

INVESTIGAÇÃO DA REPRODUTIBILIDADE DE RESULTADOS DE MEDIÇÃO DA RUGOSIDADE DE MASSAS PADRÃO CLASSE F2

*Marcelo Lima Alves*¹, *Marcelo Castilho de Freitas*², *Luiz Roberto Oliveira da Silva*³

¹ INMETRO, Diretoria de Metrologia Legal, Divisão de Massas, Rio de Janeiro, Brasil

² INMETRO, Diretoria de Metrologia Legal, Divisão de Massas, Rio de Janeiro, Brasil

⁴ CEFET-RJ, Departamento de Engenharia Mecânica, Rio de Janeiro, Brasil

Resumo: O presente trabalho tem como objetivo a avaliação da reprodutibilidade na medição da rugosidade em padrões de massa classe F2, investigando a viabilidade de medições em campo (in loco) de massas anteriormente medidas no laboratório. As medições estão em conformidade com às exigências da Recomendação Internacional R111 da Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) e às normas ISO/97, referentes ao assunto.

Palavras chave: reprodutibilidade, metrologia, investigação, rugosidade.

1. INTRODUÇÃO

Recentemente a Organização Internacional de Metrologia Legal – OIML, apresentou uma revisão da recomendação internacional OIML R111 [4], que é a base para a elaboração dos regulamentos nacionais, além disso, o Brasil é signatário e um membro atuante desta organização.

Pelo acima exposto, surgiu a necessidade de se estabelecer e implementar um estudo para avaliar a rugosidade, ou seja, textura superficial das massas padrão, que é uma característica física analisada na aprovação de modelo.

A avaliação da rugosidade da superfície se aplica somente as massas das classes E1, E2, F1 e F2, verificando se estas massas estariam atendendo as exigências da OIML R111.

Assim sendo, foi selecionada uma coleção de massas padrão classe F2, com valores nominais compreendidos entre 1mg até 10 kg, sendo ensaiadas em laboratório e em seguida repetidas nas dependências do fabricante, as medições foram feitas na massa de 0,02g - Medindo-se Ra e Rz.

2. METODOLOGIA

A estabilidade da massa de um padrão de massa é altamente dependente da estrutura da superfície do padrão de massa. Uma superfície suave tem uma área eficaz menor e coleta menos “sujeira” do que uma superfície rugosa. Uma vez que a superfície tenha se contaminado, a superfície suave é mais fácil de limpar. Pode-se, portanto, esperar que um padrão de massa com uma superfície suave seja mais estável do que um padrão de massa com uma superfície rugosa, as outras características permanecendo iguais.

Também é importante que a superfície do padrão de massa seja limpa durante a avaliação da rugosidade da superfície.

Para padrões de massa novos, sem arranhões visíveis, a rugosidade da superfície pode ser quantificada de um modo bem definido. Para superfícies com muitos arranhões, é mais difícil. Em metrologia dimensional, a rugosidade da superfície é diferenciada de modo claro de defeitos de superfície, tais como arranhões, no entanto, espera-se que os arranhões colem sujeira se o padrão de massa for exposto a ela, logo a quantidade de arranhões deve ser avaliada em paralelo com a rugosidade da parte não arranhada da superfície.

2.1. Avaliação Geral

A avaliação da rugosidade de um padrão de massa é realizada primeiro por inspeção visual; no entanto, para os padrões de massa das classes E e F, utilizando-se rugosímetros.

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

2.2. Ensaios

Equipamentos para ensaio no laboratório:

- Um ambiente bem iluminado;
- Luvas de laboratório;
- Roupas sem fibras de algodão;
- Microscópio 40 vezes;
- Rugosímetro (0,4 N força vertical) conforme a definição constante da norma ISO 3274.

Obs: Condições controladas de temperatura, pressão e umidade.

