

UTILIZAÇÃO DE DUAS METODOLOGIAS DE CÁLCULO DA ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO CITADAS NO ISO GUM 95, PARA DETERMINAÇÃO DO VOLUME DE UM VASO PADRÃO USADO NA CALIBRAÇÃO DE MEDIDORES DE VAZÃO

José Júlio Pinheiro dos Santos Júnior¹, Dalni Malta do Espírito Santo Filho¹, Claudio Roberto da Costa Rodrigues¹, Alex Pablo Ferreira Barbosa¹, Paulo Roberto Guimarães Couto², Leonardo Rodrigues Cinelli²

¹ Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, Divisão de Metrologia Mecânica, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém, Duque de Caxias, R.J., CEP 25250-020, Brasil, e-mail laflu@inmetro.gov.br

² Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, Divisão de Metrologia Mecânica, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém, Duque de Caxias, R.J., CEP 25250-020, Brasil, e-mail lapre@inmetro.gov.br

Resumo: As medidas de capacidade de volume são utilizadas para comercialização de líquidos, para verificação e aprovação de modelos na metrologia legal, para calibração de medidores de vazão e totalizadores de volume, e em outras aplicações. Assim sendo, a medição de volume é um fator importante para a garantia da qualidade de produtos e serviços em muitos processos produtivos, nos ensaios e nas calibrações, tendo importância, em termos financeiros. Instrumentos de baixa qualidade ou inadequados podem causar grandes prejuízos financeiros. Por exemplo, para a produção nacional de petróleo no Brasil, que é próxima de 2 milhões de barris de petróleo diários, se considerarmos um valor de 40 dólares por barril, teremos uma produção estimada de 80 milhões de dólares por dia. Se houver 1% de erro nas medições realizadas com os medidores de vazão, o prejuízo diário será de cerca de 800.000 dólares e o prejuízo anual será de cerca de 290 milhões de dólares [1]. Este artigo apresenta duas metodologias para o cálculo da incerteza de medição que visam a avaliar a contribuição de cada grandeza na incerteza final do volume. Ambas as metodologias são mencionadas no ISO- GUM 95 [2]. A primeira delas é a analítica (um processo que calcula as incertezas através de derivadas parciais); a outra é a metodologia numérica (um processo que é mencionado com mais ênfase pelo EURACHEM – 2000 [3], que utiliza aproximações numéricas ao invés de derivadas para calcular as incertezas).

Palavras chave: metodologia analítica, metodologia numérica, volume, vazão, vaso-padrão.

1. INFORMAÇÕES BÁSICAS

Nas indústrias utilizam-se Vasos-Padrão para calibração de medidores de vazão através do método volumétrico. É importante salientar que o volume do vaso já é previamente conhecido. Na calibração de um vaso, pode-se, por exemplo, utilizar o método gravimétrico, com o objetivo de se encontrar a melhor estimativa para o cálculo da incerteza do volume. Nesta calibração, o volume nas condições de trabalho está associado às seguintes grandezas: massa do vaso, temperatura do líquido de trabalho nas condições ambientais, massa específica do líquido, massa

específica do ar, coeficiente de dilatação volumétrico do material do vaso a ser calibrado, coeficiente de dilatação volumétrica do visor do vaso, temperatura de referência e as condições ambientais.

2. MENSURANDO E GRANDEZAS DE ENTRADA

Na calibração do instrumento, vaso padrão, o mensurando é o volume do líquido que entra no instrumento.

Temos a equação adaptada do MB3119 [4]:

$$V_L(T_{REF}) = \frac{M_L}{\rho_L - \rho_a} \cdot \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b}\right) \cdot [1 - \alpha_C \cdot (T - T_{REF})] \quad (1)$$

α_c é o coeficiente volumétrico da expansão térmica do material do instrumento a calibrar em $^{\circ}\text{C}^{-1}$;

T é a temperatura do vaso para transferir, expressa em $^{\circ}\text{C}$;

T_{REF} é a temperatura de referência.

ρ_L é a massa específica da água durante a medição da sua massa;

ρ_a é a massa específica do ar;

ρ_b é a massa específica do peso que calibrou a balança;

ρ_{ab} é a massa específica do ar durante a calibração da balança

M_L é a indicação da balança da massa da água transferida ou dispensada.;

2.1 Massa Específica do Líquido

A massa específica para a água é obtida pelo polinômio abaixo

$$\rho_L(T_L) = \sum_{i=0}^4 a_i \cdot t_L^i + \delta\rho_L \quad (2)$$

Onde:

As constantes da água são

a_0 é igual a $999,853\ 08\ \text{kg/m}^3$;

a_1 é igual a $6,326\ 93 \times 10^{-2}\ ^{\circ}\text{C}^{-1}\ \text{kg/m}^3$;

t_L^i é a temperatura do líquido em $^{\circ}\text{C}$.

a_2 é igual a $-8,523\ 829 \times 10^{-3}\ ^{\circ}\text{C}^{-2}\ \text{kg/m}^3$;

a_3 é igual a $6,943\ 248 \times 10^{-5}\ ^{\circ}\text{C}^{-3}\ \text{kg/m}^3$;

a_4 é igual a $-3,821216 \times 10^{-7}\ ^{\circ}\text{C}^{-4}\ \text{kg/m}^3$.

