) Variações nas observações repetidas do mensurando sob condições aparentemente idênticas.

Essas fontes não são necessariamente independentes e algumas fontes de (a) a (i) podem contribuir para a fonte (j).

No domínio da Metrologia Legal muitas vezes ocorre que um equipamento é ensaiado através de uma comparação com um padrão de medição e as incertezas associadas com o padrão e com o procedimento de comparação são desprezíveis relativamente à exatidão requerida do ensaio. Um exemplo é o uso de um conjunto de

pesos padrão bem calibrados para verificar a exatidão de uma balança comercial. Em tais casos, porque os componentes da incerteza são pequenos o bastante para serem ignorados, a medição pode ser vista como determinação do erro do equipamento sob ensaio.

II.7.3.3 Análise da incerteza de medição

A análise da incerteza é baseada em [14] e a incerteza total de medição é dada pela Equação II.28.

Equação II.28 - Incerteza total de medição [14]

$$U = k \cdot u_C(x_i) = 2 \cdot u_C(x_i) = 2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^{n} u^2(x_i)}$$

Legenda:

U	Incerteza expandida no intervalo em torno do resultado da medição com o qual se espera abranger uma extensa fração da distribuição de valores que poderiam ser atribuídos ao mensurando [14]. Este valor é, normalmente, relatado em um certificado de calibração.
k	Fator de abrangência para a incerteza. O valor de k = 2 é utilizado, pois representa uma abrangência com um nível de confiança de, aproximadamente, 95 %.
$u_C(x_i)$	Incerteza combinada, obtida pela combinação apropriada das incertezas padrão (comparado ao desvio padrão).
$u(x_i)$	Incerteza padrão para os diferentes efeitos de influência no resultado da medição.
x_i	Várias contribuições individuais de incerteza (i = 1 ... n).

A incerteza combinada é calculada incluindo todos os efeitos, que podem influenciar a medição significativamente. Estes efeitos devem ser fornecidos de tal forma que correspondam ao desvio padrão experimental.

O desenvolvimento do processo deve considerar dois tipos de contribuição. A dispersão em medições repetidas é estatisticamente calculada, utilizando-se o desvio padrão (avaliação de incerteza do Tipo A). Outras contribuições nas quais o cálculo estatístico não é possível são tratadas diferentemente (avaliação de incerteza do Tipo B). Para cada uma das contribuições x_i uma incerteza máxima Δx_i é estimada.

Cada incerteza estimada é multiplicada por um fator f_i e um coeficiente de sensibilidade c_i. O fator de distribuição f_i transforma o máximo estimado para um nível padrão de probabilidade dependendo da distribuição de probabilidade assumida.

O coeficiente de sensibilidade c_i define o peso da contribuição na incerteza combinada. O coeficiente de sensibilidade é a derivada parcial da massa específica do peso padrão ensaiado com relação ao parâmetro de influência. A definição destes dois fatores é mostrada nas Equações II.29 e II.30.

O modelo de medição da massa específica depende de n diferentes variáveis ou parâmetros.

Equação II.29 - Modelo de medição da massa específica

$$\rho_T = f(x_1,...,x_n)$$

Os componentes individuais da incerteza são estimados de acordo com a Equação II.30.

Equação II.30 - Componentes individuais da incerteza

$$u(x_i) = c_i \cdot f_i \cdot \Delta x_i = \frac{\partial \rho_O}{\partial x_i} \cdot f_i \cdot \Delta x_i$$

Legenda:

Δx_i	Contribuição estimada para incerteza do efeito i máximo.
f_i	Fator de distribuição (1/2 para distribuição normal, $1/\sqrt{3}$ para distribuição retangular e $1/\sqrt{6}$ para distribuição triangular).

$u(x_i)$	Incerteza padrão para os diferentes efeitos de influência no resultado da medição.
c_i	Coeficiente de sensibilidade.

A parte mais difícil da análise é encontrar as contribuições máximas estimadas para a incerteza.

II.7.3.4 Repetibilidade do método (Incerteza do Tipo A)

Embora o cálculo da incerteza, quando se determina o volume ou massa específica de pesos padrão grandes (> 1 kg) com a técnica do picnômetro, tenha muitos componentes, a contribuição dominante vem da dispersão do resultado quando a medição é repetida. Por essa razão uma consideração especial é feita para a reprodutibilidade antes de se discutir outras contribuições para a incerteza.

Esta dispersão é causada por manuseio, pela temperatura de medição, mas na maioria das vezes pelo processo de enchimento do picnômetro. A habilidade do operador tem uma grande influência sobre a dispersão dos resultados.

Para uma estimativa confiável da incerteza seriam necessárias muitas medições repetidas, que consumiriam muito tempo e seriam caras. A fim de dar uma base para a avaliação da incerteza em uma medição apenas uma avaliação do Tipo A do método do picnômetro deve ser estabelecida para todo laboratório. Esta informação deve ser obtida com várias medições, com o mesmo equipamento, mesmas condições de trabalho e com diferentes operadores.

Para uma boa estimativa da dispersão esperada pelo menos dez medições repetidas do mesmo peso padrão devem ser realizadas para garantir um desvio padrão confiável. Entretanto, uma forma prática é utilizar muitos desvios padrão diferentes vindo de muitas séries pequenas, incorporando tamanhos diferentes de pesos padrão, operadores diferentes e ocasiões diferentes. Estes desvios padrão combinados em um

desvio padrão agrupado podem dar uma boa representação deste método. Uma vantagem da técnica agrupada é que sua confiabilidade continuamente pode ser melhorada pela adição de novas informações sobre os desvios padrão.

Normalmente, uma série, que é uma parte do processo de cálculo do desvio padrão experimental agrupado, deve conter pelo menos três medições. O desvio padrão experimental agrupado deve ser utilizado quando se deseja estimar a contribuição do Tipo A em uma medição.

A Equação II.31 mostra o desvio padrão experimental agrupado que é composto por j séries de medições de massa específica, n_j número de medições por série, s_j desvios padrão por série, que correspondem aos graus de liberdade ν_j.

Equação II.31 - Desvio padrão experimental agrupado

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{N} \nu_j \cdot s_j^2}{\sum_{j=1}^{N} \nu_j}}$$

Os graus de liberdade são dados pela Equação II.32.

Equação II.32 - Graus de liberdade

$$\nu_j = n_j - 1$$

O desvio padrão experimental agrupado é a melhor forma para a determinação da contribuição da incerteza do Tipo A.

Para se estabelecer uma boa reprodutibilidade, uma variação das condições de medição, que já ocorre na prática, deve ser feita em diferentes séries de medição (faixa de temperatura da água, preparação da água, etc.). O método de medição deve ser praticado muitas vezes antes de ser iniciado o processo de obtenção do desvio padrão experimental agrupado.

Para compor o desvio padrão agrupado é necessário pelo menos três séries: uma série com um peso padrão de 2 kg (5 medições), outra com um peso padrão de 10 kg (3 medições) e uma com um peso padrão de 20 kg (3 medições). Isto é o mínimo, mais séries utilizando mais tamanhos de peso padrão e com mais medições poderão ser realizadas.

II.7.3.5 Estimativa de incerteza de medição

A incerteza de medição para o método D pode ser calculada pela Equação II.33.

Equação II.33 - Incerteza para o método D

$$\left(\frac{u_{\rho_t}}{\rho_t}\right)^2 = \left(c_{\rho_a} \cdot \frac{u_{\rho_a}}{\rho_a}\right)^2 + \left(c_{m_t} \cdot \frac{u_{m_t}}{m_t}\right)^2 + \left(\frac{u_{\rho_l}}{\rho_l}\right)^2 + 2 \cdot (c_I \cdot u_I)^2 + (c_I \cdot u_w)^2$$

com:

$$c_{\rho_a} = \frac{\rho_a \cdot \rho_t (I_{t+l} - I_l)}{\rho_{ref} \cdot \rho_l \cdot m_t} \qquad c_{m_t} = \frac{\rho_t - \rho_l}{\rho_l} \qquad c_I = \frac{\rho_t}{m_t \cdot \rho_l}$$

Legenda:

u_{ρ_t}	Incerteza estimada para a massa específica do peso padrão a ser ensaiado.
ρ_t	Massa específica do peso padrão a ser ensaiado.
u_{ρ_a}	Incerteza estimada para a massa específica do ar.
ρ_a	Massa específica do ar.
u_{m_t}	Incerteza estimada para a massa do peso padrão a ser ensaiado.
m_t	Massa do peso padrão a ser ensaiado.
u_{ρ_l}	Incerteza estimada para a massa específica do líquido.
ρ_l	Massa específica do líquido**.**
u_I	Incerteza estimada para a indicação do instrumento de pesagem.
u_w	É a contribuição de incerteza relacionada aos dois níveis de água, com e sem peso padrão.

A incerteza deste método é da ordem de ± 15 kg.m^{-3}, ou melhor, para pesos padrão de 1 kg, mas reduz para padrões maiores desde que se tenha: um pescoço fino para o recipiente, água mantida em uma temperatura uniforme e estável dentro de ± 0,1°C, volume do peso padrão não deve ser muito pequeno em relação à capacidade do recipiente, selagem do recipiente não deve ser fraca além de não deve existir ar aprisionado [1].

A incerteza expandida da medição (U) é dada pela Equação II.34, sendo a soma quadrática da incerteza do Tipo A (u_{rep}), devido a repetibilidade, com a incerteza do método D para a massa específica do padrão a ser ensaiado (u_{ρ_t}), para um fator de abrangência, $k = 2$.

Equação II.34 - Incerteza expandida de medição

$$U = k \cdot \sqrt{u_{\rho_t}{}^2 + u_{rep}{}^2}$$

A incerteza do Tipo A, devido a repetibilidade é obtida por meio de observações e análise estatística e, é calculada conforme Equação II.35 [17].

Equação II.35 - Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A)

$$u_{rep} = \frac{s_p}{\sqrt{n}}$$

Legenda:

n número de observações.

s_p desvio padrão experimental agrupado

II.7.4 Sistema de Medição de Massa Específica

Para os ensaios de avaliação da massa específica de pesos padrão será utilizado o sistema de medição de massa específica P20Density®, fabricado pela Mettler Toledo®.

II.7.4.1 Visão Geral do Sistema de Medição

É um sistema de medição de massa específica que conta com um aparato para medição e um programa computacional para auxiliar nos cálculos da massa específica. Este programa computacional deve estar instalado em um computador, tipo PC, preferencialmente próximo ao local onde serão feitas às medições.

O aparato para medição da massa específica será instalado conforme a Figura II.21, que mostra a posição dos tanques de água destilada. A força gravitacional será utilizada para drenar a água contida no sistema de medição.