Equipamentos para ensaio em campo:

- Roupas sem fibras de algodão;
- Rugosímetro (tipo pocket) conforme a definição constante da norma ISO 3274;

Para um padrão de massa novo:

Medição para o ensaio no laboratório:

- Inspeccionar no microscópio a superfície do padrão de massa;
- observar quaisquer “dings” ou “dents” em sua superfície ou arranhão profundo;
- a superfície deve ser suave;
- as bordas devem ser arredondadas;
- para as classes E e F: a superfície deve ser polida (glossy);
- para todas as classes, de 1 g a 10 kg, a superfície não deve ser porosa;
- iniciar a medição.

Medição para o ensaio em campo:

- Inspeccionar visualmente a superfície do padrão de massa;
- iniciar medição.

Ao reportar os resultados, relate sua avaliação nas formas existentes: formato do relatório de ensaio, indicando inspeção visual.

Procedimento de medição (preparação)

- Limpar a superfície do exemplar para comparação com tecido limpo, sem fibra de algodão, ensopado com álcool. Se a superfície do padrão de massa não parecer estar limpo, terá que ser limpo também (Nota: a limpeza pode mudar a massa de um padrão de massa significativamente).
- Olhar simultaneamente para as duas superfícies em diferentes ângulos.
- Avaliar se a rugosidade do peso parece ser menor ou maior de que a seção particular do exemplar de comparação de rugosidade.
- Repetir com diferentes amostras dentro do exemplar de comparação e determinar o limite superior.

Relatando os resultados

A medição de rugosidade

Esta seção se aplica somente a padrão de massa para os quais a conformidade com a exigência de rugosidade de superfície não pode ser avaliada sem uma dúvida pelo exame visual. Antes do uso, o instrumento com estilete deve ser adequadamente calibrado usando-se exemplares de calibração certificados de acordo com a norma ISO 5436 [28]. Outros instrumentos podem ser usados somente se a rastreabilidade à unidade de comprimentos foi documentada.

Procedimento de medição da rugosidade superficial (igual para ensaio em campo e laboratório), de acordo com a norma ISO 4288 [31]

- Fazer pelo menos 6 medições:

- Duas sobre a superfície de topo do plano, e
- quatro sobre a superfície plano.

- Não incluir arranhões ou outros defeitos de superfície nos perfis traçados.
- Todos os valores medidos da rugosidade de superfície, Rz ou Ra, devem ser menores do que os valores máximos especificados pela tabela 1 abaixo.

Ao reportar os resultados, registrar os valores de Ra e Rz.

Tabela 1. Valores máximos de rugosidade

Classe	F1	F2
Rz (µm)	2	5
Ra (µm)	0,4	1

3. RESULTADOS

3.1 Resultados dos ensaios de rugosidade no laboratório

As condições ambientais medidas durante os ensaios no laboratório:

- Temperatura = 23 ± 2 °C
- Umidade = 59 ± 5 %

Tabela 2. Rugosidade nas massas 0,02g (no laboratório)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g	
	Ra	Rz
1	0,20	2,0
2	0,45	6,3
3	0,38	4,3
4	0,15	1,9
5	0,31	3,6
6	0,23	2,2
7	0,14	1,4
8	0,34	1,9
Média	0,275	2,950
DesvPad	0,1125	1,6708

3.2 Resultados dos ensaios de rugosidade em campo

As condições ambientais medidas durante os ensaios em campo:

- Temperatura = 35 ± 6 °C
- Umidade = 65 ± 5 %

Tabela 3. Rugosidade na massa 0,02g (em campo)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g	
	Ra	Rz
1	0,31	3,5
2	0,45	5,3
3	0,38	4,8
4	0,58	3,9
5	0,31	5,1
6	0,74	3,5
7	0,55	7,5
8	0,35	3,6
Média	0,459	4,650
DesvPad	0,1533	1,3670

4. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

4.1 Teste para a verificação da normalidade dos resultados

Foi efetuada uma análise estatística para a verificação da normalidade da distribuição dos valores da rugosidade nos parâmetros Ra e Rz. Para esta análise estatística dos resultados, adotou-se o cálculo do coeficiente de assimetria

