

# Procedimento simplificado para calibração de um viscosímetro digital

## Simplified procedure for digital viscometer verification

**Harrison Henri dos Santos Nascimento<sup>1</sup>, Daniel Diniz Santana<sup>1</sup>, Reiner Requião<sup>1</sup>,**

**Márcio André Fernandes Martins<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Universidade Federal da Bahia, Escola Politécnica, Salvador, Bahia, Brasil.

E-mail: ddssantana89@gmail.com

**Resumo:** Este trabalho propõe um método simplificado para acompanhamento da qualidade metrológica de um viscosímetro digital, envolvendo medições de viscosidade dinâmica, de um laboratório acadêmico de um curso de engenharia. O método está baseado na avaliação da correção e sua respectiva incerteza para esta grandeza em diferentes temperaturas. Um estudo de caso foi aplicado para avaliar a contribuição do procedimento proposto.

**Palavras-chave:** calibração, Viscosímetro, Incerteza

**Abstract:** This work proposes a simplified method for monitoring the metrological quality of a digital viscometer, regarding measurements of dynamic viscosity, of a laboratory that is used in an engineering course. This method is based on the evaluation of the correction and its associated uncertainty for different temperatures. A case study is appraised to evaluate the contribution of the proposed procedure.

**Keywords:** Calibration, Viscometer, Uncertainty

### 1. INTRODUÇÃO

Diversas aplicações exigem o conhecimento de propriedades como a viscosidade, por isso, a precisão dos viscosímetros deve ser assegurada para fornecer e quantificar a qualidade das medidas realizadas. Assim, a calibração de um viscosímetro torna-se essencial à rotina de diversos laboratórios [1], sendo indispensável o uso de normas reconhecidas internacionalmente relacionadas ao tema: ASTM D2162 [2], ASTM D7042 [3], NBR ISO/IEC 10012 [4], GUM [5] e GUM-S1 [6].

Nesse cenário, identificou-se que em um dos laboratórios da EPUFBA (Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia), os resultados de medição envolvendo viscosidade dinâmica são expressos apenas com a estimativa associada ao desvio-padrão das medidas. Faz-se necessário, então, acompanhar a qualidade metrológica deste equipamento e fomentar a cultura metrológica neste ambiente. Portanto, um procedimento simplificado de calibração de um viscosímetro é proposto. Um estudo de caso neste laboratório foi realizado para indicar as contribuições de tal método.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. MATERIAIS

Os experimentos foram realizados em um viscosímetro digital (Anton Paar - modelo SVM 3000) utilizando-se quatro óleos padrão certificados e calibrados para viscosidade dinâmica segundo [2] e [7]. As faixas de viscosidade dos padrões são, em mPa·s: [0, 91; 3, 78], [1, 62; 10, 04], [4, 22; 50, 33] e [31, 39; 1122, 00]. Nesse trabalho, essas quatro faixas serão denotadas, respectivamente, como Padrão  $i$ , com  $i=1,2,3,4$ .

### 2.2. MÉTODOS

O procedimento de calibração proposto envolve a medição da viscosidade dinâmica de cada padrão para os seis pontos de temperatura mais utilizados pelo laboratório. Deve-se realizar, no mínimo, três repetições de cada medição, conforme recomenda [8]. O procedimento de mudança de temperatura é realizado automaticamente pelo viscosímetro.

É importante ressaltar que, a cada mudança de Padrão, o viscosímetro deve ser limpo, com água e hexano, para minimizar as correlações entre medições consecutivas. Foi utilizado o procedimento padrão adotado pelo laboratório para esta limpeza.