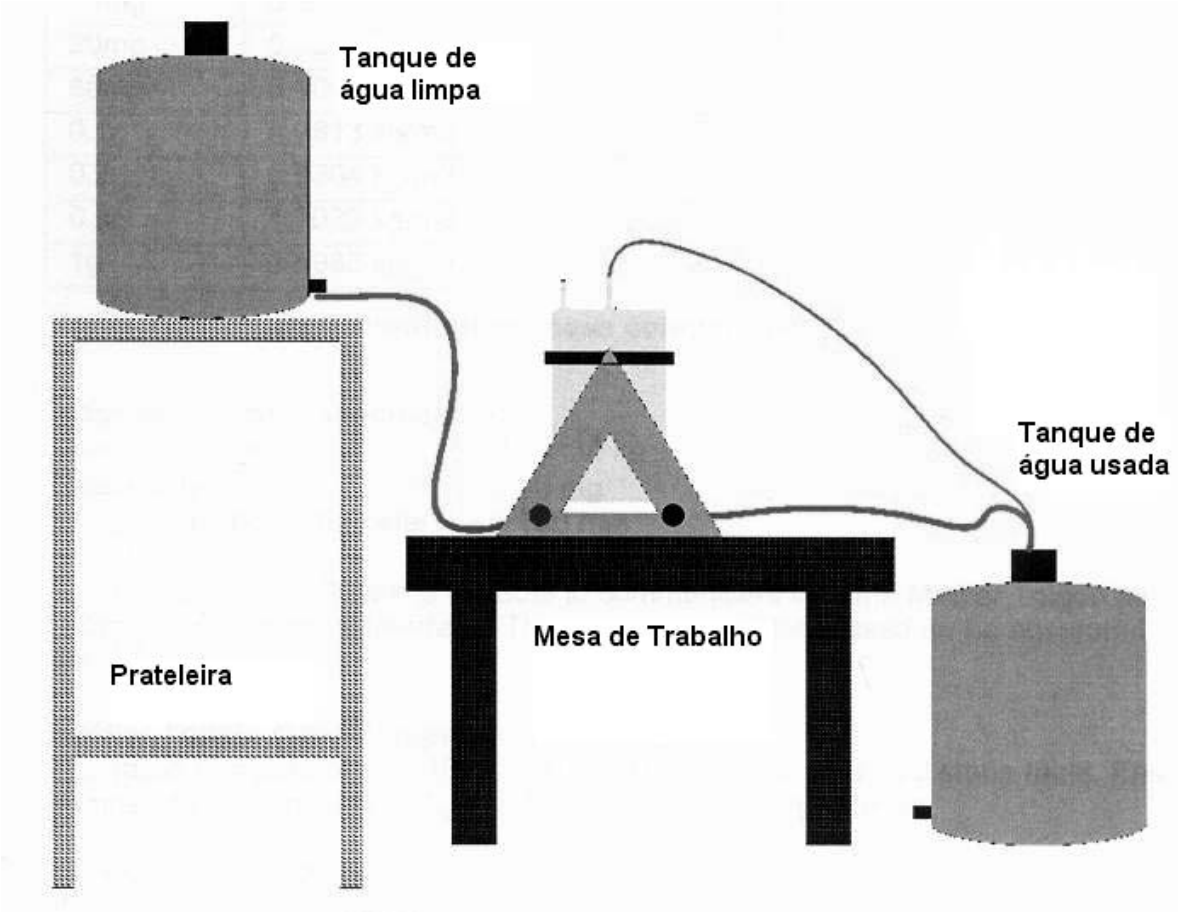

Figura II.21- Montagem do sistema de medição de massa específica

A composição básica deste sistema é:

- Dois tanques de aproximadamente 25 litros para água destilada;
- Equipamento para medir a massa específica;

- Mesa de trabalho;
- Prateleira (estante).

O equipamento para medir a massa específica é mostrado na Figura II.22 e, é constituído de:

1. Estação de enchimento;
2. Válvula para água limpa;
3. Válvula para água que será descartada;
4. Tubo de enchimento;
5. Indicador de nível;
6. Entrada de água;
7. Suporte giratório para peso padrão;
8. Picnômetro.

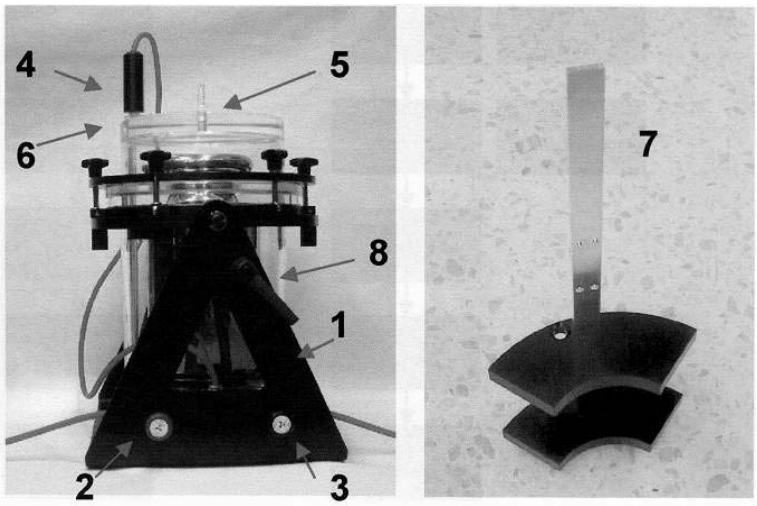

Figura II.22 - Partes do sistema de medição de massa específica

Serão relacionados a seguir, outros componentes necessários ao sistema para que as medições tenham resultados satisfatórios.

II.7.4.2 Comparador de Massa

O comparador de massa exerce uma influência muito importante na incerteza da massa específica. Com o aumento da resolução, a incerteza aumenta. A Tabela II.18 mostra uma estimativa da contribuição do comparador de massa na incerteza da massa específica [17].

Tabela II.18 - Contribuição do Comparador de Massa na Incerteza [17]

Resolução	Contribuição na incerteza da massa específica
2 mg	0,1086 kg/m^3
5 mg	0,1092 kg/m^3
10 mg	0,1115 kg/m^3
20 mg	0,1202 kg/m^3
50 mg	0,1691 kg/m^3
0,1 g	0,2813 kg/m^3
0,2 g	0,5304 kg/m^3
0,5 g	1,3026 kg/m^3
1 g	2,5985 kg/m^3

As especificações do comparador de massa são as seguintes:

- Faixa de pesagem: 0 à > 30 kg
- Resolução: ≤ 50 mg
- Diâmetro da plataforma de pesagem: > 160 mm

O comparador de massa é utilizado para fornecer com exatidão a massa do picnômetro e dos padrões de referência.

O comparador de massa KA30-3®, em conjunto com o indicador de pesagem ID7-MC®; ambos fabricados pela Mettler Toledo®; será utilizado nos ensaios.

II.7.4.3 Sensores ambientais

Para uma determinação mais exata da massa específica do ar e da água sensores adequados devem ser utilizados. As recomendações quanto à exatidão dos sensores são dadas pela Tabela II.19 [17].

Tabela II.19 - Recomendações quanto à exatidão dos sensores ambientais [17]

Sensor	Resolução	Incerteza de calibração	Unidade
Temperatura do ar	0,01 a 0,001	0,05 a 0,005	°C
Pressão	1	2	hPa
Umidade	0,1	0,3	%
Temperatura da água	0,01 a 0,001	0,05 a 0,005	°C

O sensor de temperatura (termômetro) da água deve caber no tubo de enchimento do picnômetro. E as suas dimensões mínimas são:

- Comprimento mínimo: 300 mm
- Diâmetro máximo: 5 mm

II.7.4.4 Água destilada

A água destilada deve ser livre de quaisquer partículas, isenta de ar, isenta de minerais e estabilizada na temperatura ambiente [17].

Para evitar qualquer influência da água utilizada as suas especificações são dadas pela Tabela II.20.

Tabela II.20 - Especificações da água destilada [17]

Especificações da água			
Resíduos de gás	≤	0,6	ppm
Resistividade	≥	10	MOhm
Condutividade	≤	0,1	μs/cm
Elementos em suspensão	Nenhum		

O nível de pureza e cristalinidade pode ser alcançado com os seguintes sistemas de purificação de água:

- Osmose reversa;
- Micro-filtragem;
- Desgaseificação;
- Destilação.

II.7.5 Ensaio

II.7.5.1 Considerações gerais

Temperatura de referência

A temperatura de referência (t_{ref}) é de 20°C. Se a medição é realizada em uma temperatura diferente (t_{meas}) (outras temperaturas padrão de laboratório são 23°C ou 27°C), a massa específica ($\rho(t_{meas})$) deve ser recalculada para 20°C ($\rho(t_{ref})$) utilizando o coeficiente de expansão volumétrica, γ do material. Se γ não é explicitamente conhecido, é sugerido que se use o coeficiente para padrões de aço inoxidável γ = 50 x 10^{-6} °C^{-1}. A Equação II.36 mostra a massa específica corrigida e sua respectiva incerteza de medição.

Equação II.36 - Correção para a temperatura

$$\rho(t_{ref}) = \rho(t_{meas}) \times \left[1 + \gamma(t_{meas} - t_{ref})\right]$$

$$u^2(\rho(t_{ref})) = u^2(\rho(t_{meas})) \cdot \left[\frac{\rho(t_{ref})}{\rho(t_{meas})}\right]^2 + u^2(\gamma) \cdot \rho^2(t_{meas}) \cdot (t_{meas} - t_{ref})^2 + u^2(t_{meas}) \cdot \rho^2(t_{meas}) \cdot \gamma^2$$

Massa específica da água e do ar

A Equação II.37 calcula a massa específica da água em função da temperatura de acordo com a fórmula proposta por [21], levando em consideração o ITS 90 (International Technical Stardard 90) e utilizando cinco coeficientes (a_1 a a_5).

Equação II.37 - Massa específica da água

$$\rho_L = a_5 \cdot \left[1 - \frac{(T + a_1)^2 \times (T + a_2)}{a_3 \cdot (T + a_4)} \right];$$

$$a_1 = -3{,}983035 \pm 0{,}00067\ ^\circ\mathrm{C}^{-1}$$
$$a_2 = 301{,}797\ ^\circ\mathrm{C}^{-1}$$
$$a_3 = 522528{,}9\ ^\circ\mathrm{C}^{-2}$$
$$a_4 = 69{,}34881\ ^\circ\mathrm{C}^{-1}$$
$$a_5 = 999{,}974950 \pm 0{,}00084\ (kg/m^3)^{-1}$$

Legenda:

ρ_L	Massa específica da água
T	Temperatura da água
a_1 *a* a_5	Coeficientes

Sendo a incerteza para a massa específica da água dada pela Tabela II.21 [17].

Tabela II.21 – Tabela recomendada para julgamento da incerteza da massa específica da água [17]

[kg/m^3]	Valor do gradiente de temperatura no Picnômetro em °C					
Exatidão do instrumento utilizado para medição da temperatura		**0,2 °C**	**0,1 °C**	**0,05 °C**	**0,02 °C**	**0,01 °C**
	0,3 °C	0,075	0,066	0,064	0,063	0,063
	0,2 °C	0,059	0,047	0,044	0,043	0,043
	0,1 °C	0,047	0,031	0,025	0,023	0,023
	0,05 °C	0,044	0,024	0,015	0,012	0,012
	0,03 °C	0,043	0,024	0,015	0,012	0,012
	0,01 °C	0,043	0,023	0,014	0,011	0,010

A Equação II.38 fornece uma aproximação da fórmula do CIPM (Comité Internationale des Poids et Mesures) para cálculo da massa específica do ar com maior exatidão [19].

