

# INFLUÊNCIA DA LEITURA DO MENISCO NA CALIBRAÇÃO DE EQUIPAMENTO VOLUMÉTRICO

Elsa Batista, Eduarda Filipe, Henrique Lourenço  
Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2 - 2829 Caparica

**Palavras Chave:** Menisco, Calibração, Incerteza, Gravimetria

## Resumo

Este trabalho tem como objectivo a determinação da incerteza e o estudo da variação da leitura do menisco na calibração de equipamentos volumétricos utilizados em laboratórios.

Foram realizadas três abordagens de cálculo diferentes de forma a verificar qual a metodologia mais eficaz. Os resultados foram posteriormente analisados e discutidos, verificando-se qual a sua influência na incerteza global da calibração gravimétrica.

## Introdução

A leitura do menisco é experimentalmente um passo crítico, tanto na calibração como na medição de volume em qualquer instrumento volumétrico utilizado em laboratório e deve ser realizada de forma correcta para se evitar erros de leitura do operador.

A maior fonte de erro experimental associada à calibração de material volumétrico é precisamente o ajuste do menisco, estando directamente relacionado com a dimensão da secção transversal do instrumento volumétrico na zona de medição<sup>[1]</sup>. Atendendo a essa relação, verifica-se que, quanto maior é a secção transversal, maior é o erro experimental associado, pelo que, nestes casos, os cuidados do operador ao proceder ao ajuste devem ser maiores, de modo a obter resultados exactos e reproduzíveis.

Por outro lado, a determinação da incerteza associada à leitura do menisco não reúne consenso, nem nacional nem internacional. Foram assim realizadas três abordagens de cálculo diferentes de forma a verificar qual a metodologia mais eficaz:

- Uma abordagem geométrica, onde é necessário ter em conta o raio do colo do instrumento e a espessura do traço de calibração.
- Uma abordagem estatística, tendo em conta todos os equipamentos já calibrados no Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ), durante os últimos 5 anos.
- Uma abordagem ao nível microscópico, onde foi utilizado um microscópio óptico, com aumento de 50 vezes, na leitura do menisco.

Os resultados foram posteriormente analisados e discutidos, verificando-se qual a sua influência na incerteza global da calibração de vários instrumentos volumétricos tais como buretas, balões volumétricos, provetas e pipetas de diferentes capacidades<sup>[2, 3]</sup>.

## Leitura do menisco

A maioria dos instrumentos volumétricos utiliza o princípio de acerto ou leitura do menisco relativamente a uma linha de referência ou escala.

O menisco consiste na interface entre o ar e o líquido a ser medido. O seu ajuste deve ser feito de modo a que o seu ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da linha de referência ou traço de graduação, mantendo o plano de visão coincidente com esse mesmo plano <sup>[1]</sup>. Ver figura 1, posição 1.

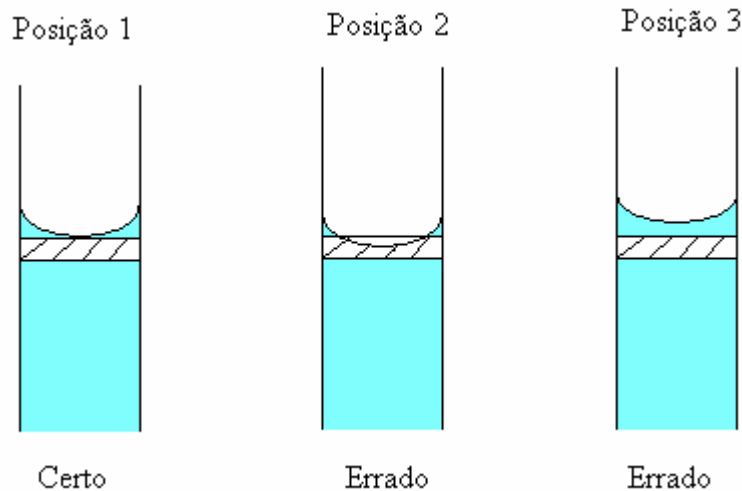


Figura 1 – Ajuste do menisco

Qualquer erro de acerto de menisco irá reflectir-se directamente na medição do volume do instrumento associado, figura 1 posição 2 e 3.

