

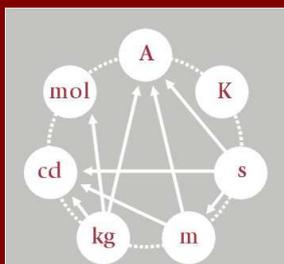
Revista  
**MEDIÇÕES E ENSAIOS**

[www.spmet.pt](http://www.spmet.pt)

**SPMet**

Sociedade Portuguesa  
de Metrologia





# SPMet

Sociedade Portuguesa  
de Metrologia

### Conselho Editorial

Eduarda Filipe  
Álvaro Ribeiro  
Pedro Girão  
Isabel Godinho  
Olivier Pellegrino

### Propriedade e Redação

Sociedade Portuguesa de Metrologia

### Contactos

Sede:  
Rua Filipe Folque, 2 - 6º Dto.  
1050-113 Lisboa  
Tel. 213 139 840  
Fax: 213 139 841

Secretariado:  
Av. do Brasil, 101  
1700-066 Lisboa PORTUGAL  
Tel.: +351 - 218 443 201  
Fax: +351 - 218 443 011  
N.I.F. 506 461 696

E-mail: geral@spmet.pt  
Internet: www.spmet.pt

### Periodicidade

Quadrimestral

### Distribuição

Eletrónica

ISSN 2182-5424

Os artigos assinados são da responsabilidade dos seus autores.

### Foto de Capa

Filamento de uma lâmpada padrão,  
Carlos Pires — IPQ

# Índice

**EDITORIAL** ..... 2

## MEDIR COM LUZ - PERSPETIVAS

Olivier Pellegrino

Instituto Português da Qualidade (IPQ) ..... 3

## RASTREABILIDADE METROLÓGICA EM MEDIÇÕES DE RUGOSIDADE

Saraiva F.<sup>1</sup>, Guedes D.<sup>2</sup>, Martins R. F.<sup>2</sup>, Filipe E.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instituto Português da Qualidade (IPQ)

<sup>2</sup> Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL),

Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (UNIDEMI) ..... 12

## QUANTIFICAÇÃO E INFLUÊNCIA DA ENERGIA DOS ULTRASONS NUMA AMOSTRA

Martins, L.<sup>1</sup>, Gomes, P.<sup>2</sup> e Manaia D.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Hovione

<sup>2</sup> Instituto de Soldadura e Qualidades (ISQ) ..... 24

## ESTUDO DE DESEMPENHO DE MICROPIPETAS

E. Batista, N. Almeida, E. Filipe

Instituto Português da Qualidade (IPQ) ..... 30

**NOTÍCIAS E EVENTOS DA METROLOGIA** ..... 42

Publicação apoiada por:

**FCT** Fundação para a Ciência e a Tecnologia  
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E CIÊNCIA

## Editorial

Caro leitor/a,

Com este número, a Revista “Medições e Ensaio” entra no quarto ano de publicação regular de trabalhos efetuados pela nossa comunidade da Metrologia. Abrimos a revista com um artigo, do Doutor Olivier Pellegrino, responsável dos Laboratórios de Fotometria, Refratometria e Velocidade do Laboratório Nacional de Metrologia do Instituto Português da Qualidade, sob o tema “Medir com luz – perspectivas”, tema relativo ao Ano Internacional da Luz (IYL 2015) e das tecnologias que têm por base a Luz, que se comemora em 2015. Neste número, publicamos também um artigo apresentado no 5º Encontro Nacional da SPMet “Metrologia na Segurança” realizado em novembro de 2012, no CTCV em Coimbra e dois artigos apresentados na CONFMET2014 “Domínios Emergentes da Metrologia” em junho de 2014 no Laboratório Nacional de Engenharia Civil em Lisboa. Fechamos com a secção de “Notícias e Eventos da Metrologia” que inclui pequenas notas sobre os próximos eventos de interesse para a nossa comunidade.

A Comissão Redatora agradece aos autores que nos facultaram os seus trabalhos e à Comissão Científica que desde sempre tem zelado pela qualidade das publicações da SPMet.

Desejamos uma leitura proveitosa deste oitavo número cheio de interesse da Revista Medições e

Lisboa, 30 de janeiro de 2015

Eduarda Filipe

Presidente do Conselho Diretivo da SPMet

## FAÇA-SE SÓCIO

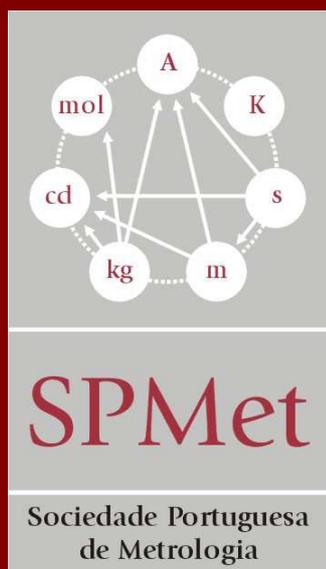
A SPMet tem quatro categorias de associados:

- **ASSOCIADOS HONORÁRIOS** - pessoas singulares ou coletivas às quais, pela sua categoria científica, a SPMet entenda dever conferir este testemunho de consideração.
- **ASSOCIADOS EFETIVOS** - pessoas singulares cuja atividade se processe no domínio da Metrologia ou das Ciências.
- **ASSOCIADOS INSTITUCIONAIS** - as entidades com atividade no domínio do ensino, da investigação, da indústria ou outros de algum modo relacionados com a Metrologia
- **ASSOCIADOS ESTUDANTES** - as pessoas singulares que frequentam o ensino superior e se interessam pelo estudo da Metrologia ou das Ciências afins

O número de associados de qualquer das categorias mencionadas nos números anteriores não será limitado.

Estão disponíveis no seguinte endereço [http://www.spmet.pt/inscricao\\_1024.htm](http://www.spmet.pt/inscricao_1024.htm)

As respetivas fichas de inscrição que, depois de devidamente preenchidas e enviadas para o secretariado de direção, serão analisadas para validação.



SPMet

ISSN 2182-5424

| nº 10 | Janeiro de 2015

## MEDIR COM LUZ - PERSPETIVAS

O. Pellegrino

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2, 2825-513 – Caparica Portugal

[opellegrino@ipq.pt](mailto:opellegrino@ipq.pt)

### RESUMO

As abordagens energéticas e fotónicas, como alternativas à tradicional descrição fotométrica das grandezas fisiológicas associadas à visão, permitem antever a importância destas grandezas nos exemplos da eficiência energética e da reformulação do SI. Nesta comunicação, propõe-se apresentar os fundamentos da intensidade luminosa e respetivas grandezas derivadas fisiológicas, de grande potencial no domínio da saúde. São apresentadas algumas características da metrologia ótica, através dos principais modelos que a sustentam e de algumas aplicações, ao longo dos tempos.

Palavras-Chave: Luz, Metrologia Ótica, Fotometria, Eficiência Energética, Grandezas Fisiológicas

### 1. Introdução

A Assembleia Geral das Nações Unidas, na sua 68ª sessão, a 20 de dezembro de 2013, anunciou 2015 como o “Ano Internacional da Luz e das Tecnologias baseadas na Luz”, em conjunto com outros organismos científicos e a UNESCO. Esta iniciativa é um reconhecimento do papel essencial e transversal da Luz e das Tecnologias baseadas na Luz, na vida quotidiana, na ciência, na tecnologia e na cultura [1], [2]. A luz tem um lugar central na vida e na cultura humana, desde a utilização do fogo pelos povos primitivos, sendo a pintura e a escultura uma das manifestações mais comuns. Todas as artes mais recentes historicamente que a pintura e a escultura - cinema, fotografia, banda desenhada..., são dependentes da luz e da visão. Assim, na obra notável “Haja Luz!” [3], o Professor Jorge Calado refere inúmeros exemplos da cultura, com a intervenção da luz. Evidencia também o importante papel que a luz tem na música e na literatura. A leitura da “História da Luz e das Cores” [4], do Professor Luís Bernardo conduz-nos a uma descrição exaustiva do estudo da Luz e da Ótica ao longo da História da Humanidade, até aos meados do século XX. Apresentam-se a seguir alguns exemplos de compreensão das propriedades da Luz, decorrentes do conhecimento e respetivas aplicações.



Uma das mais antigas ciências é a astronomia e os instrumentos a ela associados que permitiam determinar a posição das estrelas, foram os antepassados dos instrumentos utilizados em ótica, com aplicações progressivamente crescentes nas diferentes atividades humanas. Assim, durante muito tempo, o estudo da luz vindo das estrelas foi a única fonte de informação sobre o movimento e a constituição dos astros. Foi também a partir dessas primeiras observações que se deduziram as primeiras medições do tempo, dando posteriormente origem aos calendários. A invenção do microscópio, contemporânea da do telescópio, marcou a revolução científica do século XVII, impulsionando o desenvolvimento da biologia e das ciências da Terra. A evolução do conhecimento sobre a formação das imagens potenciou a teoria da ótica de Fourier, que está na origem da holografia e dos discos digitais. No início do século XX, o estudo das propriedades da luz esteve na base do desenvolvimento e da criação da teoria da relatividade e da mecânica quântica. Com efeito, o facto de não se conseguir evidenciar uma variação da velocidade da luz, associada ao movimento da Terra, possibilitou uma nova formulação da teoria de Galileu. Por sua vez, a noção de *quantum* de energia, que permitiu explicar a distribuição espectral da luz emitida por um corpo incandescente, está na base das conceções atuais da estrutura e das propriedades da matéria. Os progressos neste último domínio levaram à invenção do laser e à pesquisa das propriedades não-lineares da interação luz-matéria. Assim, a ótica integrada tem seguido os passos da eletrónica, tornando possível o transporte, por fibra ótica, de grandes quantidades de informação, com perdas residuais de energia em percursos de vários milhares de quilómetros.

## 2. Metrologia da luz

É possível considerar três modelos para descrever os domínios da metrologia da luz [5]. Segundo o modelo da ótica geométrica, a luz movimenta-se em linha reta, dando origem aos chamados raios luminosos. De facto, os raios luminosos têm constituído um instrumento ideal para definir alinhamentos, referenciar posições e medir ângulos, desde há milhares de anos. Atualmente são materializados por um feixe laser, que pode percorrer distâncias da ordem da dezena até à centena de metros. Uma

aplicação da ótica geométrica é a medição do índice de refração. A refratometria é utilizada, por exemplo, na determinação da concentração de açúcar na indústria vitivinícola [6].

As aplicações da velocidade da luz obedecem às leis da ótica geométrica mas também ao modelo ondulatório, por exemplo, para a medição de distâncias em geodesia, em estudos atmosféricos, telemetria ou identificação de alvos no setor militar, com o LIDAR (*Light Detection And Ranging*), equivalente neste domínio da ótica ao RADAR (*Radio Detection And Ranging*). A formação de imagens, que pode ser considerada como a primeira razão de ser da ótica, baseia-se sobre os dois modelos já referidos [5].

Segundo o modelo ondulatório, a luz é uma radiação eletromagnética caracterizada por uma variação periódica de um “vetor luminoso” perpendicular à direção de propagação e é definida por uma frequência,  $\nu$  ou por uma das grandezas associadas à frequência, à energia,  $E$ , ou ao comprimento de onda,  $\lambda$ . As radiações eletromagnéticas podem ter como origem a passagem de uma corrente elétrica numa antena, o aumento de temperatura num corpo, uma descarga elétrica, etc. As radiações visíveis, que são consideradas nos fenómenos da ótica, têm valores de frequência entre 395 THz e 790 THz, o que corresponde a comprimentos de onda entre 760 nm e 380 nm, respetivamente, ou a energias entre 1,7 eV e 3 eV. O modelo ondulatório permite interpretar e efetuar as mais rigorosas medições interferométricas, assim como evidenciar o limite imposto pela difração na exatidão dessas medições. A interferometria é uma das técnicas mais exatas possibilitando a determinação de uma fração do comprimento de onda associado à radiação emitida pelo laser, ou seja, da ordem de alguns nanómetros. A utilização do laser é de importância fundamental na realização do metro e na disseminação desta unidade nos laboratórios nacionais acreditados no domínio do comprimento [7]. O carácter vetorial das ondas introduz métodos baseados sobre os estados de polarização da luz que influenciam o seu comportamento quando em interação com a matéria, dando origem à polarimetria e à elipsometria [8]. A ação sobre a luz polarizada pode ser intrínseca ao material ou induzida, dando origem à fotoelasticimetria [9]. Com as leis da ótica geométrica, o modelo ondulatório permite ainda interpretar a formação de imagens, cuja qualidade pode ser melhorada através de processos de filtragem ótica e digital [10]. Além do respetivo tamanho, a posição da imagem intervém na metrologia, dado que alguns instrumentos, como o microscópio, permitem leituras longitudinais com um desvio da ordem de uma fração de micrometro [11].