Equação II.38 - Massa específica do ar

$$\rho_a = \frac{0{,}34848 \cdot p - 0{,}009 \cdot (hr) \times \exp \cdot (0{,}062 \cdot t)}{273{,}15 + t}$$

Onde ρ_a é obtida em kg/m^3, quando a pressão, p é dada em mbar ou hPa, a umidade relativa, *hr* é expressa em porcentagem e a temperatura, t em °C. A Equação

II.30 tem uma incerteza relativa de 2 x 10^{-4} numa faixa de 900 hPa < p < 1100 hPa, 10°C < t < 30°C e hr < 0,8.

Para pesos padrão da classe E_1, a massa específica do ar deve sempre ser determinada baseada em correspondentes medições. Entretanto, a Equação II.30 mostra uma aproximação que pode ser feita para se estimar a massa específica do ar em laboratórios que não possuem meios para a determinação da massa específica do ar por meio de medições. A altura acima do nível do mar é sempre conhecida. Sendo assim, se a massa específica do ar não é medida, ela deve ser calculada pelo valor médio para o laboratório de acordo com a Equação II.39.

Equação II.39 - Massa específica do ar para pesos padrão classe E1

$$\rho_a = \rho_0 \times \exp\cdot\left(\frac{-\rho_0}{p_0} \cdot g \cdot h\right)$$

Onde:

p_0 = 101325 Pa;

ρ_0 = 1,2 kg/m^3;

g = 9.81 m/s^2; e,

h = altura acima do nível do mar expressa em metros.

Penetração da água na cavidade de ajuste

Pesos padrão contendo cavidade de ajuste não devem ser imersos em água, pois a água pode entrar na cavidade durante a medição. Isto afetaria tanto a massa específica quanto à massa do peso padrão e seria danoso para a estabilidade do peso padrão. Para pesos padrão com cavidade, a determinação geométrica do volume (método E) é a primeira escolha. Se, entretanto, toda a água puder ser removida após a medição, a pesagem hidrostática (métodos A, B ou C) deve ser realizada com a cavidade aberta e com o cuidado de remover todo o ar preso no peso padrão.

Remoção do ar

Para medições mais exatas na água é muito importante remover as bolhas de ar do peso padrão e do suporte do peso padrão. Isto também deve ser feito nas paredes do recipiente utilizado nos métodos C e D, especialmente se padrões pequenos estiverem sendo ensaiados. Uma maneira prática de reduzir o risco de bolhas de ar é retirar o ar da água e do peso padrão pela aplicação de uma pressão sub atmosférica no recipiente por aproximadamente 10 minutos.

Secando o peso padrão

Após a remoção do peso padrão da água, muitas gotas de água ainda permanecem na superfície do peso padrão. Estas gotas devem ser limpas com um pano de algodão. Para a estabilização, o peso padrão pode ser deixado de cabeça para baixo sobre um suporte apropriado, de modo que receba ventilação e possa secar naturalmente.

II.7.5.2 Preparação

Para permitir um processo de ensaio contínuo, os seguintes itens devem ser preparados:

- Padrões de referência devem ser aclimatados;
- A água destilada deve ser mantida a uma temperatura estável e uniforme dentro de ± 0,1°C;
- O tanque de água limpa deve estar cheio com água destilada e em um nível mais elevado (prateleira);
- O tanque com água utilizada deve estar vazio e abaixo do picnômetro;
- A estação de trabalho rotatória deve estar com as válvulas de frente para o operador;

- Seringa e o pequeno recipiente com água destilada devem estar disponíveis para serem utilizados para o ajuste do nível de líquido;
- Luvas para manuseio de pesos padrão;
- Sensores de medição para o ar e a água (Pressão atmosférica, temperatura do ar, umidade do ar, temperatura da água) devem estar disponíveis;
- Massa convencional dos pesos padrão a serem ensaiados deve ser conhecida;
- PC com o programa computacional para cálculos instalado;
- Todos os parâmetros requeridos selecionados no programa computacional.

II.7.5.3 Precauções

O picnômetro é um vaso com volume constante feito de vidro e Plexiglas® para o melhor desempenho possível. Para manter o volume constante todo o tempo, a tampa superior deve ser manuseada com cuidado.

- Colocar a tampa em superfícies macias;
- Montar cuidadosamente o vaso de vidro;
- Apertar os parafusos apenas com a mão;
- Não aplicar mais de 3 N.m de torque nos parafusos;
- Não danificar o aro interno polido de Plexiglas®.

II.7.5.4 Procedimento de medição

Para a determinação da massa específica os seguintes passos são necessários:

1. Limpar o peso padrão e inseri-lo no corpo de vidro inferior;
2. Centralizar o padrão no anel centralizador;

3. Inserir o suporte giratório apropriado entre a parede esquerda do vaso e o peso padrão;
4. Colocar a tampa superior cuidadosamente no vaso de vidro e ter certeza de que a tampa está apoiada corretamente na superfície cortada do vaso de vidro;
5. Colocar a anel de pressão em volta do acrílico superior com a curva para o lado de cima e fixar o picnômetro na estação rotatória com os dois parafusos do anel inferior. Apertar cuidadosamente os 4 parafusos do anel superior;
6. Apertar os parafusos restantes do anel de pressão com cuidado;
7. Ter certeza de que o suporte rotatório do peso padrão está posicionado do lado esquerdo;
8. Libere a trava rotatória e gire o picnômetro em 45°;
9. Insira o tubo para enchimento dentro da entrada de água e empurre até parar, através dos furos do suporte. Para facilitar o deslizamento da selagem interna na entrada de água, umedeça-a;
10. Abra a válvula de água limpa (azul) lentamente e observe a água fluindo dentro do vaso;
11. Observe se há formação de bolhas durante o processo de enchimento;
12. Encha o vaso até aproximadamente 7,5 cm abaixo da aresta do peso padrão;
13. Feche a válvula de água limpa;
14. Retorne o vaso à posição correta cuidadosamente; O nível de água não deve ondular; Tenha certeza que o nível de água não está, nunca, abaixo da face inferior do peso padrão;
15. Remova o tubo de enchimento cuidadosamente;
16. Libere todos os parafusos e retire a tampa superior;

17. Remova com cuidado o suporte giratório; Possivelmente, terá que mover o peso padrão um pouco com as luvas;
18. Feche a tampa novamente e tenha certeza de que a inclinação da tampa está adequadamente sobre a superfície cortada do vaso de vidro;
19. Coloque o anel de pressão em volta do acrílico superior com a curva do lado de cima e aperte todos os 6 parafusos;
20. Aperte os parafusos com cuidado;
21. Insira o tubo de enchimento com cuidado até parar;
22. Abra a válvula de água limpa (azul) e encha o vaso até aproximadamente 1 cm abaixo do topo;
23. Feche a válvula de água limpa (azul);
24. Puxe o tubo de enchimento até o tubo estar nivelado com a superfície interna da tampa superior;
25. Abra a válvula de água limpa (azul) devagar e encha o vaso até o topo; tenha certeza de que a água não espirrou fora do tubo indicador de nível;
26. Remova o tubo de enchimento;
27. Efetue uma medição absoluta da massa;
28. Registre o valor da massa do picnômetro com o peso padrão e água destilada;
29. Meça a temperatura da água e registre, inserindo o termômetro no tubo de entrada de água e ajustando a altura do termômetro para o nível superior da borda do vaso de vidro;
30. Abaixe o sensor até aproximadamente 8 cm acima do fundo do vaso de vidro e meça a temperatura e registre;
31. Remova o termômetro e seque com uma toalha limpa;

32. Coloque o picnômetro na estação de enchimento;
33. Insira o tubo de enchimento na entrada de água até parar;
34. Abra a válvula de água usada (preta) e drene a água até 1 cm abaixo da aresta superior do vaso de vidro;
35. Solte os parafusos e remova o anel de pressão, bem como a tampa superior;
36. Coloque a tampa superior numa superfície macia;
37. Remova o peso padrão do vaso de vidro com luvas;
38. Limpe o peso padrão com uma toalha de fibras de algodão limpa;
39. Coloque a tampa superior e o anel de pressão no vaso de vidro e aperte os parafusos cuidadosamente;
40. Encha o picnômetro com água limpa da mesma maneira que antes;
41. Efetue uma medição absoluta da massa;
42. Registre o valor da massa do picnômetro com água destilada;
43. Registre as condições ambientais do laboratório, temperatura do ar, pressão e umidade relativa;
44. Insira o tubo de enchimento dentro da entrada de água e drene a água do picnômetro;
45. Esvazie o picnômetro completamente inclinando o vaso de vidro;
46. Seque o vaso com um pano de fibras de algodão limpo;
47. Após a medição o peso padrão deve ser limpo e secado para eliminar qualquer possível influência da água destilada. Usar um pano de fibras de algodão limpo para secar o peso padrão ensaiado;

II.7.5.5 Procedimento de cálculo

Os cálculos para a obtenção da massa específica são efetuados pelo programa computacional fornecido pela Mettler Toledo® que em seu método rápido (*fast method*)

utiliza a Equação II.27 para o cálculo da massa específica, estando de acordo com a recomendação internacional R 111 [1].

Os dados que são fornecidos ao programa são:

- Massa absoluta do picnômetro (recipiente) + peso padrão + água destilada.
- Temperatura média entre o topo e o fundo do vaso de vidro. Conforme Equação II.40.

Equação II.40 - Temperatura média no interior do vaso de vidro

$$t_m = \frac{t_s + t_i}{2}$$

Legenda:

t_m Temperatura média no interior do vaso de vidro.

t_s Temperatura no topo do vaso de vidro.

t_i Temperatura no fundo do vaso de vidro.

- Massa absoluta do picnômetro + água destilada.

Além disso, deve-se selecionar o picnômetro que foi utilizado, no caso o P20; que teve seu volume e respectiva incerteza de medição medidos previamente e inseridos no banco de dados do software; o valor nominal do peso padrão que está sendo ensaiado, bem como a correção (incerteza) em sua massa nominal, se necessário.

Após o preenchimento destes dados, o programa efetua o cálculo da massa específica do peso padrão ensaiado, assim que o botão "*OK*" for pressionado.

Para os cálculos da massa específica do ar do laboratório (ρ_a) e massa específica da água destilada utilizada (ρ_l) a Equação II.37 ou II.38 e a Tabela II.21 devem ser utilizadas, respectivamente.

A incerteza de medição do método D é calculada pela Equação II.33. E a incerteza expandida de medição é calculada pela Equação II.34.

O valor do desvio padrão experimental agrupado (s_p) é obtido previamente por meio de séries de medições com o picnômetro em pesos padrão de diversos tamanhos, avaliando assim a incerteza do Tipo A (repetibilidade).