Para o cálculo da correção do viscosímetro para cada ponto de temperatura, pode-se considerar as seguintes fontes de incerteza: incerteza do padrão, deriva no tempo e da temperatura do padrão, repetibilidade, deriva no tempo e da temperatura do viscosímetro, resolução, e reprodutibilidade [3]. Dessa forma, o modelo de medição que expressa o cálculo da correção no viscosímetro, em cada ponto de temperatura é:

$$C_{i,k} = VM_{i,k} - \bar{I}_{i,k} + \sum_{m=1}^n F_{m_{i,k}}, \quad (1)$$

em que  $C_{i,k}$  é a correção do padrão  $i$  no ponto de temperatura  $k$ ,  $VM_{i,k}$  é o valor nominal da visco-

sidade dinâmica do óleo padrão  $i$  no ponto de temperatura  $k$ ,  $\bar{I}_{i,k}$  é a média das indicações do padrão  $i$  no ponto de temperatura  $k$  (para um mesmo operador) e,  $F_{m_{i,k}}$  representa as outras  $n$  fontes de incerteza consideradas.

A estimativa da correção,  $C_{i,k}$ , e sua incerteza-padrão,  $u_{C_{i,k}}$ , foram avaliadas seguindo as recomendações apresentadas em [5] e [6], a partir da equação (1).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

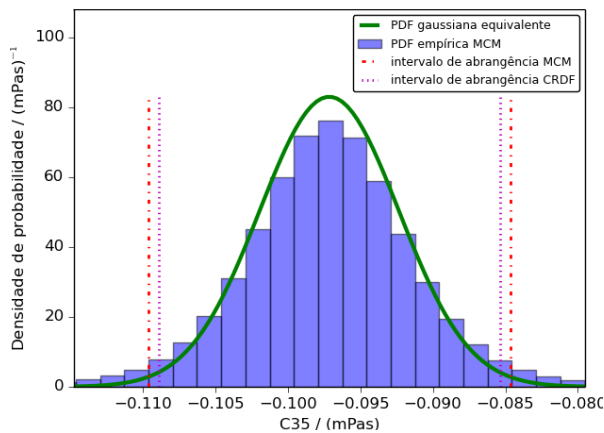
As medições de viscosidade dinâmica foram realizadas para seis diferentes temperaturas, em K: 373,00; 353,00; 333,00; 313,00; 298,00 e 293,00. Estas temperaturas são aquelas nas quais os padrões foram certificados. Para cada ponto, foram realizadas cinco repetições. O GEU (Avaliadora Generalizada de Incertezas [9], BR: 51 2016 000568-8), plataforma gratuita para avaliação da incerteza de medição desenvolvida pelo Grupo de Pesquisa em Incerteza da UFBA (GI-UFBA), foi utilizada para realização dos cálculos.

A figura 1 compara a avaliação da propagação das incertezas pelos métodos GUM [5] e GUM-S1 [6], para o ponto  $C_{35}$ . As distribuições de probabilidade consideradas foram: *t-student* para a variabilidade das grandezas experimentais, gaussiana para a incerteza do padrão e, uniforme para a resolução.

Apesar de, graficamente, os intervalos de abrangência serem próximos, utilizando-se a validação da lei de propagação das incertezas [5], proposta no GUM-S1 [6], na maioria dos pontos esta não pode ser utilizada. Duas possíveis causas para este resultado são: (i) a existência de fontes de incerteza não gaussianas e (ii) a pequena quantidade de pontos experimentais [10].

A tabela 1, então, apresenta os resultados da avaliação, considerando uma probabilidade de abrangência de 95%, pelo GUM-S1 [6]. Devido à res-

**Figura 1** – Avaliação da correções, métodos GUM e GUM-S1.



trições na execução do experimento e nas informações obtidas, algumas fontes de incerteza como a deriva do tempo foram desconsideradas. Entretanto, os itens utilizados estavam em bom estado e com pouco tempo de uso. Assim, as fontes de incerteza consideradas foram: repetibilidade do experimento, incerteza do padrão e resolução do equipamento.

Através da tabela 1 pode-se avaliar se há indícios de uma dependência da correção em relação à temperatura. Para alguns casos, fica evidente este indício, a exemplo do padrão 3, no qual não há sobreposição dos intervalos de abrangência e, além disso, há uma tendência crescente das correções com o aumento da temperatura. Entretanto, para os outros padrões, há sobreposição desses intervalos em diferentes temperaturas, dificultando tal análise. Esta informação é útil para a construção da curva de calibração do equipamento, na qual necessita-se de evidência estatística para investigar o efeito da temperatura na correção deste equipamento.