(\hat{S}) de acordo com Lapponi [16], apresentado na equação abaixo:

$$\hat{S} = \frac{n}{(n-1)(n-2)} \cdot \sum_{i=1}^n \left(\frac{X_i - \bar{X}}{S_X} \right)^3 \quad (1)$$

Tabela 4. Análise da normalidade na massa (medições no laboratório)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g	
	Ra	Rz
1	0,20	2,0
2	0,45	6,3
3	0,38	4,3
4	0,15	1,9
5	0,31	3,6
6	0,23	2,2
7	0,14	1,4
8	0,34	1,9
	0,255	1,348

Tabela 5. Análise da normalidade na massa (medições em campo)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g*	
	Ra	Rz
1	0,31	3,5
2	0,45	5,3
3	0,38	4,8
4	0,58	3,9
5	0,31	5,1
6	0,74	3,5
7	0,55	7,5
8	0,35	3,6
	0,255	1,848

É possível observar, na tabela 4 e na tabela 5, que os valores de \hat{S} , 1,348 e 1,848, respectivamente, são superiores a +1,0, fazendo com que as distribuições se tornem altamente assimétricas, de acordo com o critério estabelecido por Spiegel [15]. Optou-se, então, por aplicar CHAUVENET, para descartar valores inconsistentes.

4.2 Critério de aceitação de um resultado (CHAUVENET).

Não é raro, ao analisar uma série de medições, que alguns dados pareçam errados. As causas de ocorrerem tais fatos são: Avaliação equivocada da indicação, anotação errada, mau posicionamento do mensurando, etc. Como esses valores parecem não pertencer à amostra, eles devem ser rejeitados. Porém deve ser feita uma análise criteriosa para ter-se certeza de que não há explicação plausível para sua permanência na amostra. Uma ferramenta bastante utilizada para decidir o rechaço de dados é o "CRITÉRIO DE CHAUVENET". Esse critério estabelece que uma medida x_i deve ser rejeitada se o valor de r calculado por:

$$r = \frac{|x_i - \bar{X}|}{s(X)} \quad (2)$$

É maior que o valor de R_c dado na tabela abaixo em função do número de medições efetuadas.

Tabela 6. Tabela de CHAUVENET

7	1,80
8	1,85
10	1,96

Valores não apresentados podem ser obtidos por interpolação linear entre dois valores.

Para aplicar o presente critério, os valores de \bar{X} e $s(X)$ devem ser calculados utilizando-se todos os dados da amostra, incluindo os dados "rechaçáveis". Se ocorrerem rechaços tanto a média quanto a incerteza devem ser calculados novamente, descartados os termos rechaçados.

Tabela 7. Análise da normalidade na massa (medições no laboratório)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g		Teste Massa 0.02g	
	Ra	Rz	Ra	Rz
1	0,20	2,0	0,67	0,45
2	0,45		1,56	
3	0,38	4,3	0,93	1,73
4	0,15	1,9	1,11	0,54
5	0,31	3,6	0,31	1,07
6	0,23	2,2	0,40	0,26
7	0,14	1,4	1,20	1,01
8	0,34	1,9	0,58	0,54
Média	0,275	2,471		
DesvPad	0,1125	1,0579		

Com a aplicação do critério verificou-se na tabela 7 acima, que a segunda medição Rz (com o valor 6,3) é inconsistente. O valor inconsistente é retirado se calculando novamente a média e o desvio-padrão.