A contribuição para a incerteza, u_w, que está relacionada com a incerteza do instrumento de pesagem, é uma incerteza do Tipo B, ou seja, é obtida por outros meios e não pela análise estatística.

III – MÉTODOS E MATERIAIS

III.1 MÉTODOS

Utilizando o método D da versão revisada da recomendação internacional OIML R 111 [1] foram avaliadas as massas específicas de padrões com massas de 2kg, 5kg, 10kg e 20kg, construídos em aço inoxidável austenítico da classe E_2, com modelos já aprovados pela versão antiga da recomendação e acompanhados de certificados de calibração com informações sobre suas massas específicas.

Estes padrões fazem parte da coleção de pesos padrão do laboratório de massas da Diretoria de Metrologia Legal (DIMEL) do INMETRO, são padrões de referência para a rastreabilidade da Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade Industrial – Inmetro (RBMLQ-I), que executa a verificação de instrumentos de pesagem em todo país.

Foi executado um ensaio de avaliação da massa específica, utilizando o procedimento de medição descrito em II.7.5.4, em cada tamanho de peso padrão, totalizando quatro procedimentos de medição (ensaios).

Para a realização dos ensaios e cálculo das incertezas de medição foram necessários alguns ensaios preliminares que serviram para qualificar a avaliação da massa específica. Estes ensaios são:

1) Ensaios para obtenção do volume do picnômetro e sua respectiva incerteza da medição;
2) Ensaios para obtenção da incerteza de medição do método D.

III.1.1 Volume do picnômetro

O volume do picnômetro foi obtido por meio de um ensaio [17] que consiste, basicamente, em:

a) Efetuar a pesagem do picnômetro vazio (sem água);

b) Determinar a massa do picnômetro cheio de água;

c) Medir a temperatura da água e calcular a massa específica da água (apenas na primeira medição de volume) [17-21].

A massa específica da água (ρ_L) foi calculada por meio da Equação II.37. Primeiramente, calcula-se as temperaturas médias da água no topo e no fundo do picnômetro (T_{Top} e T_{Bot}), conforme Equação III.1 e III.2.

Equação III.1 - Temperatura média da água no topo do picnômetro

$$T_{Top} = \frac{T_{Top_{Antespesagem}} + T_{Top_{Depoispesagem}}}{2}$$

Equação III.2 - Temperatura média da água no fundo do picnômetro

$$T_{Bot} = \frac{T_{Bot_{Antespesagem}} + T_{Bot_{Depoispesagem}}}{2}$$

Depois, calcula-se as massas específicas da água no topo e no fundo do picnômetro ($\rho_{L_{Top}}$ e $\rho_{L_{Bot}}$), Equações III.3 e III.4. Os coeficientes a_1 a a_5 são dados na Equação II.37.

Equação III.3 - Massa específica da água no topo do picnômetro

$$\rho_{L_{Top}} = a_5 \cdot \left[1 - \frac{\left(T_{Top} + a_1\right)^2 \times \left(T_{Top} + a_2\right)}{a_3 \cdot \left(T_{Top} + a_4\right)} \right]$$

Equação III.4 - Massa específica da água no fundo do picnômetro

$$\rho_{L_{Bot}} = a_5 \cdot \left[1 - \frac{\left(T_{Bot} + a_1\right)^2 \times \left(T_{Bot} + a_2\right)}{a_3 \cdot \left(T_{Bot} + a_4\right)} \right]$$

Então, calcula-se a massa específica da água, que é a média aritmética das massas específicas no topo e no fundo do picnômetro, conforme Equação III.5.

Equação III.5 - Massa específica da água

$$\rho_L = \frac{\rho_{L\,Top} + \rho_{L\,Bot}}{2}$$

O volume do picnômetro ($V_P(T)$) foi calculado e definido de acordo com a Equação III.6.

Equação III.6 - Volume do picnômetro

$$V_P(T) = \frac{m_P(cheio) - m_P(vazio)}{\rho_L(T)}$$

Legenda:

$m_p(cheio)$	Massa do picnômetro cheio de água
$m_p(vazio)$	Massa do picnômetro vazio
$\rho_L(T)$	Massa específica da água

O volume calculado pela Equação III.6 foi definido para uma determinada temperatura de medição. Estes valores obtidos devem ser corrigidos, por meio de fatores de expansão volumétrica, para determinação do volume padrão a 20°C, de acordo com a Equação III.7 a seguir.

Equação III.7 - Volume padrão do picnômetro (a 20°C)

$$V_P = V_P(T)\left(\left(0{,}25432 \cdot \left(1 + \gamma_{PMMA}\left(T - 20\right)\right)\right) + 0{,}74568 \cdot \left(1 + \gamma_{Glass} \cdot \left(T - 20\right)\right)\right)$$

Legenda:

V_P	Volume do picnômetro a 20 °C
γ_{PMMA}	Coeficiente de expansão volumétrica do Plexiglas® = 210 x 10-6 /°K
γ_{Glass}	Coeficiente de expansão volumétrica do vidro = 9,9 x 10-6 /°K
0,25432	Fração em volume da tampa superior em Plexiglas®
0,74568	Fração em volume do vaso de vidro

Foram necessárias cinco repetições do procedimento de obtenção do volume do picnômetro para se obter valores estatisticamente confiáveis. A incerteza de medição (Tipo A) foi obtida pela Equação III.8, sendo *s* o desvio padrão.

Equação III.8 - Incerteza de medição do volume do picnômetro

$$u_{V_P} = \frac{s}{\sqrt{5}}$$

Para os cálculos tanto do volume quanto da incerteza de medição foi utilizada uma planilha de cálculos (programa computacional).

III.1.2 Incerteza total de medição para o método D

A incerteza total de medição para método D foi calculada conforme Equação II.34.

Para obtenção da incerteza devido ao método D, conforme recomendação R 111 [1], utilizou-se a Equação II.33. É uma incerteza do Tipo B, ou seja, é obtida por outros métodos e não pelo cálculo estatístico.

A Equação II.35 fornece a incerteza devido a repetibilidade, que uma incerteza do Tipo A, obtida por cálculo estatístico.

Para obtenção da incerteza devido a repetibilidade é necessário que se realizem ensaios [17].

Foram realizadas quatro séries de medição com padrões da classe E_2, com as seguintes configurações:

1) Com um padrão de 2 kg e 5 repetições;
2) Com um padrão de 5 kg e 3 repetições;
3) Com um padrão de 10 kg e 3 repetições;
4) Com um padrão de 20 kg e 3 repetições.

Então, desvio padrão experimental agrupado (s_p) é calculado pela Equação III.9 a seguir.

Equação III.9 - Desvio padrão experimental agrupado

$$s_p = \sqrt{\frac{4 \cdot s_1 + 2 \cdot s_2 + 2 \cdot s_3 + 2 \cdot s_4}{10}}$$

Legenda:

s_1 Desvio padrão da primeira série (padrão de 2 kg)

s_2 Desvio padrão da primeira série (padrão de 5 kg)

s_3 Desvio padrão da segunda série (padrão de 10 kg)

s_4 Desvio padrão da terceira série (padrão de 20 kg)

Este número de séries garante a confiabilidade do desvio padrão experimental agrupado, segundo o fabricante do picnômetro [17].

A incerteza devido a repetibilidade para uma medição isolada de massa específica de peso padrão é igual ao desvio padrão experimental agrupado.

Foi utilizado o programa para cálculo da massa específica dos pesos padrão e uma planilha de cálculos (programa computacional) para o cálculo da incerteza de medição do Tipo A.

III.1.3 Avaliação do efeito dos ensaios de massa específica nos pesos padrão

Cada peso padrão (2 kg, 5 kg, 10 kg e 20 kg) foi pesado, por 10 vezes consecutivas, antes de se começar a seqüência de ensaios para avaliação da massa específica, e depois da seqüência de ensaios ter encerrado, para se avaliar o efeito dos ensaios de massa específica nos pesos padrão.

III.2 MATERIAIS

Os seguintes ensaios foram realizados:

1) Ensaios para obtenção do volume do picnômetro e sua incerteza de medição;
2) Ensaios para obtenção da incerteza do Tipo A (repetibilidade) do método D;
3) Ensaios para avaliação da massa específica dos pesos padrão;
4) Ensaio para avaliação dos efeitos do ensaio de massa específica nos pesos padrão.

Será descrito o material que foi utilizado para execução de cada ensaio listado anteriormente.

III.2.1 Ensaios para obtenção do volume do picnômetro

Para estes ensaios foram necessários os seguintes materiais:

a) 01 Sistema de medição P20 – Picnômetro (Figura II.1), descrito em II.7.4;

Figura III.1 - Sistema de medição P20 - Picnômetro

b) 01 Termômetro Digital – IOP THERM 48 – Tipo: Pt 100, com faixa de calibração de –10 °C a 80 °C, resolução do indicador de 0,1 °C e incerteza de 0,2 °C (Figura III.2);

Figura III.2 - Termômetro Digital – IOP THERM 48

c) 35 litros de água destilada, com a especificação citada em II.6.4;

d) 01 Plataforma de pesagem – KA-30 Mettler Toledo, Max = 30 kg, com resolução de 1 mg e incerteza de 10 mg (Figura III.3);

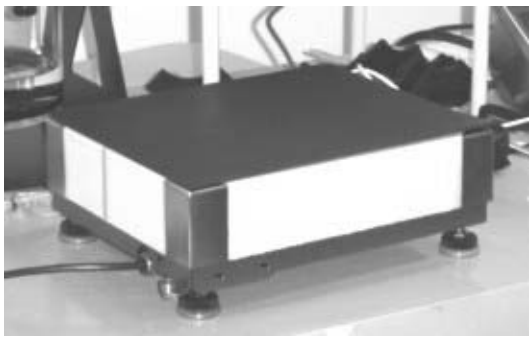

Figura III.3 - Plataforma de pesagem – KA-30

e) 01 Dispositivo indicador de pesagem modelo ID7 Mettler Toledo, com n = 30000000 de divisões (Figura III.4);

Figura III.4 - Dispositivo indicador de pesagem - ID7

f) 04 Galões de 5 litros de capacidade para água destilada (Figura III.5);

Figura III.5 - Galões para água destilada

g) 01 Termo-higrômetro e barômetro digital – WST 9001 – Maro Elektronik, com resolução para termômetro de 0,1 °C, para higrômetro 0,1 % e para barômetro 0,1 hPa (Figura III.6);

Figura III.6 - Termo-higrômetro e barômetro digital - WST 9001

h) 02 Barriletes de 20 litros cada para armazenar água destilada (Figura III.7);

Figura III.7 - Barrilete e mesa de apoio

i) 02 Mesas para apoio dos barriletes de 20 litros (Figura III.7);

j) 01 Bancada de ensaio em concreto (Figura III.8);

Figura III.8 - Bancada em concreto

k) Toalhas de papel;

l) Computador com planilha de cálculos (programa computacional) para o volume do picnômetro e sua respectiva incerteza de medição (Figura III.9).

Figura III.9 - Computador

O método de ensaio está descrito em III.1.1.