O terceiro modelo considera as medições das grandezas derivadas da energia associada à luz, quer através da visão, ou de recetores físicos. A fotometria, referida a seguir, está associada à iluminação [12] enquanto a espectrofotometria [13] é uma das ferramentas mais eficazes de análise, utilizada na astronomia, na ciência dos materiais e na biologia. A medição de temperatura sem contacto (pirometria) utiliza este modelo energético, sem limite máximo para os valores medidos [14]. A colorimetria trata da medição das cores, tendo diversas aplicações nos setores das tintas e corantes, alimentar, saúde e

artes [15]. Mais recentemente, a optoelectrónica associada à informática tem criado novas perspectivas para comunicações mais fiáveis e com melhor desempenho [16].

A metrologia ótica apresenta como principais vantagens a não alteração dos sistemas estudados devido à ausência de contacto e diminutos tempos de resposta. No entanto, necessita de instrumentos de medição de elevada exatidão. Por exemplo, o tamanho das lentes das objetivas fotográficas ou de microscópio não toleram desvios de construção superiores à décima parte do micrometro e os defeitos das respetivas superfícies são da ordem de alguns nanometros.

### 3. Radiometria - Fotometria

A radiometria considera o estudo das radiações eletromagnéticas para valores de comprimentos de onda entre 1 nm (domínio dos raios x) e 1 mm (domínio das ondas rádioelétricas) enquanto a fotometria “limita-se” à radiação visível, i.e. percebida pelo olho humano. Em complemento da abordagem pela ótica geométrica, apresentada na Figura 1, efetuamos uma descrição fotónica do processo de sensação da visão.

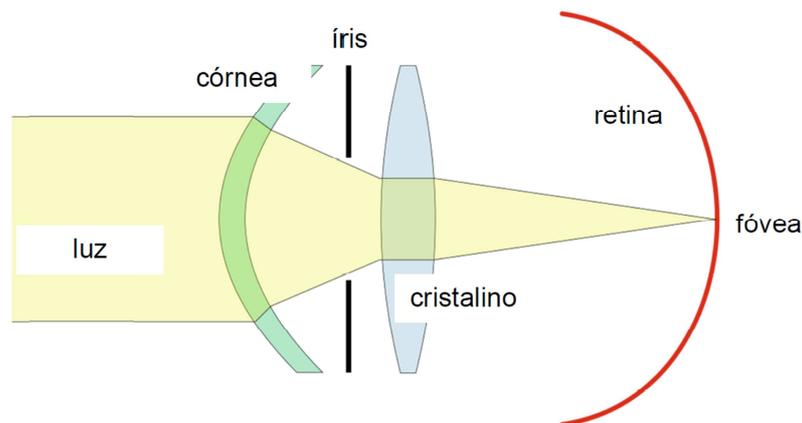


Figura 1. Modelo ótico do olho humano

(Fonte: Adaptação de [http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Modele\\_optique\\_oeil.svg](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Modele_optique_oeil.svg)).

A energia  $E$  associada a um fóton de comprimento de onda  $\lambda$  é dada pela relação  $E = h c / \lambda$ , em que  $h = 6,626\ 07\ 10^{-34}$  J·s é a constante de Planck e  $c = 2,997\ 92\ 10^8$  m·s<sup>-1</sup> a velocidade da luz no vácuo. Neste âmbito, são necessários no mínimo entre 6 a 9 fótons para o limiar de uma resposta visual [17]. Na retina do olho humano, a luz é absorvida por centenas de milhões de células fotossensíveis, os bastonetes e os cones, em função do comprimento de onda e da intensidade do fóton, da direção do feixe luminoso e da zona absorvente.

O olho humano é sensível a um intervalo de valores de luminância entre  $10^5 \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$  para a luz de um dia com muito sol e  $10^{-6} \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$  para alguns fótons numa raio de luz. Os bastonetes só contêm um tipo de molécula de fotopigmento, a rodopsina, sensível à totalidade do espectro visível. Existem três tipos de cones, aproximadamente 6 milhões em cada olho, com moléculas recetoras específicas centradas em intervalos espectrais de diferentes comprimentos de onda, referidos por *S*, *M* e *L*, por serem centrados em comprimentos de onda curtos (entre 420 nm e 440 nm), médios (entre 534 nm e 545 nm) e longos (entre 566 nm e 580 nm), respetivamente. Os bastonetes detetam valores de luminância menores ou iguais a  $10^2 \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$  e estão situados na periferia da retina; os cones detetam valores de luminância maiores ou iguais a  $10^{-3} \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$ , estando situados dentro de um campo central com  $2^\circ$  de diâmetro angular. Os dois tipos de células fotossensíveis são responsáveis respetivamente pela visão escotópica e fotópica. Para valores de luminâncias entre  $10^{-3} \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$  e  $10 \text{ cd}\cdot\text{m}^{-2}$ , os cones e os bastonetes contribuem para a visão mesópica, como se pode observar na Figura 2.

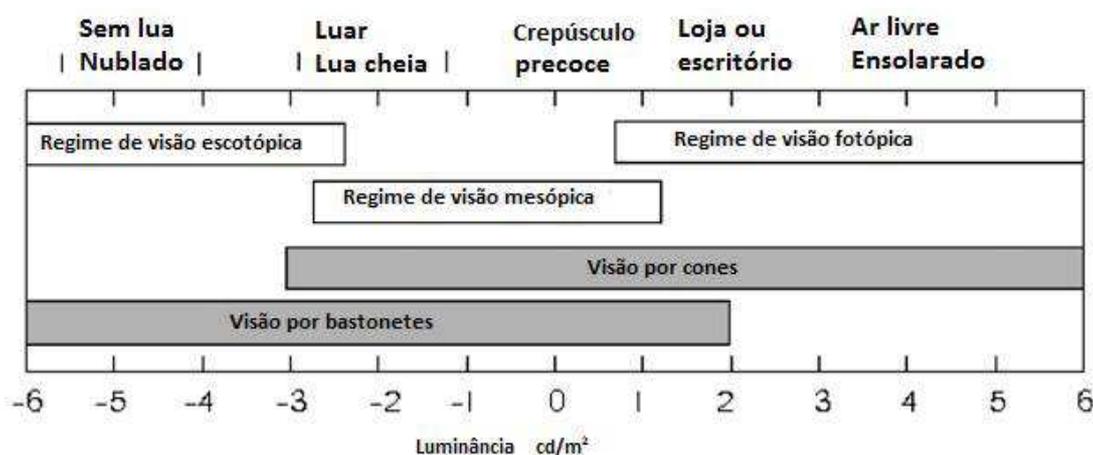


Figura 2. Intervalos aproximativos de luminância da visão humana e dos fotorrecetores correspondentes (Fonte: referência [18]).

A sensação visual é devida à conversão em sinais elétricos transmitidos ao nervo ótico, para o córtex visual do cérebro, dos fótons absorvidos pelos fotopigmentos. Devido à natureza indivisível do *quantum* de energia associado a um fóton, toda essa energia é transferida a uma única molécula de fotopigmento, dando uma sensação que não depende do comprimento de onda absorvido, mas só da capacidade do recetor para “captar” o *quantum* [19]. Esta propriedade supõe que a eficácia dum fóton absorvido em produzir uma sensação visual é independente do comprimento de onda, o que tem como consequência que números iguais de fótons absorvidos conduzem às mesmas sensações visuais. A resposta do sistema visual humano a esse número total de fótons por unidade de tempo (chamado de fluxo fotónico) é uma medição dessa eficácia quântica [18].

Para que o resultado da medição da luz seja mais próximo da sensação visual do observador humano exposto à mesma radiação, a Comissão Internacional da Iluminação (CIE) introduziu as funções de eficiência luminosa espectral  $V(\lambda)$  e  $V'(\lambda)$ , que descrevem, respetivamente, a sensibilidade espectral relativa do olho humano médio para as visões fotópica e escotópica [20]. O Comité Internacional dos Pesos e Medidas (CIPM) aprovou o uso dessas funções, que permitem definir as grandezas fotométricas como grandezas proporcionais ao integral de uma distribuição de potência espectral ponderada por uma função específica de comprimento de onda. Assim, qualquer grandeza fotométrica  $X_v$ , como o fluxo luminoso, a intensidade luminosa, a luminância e a iluminância é definida através da equação:

$$X_v = K_m \int_{\lambda} X_{e,\lambda}(\lambda) V(\lambda) d\lambda$$

em que  $X_{e,\lambda}$  é a grandeza espectral radiométrica correspondente (i.e. a densidade espectral do fluxo energético, da intensidade energética, da radiância e da irradiância, respetivamente) e a constante multiplicativa  $K_m$  é o valor máximo da eficácia luminosa,  $683 \text{ lm}\cdot\text{W}^{-1}$  em  $\lambda = 555 \text{ nm}$ , para a visão fotópica, segundo a definição atual da candela, que especifica o valor de  $K_m$  para a frequência igual a  $540 \text{ THz}$ , em vez de referir o valor comprimento de onda  $\lambda$ . Para a visão escotópica, as grandezas fotométricas são definidas por uma equação integral semelhante, com  $K'_m = 1700 \text{ lm}\cdot\text{W}^{-1}$  em  $\lambda = 507 \text{ nm}$ . O observador fotométrico padrão da CIE para  $V(\lambda)$  considera um campo de visão de  $2^\circ$ , correspondente ao mesmo estímulo visual para o observador colorimétrico padrão da CIE de 1931, recomendado para campos de visão entre  $1^\circ$  e  $4^\circ$  [20].

À escala nacional, o laboratório de fotometria do Instituto Português da Qualidade é responsável pela manutenção do padrão nacional da candela e de grandezas derivadas, assegurando a disseminação e a rastreabilidade metrológica dos resultados de medição ao SI [21], [22].



Figura 3. Banco fotométrico do Laboratório de Fotometria do IPQ.

#### 4. Perspetivas

Em 2004, mais de 10 % da energia elétrica produzida era utilizada para a iluminação, maioritariamente com lâmpadas de incandescência, cuja eficiência energética é da ordem de 5 %. Além disso, estas lâmpadas, à respetiva temperatura de funcionamento, só emitem 27 % de radiação na região espectral do visível. Assim, em 2012, por indicação da Comissão Europeia, as lâmpadas por incandescência passaram a ser substituídas por lâmpadas fluorescentes e lâmpadas de halogénio, de maior eficiência energética, apesar das fluorescentes conterem mercúrio e as segundas não terem a mesma distribuição espectral das de incandescência ou do que os mais recentes dispositivos emissores de luz (LED), também designados de lâmpadas de estado sólido (SSL). Estes últimos dispositivos têm o dobro da eficiência energética das lâmpadas fluorescentes. No âmbito da EURAMET, a Associação Europeia de Laboratórios Nacionais de Metrologia, têm sido realizados projetos europeus de I&D, com o objetivo de melhorar o desempenho das lâmpadas LED [23], [24].



Figura 4 Dispositivos emissores de luz (LED)

(Fonte: Projeto EMRP - ENG05 Lighting “Metrology for Solid State Lighting” [23]).

Desde 2005, o Comité Consultivo das Unidades (CCU) tem vindo a propor, nas reuniões da Conferência Geral dos Pesos e Medidas (CGPM), a reformulação das definições de 4 das 7 unidades de base do SI, através de constantes fundamentais [25]. Tendo como objetivo a uniformização destas definições, foi proposta uma formulação radiométrica através de grandezas fotónicas [18], mas sem sucesso. Todavia, a implementação de fontes e de detetores monofotónicos tem possibilitado o desenvolvimento de uma nova tecnologia quântica [26], com aplicações, por exemplo, no setor das comunicações em que a distribuição quântica de chaves (QKD), i.e. a geração de chaves criptográficas realmente aleatórias entre duas entidades ligadas por um canal quântico, baseia-se em tecnologias de ótica quântica [16].

A curto prazo, será pertinente considerar o enquadramento das grandezas fotométricas enquanto grandezas fisiológicas, no *novo* SI, baseado em constantes fundamentais e tendencialmente

independentes do ser humano [27]. Existe também a necessidade de envolver as grandezas fisiológicas nos domínios da segurança e da saúde, como a biométrica e a telebiométrica [28], no referencial ISO/IEC 80003 “Physiological quantities and their units” [29] em desenvolvimento.