Tabela 8. Análise da normalidade na massa (medições em campo)

Ensaio na Massa	Massa 0.02g		Teste Massa 0.02g	
	Ra	Rz	Ra	Rz
1	0,31	3,5	0,69	0,47
2	0,45		1,89	
3	0,38	4,8	0,98	1,75
4	0,58	3,9	1,32	0,59
5	0,31	5,1	0,43	1,10
6	0,74	3,5	0,54	0,32
7	0,55	7,5	1,23	1,12
8	0,35	3,6	0,70	0,63
Média	0,459	4,557		
DesvPad	0,1533	1,4490		

Com a aplicação do critério verificou-se na tabela acima, que a segunda medição Rz (com o valor 5,3) é inconsistente. O valor inconsistente é retirado se calculando novamente a média e o desvio-padrão.

5. CÁLCULO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

5.1 Cálculo da incerteza expandida:

A determinação da incerteza expandida da medição para ensaio de rugosidade, usando uma metodologia de cálculo

de acordo com o Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição [11], baseia-se na combinação de três fatores:

Estimativa da incerteza devido ao mensurando:

A incerteza de medição associada ao mensurando é uma incerteza padrão $u(x)$ Tipo A, que envolve uma análise estatística de observações repetitivas do mensurando.

Ela pode ser obtida estatisticamente calculando o desvio padrão experimental da média $s(\bar{x})$, a partir de n medidas obtidas sob condições de repetitividade.

A tarefa consiste em se calcular o desvio padrão experimental $s(x)$ e, dividi-lo pela raiz quadrada do número n de medições, de acordo com a equação 3, para uma distribuição Normal (com $k = 1$), explicitada a seguir:

$$u(x) = s(\bar{x}) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

Para maior confiabilidade estatística recomenda-se $n > 10$.

Para dar melhor visibilidade ao procedimento de cálculo da incerteza expandida da medição, são apresentadas a seguir as tabelas 9 a 12. Nestas tabelas, u , $C1$ e V_{eff} , são os símbolos que representam os parâmetros incerteza, coeficiente de sensibilidade e valor do número de graus de liberdade efetivo, respectivamente.

Tabela 9. Incerteza Ra (massa 0,02g - medições no laboratório)

Fonte	U est.	Distr.	Divisor	C 1	U pad.	V eff	
Repet.	0,040	Normal	1	1	0,040	7	
Padrão Rug.	0,40	Normal	2	0,04	0,008	infinito	
Res. do Rug.	0,005	Triangular	1,732	1	0,003	infinito	
U comb.						0,04	8
U exp.	K = 2,36					0,1	

U adot. 10 %

Tabela 10. Incerteza Rz (massa 0,02g - medições no laboratório)

Fonte	U est.	Distr.	Divisor	C 1	U pad.	V eff	
Repet.	0,374	Normal	1	1	0,374	7	
Padrão de Rug.	1,60	Normal	2	0,04	0,032	infinito	
Res. do Rug.	0,05	Triangular	1,732	1	0,029	infinito	
U comb.						0,38	7
U exp.	K = 2,36					0,89	

U adot. 12 %

Tabela 11. Incerteza Ra (massa 0,02g - medições em campo)

Fonte	U est.	Distr.	Divisor	C 1	U pad.	V eff
Repet.	0,453	Normal	1	1	0,453	7
Padrão de Rug.	0,40	Normal	2	0,04	0,008	infinito
Res. do Rug.	0,005	Triangular	1,732	1	0,003	infinito
U comb.					0,45	7
U exp.		K =	2,36	1,07		

U adot.	19	%
---------	----	---

Tabela 12. Incerteza Rz (massa 0,02g - medições em campo)

Fonte	U est.	Distr.	Divisor	C 1	U pad.	V eff
Repet.	0,534	Normal	1	1	0,534	7
Padrão de Rug.	1,60	Normal	2	0,04	0,032	infinito
Res. do Rug.	0,05	Triangular	1,732	1	0,029	infinito
U comb.					0,54	7
U exp.		K =	2,36	1,27		

U adot.	22	%
---------	----	---

6. AVALIAÇÃO DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE RESULTADOS (ISO GUIDE 43)

A técnica estatística aplicada através do cálculo do erro normalizado permite decidir se dois ou mais resultados tem a mesma informação e conseqüentemente conduzem a mesma decisão quanto a um “valor verdadeiro da grandeza”. Este critério, baseado na norma ISO Guide 43, é um bom auxílio para a análise da reprodutibilidade numa intercomparação laboratorial.