$\delta\rho_L$ é a variação da massa específica da água

2.2 Massa Específica do Ar

A massa específica do ar ρ_a , expressa em kg/m^3 , é calculada por [5]:

Onde:

$$\rho_a = \frac{k_1 \cdot P_a + \phi \cdot (k_2 \cdot T_a + k_3)}{T_a + T_{a0}} + \delta\rho_a \quad (3)$$

T_{a0} é igual a $273,15\ ^{\circ}\text{C}$;

P_a é a pressão atmosférica, expressa em hectopascal (hPa);

k_2 é igual a $-0,00252\ \text{kg m}^{-3}$;

k_3 é igual a $0,020\ 582\ \text{kg m}^{-3}\ ^{\circ}\text{C}$;

ϕ é a umidade relativa, expressa em porcentagem (%);

T_a é a temperatura do ar ambiente, expressa em ($^{\circ}\text{C}$);

$\delta\rho_a$ é variação devido ao gradiente e alteração da ρ_a durante a calibração, expressa em (kg m^{-3}).

Das equações anteriores, tem-se:

$$V_L(T_{\text{REF}}) = \frac{M_L}{\left(\delta\rho_L + \sum_{i=0}^4 a_i(T)^i\right) - \rho_a} \cdot \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b}\right) \cdot \left[1 - \alpha_c \cdot (T_v - T_{\text{REF}})\right] + \delta V_h + \delta V_e + \delta V_a \quad (4)$$

Onde:

M_L é a indicação da balança da massa da água transferida ou dispensada.;

(obs.: supondo-se que a correção do certificado da balança é sempre a mesma para todas as pesagens);

$V_L(T_{REF})$ Volume do instrumento a calibrar na temperatura de referência;

α_C é o coeficiente volumétrico da expansão térmica do material do instrumento a calibrar em $^{\circ}C^{-1}$;

T é a temperatura do Vaso para transferir, expressa em $^{\circ}C$;

T_{REF} é temperatura de referência em $^{\circ}C$;

δV_h é a diferença entre o nível de líquido no vaso e no visor;

δV_e é o erro devido à resolução na leitura do instrumento a calibrar;

δV_a é a contribuição aleatória;

ρ_b é a massa específica do peso padrão que calibrou a Balança.

$T_L = T_v - T_{REF}$ é a temperatura da água dentro do dispositivo para transferir ou dispensar;

T_v é a temperatura do recipiente. Como durante a calibração a temperatura da água e do recipiente eram próximas, foi considerada igual a T;

T_{ab} é a temperatura do ar ambiente durante a calibração da balança, expressa em $^{\circ}C$;

O cálculo dos coeficientes de sensibilidade torna-se mais simples, se forem calculadas a incerteza da massa de água (M_L), massa específica da água (ρ_L) e massa específica do ar (ρ_a) separadamente do que considerar todas as grandezas e parâmetros numa única equação.

3. MÉTODOLOGIA UTILIZADA

São mostradas, neste trabalho, duas metodologias (das três recomendadas pelo ISO-GUM) para avaliar a incerteza de um resultado de medição. São elas o método clássico e o método de simulação numérica, como recomendado pelo Eurachem / Citac[3].

O método clássico [2] avalia a estimativa da incerteza de medição em 5 etapas: definição do mensurando, avaliação das incertezas padrão das grandezas de entrada, determinação da incerteza padrão combinada, cálculo dos graus de liberdade efetivos e determinação da incerteza expandida.

O método de simulação numérica [2],[3],[6] estabelece um procedimento diferente para o cálculo da incerteza combinada.

De forma genérica, teríamos para a simulação numérica:

$$y = \frac{x - z}{w} \quad (5)$$

$$y' = \frac{(x + \Delta x) - z}{w} \quad (6)$$

$$y'' = \frac{x - (z + \Delta z)}{w} \quad (7)$$

$$y''' = \frac{x - z}{w + \Delta w} \quad (8)$$

$$\Delta y' = |y - y'| \quad (9)$$

$$\Delta y'' = |y - y''| \quad (10)$$

$$\Delta y''' = |y - y'''| \quad (11)$$

O cálculo da incerteza combinada, neste caso, é definido por

$$u_c(y) = \sqrt{(\Delta y')^2 + (\Delta y'')^2 + (\Delta y''')^2} \quad (12)$$

A partir do cálculo da incerteza combinada, utilizam-se novamente as etapas da simulação clássica.