## REFERÊNCIAS

- [1] <http://www.light2015.org/Home.html>
- [2] <http://ail2015.org/>
- [3] “Haja Luz” J. Calado, IST Press, 2011.
- [4] “História da Luz e das Cores” Vol. 1, Vol.2, Vol.3 L.M. Bernardo, Universidade do Porto, 2009-2010
- [5] “Les grandeurs optiques et leurs mesures” M. Henri, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 6250, 1996
- [6] “Determinação da fracção mássica de soluções aquosas em glucose por refractometria e densimetria” A. Furtado, O. Pellegrino, S. Alves, E. Beja, S. Fortes, I. Spohr, E. Filipe Atas da CONFOMET 2010
- [7] “O Laser na realização prática da definição do metro” F. Saraiva, L. Eusébio, S. Gentil, E. Filipe Gazeta de Física, Vol. 34, 8, 2011
- [8] “Activité optique” M. Henri, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 6470, 1991
- [9] “Photoélasticimétrie” D. Paraskevas, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 1870, 1990
- [10] “Instruments optiques d’observation et de mesure” C. Véret, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 6500, 1993
- [11] “Microscopie” G. Roblin, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 6710, 1998
- [12] “L’unité d’intensité lumineuse au Conservatoire national des arts et métiers” J. Bastié, Bulletin BNM, N.º 99, 65, 1995
- [13] “Measurements of Regular Transmittances and Regular Reflectances at the IPQ’s Spectrophotometry Laboratory”, J.P.P. Violante, O. Pellegrino, H.V.G. Navas, Proceedings of the 15th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM15), FEUP, Porto, Portugal, July 22-27, 2012
- [14] “A Medição da Temperatura por Radiação Infravermelha. Desenvolvimentos do Laboratório de Temperatura do LCM-IPQ” E. Filipe, N. Machado Atas do 1.º Congresso Nacional da Qualidade, Lisboa, 2000
- [15] “Colorimétrie. Éléments théoriques” D. Dupont, D. Steen, Techniques de l’Ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 6440, 2004
- [16] “Metrology for industrial quantum communications :the MIQC project” M.L Rastello, I.P. Degiovanni, A.G. Sinclair, S. Kück, C.J. Chunnillall, G. Porrovecchio, M. Smid, F. Manoocheri, E. Ikonen, T. Kubarsepp, D. Stucki, K. S Hong, S.K. Kim, A. Tosi, G. Brida, A. Meda, F. Piacentini, P. Traina, A. Al Natsheh, J.Y. Cheung, I. Müller, R. Klein. A. Vaigu, Metrologia, 51, S267, 2014
- [17] “Visual Perception” T.N. Cornsweet, New York Academic, pp60-89 1970
- [18] “Photometry, radiometry and ‘the candela’: evolution in the classical and quantum world” J.C. Zwinkels, E. Ikonen, N.P. Fox, G. Ulm, M.L. Rastello Metrologia 47, R15 2010
- [19] W.A.H. Rushton, J. Physiol. 220, 1 1972
- [20] “Principes régissant la photométrie/Principles governing photometry” G. Wysecki, W.R. Blevin, K.G. Kessler, K.D. Mielenz, BIPM Monographie 83/1, 1983
- [21] “Final report on regional comparison EURAMET.PR-K3.a: Luminous intensity” A Sperling, G Sauter, D Lindner, M Eltmann, Metrologia 51, 02001 2014
- [22] “Traceability and method validation in a Photometry Laboratory” O.Pellegrino, C.Pires, E.Filipe International Journal of Metrology and Quality Engineering, 2, 1 2011
- [23] <http://www.m4ssl.npl.co.uk/>
- [24] <http://www.eng62-mesail.eu/>

- [25] Bureau International des Poids et Mesures, "Consultative Committee for Units (CCU) - Report of the 20th meeting (14-16 September 2010) to the International Committee for Weights and Measures", 2010
- [26] "Traceable metrology for characterizing quantum optical communication devices" C.J. Chunnillall, G. Lepert, J.J. Allerton, C.J. Hart, A.G. Sinclair Metrologia 51, S258 2014
- [27] "SI physiological units" O. Pellegrino, I. Godinho, C. Oliveira, E. Filipe, International Journal of Metrology and Quality Engineering, *aceite*
- [28] IEC/NP 80003-4 "Physiological quantities and their units – Part 4: Biology"
- [29] ISO/WD 80003-2 "Physiological quantities and their units – Part 2: Physics"

**Olivier Pellegrino**, Engenheiro em química, pela École Nationale Supérieure de Chimie de Paris e doutor em física, pela Université de Paris 6, é responsável dos laboratórios de fotometria, refratometria e velocidade do Laboratório Nacional de Metrologia do Instituto Português da Qualidade (IPQ) desde 2002. Representante de Portugal nas reuniões técnicas da EURAMET no domínio da fotometria e radiometria, participa também em comités técnicos nacionais da ISO e da IEC das áreas da terminologia, fotometria e materiais de referência. Professor universitário em química-física e sócio de várias sociedades científicas nacionais, tem contribuído em dezenas de comunicações científicas orais, por cartaz e publicadas, nacionais e internacionais.



## **RASTREABILIDADE METROLÓGICA EM MEDIÇÕES DE RUGOSIDADE**

**Saraiva F.<sup>1</sup>, Guedes D.<sup>2</sup>, Martins R. F.<sup>2</sup>, Filipe E.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Instituto Português da Qualidade - IPQ

<sup>2</sup>Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa FCT-UNL, Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial-UNIDEMI

### **RESUMO**

A rugosidade da superfície de uma peça é caracterizada por um conjunto de irregularidades, com espaçamento regular ou irregular, podendo formar padrões ou texturas características sobre a superfície resultantes, regra geral, do processo de fabrico.

Os acabamentos superficiais são muito importantes pois a sua exatidão influencia fatores tais como a tolerância dimensional, a resistência à corrosão e à fadiga, o escoamento de fluidos, a lubrificação e a transmissão de calor nas peças. O controlo de qualidade das superfícies mecânicas utilizadas em engenharia mecânica constitui a forma de avaliação da relação entre o processo de fabrico e a função da superfície do material e pode ser conseguida através do controlo da textura da sua superfície. A realização de medições de repetibilidade e reprodutibilidade sobre peças mecânicas utilizando como referência os valores dos parâmetros de rugosidade, dos padrões de rugosidade, constitui um procedimento de controlo da qualidade das superfícies.

O Laboratório de Comprimento do IPQ é responsável pela realização prática da unidade de comprimento, o metro, e pela sua disseminação metrológica, sendo a calibração de padrões de rugosidade um dos serviços prestados.

Com esta comunicação pretende-se apresentar a importância das normas técnicas, da análise metrológica dos acabamentos de superfícies de componentes mecânicos produzidos por diferentes processos de fabrico, nomeadamente por laminagem e polimento, bem como a importância da calibração dos sistemas de medição dos rugosímetros, nos resultados de medição e controlo de qualidade das superfícies.

### **1. Introdução**

#### **1.1 Rugosidade e ondulação**

Por convenção, a textura das irregularidades produzidas numa superfície pelo processo de fabrico é composta por dois componentes: a rugosidade e a ondulação. A rugosidade consiste no conjunto de irregularidades finas, ou grau de acabamento, características do próprio processo de fabrico, com espaçamento regular ou irregular. A ondulação consiste nas irregularidades mais espaçadas que são frequentemente produzidas por vibração decorrente do processo de maquinaria, constituindo os chamados erros de forma da superfície. Usualmente, os termos “acabamentos de superfície” e “rugosidade” são associados e são utilizados indiferenciadamente, devido ao facto da rugosidade ser medida e especificada mais frequentemente que a ondulação. A topografia da superfície inclui estes componentes de acabamento de superfície, bem como quaisquer outras irregularidades (Figura 1).

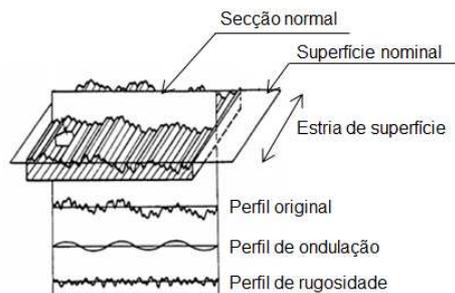


Figura 1 – Características de superfície e terminologia [1].

Com o desenvolvimento tecnológico, rapidamente se verificou que a superfície dos componentes mecânicos é um fator importante para o funcionamento dos sistemas (máquinas). O controlo da qualidade da produção das superfícies dos materiais tem de ter em conta, o processo de fabrico e a função dessa superfície através do controlo da sua rugosidade.

Fundamentalmente, os acabamentos de superfície resultantes de laminagem, fundição, forjamento, são acabamentos ditos em bruto, os resultantes de processos de corte com ou sem arranque de aparas: torneamento, fresagem, corte por arrombamento, aplainamento, esmerilagem, são acabamentos de superfícies trabalhadas. A superfície resultante de processos de decapagem, têmpera, niquelagem, pintura corresponde aos acabamentos com tratamento especial (Figura 2) [2].



Peça obtida por fundição (sem tratamento/em bruto)



Peça obtida por torneamento



Peça obtida por torneamento e fresagem



Niquelagem

Figura 2 – Exemplo de acabamentos superficiais.

## 1.2 Metrologia de rugosidade

Em metrologia de rugosidade, a superfície é digitalizada por contacto, com um equipamento de medição denominado de rugosímetro (*stylus instrument*) (Figura 9) de acordo com o método descrito na norma internacional ISO 3274 [3]. A metrologia das superfícies assenta também na definição de funções matemáticas: parâmetros de rugosidade, encontrando-se atualmente normalizados e cujos valores nominais de rugosidade foram estabelecidos a partir da experiência obtida ao longo da história da

produção e fabrico de superfícies mecânicas, podendo facilmente encontrarem-se valores de rugosidade média típicos para os diferentes processos de fabrico em livros sobre tecnologia mecânica.

### **1.3 Rastreabilidade metrológica**

A rastreabilidade metrológica é definida *como sendo a propriedade dum resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através duma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição* [4].

Através da rastreabilidade metrológica, em que por processos de calibração e procedimentos de medição, a exatidão das medições de rugosidade é conseguida e relacionada à realização prática da definição do metro, a indústria garante o controlo de qualidade das superfícies produzidas. O processo de rastreabilidade envolve conhecimento sobre os equipamentos de medição, sobre os padrões de rugosidade, sobre os acabamentos superficiais e sobre medição e calibração, aspetos considerados mais adiante.

No Laboratório de Comprimento do IPQ são calibrados os padrões de rugosidade sendo os respetivos certificados de calibração utilizados pela indústria para efetuar a calibração de rugosímetros assegurando assim a rastreabilidade metrológica na medição da rugosidade de superfícies.

Com o presente trabalho pretende-se dar a conhecer a importância que a calibração tem nos equipamentos de medição de rugosidade (rugosímetros), bem como a diferença de resultados obtidos em medições de rugosidade, quando utilizado um rugosímetro industrial não calibrado e o mesmo rugosímetro, após calibração e verificação metrológica.

## **2. Fundamentação**

Os acabamentos superficiais estão diretamente relacionados com o grau de qualidade do acabamento exigido para as superfícies. Do ponto de vista de fabrico e de funcionamento, pode afirmar-se que a superfície ideal é aquela que satisfaz os requisitos funcionais exigidos.

Daqui se depreende a importância de que os valores dos parâmetros de rugosidade estejam dentro das tolerâncias especificadas e que estas sejam as mesmas quer para os fabricantes quer para os clientes ou utilizadores desses materiais. A solução para o problema de controlo de qualidade de superfícies envolve aspetos como: a determinação dos parâmetros de rugosidade que são referência para a utilização funcional do material produzido (por exemplo, se para contactos estáticos ou dinâmicos) e o manter da exatidão e concordância entre os vários instrumentos de medição utilizados. A especificação metrológica dos parâmetros de rugosidade é apresentada nas normas técnicas [5].

## 2.1 Simbologia a indicar nos desenhos técnicos

Desde os anos 30, do século XX, que foi iniciado um processo de normalização de modo a quantificar-se a relação entre a rugosidade de superfície e a sua função. A norma para indicação da rugosidade de superfície em desenho técnico é a ISO 1302 [6]. Esta norma define como apresentar a indicação dos estados de superfície nos desenhos técnicos, apresentando os símbolos gráficos necessários para a indicação do acabamento da superfície. Informa também de como se deve realizar a indicação nos desenhos técnicos do método de fabrico ou informação relacionada, interpretação e orientação das estrias presentes na superfície, tolerância dimensional e geométrica. A evolução tecnológica e os requisitos técnicos e metrológicos a especificar para a produção de acabamentos superficiais, tem vindo a conduzir a atualizações desta norma, que devem ser tidas em conta. A Figura 3 apresenta o exemplo da alteração introduzida no desenho técnico do símbolo gráfico de acabamento de superfície da edição de 1978 para a edição atual, a de 2002.

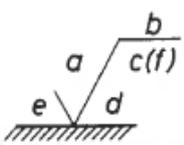
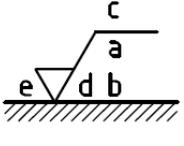
 <p>a – valor da rugosidade <math>R_a</math> (em <math>\mu\text{m}</math>) ou classe de rugosidade  b – tratamentos especiais da superfície  c – comprimento de base (em mm)  d – direção das estrias  e – sobre espessura para acabamento  f – outros parâmetros e valor de rugosidade</p>	 <p>a – indicação do parâmetro de rugosidade e seu valor (1º requisito)  b – outro parâmetro e valor de rugosidade (2º requisito de acabamento de superfície)  c – método de fabrico, tratamento, revestimento  d – direção e orientação das estrias de superfície  e – sobre espessura para acabamento</p>
<p>ISO 1302:1978</p>	<p>ISO 1302:2002</p>

Figura 3 – Exemplo da atualização da norma ISO 1302.

As alterações que ocorreram na norma são significativas, como se pode constatar. Na norma mais antiga, apenas era exigida a indicação, no desenho técnico, do valor de  $R_a$  como valor de referência, ou o número da classe de rugosidade, sendo apenas indicado o valor de outro parâmetro de rugosidade se necessário.