III.2.2 Ensaios para obtenção da incerteza do Tipo A do método D

Para estes ensaios são necessários os seguintes materiais:

a) 01 Sistema de medição P20 - Picnômetro, descrito em II.7.4 (Figura III.1);

b) 01 Termômetro Digital – IOP THERM 48 – Tipo: Pt 100, com faixa de calibração de –10 °C a 80 °C, resolução do indicador de 0,1 °C e incerteza de 0,2 °C (Figura III.2);

c) 35 litros de água destilada, com a especificação citada em II.6.4;

d) 01 Plataforma de pesagem – KA-30 Mettler Toledo, Max = 30 kg, com resolução de 1 mg e incerteza de 10 mg (Figura III.3);

e) 01 Dispositivo indicador de pesagem modelo ID7 Mettler Toledo, com n = 30000000 de divisões (Figura III.4);

f) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 2 kg (Figura III.10);

g) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 5 kg (Figura III.10);

h) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 10 kg (Figura III.10);

i) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 20 kg (Figura III.10);

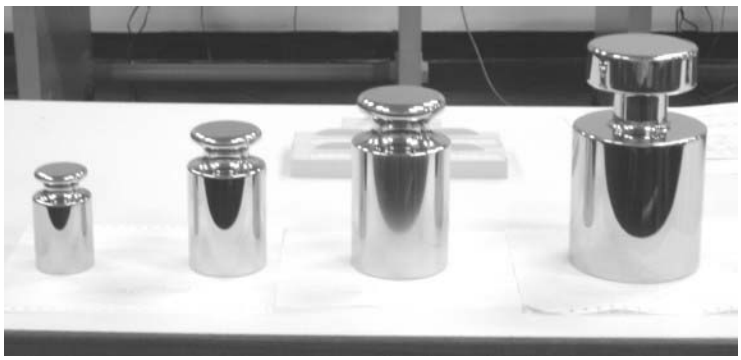

Figura III.10 - Pesos Padrão

j) 02 pares de luvas para manuseio dos pesos padrão;

k) 02 pinças para transporte de pesos padrão;

l) Tolhas de algodão macio para secar e limpar pesos padrão;

m) 04 Galões de 5 litros de capacidade para água destilada (Figura III.5);

n) 01 Termo-higrômetro e barômetro digital – Maro Elektronik, com resolução para termômetro de 0,1 °C, para higrômetro 0,1 % e para barômetro 0,1 hPa (Figura II.6);

o) 02 Barriletes de 20 litros cada para armazenar água destilada (Figura III.7);

p) 02 Mesas para apoio dos barriletes de 20 litros (Figura III.7);

q) 01 Bancada de ensaio em concreto (Figura III.8);

r) Toalhas de papel;

s) Computador com programa para o cálculo da massa específica de pesos padrão e planilha de cálculos (programa computacional) para incerteza de medição do Tipo A do método D (Figura III.9).

O procedimento de medição está descrito em II.7.5 e o método de ensaio está descrito em III.1.2.

III.2.3 Ensaios para avaliação da massa específica de pesos padrão

Para estes ensaios são necessários os seguintes materiais:

a) 01 Sistema de medição P20 - Picnômetro, descrito em II.7.4 (Figura III.1);

b) 01 Termômetro Digital – IOP THERM 48 – Tipo: Pt 100, com faixa de calibração de –10 °C a 80 °C, resolução do indicador de 0,1 °C e incerteza de 0,2 °C (Figura III.2);

c) 35 litros de água destilada, com a especificação citada em II.6.4;

d) 01 Plataforma de pesagem – KA-30 Mettler Toledo, Max = 30 kg, com resolução de 1 mg e incerteza de 10 mg (Figura III.3);

e) 01 Dispositivo indicador de pesagem modelo ID7 Mettler Toledo, com n = 30000000 de divisões (Figura III.4);

f) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 2 kg (Figura III.10);

g) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 5 kg (Figura III.10);

h) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 10 kg (Figura III.10);

i) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 20 kg (Figura III.10);

j) 02 pares de luvas para manuseio dos pesos padrão;

k) 02 pinças para transporte de pesos padrão;

l) Tolhas de algodão macio para secar e limpar pesos padrão;

m) 04 Galões de 5 litros de capacidade para água destilada (Figura III.5);

n) 01 Termo-higrômetro e barômetro digital – Maro Elektronik, com resolução para termômetro de 0,1 °C, para higrômetro 0,1 % e para barômetro 0,1 hPa (Figura III.6);

o) 02 Barriletes de 20 litros cada para armazenar água destilada (Figura III.7);

p) 02 Mesas para apoio dos barriletes de 20 litros (Figura III.7);

q) 01 Bancada de ensaio em concreto (Figura III.8);

r) Toalhas de papel;

s) Computador com programa para o cálculo da massa específica de pesos padrão e planilha de cálculos (programa computacional) para incerteza de medição total da avaliação da massa específica dos pesos padrão (Figura III.9).

O procedimento de medição e cálculo está descrito em II.7.5.

III.2.4 Medições para avaliação do efeito do ensaio de massa específica

Para estas medições são necessários os seguintes materiais:

a) 01 Plataforma de pesagem – KA-30 Mettler Toledo, Max = 30 kg, com resolução de 1 mg e incerteza de 10 mg (Figura III.3);

b) 01 Dispositivo indicador de pesagem modelo ID7 Mettler Toledo, com n = 30000000 de divisões (Figura III.4);

c) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 2 kg (Figura III.10);

d) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 5 kg (Figura III.10);

e) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 10 kg (Figura III.10);

f) 01 Peso padrão – classe E_2 – valor nominal: 20 kg (Figura III.10);

g) 02 pares de luvas para manuseio dos pesos padrão;

h) 02 pinças para transporte de pesos padrão;

i) Computador com programa computacional Microsoft Excel® para cálculos estatísticos (Figura III.9).

IV – RESULTADOS

IV.1 VOLUME DO PICNÔMETRO

A seguir os resultados das medições do volume do picnômetro.

Medição 01

a) Temperatura da água destilada

Antes da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 20,5 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,4 °C

Depois da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 20,9 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,8 °C

b) Condições ambientais

Temperatura do ambiente → T_{ar} = 24,9 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1022,4 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,4 %

c) Massas

Picnômetro vazio = 4,635500 kg

Picnômetro cheio = 10,392940 kg

d) Massa específica da água destilada (calculada)

ρ_L = 998,070 kg/m^3

e) Volume do picnômetro na temperatura de medição

$V_P(T_{ar}) = 0{,}0057686\ m^3$

f) Volume do picnômetro padronizado para 20 °C

$V_P = 0{,}0057703\ m^3$

Medição 02

a) Temperatura da água destilada

Antes da pesagem

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}1$ °C

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}0$ °C

Depois da pesagem

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}3$ °C

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}0$ °C

b) Condições ambientais

Temperatura do ambiente → $T_{ar} = 25{,}0$ °C

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1020{,}0$ hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,6 %

c) Massas

Picnômetro vazio = 4,635560 kg

Picnômetro cheio = 10,392525 kg

d) Massa específica da água destilada (calculada)

$\rho_L = 997{,}973\ kg/m^3$

e) Volume do picnômetro na temperatura de medição

$V_P(T_{ar}) = 0{,}0057687\ m^3$

f) Volume do picnômetro padronizado para 20 °C

$V_P = 0{,}0057704\ m^3$

Medição 03

a) Temperatura da água destilada

Antes da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 20,8 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,7 °C

Depois da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 20,9 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,8 °C

b) Condições ambientais

Temperatura do ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1021,9 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,7 %

c) Massas

Picnômetro vazio = 4,636100 kg

Picnômetro cheio = 10,394500 kg

d) Massa específica da água destilada (calculada)

ρ_L = 998,038 kg/m^3

e) Volume do picnômetro na temperatura de medição

$V_P(T_{ar})$ = 0,0057697 m^3

f) Volume do picnômetro padronizado para 20 °C

V_P = 0,0057715 m^3

Medição 04

a) Temperatura da água destilada

Antes da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,0 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,8 °C

Depois da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,0 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,9 °C

b) Condições ambientais

Temperatura do ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1021,9 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,9 %

c) Massas

Picnômetro vazio = 4,636250 kg

Picnômetro cheio = 10,392790 kg

d) Massa específica da água destilada (calculada)

ρ_L = 998,011 kg/m^3

e) Volume do picnômetro na temperatura de medição

$V_P(T_{ar})$ = 0,0057680 m^3

f) Volume do picnômetro padronizado para 20 °C

V_P = 0,0057698 m^3

Medição 05

a) Temperatura da água destilada

Antes da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,2 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,1 °C

Depois da pesagem

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,4 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,1 °C

b) Condições ambientais

Temperatura do ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1021,9 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,8 %

c) Massas

Picnômetro vazio = 4,635695 kg

Picnômetro cheio = 10,394760 kg

d) Massa específica da água destilada (calculada)

ρ_L = 997,951 kg/m^3

e) Volume do picnômetro na temperatura de medição

$V_P(T_{ar})$ = 0,0057709 m^3

f) Volume do picnômetro padronizado para 20 °C

V_P = 0,0057726 m^3

A Tabela IV.1 mostra os volumes medidos, média aritmética, desvio padrão e incerteza de medição

Tabela IV.1 – Volumes, média, desvio padrão e incerteza de medição

Medição	Volume (m^3)
01	0,0057703
02	0,0057704
03	0,0057715
04	0,0057698
05	0,0057726
Média	0,0057709
Desvio padrão	0,0000011
Incerteza de medição	0,0000005

Volume do picnômetro (média aritmética) e sua incerteza de medição, de acordo com Equação III.8.

$$\mathbf{V_P = 0{,}0057709 \pm 0{,}0000005\ m^3, ou\ 5770{,}9 \pm 0{,}5\ cm^3}$$

IV.2 INCERTEZA DEVIDO A REPETIBILIDADE (TIPO A) DO MÉTODO D

A seguir os resultados das medições para obtenção da incerteza devido a repetibilidade (Tipo A) do método D de medição de massa específica de pesos padrão.