Para o cálculo do volume teríamos, então:

$$V_m = \left(\frac{m + \mu_m}{\rho_L - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b} \right) \left[1 - \alpha(T - T_{REF}) \right] \quad (13)$$

$$V_L = \left(\frac{m}{(\rho_L + \mu_L) - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_b} \right) \left[1 - \alpha(T - T_{REF}) \right] \quad (14)$$

$$V_a = \left(\frac{m}{\rho_L - (\rho_a + \mu_a)} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b} \right) \left[1 - \alpha(T - T_{REF}) \right] \quad (15)$$

$$V_{ab} = \left(\frac{m}{\rho_L - (\rho_a)} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab} + \mu_{ab}}{\rho_b} \right) \left[1 - \alpha(T - T_{REF}) \right] \quad (16)$$

$$V_b = \left(\frac{m}{\rho_L - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b + \mu_b} \right) \left[1 - \alpha(T - T_{REF}) \right] \quad (17)$$

$$V_\alpha = \left(\frac{m}{\rho_L - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b} \right) \left[1 - (\alpha + \mu_\alpha)(T - T_{REF}) \right] \quad (18)$$

$$V_T = \left(\frac{m}{\rho_L - \rho_a} \right) \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_b} \right) \left[1 - \alpha(T + \mu_T - T_{REF}) \right] \quad (19)$$

A determinação da incerteza, então, fica

$$u_c(y) = \sqrt{(\Delta V_m)^2 + (\Delta V_L)^2 + (\Delta V_a)^2 + (\Delta V_b)^2 + (\Delta V_{ab})^2 + (\Delta V_\alpha)^2 + (\Delta V_T)^2} \quad (20)$$

4 - RESULTADOS OBTIDOS E ANÁLISE

Nas tabelas de 1 e 2 abaixo são mostradas as contribuições [2],[7] de cada grandeza de entrada considerada nas calibrações feitas com água destilada.

Tab.1-Grandezas de entrada para calibração com água (ISO GUM)

Grandezas de Entrada	Valor Estimado	Incerteza Padrão	Distribuição de probabilidade	Coefficiente de Sensibilidade	Contribuição para Incerteza
X_i	x_i	$u(x_i)$		c_i	$u_i(y)$
M_L	1.941,12	5,000E-03	normal	1,003E+00	$5,017 \times 10^{-3}$
ρ_b	7,9	1,155E-01	retangular	3,741E-02	$4,320 \times 10^{-3}$
T_{LV}	19,816	1,915E-01	normal	3,331E-01	$6,380 \times 10^{-2}$
α	0,000033	6,928E-06	retangular	2,96E+04	$2,048 \times 10^{-1}$
P_a	1013,846750	7,350E-01	normal	2,03E-03	$1,491 \times 10^{-3}$
ϕ	58,5	1,676E+00	normal	-1,75E-04	$-2,940 \times 10^{-4}$
T_a	20,13	6,934E-02	normal	-7,83E-03	$-5,432 \times 10^{-4}$
k_1	0,348444	5,774E-07	retangular	5,90E+00	$3,407 \times 10^{-6}$
k_2	0,002520	5,774E-06	retangular	-6,85E+00	$-3,956 \times 10^{-5}$
k_3	0,020582	5,774E-07	retangular	3,40E-01	$1,966 \times 10^{-7}$
k_4	273,150000	5,774E-03	retangular	-6,98E-03	$-4,027 \times 10^{-5}$
δV_e	-	1,153E+00	retangular	1,00E+00	$1,153 \times 10^0$
δV_d	-	1,753E-01	retangular	1,00E+00	$1,753 \times 10^{-1}$
δV_a	-	3,638E-01	-	1,00E+00	$3,638 \times 10^{-1}$