Atualmente, não é exigida a especificação de  $R_a$ , devendo ser indicado o valor e o parâmetro de rugosidade que caracteriza melhor a rugosidade tendo em conta a função da peça a produzir, deixando também de existir a possibilidade da especificação através da classe de rugosidade<sup>1</sup>. Outra alteração

<sup>1</sup> A versão da ISO 1302: 2002 mantém apenas como complemento a tabela com as classes de rugosidade.

significativa é o facto de atualmente se poder indicar o tratamento a que a superfície em causa estará sujeita, assim como o seu método de fabrico e o seu revestimento.

A indicação e orientação das estrias são feitas através da inscrição dos símbolos apresentados na norma de desenho técnico. As indicações referidas na Figura 3 podem apresentar-se todas, algumas ou apenas uma no desenho técnico, conforme as tolerâncias e especificações de utilização da peça a produzir (Figura 4).

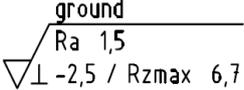
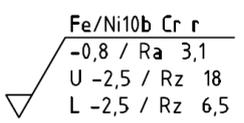
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Processo de fabrico: esmerilagem</li> <li>- <math>Ra = 1,5 \mu\text{m}</math>, <math>Rz_{max} = 6,7 \mu\text{m}</math> (regra do valor máximo)</li> <li>- Estrias de superfície aproximadamente perpendiculares ao plano de projeção</li> <li>- Banda de transmissão = 2,5 mm (para o parâmetro <math>Rz_{max}</math>, a indicar para <math>Ra</math>), comprimento de avaliação = <math>5 \times 2,5 \text{ mm} = 12,5 \text{ mm}</math> (para o parâmetro <math>Rz_{max}</math> e <math>5 \times</math> valor da banda de transmissão a indicar para <math>Ra</math>)</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Uma especificação superior unilateral e outra especificação bilateral:</li> <li>- Unilateral: <math>Ra = 3,1 \mu\text{m}</math>; Banda de transmissão = 0,8 mm, comprimento de avaliação = <math>5 \times 0,8 \text{ mm} = 4 \text{ mm}</math></li> <li>- Bilateral: <math>Rz = 18 \mu\text{m}</math> (limite superior de especificação), <math>Rz = 6,5 \mu\text{m}</math> (limite inferior de especificação), comprimento de avaliação = <math>5 \times 2,5 \text{ mm} = 12,5 \text{ mm}</math></li> <li>- Tratamento de superfície: Revestimento de níquel/crómio</li> </ul>

Figura 4 – Exemplos de indicações de acabamento de superfície em desenhos técnicos [3].

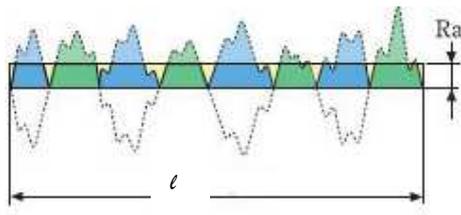
## 2.2 Parâmetros de rugosidade

Como anteriormente referido, em engenharia mecânica, a textura das superfícies pode ser obtida através duma grande variedade de processos de fabrico e acabamento, os quais conduzem a diferentes acabamentos de superfície. Para caracterizar os acabamentos são definidos parâmetros estatísticos. Para utilização industrial estão definidos em normas mais de 50 parâmetros de rugosidade [7].

Estes podem ser classificados como parâmetros de amplitude (medida das características verticais dos desvios de superfície), parâmetros de espaçamento ou ondulação (medido das características horizontais dos desvios de superfície) ou em parâmetros híbridos (combinação de ambos).

A norma ISO 4287:1997 especifica os termos, definições e parâmetros para a determinação da textura de superfície (rugosidade, ondulação e perfil primário) por perfilometria [8] [9].

Um dos parâmetros de amplitude mais utilizado para especificação da rugosidade da superfície é o  $Ra$  (desvio médio aritmético do perfil avaliado) (Figura 5) que corresponde à média aritmética dos valores absolutos das coordenadas do perfil (equação 1).



$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx$$

Equação 1

$l$  é o comprimento amostral

Figura 5 – Representação do parâmetro de rugosidade  $Ra$ .

Para além de  $Ra$ , também  $Rz$  é um parâmetro de amplitude muito utilizado na especificação de rugosidade de superfícies, sendo dado como:

A altura máxima do perfil ( $Rz$ ) – soma da altura máxima dos picos do perfil,  $Zp$ , com a profundidade máxima dos vales do perfil,  $Zv$ , compreendidos no comprimento amostral (Figura 6) é outro dos parâmetros a avaliar na análise da rugosidade de superfície.

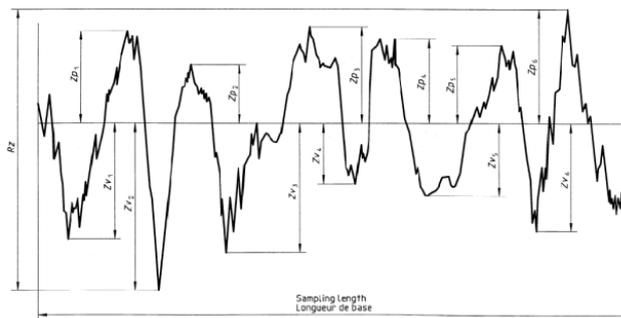


Figura 6 - Altura máxima do perfil (exemplo de um perfil de rugosidade). Figura adaptada de [ISO 4287:1997].

A norma ISO 4287:1997 especifica e define os restantes parâmetros de amplitude, ondulação e de forma.

### 2.3 Padrões de rugosidade

Padrão de medição - é uma realização da definição duma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada [3].

As características metrológicas das medidas materializadas utilizadas como padrões de rugosidade, para a calibração das especificações metrológicas dos instrumentos de medição da textura de superfície (rugosímetro) pelo método de perfil, definido na norma ISO 3274:1996, estão definidas na norma ISO 5436-1 [10]. Fundamentalmente existem 6 tipos de padrões de rugosidade (Tabela 1), para calibração das condições de referência metrológica do rugosímetro a calibrar.

Tabela 1 – Tipos e aplicações de Padrões de rugosidade [10].

Padrão de rugosidade	
Tipo	Característica/especificação/aplicação
A	<i>"Depth measurement standard"</i> Padrão de medição de profundidade
B	<i>"Tip condition measurement standard"</i> Padrão de medição da extremidade do apalpador
C	<i>"Spacing measurement standard"</i> Padrão de medição de espaçamento
D	<i>"Roughness measurement standard"</i> Padrão de medição de rugosidade
E	<i>"Profile coordinate measurement standard"</i> Padrão de medição de coordenadas do perfil
F	<i>"Software measurement standard"</i> Padrão de medição de software

Como exemplo, destacam-se os padrões Tipo A (Figura 7), padrões de medição utilizados para calibrar a componente vertical do *"stylus"*.

Estes padrões de medição têm num plano de topo um sulco de largura conhecida com um fundo plano, ou uma série de sulcos separados, com profundidades ou alturas iguais ou superiores. Cada sulco é suficientemente largo para ser insensível à forma ou condição do instrumento *"stylus"*. Os sulcos com fundos planos são caracterizados pela sua largura,  $W$ , e pela sua profundidade,  $d$ .

Os padrões Tipo D são padrões de medição que se destinam à calibração completa dos instrumentos de medição (rugosímetro). O padrão é formado por conjuntos de sulcos irregulares (Figura 8).

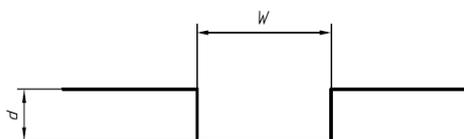


Figura 7 - Padrão de medição tipo A1 [10].

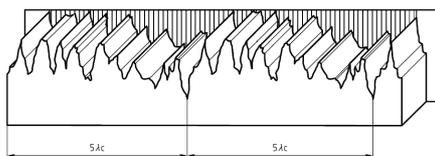


Figura 8 - Padrão de medição tipo D1 [10].

### 3. Sistema Experimental

Hoje em dia encontra-se comercialmente disponível uma vasta gama de sistemas para utilização em metrologia tridimensional de análise de superfícies de modo a dar resposta às necessidades de medição à escala nanométrica e micrométrica, como sejam as medições da espessura dos traços numa escala (*line width*), do passo em grelhas 1D/2D (*pitch on 1D/2D gratings*), a altura de sulcos (*step height*), da rugosidade entre outras. Neste conjunto de sistemas englobam-se os microscópios de varrimento laser (SPM), os microscópios de força atómica (AFM), os interferómetros laser e os perfilómetros de contacto (Rugosímetros).

A perfilometria de contacto é a apropriada quando são necessários varrimentos de longo alcance e para a análise de características e efeitos topográficos de larga escala, sendo por isso grandemente utilizados na indústria.

O rugosímetro é um aparelho eletrónico, utilizado para medir a rugosidade da superfície das peças e permitir a realização do controlo da qualidade do estado da superfície, ou seja, verificar se esta está ou não em conformidade com os valores especificados (Figura 9). Trata-se de um instrumento de medição que percorre/analisa as superfícies com uma ponta de contacto (*stylus tip*), sendo os movimentos do *stylus* captados por sensores eletrónicos que ampliam e convertem os sinais, permitindo a apresentação da rugosidade em gráficos ou os valores dos parâmetros de rugosidade definidos pela norma ISO 4287:1997.

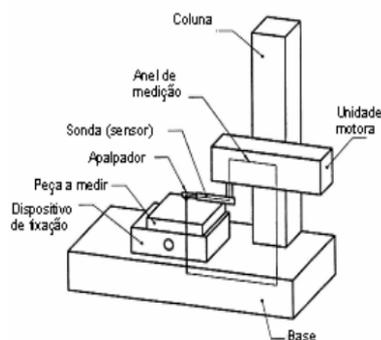


Figura 9 - Esquema de um Rugosímetro e Rugosímetro existente no IPQ.

Existem dois tipos de rugosímetros: os que fornecem apenas a leitura dos parâmetros de rugosidade, cuja utilização é mais frequente na produção e os que, para além dessa mesma leitura, permitem o registo de dados de acordo com as características ou parâmetros selecionados e, em alguns equipamentos, a análise estatística de uma série de medições, sendo a sua utilização mais frequente nos Laboratórios de Metrologia.

#### 4. Calibração de rugosímetros

Num rugosímetro a informação sobre a superfície a avaliar é detetada pelo apalpador e pode sofrer distorções não controladas, devido por exemplo à forma do *stylus* ou ao facto de nem sempre a superfície em análise ter as mesmas especificações metrológicas que os parâmetros calibrados do rugosímetro.

Os parâmetros de rugosidade em análise podem variar de superfície para superfície, pelo que a calibração dos rugosímetros deve ser efetuada periodicamente e antes da medição da superfície, através da utilização de padrões de rugosidade calibrados para os parâmetros a controlar.

Apenas assim se consegue obter compatibilidade entre os valores dos parâmetros de rugosidade de um padrão calibrado e os valores reais da superfície mecânica a controlar.

#### 5. Análise Metrológica de acabamentos superficiais

Para o presente trabalho, foram analisados os acabamentos de superfícies de peças obtidas através de diferentes processos de fabrico, tais como: fundição, corte por serra, laminagem e polimento, com a utilização de um rugosímetro industrial.

De modo a avaliar a reprodutibilidade das medições e a importância da calibração do rugosímetro foram realizadas medições sobre o padrão de rugosidade tipo C, antes de se introduzir no software do rugosímetro industrial os valores de calibração obtidos na calibração do padrão no Laboratório de Comprimento do IPQ e após a sua calibração.

##### 5.1 Especificações do Padrão de Rugosidade e do Rugosímetro Industrial

Para a realização da calibração do rugosímetro industrial foi utilizado um padrão de rugosidade Tipo C, com valor nominal de  $Ra = 2,97 \mu\text{m}$  e  $Rmax^2 = 9,4 \mu\text{m}$ .

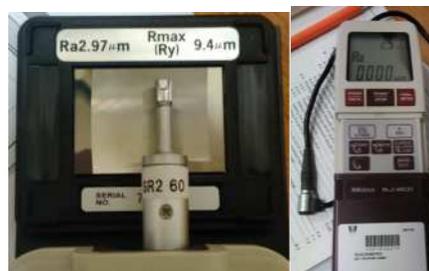


Figura 10 - Padrão de rugosidade Tipo C, apalpador (*stylus*) e unidade de leitura do rugosímetro industrial.

<sup>2</sup> Parâmetro não definido nas normas atualmente em vigor. A norma DIN 4768, que definia o parâmetro de rugosidade  $Rmax$  e cujo valor nominal é apresentado no padrão foi anulada.