## Influência do erro da leitura do menisco na calibração gravimétrica

A calibração de instrumentos volumétricos é realizada através de um método gravimétrico que consiste na determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar. São realizadas duas pesagens, uma com o recipiente cheio e outra com o recipiente vazio, utilizando água como líquido de calibração, à temperatura de referência de 20 °C. São realizados 10 ensaios e o volume é determinado através de fórmulas adequadas <sup>[1]</sup>.

A leitura do menisco é um passo crítico na calibração gravimétrica estando directamente associado à dimensão da secção transversal da linha de referência do instrumento a calibrar. Quanto maior o diâmetro do instrumento a calibrar maior deverão ser os cuidados do operador no acerto do menisco para evitar erros experimentais ou de paralaxe que irão afectar o resultado final da calibração.

## Incerteza na leitura do menisco

A incerteza associada à leitura do menisco é uma fonte que deve ser incorporada no cálculo da incerteza global de uma calibração gravimétrica, mas que não reúne consenso no meio metrológico visto ser uma componente fortemente associada à repetibilidade do ensaio.

Existem várias abordagens possíveis na contabilização da incerteza do menisco numa calibração gravimétrica. O LVO identificou três possíveis abordagens cujos resultados foram comparados, verificando-se qual a metodologia mais eficaz.

Em primeiro lugar foi realizada uma abordagem geométrica, onde é necessário ter em conta o raio do colo do instrumento e a espessura do traço de calibração <sup>[1]</sup>.

Em segundo lugar foi determinada a média da variação da leitura do menisco por instrumento e por capacidade nas calibrações efectuadas pelo Laboratório de Volume nos últimos 5 anos, tendo em conta a variação máxima e mínima do volume obtido em 10 ensaios consecutivos - abordagem estatística.

Por fim foram realizados vários ensaios de determinação da variação da leitura do menisco utilizado um microscópio óptico com base na repetibilidade dos resultados obtidos – abordagem microscópica.

## Resultados Experimentais

### Abordagem geométrica

Com base na tabela descrita na norma ISO 4787 e tendo em conta a espessura do traço de referência e o raio do colo do instrumento é possível determinar a variação teórica associada à posição do menisco.

A incerteza pode ser assim calculada a partir da seguinte formula:  $u_{men} = \frac{\Delta V_T}{\sqrt{3}}$

Onde  $\Delta V_T$  corresponde à variação teórica.

Foi assim elaborada a seguinte tabela de variação teórica do menisco tendo em conta os vários instrumentos e as suas capacidades definidas por norma.

**Tabela 1 – Resultados da variação teórica na leitura do menisco**

Volume (ml)	Valores médios em ml			
	Balões	Provetas	Pipetas	Buretas
<b>0,5</b>			0,006	
<b>1</b>			0,009	
<b>2</b>			0,009	
<b>5</b>	0,058	0,058	0,015	
<b>10</b>	0,058	0,078	0,015	0,011
<b>20</b>	0,058		0,019	
<b>25</b>	0,058	0,129	0,019	0,038
<b>50</b>	0,090	0,250	0,019	0,045
<b>100</b>	0,115	0,384	0,023	
<b>200</b>	0,144			
<b>250</b>	0,144	0,577		
<b>500</b>	0,193	0,739		
<b>1000</b>	0,313	1,689		
<b>2000</b>	0,360	2,821		

## Abordagem estatística

O LVO realiza calibrações de diversos tipos de equipamento, nomeadamente de material volumétrico de vidro tais como buretas, pipetas, provetas e balões volumétricos que necessitam de uma leitura de menisco. Desde 2001 que a incerteza do menisco é uma fonte de incerteza contabilizada no cálculo da incerteza global no âmbito da calibração gravimétrica.

É determinada a partir da seguinte fórmula:  $u_{men} = \frac{\Delta V_E}{\sqrt{3}}$

Onde  $\Delta V_E$  corresponde à variação entre o volume máximo e mínimo obtidos em 10 ensaios consecutivos.

Com base no historial das calibrações de vários instrumentos solicitadas por clientes externos a diferentes capacidades foi elaborada uma tabela com valores médios de variação da leitura do menisco.