Peso Padrão de valor nominal de 2 kg

Medição 01

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,6 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,5 °C

Temperatura média → T_{Med} = 21,55 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1016,6 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 65,4 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 12,138480 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390250 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 997,874 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 252,6 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7918,6 kg/m^3

Medição 02

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 20,9 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,9 °C

Temperatura média → T_{Med} = 20,9 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1020,4 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 60,4 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 12,138445 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390280 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 998,017 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 252,6 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7917,7 kg/m^3

Medição 03

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,7 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,6 °C

Temperatura média → T_{Med} = 21,65 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1020,5 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 62,6 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 12,138305 kg

Picnômetro + água destilada = 10,391035 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}852$ kg/m^3

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 253{,}5$ cm^3

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 7888{,}4$ kg/m^3

Medição 04

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}4$ °C

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}3$ °C

Temperatura média → $T_{Med} = 21{,}35$ °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → $T_{ar} = 25{,}0$ °C

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1016{,}0$ hPa

Umidade relativa do ar → UR = 59,7 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 12,139295 kg

Picnômetro + água destilada = 10,392370 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}918$ kg/m^3

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 253{,}9$ cm^3

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 7878{,}2\ kg/m^3$

Medição 05

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}7\ °C$

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}6\ °C$

Temperatura média → $T_{Med} = 21{,}65\ °C$

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → $T_{ar} = 25{,}0\ °C$

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1016{,}6\ hPa$

Umidade relativa do ar → UR = 65,6 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 12,138595 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390055 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}852\ kg/m^3$

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 252{,}3\ cm^3$

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 7928{,}2\ kg/m^3$

Peso Padrão de valor nominal de 5 kg

Medição 01

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 22{,}2\ °C$

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 22{,}1\ °C$

Temperatura média → T_{Med} = 22,15 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1015,2 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 65,6 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 14,758425 kg

Picnômetro + água destilada = 10,389765 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 997,739 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 633,4 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7893,6 kg/m^3

<u>Medição 02</u>

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 22,2 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 22,0 °C

Temperatura média → T_{Med} = 22,1 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,2 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1014,4 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 65,4 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 14,758415 kg

Picnômetro + água destilada = 10,389745 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}750$ kg/m^3

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 633{,}4$ cm^3

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 7893{,}8$ kg/m^3

Medição 03

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}4$ °C

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}3$ °C

Temperatura média → $T_{Med} = 22{,}35$ °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → $T_{ar} = 24{,}5$ °C

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1024{,}6$ hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,9 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 14,760360 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390650 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}918$ kg/m^3

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 632{,}3$ cm^3

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 7908{,}1\ kg/m^3$

Peso Padrão de valor nominal de 10 kg

Medição 01

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}5\ °C$

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}4\ °C$

Temperatura média → $T_{Med} = 21{,}45\ °C$

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → $T_{ar} = 24{,}6\ °C$

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1024{,}5\ hPa$

Umidade relativa do ar → $UR = 61{,}9\ \%$

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 19,156300 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390280 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}896\ kg/m^3$

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 1237{,}9\ cm^3$

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 8078{,}2\ kg/m^3$

Medição 02

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}7\ °C$

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}6\ °C$

Temperatura média → T_{Med} = 21,65 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 24,9 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1022,1 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 62,7 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 19,157035 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390390 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 997,852 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 1237,3 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 8081,9 kg/m^3

<u>Medição 03</u>

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,0 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 20,9 °C

Temperatura média → T_{Med} = 20,95 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 24,8 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1023,4 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,3 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 19,157210 kg

Picnômetro + água destilada = 10,392160 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 998{,}006\ kg/m^3$

e) Volume do peso padrão

$V_{peso} = 1238{,}7\ cm^3$

f) Massa específica do peso padrão

$\rho_t = 8072{,}7\ kg/m^3$

Peso Padrão de valor nominal de 20 kg

Medição 01

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → $T_{Top} = 21{,}3\ °C$

Fundo do picnômetro → $T_{Bot} = 21{,}2\ °C$

Temperatura média → $T_{Med} = 21{,}25\ °C$

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → $T_{ar} = 25{,}0\ °C$

Pressão atmosférica → $P_{ar} = 1023{,}0\ hPa$

Umidade relativa do ar → UR = 62,1 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 27,856500 kg

Picnômetro + água destilada = 10,391240 kg

d) Massa específica da água destilada

$\rho_L = 997{,}940\ kg/m^3$

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 2542,6 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7866,0 kg/m^3

Medição 02

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,4 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,3 °C

Temperatura média → T_{Med} = 21,35 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1020,6 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,6 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 27,855505 kg

Picnômetro + água destilada = 10,390700 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 997,918 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 2543,1 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7864,4 kg/m^3

Medição 03

a) Temperatura da água destilada

Topo do picnômetro → T_{Top} = 21,6 °C

Fundo do picnômetro → T_{Bot} = 21,5 °C

Temperatura média → T_{Med} = 21,55 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1018,9 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 62,2 %

c) Massas

Picnômetro + água destilada + peso padrão = 27,854705 kg

Picnômetro + água destilada = 10,391895 kg

d) Massa específica da água destilada

ρ_L = 997,874 kg/m^3

e) Volume do peso padrão

V_{peso} = 2545,2 cm^3

f) Massa específica do peso padrão

ρ_t = 7857,9 kg/m^3

A Tabela IV.2 mostra a obtenção da incerteza devido a repetibilidade (Tipo A) do método D, utilizado para medição da massa específica dos pesos padrão da classe E_2, por meio do desvio padrão experimental agrupado, de acordo com II.7.3.4.

Tabela IV.2 - Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A) do método D

Medição	Massa específica em kg/m^3			
	Série j = 1	**Série j = 2**	**Série j = 3**	**Série j = 4**
	Peso 2 kg	**Peso 5 kg**	**Peso 10 kg**	**Peso 20 kg**
01	7918,6	7893,6	8078,2	7866,0
02	7917,7	7893,8	8081,9	7864,4
03	7888,4	7908,1	8072,7	7857,9
04	7878,2			
05	7928,2			
Média	7906,2	7898,5	8077,6	7862,8
Desvio padrão da série s_i	21,6	8,3	4,6	4,3
Número de medições n	5	3	3	3
Graus de liberdade ν_i	4	2	2	2
Desvio padrão agrupado	2 séries	18,3 kg/m^3		
	3 séries		16,0 kg/m^3	
	4 séries			**14,5 kg/m^3**
Incerteza	**14,5 kg/m^3**		**Para uma medição**	

IV.3 AVALIAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA DE PESOS PADRÃO

Foram avaliados 4 exemplares, um peso padrão com valor nominal de 2 kg, um peso padrão com valor nominal de 5 kg, um peso padrão com valor nominal de 10 kg e um peso padrão com valor nominal de 20 kg, todos da classe de exatidão E_2. Foram utilizados os resultados de medição encontrados nos ensaios para obtenção da incerteza de repetibilidade para avaliação da massa específica dos padrões. Os seguintes resultados foram utilizados:

- Medição 05 do peso padrão de valor nominal de 2 kg;
- Medição 03 do peso padrão de valor nominal de 5 kg;
- Medição 03 do peso padrão de valor nominal de 10 kg;
- Medição 03 do peso padrão de valor nominal de 20 kg.

A seguir são apresentados os resultados da avaliação das massas específicas e sua incerteza de medição, de acordo com a recomendação internacional OIML R 111.

Peso padrão de valor nominal de 2 kg

a) Temperatura média da água destilada

T_{Med} = 21,65 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1016,6 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 65,6 %

c) Massa do peso padrão (certificado de calibração)

2,0000009 ± 0,0000008 kg

d) Massa específica da água

ρ_l = 997,852 ± 0,047 kg/m^3

e) Massa específica do ar

ρ_a = 1,1789 ± 0,0002 kg/m^3

f) Incerteza para indicação do instrumento

u_I = 0,000010 kg

g) Incerteza relacionada aos dois níveis de água destilada

u_w = 0,000010 kg

h) Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A)

u_{rep} = 14,5 kg/m^3

i) Incerteza do Método D (Tipo B)

$u_{\rho t}$ = 0,0000000030 kg/m^3

j) Incerteza expandida de medição, para k = 2

U = 29 kg/m^3

k) Massa específica do peso padrão e sua incerteza de medição

ρ_t = 7928 ± 29 kg/m^3

Peso padrão de valor nominal de 5 kg

a) Temperatura média da água destilada

T_{Med} = 21,35 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 24,5 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1024,6 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,9 %

c) Massa do peso padrão (certificado de calibração)

5,0000001 ± 0,0000002 kg

d) Massa específica da água

ρ_l = 997,918 ± 0,047 kg/m^3

e) Massa específica do ar

ρ_a = 1,1910 ± 0,0002 kg/m^3

f) Incerteza para indicação do instrumento

u_I = 0,000010 kg

g) Incerteza relacionada aos dois níveis de água destilada

u_w = 0,000010 kg

h) Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A)

u_{rep} = 14,5 kg/m^3

i) Incerteza do Método D (Tipo B)

$u_{\rho t}$ = 0,0000000005 kg/m^3

j) Incerteza expandida de medição, para k = 2

U = 29 kg/m^3

k) Massa específica do peso padrão e sua incerteza de medição, para k = 2

ρ_t = 7908 ± 29 kg/m^3

Peso padrão de valor nominal de 10 kg

a) Temperatura média da água destilada

T_{Med} = 20,95 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 24,8 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1023,4 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 61,3 %

c) Massa do peso padrão (certificado de calibração)

10,000009 ± 0,000004 kg

d) Massa específica da água

ρ_l = 998,006 ± 0,047 kg/m^3

e) Massa específica do ar

ρ_a = 1,1883 ± 0,0002 kg/m^3

f) Incerteza para indicação do instrumento

u_I = 0,000010 kg

g) Incerteza relacionada aos dois níveis de água destilada

u_w = 0,000010 kg

h) Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A)

u_{rep} = 14,5 kg/m^3

i) Incerteza do Método D (Tipo B)

$u_{\rho t}$ = 0,0000000003 kg/m^3

j) Incerteza expandida de medição, para k = 2

U = 29 kg/m^3

k) Massa específica do peso padrão e sua incerteza de medição, para k = 2

ρ_t = 8073 ± 29 kg/m^3

Peso padrão de valor nominal de 20 kg

a) Temperatura média da água destilada

T_{Med} = 21,55 °C

b) Condições ambientais

Temperatura ambiente → T_{ar} = 25,0 °C

Pressão atmosférica → P_{ar} = 1018,9 hPa

Umidade relativa do ar → UR = 62,2 %

c) Massa do peso padrão (certificado de calibração)

20,000004 ± 0,000008 kg

d) Massa específica da água

ρ_l = 997,874 ± 0,047 kg/m^3

e) Massa específica do ar

ρ_a = 1,1821 ± 0,0002 kg/m^3

f) Incerteza para indicação do instrumento

u_I = 0,000010 kg

g) Incerteza relacionada aos dois níveis de água destilada

u_w = 0,000010 kg

h) Incerteza devido a repetibilidade (Tipo A)

u_{rep} = 14,5 kg/m^3

i) Incerteza do Método D (Tipo B)

$u_{\rho t}$ = 0,0000000003 kg/m^3

j) Incerteza expandida de medição, para k = 2

U = 29 kg/m^3

k) Massa específica do peso padrão e sua incerteza de medição, para k = 2

ρ_t = 7858 ± 29 kg/m^3

IV.4 EFEITO DO ENSAIO DE MASSA ESPECÍFICA NOS PESOS PADRÃO

Os resultados das pesagens efetuadas antes e depois dos ensaios de massa específica nos pesos padrão são apresentados a seguir.