Para indicar as áreas nas quais o laboratório deve investir esforços, o método GUM [5] foi utilizado para avaliar os coeficientes de kessel, de maneira a determinar as contribuições das fontes de incerteza. Neste estudo de caso, em relação aos padrões 1 a 3,

**Tabela 1.** Correções e suas respectivas incertezas, referentes à medição de viscosidade dinâmica.

	Temp. /K	$C_{i,k}$ /(m·Pa·s)	$u_{C_{i,k}}$ /(m·Pa·s)	$u_{r,C_{i,k}}$ /(%) <sup>1</sup>	Intervalo /(m·Pa·s)
Padrão 1	373,00	$-6,8 \times 10^{-3}$	$1,4 \times 10^{-3}$	21	$[-9,6; -4,1] \times 10^{-3}$
	353,00	$-4,3 \times 10^{-3}$	$1,2 \times 10^{-3}$	28	$[-6,7; -1,9] \times 10^{-3}$
	333,00	$1,7 \times 10^{-3}$	$1,3 \times 10^{-3}$	76	$[-7,9; 42,28] \times 10^{-4}$
	313,00	$2,4 \times 10^{-2}$	$3,7 \times 10^{-3}$	15	$[1,7; 3,2] \times 10^{-2}$
	298,00	$7,6 \times 10^{-2}$	$2,2 \times 10^{-2}$	28	$[3,4; 11,9] \times 10^{-2}$
	293,00	$2,7 \times 10^{-2}$	$1,1 \times 10^{-2}$	40	$[0,6; 4,9] \times 10^{-2}$
Padrão 2	373,00	$-1,8 \times 10^{-2}$	$6,1 \times 10^{-3}$	34	$[-3,0; -0,6] \times 10^{-2}$
	353,00	$-2,3 \times 10^{-2}$	$4,2 \times 10^{-3}$	18	$[-3,0; -1,5] \times 10^{-2}$
	333,00	$-1,8 \times 10^{-2}$	$2,8 \times 10^{-3}$	15	$[-2,3; -1,2] \times 10^{-2}$
	313,00	$-1,0 \times 10^{-2}$	$2,7 \times 10^{-3}$	27	$[-1,6; -0,6] \times 10^{-2}$
	298,00	$1,9 \times 10^{-2}$	$6,3 \times 10^{-3}$	33	$[0,6; 3,1] \times 10^{-2}$
	293,00	$3,6 \times 10^{-2}$	$2,0 \times 10^{-3}$	5,6	$[3,2; 3,9] \times 10^{-2}$
Padrão 3	373,00	-1,0	$4,4 \times 10^{-2}$	4,0	$[-1,1; -0,9]$
	353,00	$-7,4 \times 10^{-1}$	$2,8 \times 10^{-2}$	3,8	$[-8,0; -6,8] \times 10^{-1}$
	333,00	$-3,8 \times 10^{-1}$	$1,4 \times 10^{-2}$	3,7	$[-4,1; -3,5] \times 10^{-1}$
	313,00	$-1,9 \times 10^{-1}$	$5,1 \times 10^{-3}$	4,4	$[-2,1; -1,7] \times 10^{-1}$
	298,00	$-9,7 \times 10^{-2}$	$6,6 \times 10^{-3}$	4,9	$[-1,1; -0,8] \times 10^{-1}$
	293,00	$-1,5 \times 10^{-2}$	$21,3 \times 10^{-3}$	17	$[-2,1; -0,9] \times 10^{-2}$
Padrão 4	373,00	3,7	1,21	33	$[1,4; 6,0]$
	353,00	2,5	$7,7 \times 10^{-1}$	31	$[1,0; 4,0] \times 10^{-1}$
	333,00	$7,2 \times 10^{-1}$	$2,9 \times 10^{-1}$	40	$[1,5; 12,9] \times 10^{-1}$
	313,00	$5,1 \times 10^{-1}$	$9,7 \times 10^{-2}$	19	$[3,2; 7,0] \times 10^{-1}$
	298,00	$3,4 \times 10^{-1}$	$4,4 \times 10^{-2}$	13	$[2,5; 4,2] \times 10^{-1}$
	293,00	$1,9 \times 10^{-1}$	$2,4 \times 10^{-2}$	13	$[1,4; 2,4] \times 10^{-1}$