**Tabela 2 – Resultados médios da variação da leitura do menisco ao longo de 5 anos**

Volume (ml)	Valores médios em ml			
	Balões	Provetas	Pipetas	Buretas
0,5			0,006	
1			0,006	
2			0,006	
5	0,005	0,015	0,008	
10	0,007	0,018	0,009	0,011
20	0,009		0,010	
25	0,009	0,021	0,011	0,017
50	0,011	0,048	0,016	0,022
100	0,013	0,049	0,021	
200	0,017			
250	0,020	0,141		
500	0,025	0,280		
1000	0,036	0,792		
2000	0,048	1,607		

Verifica-se que, em quase todos os casos a variação na leitura do menisco indicada na tabela 2 é menor que a indicada na tabela 1 principalmente para capacidades superiores, isto acontece porque a abordagem geométrica tem como fundamento princípios teóricos obtidos possivelmente com base em casos extremos de variação de volume e de forma a ser bastante abrangente e inclusiva, enquanto na abordagem estatística são utilizados dados experimentais reais.

## Abordagem microscópica

De forma a tentar reduzir a variação experimental apresentada na tabela 2 adquiriu-se um mini microscópio de precisão que permite uma ampliação de 50 vezes, tendo uma escala incorporada de resolução 0,02 mm. Com este equipamento colocado num suporte nivelado precisamente na perpendicular do traço de leitura, consegue observar-se rigorosamente a

altura do menisco e proceder ao um acerto real apesar da imagem se encontrar invertida. Ver figura 2 e 3.



Figura 2 – Mini microscópio e balão de 1000 ml

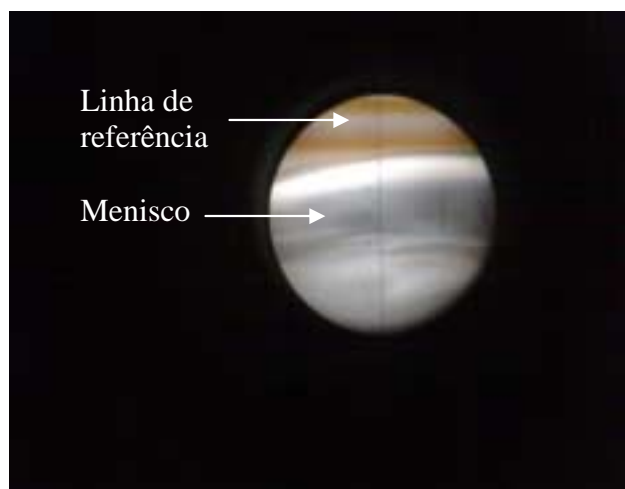


Figura 3 – Imagem da leitura do menisco invertida

Este método permite observar qual o erro real do operador e corrigi-lo. A variação do menisco foi obtida com base em resultados médios da leitura do menisco para vários instrumentos e várias capacidades que se encontravam disponíveis no LVO e que são indicados na tabela 3.

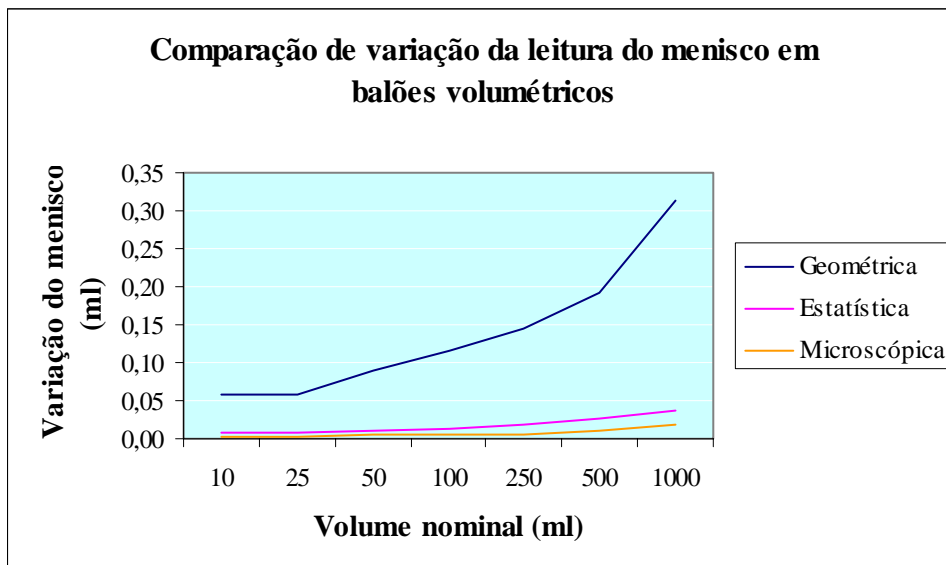
Tabela 3 – Resultados da variação na leitura do menisco utilizando um microscópio