O Rugosímetro industrial utilizado foi o modelo Surftest SJ-201 da Mitutoyo, com um raio do *stylus* de 2  $\mu\text{m}$  e uma amplitude de medição de  $\pm 25 \mu\text{m}$  (Figura 10). O comprimento amostral ( $l_r$ ) e total ( $l_t$ ) de avaliação, utilizado nas medições foram os seguintes:  $l_r = 0,8 \text{ mm}$ ,  $l_n = 5 \times l_r$ ,  $l_t = 7 \times l_r = 5,6 \text{ mm}$ .

## 5.2 Resultados de medição do padrão de rugosidade

Na Tabela 2 são apresentados os resultados medidos sobre o padrão de rugosidade com o rugosímetro industrial antes e após a calibração do mesmo.

Tabela 2 - Valores dos parâmetros de rugosidade obtidos antes e após a calibração do Rugosímetro Mitutoyo Surftest SJ-201,

Padrão de Rugosidade Nº Série: 731125	$Ra$ / $\mu\text{m}$	$R_{max}$ / $\mu\text{m}$
Antes	$3,01 \pm 0,10$	$9,9 \pm 0,33$
Depois	$2,95 \pm 0,05$	$9,6 \pm 0,20$
Valor de Referência CC IPQ :101.40/1441442	$2,97 \pm 0,03$	$9,4 \pm 0,03$

Análise superficial do processo de fabrico: corte por serra

A partir de uma amostra produzida por corte por serra, foram analisados os valores de alguns dos parâmetros de rugosidade da superfície gerada, medidos para percurso de medição ( $l_t$ ) diferentes (Tabela 3). Dos resultados de medição e da representação gráfica dos valores do parâmetro  $Ra$ , pode verificar-se que a partir de um dado valor de  $l_n$  não há variação significativa do valor de  $Ra$ .

Tabela 3 – Resultados obtidos para a peça Serrada com o Rugosímetro do Laboratório de Metrologia



Corte por serra

$l_t$ /mm	$Ra$ / $\mu\text{m}$	$R_{max}$ / $\mu\text{m}$
0,56	0,69	3,48
1,75	2,04	9,64
5,6	4,72	34
17,5	5,11	40,77

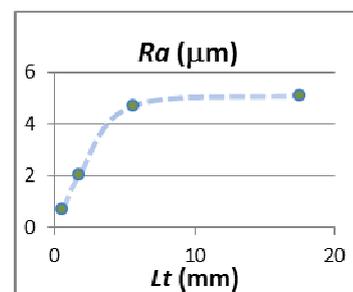


Tabela 4 – Resultados obtidos para a peça Serrada com o rugosímetro industrial e para  $lt= 5,6$  mm.

Zona /Parâmetro	Ra / $\mu\text{m}$	Rmax / $\mu\text{m}$
a	4,60 $\pm$ 0,03	34,78 $\pm$ 0,34
b	4,82 $\pm$ 0,03	37,33 $\pm$ 0,32
c	4,09 $\pm$ 0,05	26,10 $\pm$ 0,15

Os parâmetros  $Ra$  e  $Rmax$  foram avaliados com o rugosímetro do laboratório e com o rugosímetro industrial calibrado e os valores encontrados são compatíveis.

Os resultados obtidos quando utilizado, como amostras, superfícies cujo acabamento superficial resultou de processos de fabrico como sejam: fundição, polimento e laminagem obtiveram-se as mesmas conclusões.

## 6. Conclusões

A garantia de que uma peça tem as mesmas especificações metroológicas de acabamento de superfície, independentemente do local de fabrico é atualmente conseguida através da utilização das normas técnicas internacionais (ISO) a quando da sua produção e a quando da sua análise metroológica, a qual implica a calibração dos padrões de rugosidade e rugosímetros de acordo com as especificações do produto final.

Da análise dos trabalhos experimentais, verifica-se a importância que a calibração tem nos equipamentos de medição de rugosidade. No presente caso de estudo, pode-se verificar que após a calibração do rugosímetro industrial, os valores medidos por este sobre o padrão de rugosidade estão bem mais próximos dos valores apresentados no padrão do que estavam antes de ser efetuada a calibração (ver Tabela 2).

Apesar dos resultados obtidos através do rugosímetro do Laboratório Nacional de Metrologia serem mais exatos (menor incerteza) que os obtidos pelo rugosímetro industrial, verifica-se que os mesmos são compatíveis, o que confere um elevado grau de confiança aquando da utilização destes rugosímetros industriais calibrados.

Verificou-se ainda, através da análise dos valores obtidos para as diferentes peças que:

- A gama de valores das amostras “serrado”, “laminado” e “polido” encontram-se dentro dos valores teoricamente esperados;

- Na amostra “fundido”, pode concluir-se, a partir dos valores normalizados, que se tratou de uma fundição em molde de areia e não de uma fundição em molde permanente [11].

## REFERÊNCIAS

- [1] Raja, J. and all, *Recent advances in separation of roughness, waviness and form*, Precision Engineering, 26 (2002) 222-235.
- [2] ISO 8785:1998 – Geometrical Product Specification (GPS) - Surface imperfections - Terms, definitions and parameters.
- [3] ISO 3274:1996 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface Texture: Profile Method – Nominal characteristics of contact (stylus) instruments.
- [4] VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia – 1ª edição Luso-Brasileira, JCGM 200:2012.
- [5] J. F. Song, V. Vorburger, Standard Reference Specimens in Quality Control of Engineering Surfaces, J. Res. Inst. Stand. Technol. 96,271 (1991).
- [6] ISO 1302:2002 - Geometrical Product Specification (GPS) – Indication of surface texture in technical product documentation.
- [7] J. F. Song, V. Vorburger, Surface Texture, NIST.
- [8] ISO 4287:1997 – Geometrical Product Specification (GPS) – Surface Texture: Profile Method – Terms, definitions and surface texture parameters.
- [9] ISO 4288:1996 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture.
- [10] ISO 5436-1:2000 – Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface Texture: Profile Method;
- [11] Measurement standards – Part 1 – Material measures.
- [12] A. Silva; C. T Ribeiro; J. Dias; L. Sousa; “Desenho Técnico Moderno”; Lisboa: ISBN-10: 972-757-337-1, 2007.

# QUANTIFICAÇÃO E INFLUÊNCIA DA ENERGIA DOS ULTRASSONS NUMA AMOSTRA

Martins, L.<sup>1</sup>, Gomes, P.<sup>2</sup> e Manaia D.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Hovione, <sup>2</sup>Instituto de Soldadura e Qualidade

## RESUMO

Os banhos de ultrassons têm uma utilização comum em processos analíticos, que requeiram, por exemplo, a dissolução de uma amostra antes de ser utilizada num HPLC. Estes banhos baseiam-se na aplicação de ondas ultrassónicas num líquido, normalmente, mediante transdutores piezoeléctricos/geradores. A propagação destas ondas produz um fenómeno conhecido por cavitação, sendo que a eficiência destes processos está dependente do valor da energia transferida. Para analisar este efeito, foi utilizada uma sonda de medição rastreada ao NIST num tanque com água a uma frequência de geração de energia de aproximadamente 45 kHz. As medições foram realizadas em 27 pontos uniformemente distribuídos por três níveis de profundidade (superior, médio e inferior). O ensaio foi ainda efectuado para dois níveis de potência, correspondentes ao mínimo (40 %) e ao máximo (100 %) do sistema. Obteve-se a distribuição energética por plano considerado, com energias médias, no volume activo, de  $3,5 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível mínimo de potência e  $5,3 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível máximo. A frequência ultrassónica manteve-se aproximadamente constante, com um valor médio de  $48 \pm 2 \text{ kHz}$ . Os trabalhos desenvolvidos permitiram assim quantificar, de forma rastreável, a energia e respectiva distribuição espacial no volume activo, viabilizando a validação metrológica do sistema pelo utilizador ao longo do tempo.

## 1. Introdução

Num laboratório de análises, o banho de ultrassons tem uma utilização comum em processos analíticos, que requeiram, por exemplo, a dissolução de uma amostra antes de ser utilizada num HPLC, na determinação do tamanho de partículas, limpezas, polimerização, etc..

Deste modo e tendo em conta o seu princípio de funcionamento, estes banhos baseiam-se na aplicação de ondas ultrassónicas num líquido, normalmente, mediante transdutores piezoeléctricos/geradores, devidamente distribuídos por uma determinada região de interesse e influência (figura 1). A propagação destas ondas gera microbolhas, que crescem em ciclos sucessivos, por compressão e rarefacção do meio, até uma determinada dimensão instável, seguida de colapso violento. Neste colapso, produzem-se elevados diferenciais pontuais de pressão e temperatura, que concentram e transferem energia para o meio circundante. Este fenómeno é conhecido por cavitação [5].

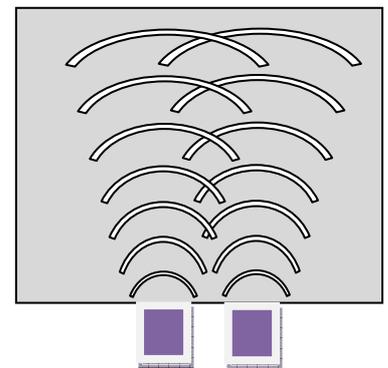


Figura 1 – Posição geradores

## 2. Fundamentação

A eficiência destes processos e o seu impacto num processo analítico, está assim, intimamente dependente do valor da energia dos ultrassons e da sua respectiva distribuição espacial no interior do banho ultrassónico. Por conseguinte, e em detrimento de outros métodos puramente qualitativos, procurou-se desenvolver uma metodologia robusta capaz de quantificar a energia dos ultrassons no interior do volume activo, facultando ao utilizador a possibilidade de uma avaliação com maior exactidão da eficiência destes processos.

## 3. Sistema Experimental

De forma a quantificar a energia e avaliar a sua constância, quer no volume de interesse, quer ao longo do tempo, foi desenvolvido um procedimento de ensaio recorrendo a uma sonda de medição rastreada ao NIST, E.U.A, acoplada a um suporte estável (figura 2) [2], [4]. Por conseguinte, foi ensaiado um tanque com um volume activo de  $5,4 \text{ dm}^3$  de água a uma frequência de geração de energia de aproximadamente 45 kHz [1]. Para se quantificar a energia e avaliar a sua distribuição tridimensional, as medições foram realizadas em 27 pontos equidistantes e uniformemente distribuídos por três diferentes níveis de profundidade (superior, médio e inferior, com 9 pontos por plano) no interior do banho ultrassónico (figura 3).



Figura 2 – Montagem experimental

O ensaio foi ainda efectuado para dois níveis de potência, correspondentes ao mínimo (40 %) e ao máximo (100 %) do sistema.

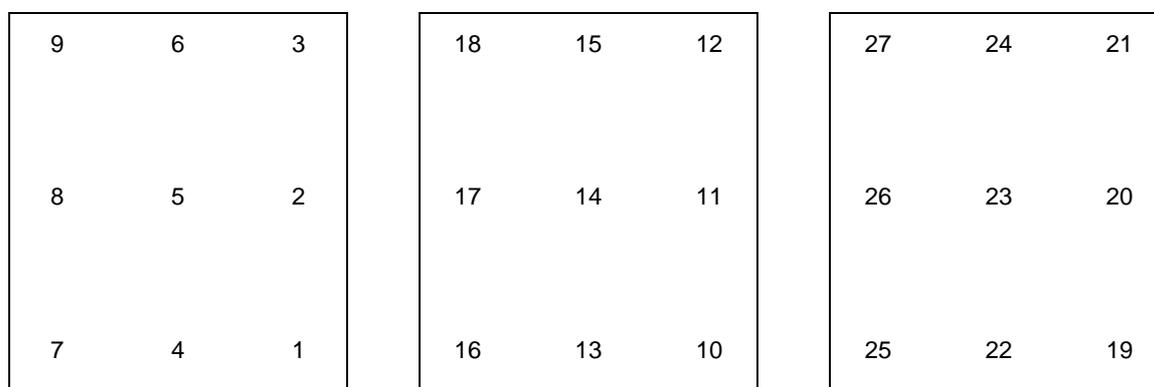


Figura 3 – Pontos de medição no plano superior (13 cm do fundo), médio (8,5 cm do fundo) e inferior (4 cm do fundo), respectivamente. Pontos a 6 cm das paredes, com excepção do ponto central, no centro do banho.

#### 4. Resultados

Obteve-se assim a respectiva distribuição espacial em energia e frequência por plano considerado, com energias médias de  $3,3 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$ ,  $3,8 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  e  $3,4 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível mínimo de potência (figuras 4, 5 e 6, respectivamente) e de  $5,6 \pm 0,5 \text{ W/cm}^2$ ,  $5,7 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  e  $4,5 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível máximo (figura 7, 8 e 9, respectivamente) para os planos superior, médio e inferior.