Tab.2-Grandezas de entrada para calibração com água simulação numérica

Grandezas de Entrada	Valor Estimado	Incerteza Padrão	Distribuição de probabilidade	Coefficiente de Sensibilidade	Contribuição para Incerteza
X_i	x_i	$u(x_i)$		c_i	$u_i(y)$
M_L	1941,116	$5,000 \times 10^{-3}$	normal	-	$5,017 \times 10^{-3}$
T_L	19,816	$1,915 \times 10^{-1}$	normal	-	$6,841 \times 10^{-2}$
ρ_b	7,9	$1,155 \times 10^{-1}$	retangular	-	$4,257 \times 10^{-3}$
α_v	0,000033	$6,928 \times 10^{-6}$	retangular	-	$2,048 \times 10^{-1}$
ϕ	58,50	$1,676 \times 10^0$	normal	-	$2,942 \times 10^{-4}$
T_a	20,125	$1,071 \times 10^{-1}$	normal	-	$7,605 \times 10^{-4}$
k_1	0,348444	5,774E-07	retangular	-	$3,407 \times 10^{-6}$
k_2	0,002520	5,774E-06	retangular	-	$3,958 \times 10^{-5}$
k_3	0,020582	5,774E-07	retangular	-	$1,966 \times 10^{-7}$
k_4	273,150000	5,774E-03	retangular	-	$4,027 \times 10^{-5}$
P_a	1013,847	$6,836 \times 10^{-1}$	normal	-	$1,386 \times 10^{-3}$
δV_e	-	$1,153 \times 10^0$	retangular	-	$1,153 \times 10^0$
δV_h	-	$1,753 \times 10^{-1}$	retangular	-	$1,753 \times 10^{-1}$
δV_a	-	$3,638 \times 10^{-1}$	-	-	$3,638 \times 10^{-1}$

4.1 Análise dos Resultados

Tab.3- resultados da incerteza expandida do volume transferido obtidos segundo guia ISO/GUM

Fluido: Água Destilada	Volume	Incerteza Expandida	Incerteza Combinada	Fator de Abrangência k	Grau de Liberdade Efetivo γ_{eff}	Incerteza Relativa
Métodos	cm ³	(cm ³)	(cm ³)			%
ISO - GUM	1.947,592	2,806	1,4029	2	1,548x 10 ³	0,144
Simulação Numérica	1.947,592	2,806	1,4031	2	1,991x 10 ³	0,144

5.CONCLUSÕES

Quaisquer dos métodos, no caso estudado, podem ser utilizados sem afetar o resultado final. Assim, há o atendimento ao item de validação de métodos da NBR ISO IEC 17025 [9].

As grandezas de entrada que mais contribuem em ambos os métodos são as mesmas (a diferença entre o nível de líquido no vaso e no visor, o erro devido à resolução na leitura do instrumento a calibrar, a contribuição aleatória e o coeficiente volumétrico da expansão térmica do material do instrumento a calibrar.

O método de simulação numérica é mais simples de ser aplicado do que o clássico. Este fato possibilita que mais pessoas do laboratório tenham acesso à estimativa da incerteza de medição. Assim, técnicos experimentados que não detêm o conhecimento de cálculo diferencial, mas que, por outro lado, conhecem bastante as grandezas de entrada que compõem a calibração, poderão contribuir com sugestões para ajustar a distribuição de probabilidade. É, portanto, um método mais pragmático para os laboratórios e para a indústria.

6.REFERÊNCIAS

- [1] Palhares, J.C.M. Metrologia 2000 International Conference on Advanced Metrology
- [2] Guide to Expression of Uncertainty in Measurement - ISO GUM, 1995.
- [3] Versão Brasileira do Documento de Referência EA-4/02 (Referência Original do Editor: EAL-R2) Expressão da Incerteza de Medição na Calibração.
- [4] MB 3119 – Vidraria Volumétrica de Laboratório – Métodos de Aferição da capacidade e de utilização - 1989
- [5] ISO/TR 20461 Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method – First Edition 2000-11-01

- [6] Couto, P.R.G, Oliveira, J.S., Cinelli, L.R., Algumas Considerações sobre as Metodologias de Cálculo da Incerteza de Medição Citadas no ISO-GUM 95
- [7] Couto, P.R., Guimarães, 2002, "Curso de Incerteza de Medição de Análises Químicas". Curso realizado no Inmetro.
- [8] NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração

Autores: M.Sc. José Júlio dos Santos Júnior, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Fluidos), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9028, jjunior@inmetro.gov.br

M.Sc. Dalni Malta do Espirito Santo Filho, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Fluidos), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9041, dsfilho@inmetro.gov.br

B.Sc. Claudio Roberto da Costa Rodrigues, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Fluidos), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9041, crrodrigues@inmetro.gov.br

B.Sc. Alex Pablo Barbosa, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Fluidos), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9028, apbarbosa@inmetro.gov.br

M.Sc. Paulo Roberto Guimarães Couto, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Pressão), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9042, prcouto@inmetro.gov.br

M.Sc. Leonardo Rodrigues Cinelli, Inmetro (Diretoria de Metrologia Científica e Industrial / Divisão de Metrologia Mecânica / Laboratório de Pressão), Av. Nossa Senhora das Graças, 50, CEP 25250-020, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, Tel 55 (21)2679-9046, lrcinelli@inmetro.gov.br