O método conveniente para o julgamento da qualidade de um resultado de medição é obtido através do cálculo do erro normalizado, em relação a incerteza, isto é:

$$En = \left| \frac{Rl - Vr}{\left[(I_{Lab})^2 + (I_{Ref})^2 \right]^{\frac{1}{2}}} \right| \quad (4)$$

En = erro normalizado;

Rl = Resultado Corrigido do laboratório;

Vr = Valor de referência;

I Lab = Incerteza do Laboratório;

I Ref = Incerteza do Laboratório de Referência.

Valores de En menores que a unidade indicam que a medição é aceitável, isto é, que o erro está dentro da incerteza de medição do Laboratório. Quando vários Laboratórios apresentarem medições similares, o método da análise deve ser aprimorado comparando-se a distribuição dos valores de En com uma distribuição normal.

Tabela 13. Resultados do Ensaio de Rugosidade das massas classe F2

Rugosímetro
Valor Nominal Da massa
0,02 g

LABORATÓRIO	
Ra [μm]	URa [μm]
0,28	0,10

POCKET	
Ra [μm]	URa [μm]
0,46	1,07

Erro normalizado
0,2

Onde:

Ra = parâmetro Rugosidade média (Roughness average);

URa = incerteza expandida (k = 2) para o parâmetro Ra;

Rz = parâmetro Rugosidade média dos cinco valores de rugosidade parcial Zi;

URa = incerteza expandida (k = 2) para o parâmetro Rz.

Exemplo do Cálculo do En para a massa de 0,02 g no parâmetro Ra:

Resultado obtido no Rugosímetro de Referência = (0,28 ± 0,10) μm;

Resultado obtido no Rugosímetro secundário (Pocket) = (0,46 ± 1,07) μm;

$$En \text{ (para o Pocket)} = \left| \frac{0,46 - 0,28}{\sqrt{1,07^2 + 0,10^2}} \right| = 0,2$$

7. CONCLUSÃO

O trabalho de pesquisa teve por objetivo a avaliação da reprodutibilidade na medição da rugosidade em padrões de massa classe F2, sendo baseado em normas ISO/97, e na recomendação R 111 da OIML, o trabalho foi inserido nos atuais conceitos de metrologia, garantindo com isso uma confiabilidade à medição da rugosidade na coleção de padrões de massa F2.

Como conclusão desta pesquisa, destaco o tratamento estatístico.

A maioria das medições, por mais otimizada que seja sua capacidade de desempenho, não está isenta de provocar erros quando de sua utilização. Por tanto se fez necessário um tratamento estatístico dos valores de rugosidade dos padrões de massa ensaiados, com a intenção de se identificar os erros de natureza sistemática ou/e aleatória cometidos no processo de medição e aplicar uma metodologia adequada para minimizá-los.

Um dos mais importantes exemplos de uma distribuição contínua de probabilidade é a distribuição normal, que se constitui numa importante ferramenta de inferência estatística, diminuíram as incertezas de medição

Finalmente, foi calculado o resultado final da medição, incluindo a respectiva incerteza associada à medição, dos valores obtidos experimentalmente da coleção de padrões de massa Classe F2.

Após uma análise estatística dos dados experimentais decorrentes da medição de rugosidade nos possibilitou calcular o erro normalizado, esse erro nos fez concluir que a reprodutibilidade dos resultados em campo eram compatíveis com os resultados obtidos em laboratório, porém, como era de se esperar, com uma incerteza de medição maior do que a obtida em laboratório.