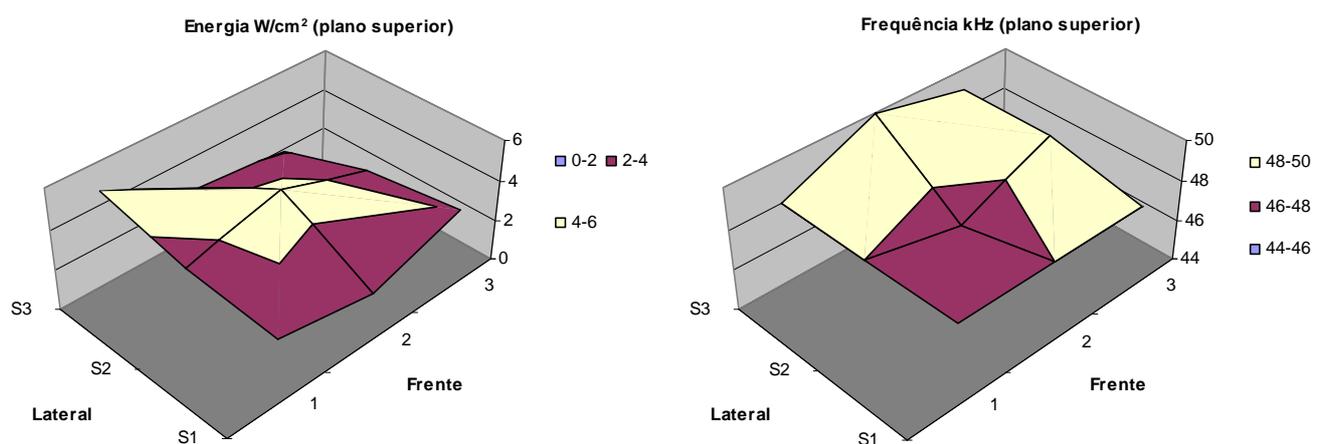


Figura 4 – Distribuição energética e em frequência no plano superior para o nível mínimo de potência (40 %).

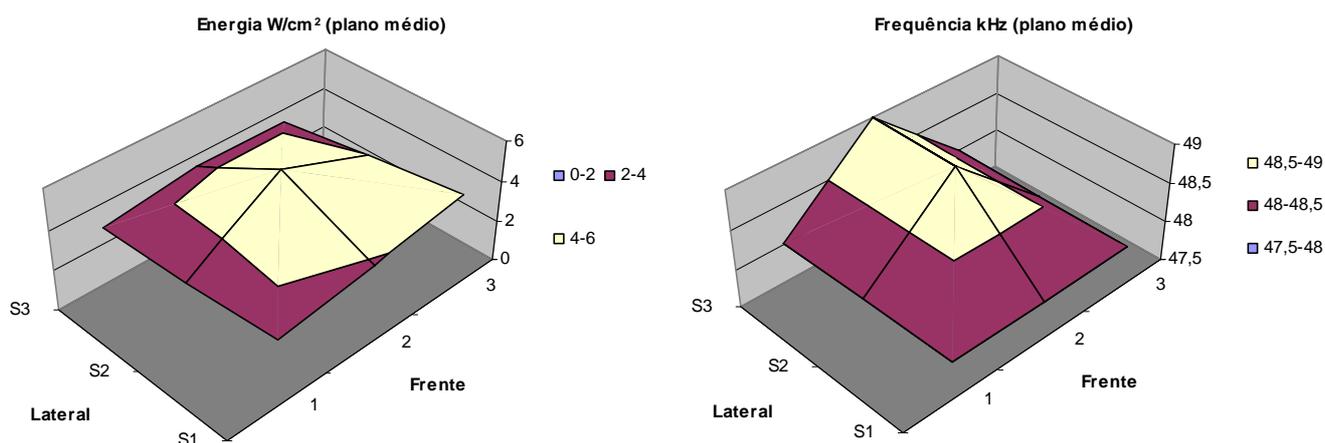


Figura 5 – Distribuição energética e em frequência no plano médio para o nível mínimo de potência (40 %).

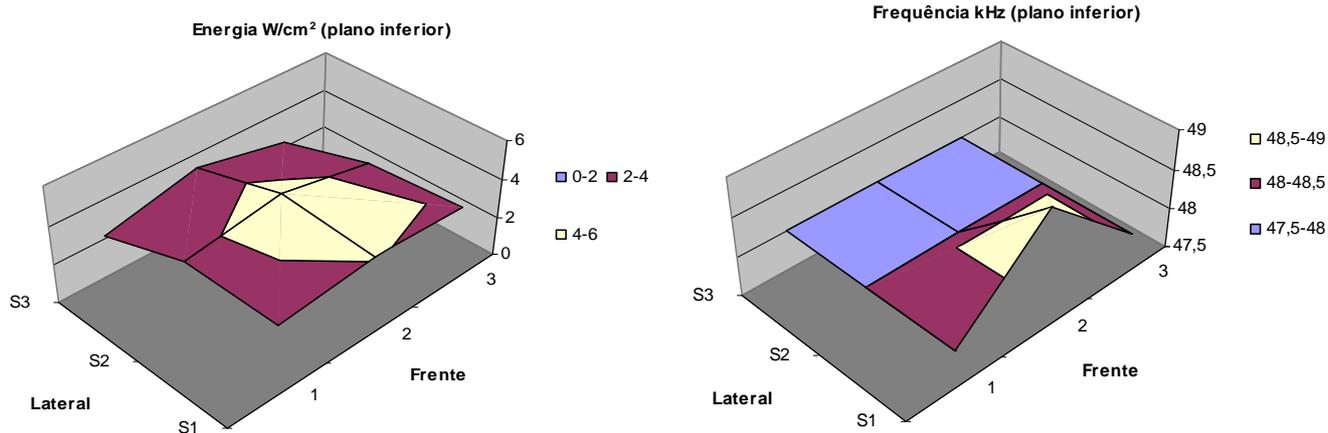


Figura 6 – Distribuição energética e em frequência no plano inferior para o nível mínimo de potência (40 %).

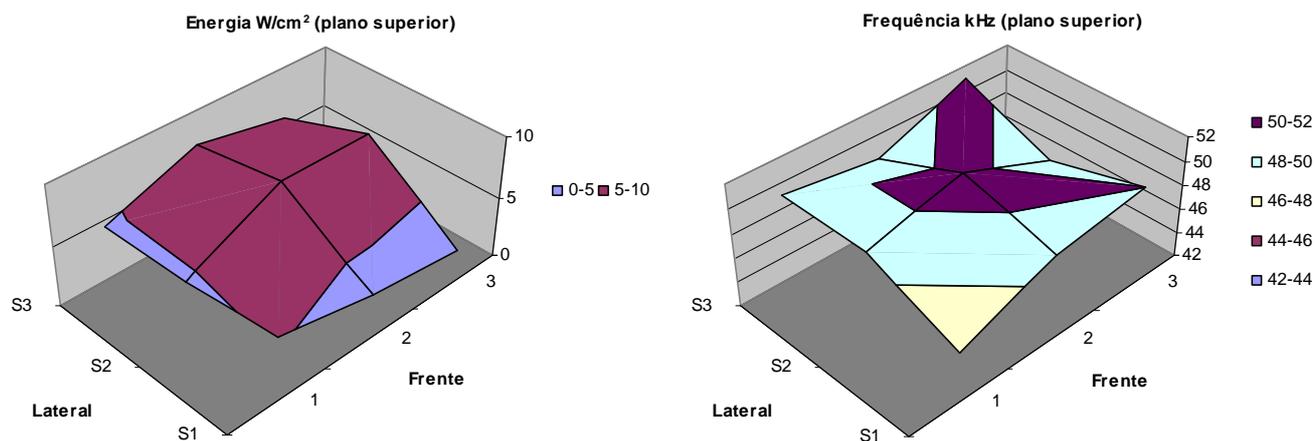


Figura 7 – Distribuição energética e em frequência no plano superior para o nível máximo de potência (100 %).

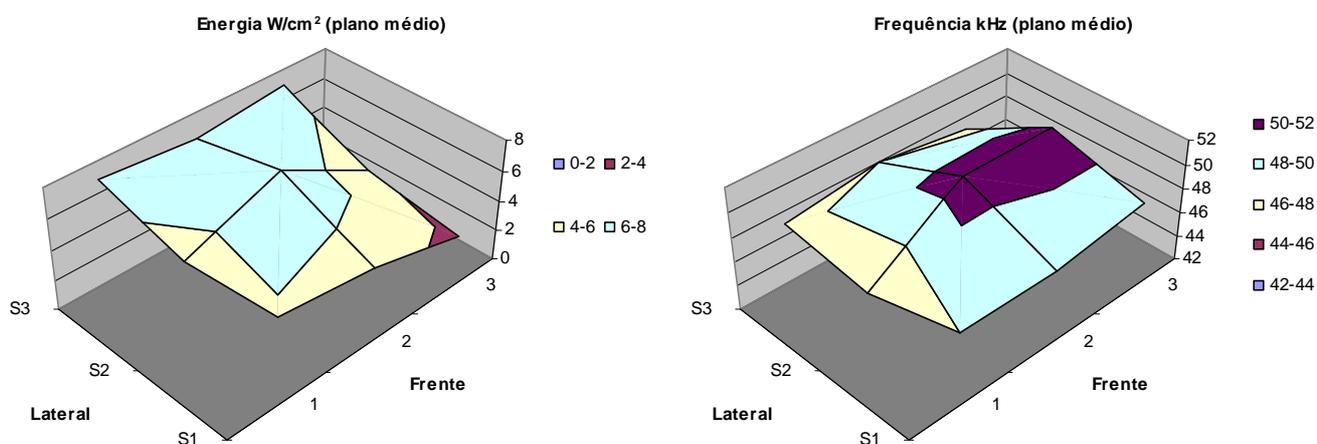


Figura 8 – Distribuição energética e em frequência no plano médio para o nível máximo de potência (100 %).

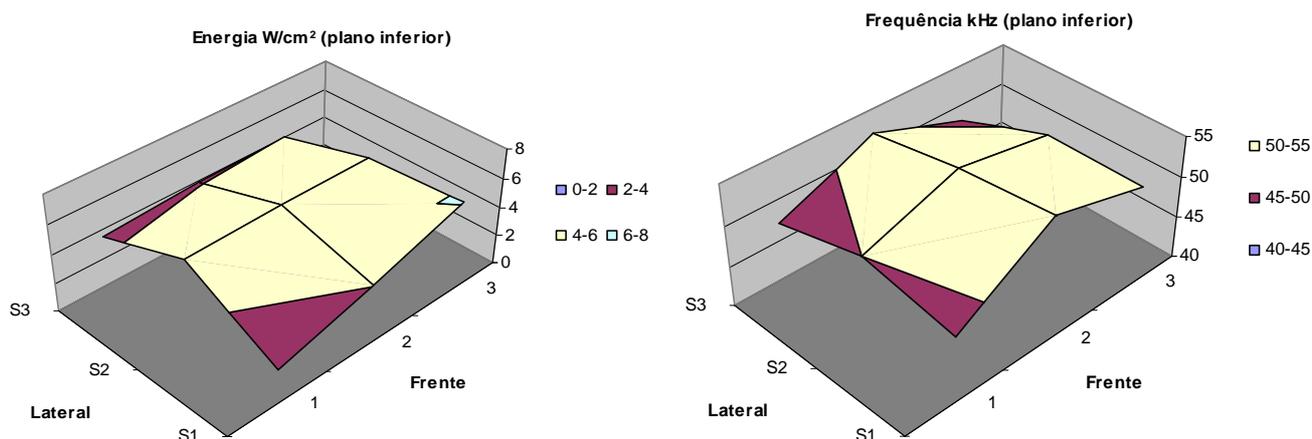


Figura 9 – Distribuição energética e em frequência no plano inferior para o nível máximo de potência (100 %).

Com base nos resultados obtidos, determinou-se ainda a energia média para o volume considerado, cujos valores foram de  $3,5 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível mínimo de potência (40 %) e de  $5,3 \pm 0,4 \text{ W/cm}^2$  para o nível máximo (100 %), correspondendo a um acréscimo de aproximadamente 50% na energia. A frequência ultrassónica manteve-se aproximadamente constante, com um valor médio de  $48 \pm 2 \text{ kHz}$ .

As incertezas expandidas de medição apresentadas estão expressas pela incerteza padrão multiplicada pelo factor de expansão  $k = 2$ , o qual, para uma distribuição normal, corresponde a uma probabilidade de 95,45 %. As maiores contribuições para a incerteza deveram-se à incerteza de calibração da sonda e ao desvio padrão experimental da média das medições realizadas, considerando os tempos de integração utilizados, de 3 minutos e de 1,5 minutos por ponto de medição para o nível mínimo e máximo de potência, respectivamente [3], [6].

## 5. Conclusões

Os trabalhos desenvolvidos permitiram assim quantificar, com rastreabilidade, os valores de energia e frequência ultrassónica em diversos pontos do banho, bem como a respectiva distribuição espacial em coordenada tridimensional no interior do volume activo, com uma representatividade muito significativa.

As distribuições encontradas e a respectiva variação da energia com a potência aplicada evidenciaram a coerência dos resultados esperados, tendo em consideração as incertezas expandidas de medição, viabilizando ao utilizador a validação do correcto funcionamento do banho ultrassónico em termos da eficiência energética dos processos analíticos, com identificação das zonas onde a eficiência dos ultrassons apresenta maior rendimento, bem como no que concerne ao estado de degradação do sistema ao longo do tempo.