Peso padrão de valor nominal de 2 kg

Tabela IV.3 - Peso padrão 2 kg - Antes dos ensaios

Medição	Peso (kg)
01	1,999880
02	1,999900
03	1,999895
04	1,999885
05	1,999890
06	1,999890
07	1,999880
08	1,999900
09	1,999905
10	1,999905

Tabela IV.4 - Estatística descritiva - Antes dos ensaios

Media aritmética	1,999893 kg
Desvio padrão	0,000009 kg
Variância	0,000000000090 kg^2

Tabela IV.5 - Peso padrão 2 kg - Após os ensaios

Medição	Peso (kg)
01	1,999925
02	1,999935
03	1,999930
04	1,999920
05	1,999905
06	1,999935
07	1,999915
08	1,999915
09	1,999920
10	1,999910

Tabela IV.6 - Estatística descritiva - Após dos ensaios

Media aritmética	1,999921 kg
Desvio padrão	0,000010 kg
Variância	0,000000000104 kg^2

Peso padrão de valor nominal de 5 kg

Tabela IV.7 - Peso padrão 5 kg - Antes dos ensaios

Medição	Peso (kg)
01	4,999865
02	4,999850
03	4,999870
04	4,999880
05	4,999860
06	4,999895
07	4,999885
08	4,999870
09	4,999880
10	4,999860

Tabela IV.8 - Estatística descritiva - Antes dos ensaios

Media aritmética	4,999872 kg
Desvio padrão	0,000014 kg
Variância	0,000000000184 kg^2

Tabela IV.9 - Peso padrão 5 kg - Após os ensaios

Medição	Peso (kg)
01	4,999850
02	4,999855
03	4,999850
04	4,999840
05	4,999860
06	4,999830
07	4,999845
08	4,999845
09	4,999830
10	4,999860

Tabela IV.10 - Estatística descritiva - Após dos ensaios

Media aritmética	4,999847 kg
Desvio padrão	0,000011 kg
Variância	0,000000000117 kg^2

Peso padrão de valor nominal de 10 kg

Tabela IV.11 - Peso padrão 10 kg - Antes dos ensaios

Medição	Peso (kg)
01	9,999930
02	9,999950
03	9,999935
04	9,999925
05	9,999935
06	9,999925
07	9,999925
08	9,999900
09	9,999915
10	9,999935

Tabela IV.12 - Estatística descritiva - Antes dos ensaios

Media aritmética	9,999928 kg
Desvio padrão	0,000013 kg
Variância	0,000000000179 kg^2

Tabela IV.13 - Peso padrão 10 kg - Após os ensaios

Medição	Peso (kg)
01	9,999875
02	9,999865
03	9,999870
04	9,999900
05	9,999875
06	9,999880
07	9,999865
08	9,999890
09	9,999865
10	9,999840

Tabela IV.14 - Estatística descritiva - Após dos ensaios

Media aritmética	9,999873 kg
Desvio padrão	0,000016 kg
Variância	0,000000000262 kg^2

Peso padrão de valor nominal de 20 kg

Tabela IV.15 - Peso padrão 20 kg - Antes dos ensaios

Medição	Peso (kg)
01	20,000065
02	20,000105
03	20,000095
04	20,000105
05	20,00011
06	20,00009
07	20,00006
08	20,000095
09	20,000095
10	20,000115

Tabela IV.16 - Estatística descritiva - Antes dos ensaios

Media aritmética	20,000094 kg
Desvio padrão	0,000018 kg
Variância	0,000000000328 kg^2

Tabela IV.17 - Peso padrão 20 kg - Após os ensaios

Medição	Peso (kg)
01	20,000180
02	20,000155
03	20,000210
04	20,000150
05	20,000130
06	20,000120
07	20,000105
08	20,000140
09	20,000175
10	20,000150

Tabela IV.18 - Estatística descritiva - Após dos ensaios

Media aritmética	20,000152 kg
Desvio padrão	0,000031 kg
Variância	0,000000000951 kg^2

V – DISCUSSÃO

V.1 VOLUME DO PICNÔMETRO

O volume do picnômetro obtido por meio dos ensaios foi:

$$\mathbf{V_P = 0{,}0057709 \pm 0{,}0000005\ m^3, ou\ 5770{,}9 \pm 0{,}5\ cm^3}$$

O volume especificado pelo fabricante é:

$$\mathbf{V = 5530{,}0 \pm 0{,}2\ cm^3}$$

A diferença entre o volume obtido por meio de ensaios e o volume especificado pelo fabricante pode ser explicada pelos seguintes motivos:

- Diferenças no manuseio;
- Temperaturas de medição distintas;
- Processos de enchimento do picnômetro executados de maneira diferente;
- Habilidade do operador.

A incerteza de medição obtida por ensaios é da mesma ordem de grandeza da incerteza de medição fornecida pelo fabricante do picnômetro.

O valor obtido por ensaios foi utilizado nos cálculos para avaliação da massa específica dos pesos padrão.

V.2 INCERTEZA TOTAL DE MEDIÇÃO DO MÉTODO D

A incerteza total de medição do Método D, de ensaio de massa específica de pesos padrão conforme recomendação internacional OIML R 111, foi obtida pela

Equação II.34, que fornece a incerteza expandida de medição, com um fator de abrangência k = 2. Esta incerteza é igual a:

$$\mathbf{U = 29\ kg/m^3}$$

Esta incerteza é composta pela incerteza para o Método D dada pela recomendação internacional OIML R 111, uma incerteza do Tipo B, igual a:

$$\mathbf{u_{\rho t} = 0{,}0000000003\ kg/m^3}$$

E pela incerteza devido a repetibilidade (Tipo A), igual a:

$$\mathbf{u_{rep} = 14{,}5\ kg/m^3}$$

A incerteza devido a repetibilidade foi obtida para uma medição apenas, ou seja $u_{rep} = s_p$.

A incerteza para o Método D contribui muito pouco com a incerteza total, pois seu valor é muito menor que a incerteza devido a repetibilidade, logo a incerteza devido a repetibilidade é a mais importante na composição da incerteza total de medição.

A incerteza para o método D é pequena porque os instrumentos utilizados para a medição da massa específica dos pesos padrão possuem uma exatidão alta e os pesos padrão utilizados são da classe E_2, uma classe de referência e bastante exata.

A incerteza devido a repetibilidade foi alta em comparação a incerteza total esperada para o ensaio que era de ± 15 kg/m^3, estimada pela recomendação internacional OIML R 111, mas está na mesma ordem de grandeza desta incerteza esperada. Esse distanciamento entre a incerteza obtida nos ensaios e a incerteza estimada pela recomendação internacional OIML R 111 é devido à maneira como o ensaio foi conduzido, ou seja, pela inexperiência do operador neste ensaio (falta de habilidade), pois esta foi à primeira vez que este ensaio foi executado no Brasil. Esse efeito da inexperiência do operador pode ser minimizado pela repetição dos ensaios até que a incerteza seja reduzida.

V.3 AVALIAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA DOS PESOS PADRÃO

Para avaliar a massa específica dos pesos padrão, os resultados de medição obtidos nos ensaios serão comparados com os limites especificados pela recomendação internacional OIML R 111.

As massas específicas dos pesos padrão ensaiados são mostradas na Tabela V.1.

Tabela V.1 - Massas específicas dos pesos padrão

Peso Padrão	Massa Específica
2 kg	7928 ± 29 kg/m^3
5 kg	7908 ± 29 kg/m^3
10 kg	8073 ± 29 kg/m^3
20 kg	7858 ± 29 kg/m^3

Os limites da recomendação internacional são dados pela Tabela V.2.

Tabela V.2 - Limites da recomendação internacional OIML R 111

Limite	Massa específica
Inferior	7810 kg/m^3
Superior	8210 kg/m^3

Os gráficos das Figuras V.1 a V.4 a seguir fazem as comparações entre as massas específicas medidas e os limites que constam da recomendação internacional OIML R 111.

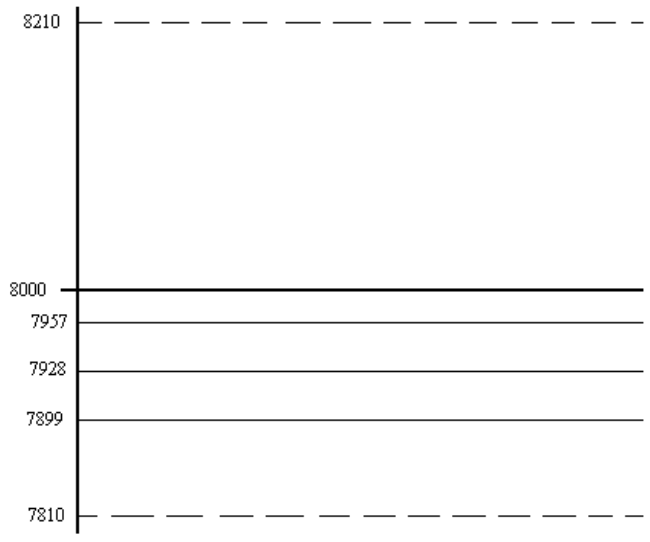

Figura V.1 - Comparação entre limites da recomendação R 111 x Resultados de medição da massa específica do peso padrão de 2 kg (valores em kg/m^3)

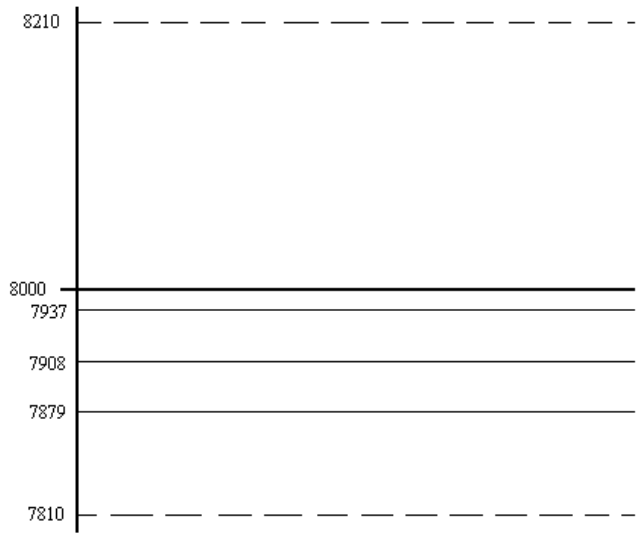

Figura V.2 - Comparação entre limites da recomendação R 111 x Resultados de medição da massa específica do peso padrão de 5 kg (valores em kg/m^3)

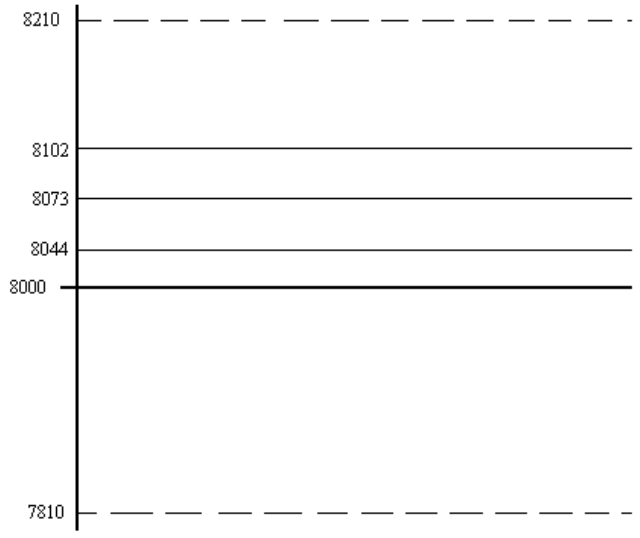

Figura V.3 - Comparação entre limites da recomendação R 111 x Resultados de medição da massa específica do peso padrão de 10 kg (valores em kg/m^3)