REFERÊNCIAS

- [1] Recommendation OIML R 111: Weights of Class E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3. OIML, Paris, 2002
- [2] Internacional Standard (ISO) 4288 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile Method – Rules and procedures for assessment of surface texture; 1996
- [3] Internacional Standard (ISO) 11562 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile Method – Metrological characteristics of phase correct filters; 1997
- [4] Internacional Standard (ISO) 4287 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile Method – Terms, definitions and surface texture parameters; 1997
- [5] Internacional Standard (ISO) 4287/2 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile Method – Terms, definitions and surface texture parameters; 1997
- [6] Internacional Standard (ISO) 4287 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile Method – Nominal characteristics of contact (stylus) instruments; 1997
- [7] Namas :Guidance on Weighing in NAMAS accreditation laboratories BO, United Kingdom, 1992
- [8] INMETRO. Vocabulário de metrologia legal. 2 ed. Brasília, SENAI/DN, 2000.
- [9] INMETRO. Sistema Internacional de Unidades - SI. 6ed. Brasília, SENAI/DN, 2000
- [10] Norma ABNT ISO/IEC 17.025 – Requisitos Gerais para a Competência de laboratórios de Calibração e Ensaio, Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro, 2000.
- [11] ILAC PI:2001 – ILAC Mutual Recognition Arrangement: Requirements for Evaluation of Accreditation Bodies.
- [12] Series on Principles of Good Laboratory Practice and Compliance Monitoring - No. 1: OECD Principles of Good Laboratory Practice (as revised in 1997)
- [13] ISO/IEC/OIML/BIPM (1993) – Vocabulary of basic and general terms in metrology, International Organization for Standardization (Genebra, Suíça) – (INMETRO, 1995 – Portaria 029, de 10/03/1995).
- [14] ABNT, INMETRO, SBM, Programa RH Metrologia -Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição.
- [15] Versão Brasileira do Documento de Referência EA – 4 / 02 – S1 – Expressão da Incerteza de Medição na Calibração. Publicação conjunta do INMETRO e da Sociedade Brasileira de Metrologia.
- [16] NIS 3003 – The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement for Calibrations. NAMAS (Reino Unido), 8ª edição, 1995.
- [17] NIS 80 – Guide to the Expression of Uncertainties in Testing – general Principles and Guidance for Estimating and reporting Uncertainties of Measurement in testing. NAMAS (Reino Unido), 1ª Edição, setembro de 1994.
- [18] Spiegel, Murray R. – Estatística - MAKRON Books do Brasil Editora Ltda, 3ª edição, 1993.
- [19] Laponi, Juan Carlos – Estatística usando o Excel. - Laponi Treinamento e Editora Ltda.
- [20] Norma ISO 5725 – 2: 1986 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method;
- [21] Walter Link – Tópicos Avançados da Metrologia Mecânica – Confiabilidade Metrológica e suas aplicações na metrologia – Publicação conjunta do INMETRO, do IPT, da Mitutoyo, da SBM e da EMIC.
- [22] Norma ISO 5725 – 2: 1986 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method.
- [23] Western European Calibration Cooperation (WECC): Guidelines for the Expression of Measurement in Calibrations. WECC-doc, 1990

Autor¹: MSc., Marcelo Lima Alves, INMETRO, Diretoria de Metrologia Legal, Divisão de Massas, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ, CEP: 25250-020, Telefones: +55 (21) 2679-9138 / 2679-9137, Fax: +55 (21) 2679-9164, dimer@inmetro.gov.br, marcelolimaalves@bol.com.br.

Autor²: Eng., Marcelo Castilho de Freitas, INMETRO, Diretoria de Metrologia Legal, Divisão de Massas, Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ, CEP: 25250-020, Telefones: +55 (21) 2679-9138 / 2679-9153, Fax: +55 (21) 2679-9164, dimer@inmetro.gov.br, mfreitas1974@ig.com.br.

Autor³: MSc, Luiz Roberto Oliveira da Silva, Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio de Janeiro, Avenida Maracanã 229, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, CEP 20.271-110 Telefone: Fax: +55 (21) 2569-3022, ramal 121, luizrob@antares.com.br.