## REFERÊNCIAS

- [1] Manual do utilizador do tanque ultrassónico VWR USC-THD.
- [2] Manual do utilizador da sonda de medição Ultrasonic/Megasonic Energy Meter.
- [3] Certificado de calibração da sonda de medição Report No. 2159028, NIST, E.U.A.
- [4] Procedimento técnico PO.M-DM/USD 01 (Ed. A), Labmetro, ISQ.
- [5] Cavitation in ultrasonic cleaning and cell disruption, Lawrence Azar, 2009.
- [6] JCGM 100:2008, Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, GUM 1995 with minor corrections.

## ESTUDO DE DESEMPENHO DE MICROPIPETAS

E. Batista, N. Almeida, E. Filipe

Instituto Português da Qualidade (IPQ) - Rua António Gião, 2 – Caparica – Portugal

### RESUMO

A medição de pequenas quantidades de líquido é realizada em áreas como a química, microbiologia, saúde, farmácia e genética. Os instrumentos mais utilizados no doseamento de líquidos na gama dos microlitros são as micropipetas. De forma a se obter resultados exatos e fiáveis, é necessário determinar o volume da micropipeta, através da sua calibração, por entidades competentes, utilizando métodos e padrões adequados. O método utilizado na calibração de micropipetas é o método gravimétrico, que tem como base as normas ISO 8655 [1] e NP EN ISO 4787 [2]. A norma ISO 8655-6 descreve o procedimento geral para a determinação do volume escoado de uma micropipeta, mas é omissa relativamente à execução de alguns passos experimentais que podem influenciar significativamente o resultado da medição. Tal facto foi constatado após a realização de várias comparações nacionais e internacionais onde se verificou que variações mínimas do procedimento experimental normalizado provocaram alterações significativas no volume determinado. Assim, o Laboratório de Volume do Instituto Português da Qualidade (LVO) realizou um estudo de desempenho de micropipetas, tendo-se determinado quantitativamente o valor da variação do erro relativamente ao fator de influência identificado.

Palavras Chave: Micropipeta, calibração, padrões, fatores de influência, erro.

### 1. Introdução

As micropipetas são instrumentos utilizados na medição de pequenas quantidades de líquido, na ordem dos microlitros. O seu princípio de funcionamento consiste no deslocamento mecânico de um êmbolo ao longo de um cilindro que, ao percorrer uma determinada distância força a saída de um volume pré-selecionado através do orifício da ponta da amovível da micropipeta.

A pipetagem é assim uma operação que requiere muita experiência pratica e que só longo prazo permite a obtenção de resultados consistentes e exatos. A norma ISO 8655-6 [1] descreve o procedimento geral para a determinação do volume escoado de uma micropipeta. No entanto, existem vários parâmetros experimentais, identificados simultaneamente pelo LVO [3] e na comparação chave do BIPM CCM.FF-K4.2.2011 [4], que podem influenciar o resultado da medição de volume mas que não se encontram descritos em detalhe na norma de referência, nomeadamente a velocidade de aspiração e escoamento,

o ângulo de escoamento e de aspiração, a profundidade de imersão da ponta, o tipo de ponta utilizada e a altitude a que o ensaio é realizado.

De forma a se investigar a importância que os vários fatores de influência descritos anteriormente têm na exatidão da medição do volume escoado de uma micropipeta e com o objetivo de melhorar os procedimentos experimentais implementados nos laboratórios de calibração foram realizados vários ensaios que serão descritos em detalhe seguidamente.

### **1.1 Tempo de aspiração e escoamento**

O tempo de aspiração e escoamento do líquido pode ser um fator de influência no resultado final da calibração de uma micropipeta. Com efeito, um rápido movimento do êmbolo pode introduzir bolhas de ar no sistema.

### **1.2 Ângulo de aspiração e escoamento**

Durante a calibração de uma micropipeta o respetivo enchimento deve ser feito numa posição vertical (90°). Uma maior quantidade de líquido pode ser aspirada se o instrumento for utilizado com um ângulo diferente de 90°, devido ao impacto da pressão hidrostática.

No processo de escoamento do líquido, a extremidade ponta da micropipeta deve tocar na parede interna do copo de pesagem num ângulo entre 30° a 60° de forma a favorecer o escoamento total do líquido.

### **1.3 Profundidade de imersão**

A profundidade com que a extremidade da ponta da micropipeta é imersa no líquido de calibração deve ser controlada de forma a prevenir erros de medição do volume escoado.

A profundidade normal de imersão é de 3 mm [1]. Se a ponta for demasiado imersa no líquido, este pode aderir às paredes externas da ponta e ser transferido durante o processo de escoamento, resultando num volume escoado demasiado elevado. Se a ponta não for suficientemente imersa poderá haver uma diminuição do volume aspirado devido à entrada de bolhas de ar no sistema.

### **1.4 Pontas**

A ponta de uma micropipeta é um componente chave do sistema de pipetagem. A sua forma, material e ajuste ao cone da micropipeta têm uma influência significativa na exatidão da medição. A máxima exatidão dos resultados é apenas possível de atingir com pontas do fabricante da micropipeta que possuem o ajuste perfeito. Se forem utilizadas pontas de diferentes fabricantes na respetiva calibração e posteriormente em utilização corrente, os resultados obtidos não serão consistentes.

---

## 1.5 Influência da altitude

As micropipetas de deslocamento positivo de ar possuem uma almofada de ar que se desloca entre o êmbolo e a amostra de líquido. Com a diminuição da pressão atmosférica, devido à uma elevada altitude, a almofada de ar diminui provocando uma redução no volume escoado da micropipeta.

Se o volume morto (ar que se encontra entre a ponta do pistão e a amostra de líquido) e a ascensão capilar da coluna de líquido na micropipeta forem conhecidos, a variação de volume que resulta da calibração numa localização  $X2$  (com pressão atmosférica  $p_{L,X2}$ ) em comparação com uma localização  $X1$  (com pressão atmosférica  $p_{L,X1}$ ) pode ser calculada [5] utilizando a equação (1):

$$\Delta V = -V_t \times \rho_w \times g \times h_w \times \left( \frac{1}{p_{L,X2} - \rho_w \times g \times h_w} - \frac{1}{p_{L,X1} - \rho_w \times g \times h_w} \right) \quad (1)$$

onde,

$\Delta V/\mu\text{L}$ : Variação de volume que resulta na calibração na localização  $X1$  relativamente à localização  $X2$

$V_t/\mu\text{L}$ : Volume de ar

$g/(\text{m/s}^2)$ : Aceleração de gravidade

$h_w/\text{m}$ : Altura da coluna de líquido na micropipeta

$p_{L,X1}/\text{Pa}$ : Pressão atmosférica na localização  $X1$

$p_{L,X2}/\text{Pa}$ : Pressão atmosférica na localização  $X2$

$\rho_w/(\text{kg/m}^3)$ : Massa volúmica da água em  $X2$

## 2. Método de calibração

O método mais utilizado na calibração de micropipetas é o método gravimétrico, que consiste na determinação da massa de água escoada da micropipeta, à temperatura de referência de 20 °C, utilizando a seguinte fórmula, descrita na norma NP EN ISO 4787 [2].

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \quad (2)$$

$V_{20}/\mu\text{l}$ : Volume, à temperatura de referência de 20 °C

$I_L$ /mg: Massa do recipiente de pesagem cheio

$I_E$ /mg: Massa do recipiente de pesagem vazio

$\rho_W$ /(mg/ $\mu$ l): Massa volúmica do líquido (água), à temperatura de calibração,  $t$

$\rho_A$ /(mg/ $\mu$ l): Massa volúmica do ar

$\rho_B$ /(mg/ $\mu$ l): Massa volúmica dos pesos da balança

$\gamma$ /°C<sup>-1</sup>: Coeficiente de expansão cubico do material de que é feita a micropipeta

$t$ /°C: Temperatura do líquido utilizado na calibração

## 2.1 Condições de calibração e instrumentação utilizada

As condições ambientais de calibração devem ser controladas e registadas durante a calibração das micropipetas. A temperatura do ar deve estar compreendida entre 17 °C e 23 °C e com valor estável de  $\pm 0,5$  °C entre as 10 medições efetuadas. A humidade relativa deve ser superior a 50 %. Os instrumentos utilizados e as micropipetas devem estar no laboratório durante 6 horas, antes de se efetuar a calibração de forma a permitir a sua aclimatização.

Deve ser utilizada uma balança com capacidade e resolução adequada ao volume a calibrar. Nos ensaios realizados, foi utilizada uma balança de capacidade máxima de 20 g e 0,001 mg de resolução. Foi colocada uma armadilha de evaporação no prato da balança de forma a minimizar a evaporação do líquido de calibração [1], Fig. 1.



Figura 1- Balança AX 26 e pesos E2.

Para medição da temperatura da água, foi utilizado uma PT100 com uma resolução de 0,01 °C. Foi utilizada água de grau 2, de acordo com a norma NP EN ISO 3696 [6].

## 2.2 Cálculo de incerteza

Foi utilizada a metodologia de determinação de incerteza descrita no GUM [7] sendo que o modelo matemático corresponde à equação 2. Os componentes de incerteza e a sua correspondente avaliação encontram-se descritos na tabela 1.

Tabela 1 – Componentes de incerteza na calibração gravimétrica.

Componente de incerteza	Incerteza-padrão	Avaliação	Distribuição
Massa ( $I_I - I_E$ )	$u(m)$	Certificado de calibração	Retangular
Massa volúmica da água	$u(\rho_w)$	Literatura [2]	Retangular
Massa volúmica do ar	$u(\rho_A)$	Literatura [2]	Retangular
Massa volúmica dos pesos da balança	$u(\rho_B)$	Certificado de calibração	Retangular
Temperatura	$u(t)$	Certificado de calibração	Retangular
Coefficiente de expansão	$u(\gamma)$	Literatura [2]	Retangular
Evaporação	$u(\delta V_{\text{evap}})$	Resultados experimentais	Retangular
Repetibilidade	$u(\delta V_{\text{rep}})$	Desvio padrão	Normal

A incerteza combinada foi determinada de acordo com a Eq. (3).

$$u(V_{20}) = \left[ \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial m} \right)^2 u^2(m) + \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w} \right)^2 u^2(\rho_w) + \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A} \right)^2 u^2(\rho_A) + \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B} \right)^2 u^2(\rho_B) + \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} \right)^2 u^2(\gamma) + \left( \frac{\partial V_{20}}{\partial t} \right)^2 u^2(t) + u^2(\delta V_{\text{evap}}) + u^2(\delta V_{\text{rep}}) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza combinada pelo fator de expansão  $k$  determinado para um intervalo de confiança de 95 % ( $k = 2$ ), Eq. (4).

$$U = k \times u(V_{20}) \quad (4)$$

Os valores da incerteza expandida obtidos na calibração de uma micropipeta, em boas condições de trabalho, podem variar entre 0,1 % a 0,2 %.

### 3. Discussão dos resultados experimentais

Foi efetuada a calibração de 4 micropipetas fixas de diferentes volumes: 10 µl, 100 µl, 1000 µl e 10000 µl de acordo com as condições de referência utilizadas no LVO e descritas na tabela 2.

Tabela 2 – Condições de referência definidas pelo laboratório de volume.

Condições de referência de calibração	Valor
Tempo de escoamento	4 s
Tempo de aspiração	4 s
Angulo de escoamento	60°
Angulo de aspiração	90°
Profundidade de imersão	3 mm
Tipo de ponta	Fabricante
Altitude	Nível do mar

Os resultados obtidos na calibração de cada micropipeta e a sua incerteza encontram-se descritos na tabela 3.

Tabela 3 – Resultados da calibração às condições de referência.

Micropipeta	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Incerteza expandida (%)
10 µl	10,06	0,02	0,20
100 µl	100,17	0,12	0,12
1000 µl	1005,21	0,78	0,08
10000 µl	9996,76	9,00	0,09

As condições de referência foram posteriormente alteradas de forma a se identificarem erros de medição associados a procedimentos de calibração incorretos.

Os erros de medição descritos correspondem à diferença entre o resultado da medição após alteração procedimental e o resultado da medição obtido nas condições de referência. Se o valor do erro obtido for maior em módulo que a incerteza de medição, este fator em estudo é considerado um fator de influência na exatidão da micropipeta.

### 3.1 Tempo de aspiração e escoamento

A calibração das micropipetas foi efetuada a dois tempos de escoamento distintos: 2 s – valor menor que o valor de referência (4 s) e 8 s – valor maior que o valor de referência.

Os resultados obtidos no estudo de utilização de diferentes tempos de aspiração e escoamento encontram-se descritos na tabela 4 e 5.

Tabela 4 – Resultados da influência do tempo de escoamento.

Micropipeta	Tempo de escoamento					
	2 s			8 s		
	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)
10 µl	10,06	0,20	-0,02	10,11	0,20	0,45
100 µl	99,97	0,15	-0,20	100,35	0,15	0,18
1000 µl	1005,01	0,09	-0,02	1007,81	0,09	0,26
10000 µl	9986,76	0,10	-0,10	10006,76	0,11	0,10

Tabela 5 – Resultados da influência do tempo de aspiração.