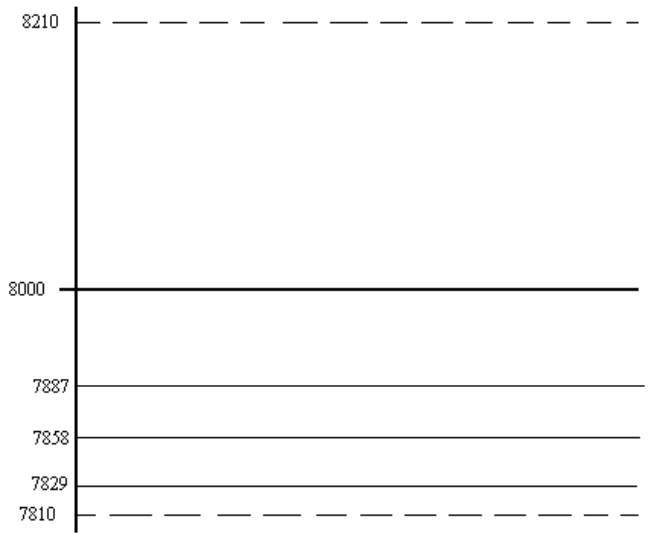

Figura V.4 - Comparação entre limites da recomendação R 111 x Resultados de medição da massa específica do peso padrão de 20 kg (valores em kg/m^3)

É possível constatar que todos os pesos padrão encontram-se com suas respectivas massas específica dentro dos limites estabelecidos pela recomendação internacional OIML R 111.

Todos os pesos padrão utilizados têm seu modelo aprovado no exterior pela recomendação internacional OIML R 111, logo, o fato deles terem sua massa específica dentro dos limites comprova que o ensaio foi executado de maneira satisfatória. Neste caso, a falta de habilidade do operador não prejudicou a avaliação da massa específica dos pesos padrão.

V.4 EFEITO DO ENSAIO DE AVALIAÇÃO DE MASSA ESPECÍFICA NOS PESOS PADRÃO

Para se avaliar o efeito do ensaio de massa específica nos pesos padrão foram efetuadas medições das massas dos pesos padrão antes e após os ensaios de avaliação da massa específica. Estas medições são amostras que serão analisadas estatisticamente.

Para analisar as amostras será utilizada a inferência estatística para verificar se as médias das populações, aqui chamadas de μ_x e μ_y, medições antes do ensaio e

medições depois do ensaio, respectivamente, são iguais. Para isso será feito um teste de hipóteses, conhecido como teste t para diferenças entre médias e algumas suposições são feitas:

- A distribuição de probabilidade das amostras segue a distribuição normal;
- Os experimentos são dependentes, ou em par, ou seja, a mesma característica foi medida em condições diferentes;

As hipóteses são as seguintes:

H_0: $(\mu_x - \mu_y) = 0$ (médias das populações são iguais)

H_1: $(\mu_x - \mu_y) \neq 0$ (médias das populações não são iguais)

O nível de significância (α) é igual a 0,05, ou seja, 95 % de confiança.

Os cálculos foram efetuados pelo programa computacional Microsoft Excel®.

Os resultados do teste são mostrados na Tabela V.3.

Tabela V.3 - Resultados do teste t em par para médias

Peso Padrão	*Valor p*	α	Resultado
2 kg	0,00015	0,05000	As médias podem não ser iguais
5 kg	0,00824	0,05000	As médias podem não ser iguais
10 kg	0,00007	0,05000	As médias podem não ser iguais
20 kg	0,00042	0,05000	As médias podem não ser iguais

Por meio do teste estatístico constatou-se que as médias podem não ser iguais, ou seja, a hipótese nula (H_0) foi rejeitada em todos os testes.

Este resultado demonstra que o procedimento de medição da massa específica pode ter causado alguma alteração na massa dos pesos padrão.

Esta alteração pode ser causada pelo acúmulo de água destilada nas ranhuras microscópicas que existem na superfície do peso padrão. Para que este efeito do ensaio de massa específica seja minimizado, além de secar muito bem o peso padrão, o padrão deve ficar em um ambiente com umidade relativa baixa e controlada durante algum tempo, antes de ser calibrado. Este tempo não deve ser menor que 24 horas, que é o tempo usual de estabilização do peso padrão da classe E_2.

VI – CONCLUSÕES

Observou-se que, conforme análise estatística, os pesos padrão podem apresentar alterações de massa, antes e depois do ensaio, mas que de forma alguma impossibilitariam os pesos de serem recalibrados e reutilizados, apenas deveria ser dado um tempo de estabilização (não menos que 24 horas), em ambiente com umidade relativa do ar controlada em torno de 50 %, para que os resíduos de água destilada que se acumulam nas ranhuras microscópicas dos pesos padrão possam evaporar naturalmente.

Quanto à influência do ensaio de massa específica nos pesos padrão conclui-se que não é significativa em curto prazo de tempo. Seria necessário um acompanhamento em longo prazo de um conjunto de pesos padrão submetido aos ensaios de massa específica para se avaliar melhor a influência do ensaio.

O processo de medição da massa específica foi demorado e a falta de experiência do operador resultou numa incerteza de medição maior que a esperada.

Entretanto, os resultados da medição da massa específica dos pesos padrão foram satisfatórios, porque todos os resultados de medição encontrados estavam dentro dos limites estabelecidos pela recomendação internacional OIML R 111 e os pesos padrão avaliados já tinham sido aprovados pela recomendação internacional OIML R 111 na Europa, logo os resultados das medições de massa específica deviam estar dentro dos limites estabelecidos pela recomendação.

Com tudo que foi exposto pode se concluir que o processo de medição de massa específica de pesos padrão utilizando o método D da recomendação internacional OIML R 111 pode ser utilizado para avaliar a massa específica de pesos padrão da classe E_2

fabricados no país; podendo inclusive ser utilizado para avaliar pesos padrão da classe F_1, desde que não possuam câmara de ajustagem; com massas nominais de 2kg a 20kg, sem prejuízo para o peso padrão e com confiabilidade, desde que o operador seja devidamente treinado para a execução deste ensaio e que se obedeça ao tempo de estabilização antes de calibrar o peso padrão, a próxima etapa do processo de aprovação de modelo de peso padrão.

VII – BIBLIOGRAFIA

[1] OIML Recommendation TC 9/SC 3 (USA), revision of R 111. **Weights of classes E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} and M_3, part 1: metrological and technical requirements**. OIML, France, 84 p. 29 Jan. 2004.

[2] BRASIL. **Portaria INMETRO n.º 233, de 22 de dezembro de 1994**. Aprovar o Regulamento Técnico Metrológico estabelecendo as condições que deverão ser observadas na fabricação e utilização de pesos padrão. República Federativa do Brasil, Ministério da Indústria, do Comércio e do Turismo, Brasília, DF, 22 dez. 1994.

[3] INMETRO. **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia.** 3. ed. Rio de Janeiro: 75 p. INMETRO, 2003.

[4] BIPM. **History of Metrology**. Internet, França, 2004. Disponível em: <http://www1.bipm.org/en/bipm/metrology/history.html>. Acesso em 05 Ago. 2004.

[5] BIPM. **The role of the BIPM**. Internet, França, 2004. Disponível em: <http://www1.bipm.org/en/bipm/metrology/role_bipm.html>. Acesso em 05 Ago. 2004.

[6] BIPM. **What's Metrology?** Internet, França, 2004. Disponível em: <http://www1.bipm.org/en/bipm/metrology/index.html>. Acesso em 05 Ago. 2004.

[7] INMETRO. **Vocabulário de metrologia legal.** 3. ed. Rio de Janeiro: 27p. INMETRO, 2003.

[8] Birch, John. **Benefit of Legal Metrology for the Economy and Society**. France: 83p. OIML, 2003.

[9] OIML. **OIML Introduction and Presentation.** Internet, França, 2004. Disponível em: <http://www.oiml.org/information/presentation.html>. Acesso em 05 Ago. 2004.

[10] Alves, Marcelo Lima. **Efeito da medição de rugosidade na massa de padrões de massa classe F2.** M.Sc. (Mestrado em Metrologia para a qualidade industrial) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 130p. Rio de Janeiro. 2002.

[11] R. M. Schoonover, R. S. Davis. **Quick and Accurate Density Determination of Laboratory Weights**. In: Conference IMEKO Technical Committee TC3 on Measurement of Force and Mass, 8th, 1980, Krakow, Poland. Proceedings... Paper in: "Weighing Technology", Poland: Zaklad Poligraficzny Wydawnictwa, 1980.

[12] Kobata T., Ueki M., Nezu Y., Ooiwa A., Ishii Y. **Characterization of an acoustic volumeter for measuring the volume of weights**. In: IMEKO WORLD CONGRESS, 15th, 1999.

[13] Ueki M., Kobata T., Mizushima S., Nezu Y., Ooiwa A., Ishii Y. **Application of an acoustic volumeter to standard weights**. In: IMEKO WORLD CONGRESS, 15th, 1999.

[14] INMETRO. **Guia para a expressão da incerteza da medição**. 3 ed. Rio de Janeiro: 120 p. ABNT, INMETRO, 2003.

[15] Croarkin C. **An Extended Error Model for Comparison Calibration**. Metrologia, 26, 107. 1989.

[16] Cruz, Uilson C., Filho, Eurico G. P., Paraguassu, Luiz H. **Metrologia em Massa – Conceitos e Noções Fundamentais**. Rio de Janeiro: 41p. INMETRO, 1989.

[17] Mathis, F. **P20Density Administration Manual version 1.0.1**. Greifensee, Switzerland: Mettler Toledo GmbH, 59 p. 2004.

[18] Mathis, F. **P20Density Operator's Manual version 1.0.1**. Greifensee, Switzerland: Mettler Toledo GmbH, 21 p. 2004.

[19] Davis R. S. **Equation for the determination of the density of moist air**. Metrologia, 29, 251. 1991.

[20] Giacomo P. **Equation for the determination of the density of moist air**. Metrologia, 18, 33. 1982.

[21] Tanaka M., Gerard G., Davis R., Peuto A., Bignell N. **Recommended table for the density of water between 0 °C e 40 °C based on recent experimental reports**. Metrologia, 38, 301-309. 2001.

[22] Silva, Paulo Afonso Lopes da. **Probabilidades & Estatística**. 1. ed. Rio de Janeiro: 174p. Reichmann & Affonso Editores, 1999.

VIII – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

As sugestões são as seguintes:

1) A medição da massa específica utilizando-se outros métodos descritos na recomendação internacional R 111 e neste trabalho, como o A, B ou C.
2) O estudo do efeito do magnetismo sobre os pesos padrão, também abordado na recomendação internacional R 111.
3) Acompanhamento em longo prazo do efeito do ensaio de massa específica nos pesos padrão.