Volume (ml)	Valores médios em ml			
	Balões	Provetas	Pipetas	Buretas
0,5			0,000	
1			0,000	
2			0,000	
5	0,002	0,001	0,000	
10		0,005	0,001	0,000
20			0,000	
25	0,002	0,011	0,001	0,005
50	0,005	0,019	0,001	0,011
100	0,005	0,031	0,007	
200				
250	0,006	0,069		
500	0,011	0,143		
1000	0,018	0,166		
2000		0,277		

A incerteza pode ser assim calculada a partir da seguinte formula:  $u_{men} = \frac{\Delta V_M}{\sqrt{3}}$

Onde  $\Delta V_M$  corresponde à variação experimental microscópica.

Os resultados da variação da leitura do menisco utilizando as três abordagens distintas foram comparados para balões volumétricos de diferentes capacidades de acordo com a figura 4.



**Figura 4 – Comparação da variação da leitura do menisco através de 3 abordagens distintas**

Através figura 4 verifica-se que os resultados da abordagem microscópica são inferiores aos apresentados pelas duas abordagens anteriormente descritas. Esta metodologia da leitura do menisco é actualmente utilizada em qualquer calibração de material volumétrico no Laboratório de Volume permitindo assim a obtenção de valores mais reais e reprodutíveis.

#### **Cálculo de incertezas na leitura do menisco utilizando as 3 abordagens**

Foram calibrados dois instrumentos volumétricos distintos: um balão volumétrico de 500 ml e uma pipeta de 10 ml, a incerteza do menisco e a incerteza global do método de calibração globais foram determinadas utilizando as 3 abordagens, os resultados são apresentados de seguida:

**Tabela 4 – Resultados da incerteza do menisco**

Tipo de Abordagem	Incerteza do menisco (ml)	
	Pipeta de 10 ml	Balão de 500 ml
<b>Geométrica</b>	0,015	0,193
<b>Estatística</b>	0,009	0,025
<b>Microscópica</b>	0,001	0,011

**Tabela 5 – Resultados da incerteza global de calibração**

Tipo de Abordagem	Incerteza global de calibração (ml)	
	Pipeta de 10 ml	Balão de 500 ml
<b>Geométrica</b>	0,018	0,223
<b>Estatística</b>	0,011	0,030
<b>Microscópica</b>	0,004	0,015

De acordo com as tabelas anteriores verifica-se que a abordagem que permite a obtenção de valores de incerteza mais baixos é a microscópica, tanto para o menisco como para a incerteza global.

## **Conclusão**

A medição do menisco é essencial para a determinação ou leitura correcta do volume de qualquer instrumento volumétrico que possua traço de referência e depende directamente do desempenho e experiência do operador.

Na calibração de instrumentos volumétricos a incerteza na leitura do menisco deve ser tida em conta no cálculo da incerteza global do método já que contabiliza a variabilidade com que o operador realiza a leitura da posição do menisco.

A incerteza da leitura do menisco pode ser calculada utilizando várias abordagens descritas ao longo deste trabalho. Após a análise dos resultados obtidos verifica-se que a abordagem microscópica é a que permite a obtenção de incertezas mais reduzidas e de resultados mais fiáveis e reprodutíveis.

## **Referências**

[1] - ISO 4787 Laboratory glassware (1984)- Volumetric glassware - Methods for use and testing of capacity:

[2] - E. Batista, A. Sabrosa, M.C. Ferreira, I. Castanheira, A.M.H. van der Veen, *Uncertainty Calculation in the Calibration of Volumetric Laboratory Glassware*, IX Congresso Internacional de Metrologia, Brasil (2000);

[3] - Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração, IPQ (2005).