<sup>1</sup> Incerteza relativa.

para temperaturas mais baixas (293,00 K, 298,00 K e 313,00 K) a fonte de incerteza mais significativa foi a variabilidade do equipamento, com valores do coeficiente de kessel em 99%, enquanto que para temperaturas mais elevadas, a incerteza do padrão tornou-se mais significativa, podendo ter coeficientes de até 98%. Neste procedimento, espera-se que a contribuição da variabilidade do equipamento seja mais significativa, então isto pode ser um indício da necessidade de outros padrões para temperaturas mais elevadas.

Entretanto, para o Padrão 4, em todas as temperaturas, a maior contribuição para a incerteza da correção foi do padrão, com coeficientes de kessel entre 94% e 99%. Isto pode indicar a necessidade de uma avaliação mais detalhada sobre as condições metrológicas deste padrão.

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este artigo apresenta um procedimento simplificado para calibração de um viscosímetro digital, em um dos laboratórios da EPUFBA, visando estabelecer a qualidade das medições deste equipamento.

Este procedimento permite acompanhar a estimativa e a incerteza das correções das medições de viscosidade dinâmica. Além disso, permite avaliar: (a) se há indícios da dependência da correção com a temperatura e, (b) a contribuição de cada fonte de incerteza no resultado da medição. Tal procedimento contribui positivamente para a construção da cultura metrológica neste laboratório, visto que permite que os pesquisadores reflitam sobre o impacto das fontes de incerteza e possam apresentar dados com a confiabilidade quantificada.

Trabalhos futuros podem envolver o detalhamento de outras fontes de incerteza que influenciam o equipamento e a construção da curva de calibração do viscosímetro.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Pró-Reitoria de Pesquisa, Criação e Inovação (PROPCI) e à Pró-Reitoria de Ações Afirmativas e Assistência Estudantil (PROAE) pelo apoio financeiro; ao Grupo Processos e Tecnologia (PROTEC) pelos recursos disponibilizados; além do laboratório em que foi realizado o estudo de caso.

#### REFERÊNCIAS

- [1] AZEVEDO, B. C. M. de et al. *A importância da calibração no sistema de gestão da qualidade*. 2012. 8 p.
- [2] ASTM. *Standard Practice for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards*. [S.l.]: ASTM International, 2014.

- [3] ASTM. *Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity)*. [S.l.]: ASTM International, 2016.
- [4] ABNT. *NBR ISO 10012 Sistemas de gestão de medição - Requisitos para processos de medição e equipamento de medição*. Rio de Janeiro - BR, 2004. 26 p.
- [5] INMETRO. *Avaliação de dados de medição—Guia para a expressão de incerteza de medição*. Rio de Janeiro - BR, 2008. 138 p.
- [6] BIPM et al. *Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method*. 1. ed. [S.l.]: Joint Committee for Guides in Metrology - JCGM 101:2008, 2008. 90 p.
- [7] ASTM. *Standard Test Method for Density and Relative Density (Specific Gravity) of Viscous Materials by Bingham Pycnometer*. [S.l.]: ASTM International, 2015.
- [8] LIRA, I.; KYRIAZIS, G. Bayesian inference from measurement information. *Metrologia*, v. 36, n. 3, p. 163, 1999.
- [9] SANTANA, D. D. et al. GEU-WEB Generalized Evaluator of Uncertainties versão web. INPI, n. BR 51 2016 000568 8, 2016.
- [10] MARTINS, M. A. F. et al. Comparação entre os métodos linear e não linear para a avaliação da incerteza de medição. *Sba: Controle & Automação Sociedade Brasileira de Automática*, v. 21, n. 6, p. 557–576, 2010.