Micropipeta	Tempo de aspiração					
	2 s			8 s		
	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)
10 µl	9,06	0,20	-0,53	10,09	0,20	0,27
100 µl	99,67	0,13	-0,50	100,27	0,15	0,10
1000 µl	1004,81	0,08	-0,04	1005,51	0,10	0,03
10000 µl	9990,76	0,09	-0,06	10006,76	0,11	0,10

Pela análise dos resultados, verifica-se que, quanto menor a velocidade de manuseamento (tempo de escoamento e aspiração) da micropipeta, menor é o volume escoado, pelo que se pode concluir que o tempo de aspiração e escoamento do líquido é um fator de influência na exatidão da medição de volume.

### 3.2 Ângulo de aspiração e escoamento

Foram utilizados dois ângulos de aspiração e escoamento diferentes relativamente aos indicados como valores de referência na tabela 1. Os resultados obtidos estão descritos nas tabelas 6 e 7.

Tabela 6 – Resultados da influência do ângulo de escoamento.

	Ângulo de escoamento					
	75 °			90 °		
Micropipeta	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)
10 µl	10,05	0,20	-0,10	10,04	0,20	-0,20
100 µl	100,07	0,12	-0,10	99,97	0,13	-0,20
1000 µl	1003,81	0,09	-0,14	1003,21	0,10	-0,20
10000 µl	9991,76	0,10	-0,05	9977,76	0,11	-0,19

Tabela 7 – Resultados da influência do ângulo de aspiração.

	Ângulo de aspiração					
	45°			60°		
Micropipeta	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)	Volume escoado (µl)	Incerteza expandida (µl)	Erro de medição (%)
10 µl	10,08	0,20	0,21	10,07	0,20	0,08
100 µl	100,35	0,13	0,18	100,20	0,12	0,03
1000 µl	1008,41	0,10	0,32	1006,91	0,10	0,17
10000 µl	10042,76	0,11	0,46	10009,76	0,11	0,13

Através da análise dos resultados verifica-se que o aumento do ângulo de escoamento resulta numa diminuição do volume escoado e uma diminuição do ângulo de aspiração resultando num aumento de volume.

### 3.3 Profundidade de imersão da ponta

De forma a verificar qual a influência da profundidade de imersão da ponta no volume escoado de uma micropipeta, foram realizados ensaios a 1 mm e 6 mm de profundidade de imersão da ponta. Os resultados estão descritos na tabela 8.

Tabela 8 – Resultados da imersão da ponta.

	Profundidade de imersão da ponta					
	1 mm			6 mm		
Micropipeta	Volume escoado ( $\mu\text{l}$ )	Incerteza expandida ( $\mu\text{l}$ )	Erro de medição (%)	Volume escoado ( $\mu\text{l}$ )	Incerteza expandida ( $\mu\text{l}$ )	Erro de medição (%)
10 $\mu\text{l}$	10,03	0,20	-0,34	10,07	0,20	0,10
100 $\mu\text{l}$	100,07	0,13	-0,10	100,37	0,12	0,20
1000 $\mu\text{l}$	1004,21	0,10	-0,10	1006,71	0,10	0,15
10000 $\mu\text{l}$	9986,76	0,11	-0,10	10020,76	0,11	0,24

Se a ponta da micropipeta for imersa a 1 mm de profundidade, os resultados são menores que o valor de referência devido à entrada de ar no sistema. Quando a ponta é demasiada imersa no líquido, os resultados são maiores que o valor de referência devido a gotículas de líquido que ficam agarradas à superfície externa da ponta e que podem ser transferidas por contacto para o copo de pesagem.

### 3.4 Pontas

Foram utilizadas dois tipos de pontas diferentes na calibração de 3 micropipetas de 10  $\mu\text{l}$ , 100  $\mu\text{l}$  e 1000  $\mu\text{l}$ , nomeadamente pontas do fabricante e de uma outra marca de micropipetas. Os resultados estão apresentados na tabela 9.

Ambas as pontas têm um desenho semelhante, mas possuem diâmetros distintos pelo que o ajuste da ponta na extremidade do cone é diferente levando a alterações do volume escoado.

Tabela 9 – Resultados da ponta.

Micropipeta	Tipo de ponta		
	Volume escoado ( $\mu\text{l}$ )	Incerteza expandida ( $\mu\text{l}$ )	Erro de medição (%)
10 $\mu\text{l}$	10,21	0,20	1,48
100 $\mu\text{l}$	100,33	0,13	0,16
1000 $\mu\text{l}$	1012,21	0,20	0,70

### 3.5 Influência da altitude

Na figura 2 e na tabela 10, estão indicados os resultados obtidos na comparação chave do BIPM CCM.FF.K4.2.2011 [4], para a calibração de uma micropipeta de 100  $\mu\text{l}$  de deslocamento de ar.

O valor utilizado como pressão de referência é de 101325 Pa. Os valores da almofada de ar e aumento da coluna de líquido na ponta da micropipeta foram fornecidos pelo fabricante e são respectivamente 437  $\mu\text{l}$  e 0,03 m. O valor da aceleração da gravidade utilizado é de 9,8  $\text{m/s}^2$ .

Tabela 10 – Erro de medição determinado com a variação de altitude.

Laboratório	$\rho_w$ ( $\text{kg/m}^3$ )	$\rho_{L,x2}$ (Pa)	$V$ ( $\mu\text{l}$ )	$V_{\text{corr}}$ ( $\mu\text{l}$ )	Altitude (m)	Erro (%)
1	997,760	100 667	99,98	99,99	16	-0,008
2	998,664	81 413	99,61	99,92	1849	-0,312
3	998,130	102 911	100,28	100,26	37	0,020
4	998,310	100 214	100,01	100,02	93	-0,014
5	998,196	87 289	99,92	100,12	1376	-0,205
6	998,038	104 400	99,89	99,86	48	0,037
7	998,204	101 100	100,32	100,32	394	-0,003
8	997,607	83 950	99,62	99,88	1680	-0,263

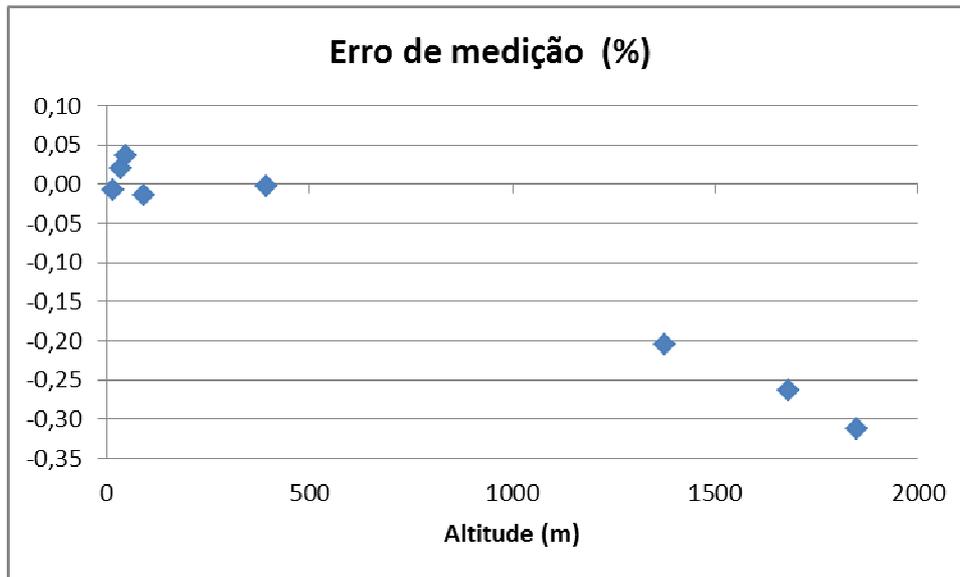


Figura 2 – Erro de medição com a variação da altitude a que foi realizado o ensaio.

Através dos resultados obtidos na tabela 10 e na figura 2, verifica-se que existe uma relação entre a altitude a que são efetuadas as medições e o erro de escoamento do líquido. Quanto maior a altitude menor o volume escoado. Este efeito pode ser corrigido utilizando a equação 1.

#### 4. Conclusões

A calibração de micropipetas necessita de um procedimento detalhado e de técnicos com muita experiência prática.

Existem vários fatores de influência que podem alterar o volume escoado de uma micropipeta pelo que foram realizados vários ensaios de desempenho de forma a determinar quantitativamente estes efeitos. Após a análise dos resultados obtidos pode concluir-se que volumes menores que o valor de referência podem ser obtidos se o ângulo de escoamento for superior a  $60^\circ$ , se o tempo de escoamento for demasiado pequeno (2 s), se a ponta da micropipeta não estiver suficientemente imersa no líquido (1 mm) e também se o laboratório estiver localizado a alta altitude. Um volume de escoamento maior que o valor de referência pode ser obtido se o líquido for aspirado num ângulo entre  $45^\circ$  a  $60^\circ$ , a tempo maior (8 s) e se a ponta da micropipeta for demasiada imersa no líquido.

Os laboratórios de calibração devem incluir no seu procedimento experimental os fatores de influência relevantes para o ensaio de forma a obterem resultados exatos e fiáveis, nomeadamente deveram

utilizar uma velocidade de aspiração e escoamento de 4 s, um ângulo de aspiração de 90°, um ângulo de escoamento de 60°, uma profundidade de imersão da ponta de 3 mm, deveram ainda ser utilizadas sempre pontas do fabricante.

Desde estudo, também se pode concluir que de forma a se obterem resultados mais realistas a incerteza da variabilidade do método que contempla a reprodutibilidade deve ser considerada como componente de incerteza. No caso do laboratório de volume e de acordo com os resultados obtidos na comparação CCM.FF.K4.2.2011 este valor corresponde a 0,1 %.

Em geral, verificou-se que os erros obtidos nas micropipeta de 10 µl e 100 µl maiores que os erros das micropipetas de 1000 µl e 10000 µl, o que significa que quanto menor o volume maior deveram ser os cuidados na realização do procedimento de calibração.

Por último, os resultados devem ser corrigidos para uma pressão e temperatura de referência (1013,25 hPa e 20 °C) e esta informação deverá constar nos certificados de calibração da micropipeta.

## REFERÊNCIAS

- [1] ISO 8655:2002 – Piston-Operated volumetric apparatus.
- [2] NP EN ISO 4787:2011 – Vidraria de laboratório – Instrumentos volumétricos – Métodos para ensaio da capacidade e para utilização.
- [3] Batista, E., Pinto, L., Filipe, E., van der Veen, A.M.H., “Calibration of micropipettes: Test methods and uncertainty analysis”, *Measurement*, 40, 2007.
- [4] Batista E., Arias R., Jintao W., “Final report on BIPM/CIPM key comparison CCM.FF-K4.2.2011: Volume comparison at 100 µl – Calibration of micropipettes (piston pipettes)”, *Metrologia*, 50:07003, 2013.
- [5] Calibration guide DKD-R 8-1; calibration of piston pipettes, 2011.
- [6] NP EN ISO 3696:200 - Água para fins laboratoriais – Especificações e métodos de ensaio.
- [7] GUM - JCGM 100, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1st ed., 2008.
- [8] Batista E., Filipe E., Mickan B., “Volume calibration of 1000 µl micropipettes. Inter-laboratory comparisons”, *Accredited Quality Assurance*, 13, 2008.
- [9] VIM - JCGM 200, International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms, 3rd edition (2008).

## **NOTÍCIAS E EVENTOS DA METROLOGIA**

Eventos no âmbito da Metrologia organizados pelo IPQ e em colaboração com outras entidades, podem ser consultados em:

<http://www.ipq.pt/Eventos/>

## Metrologia na Engenharia

A Especialização Horizontal em Metrologia da Ordem dos Engenheiros (OE) irá promover, no **dia 11 de março**, às **18:00** horas, no Auditório da sua **Sede Nacional**, uma Sessão em que serão apresentados os mais recentes desenvolvimentos do Sistema Nacional de Metrologia.

### Intervenções:

A Metrologia como ferramenta transversal da Engenharia  
Eng.º Pedro Girão (IST)

O Sistema Português de Metrologia.  
O novo Sistema Internacional de Unidades (SI)  
Eng.ª Eduarda Filipe (IPQ)



<http://www.ordemengenheiros.pt/pt/>

## 6º Encontro Nacional SPMet LUZ, VISÃO E IMAGEM – MEDIÇÃO E INOVAÇÃO



[http://www.spmet.pt/encontros\\_1024.htm](http://www.spmet.pt/encontros_1024.htm)



14-17 Abril de 2015, Washington, D.C.

<http://www.isffm.org/home>

## **SIMP MET - Simpósio de Metrologia 2015**

ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto



<http://www2.isep.ipp.pt/simpmet/>

## **BIPM Workshop on Measurement Uncertainty**

BIPM, Sèvres France, de 15 a 16 de junho de 2015

<http://www.bipm.org/en/conference-centre/bipm-workshops/measurement-uncertainty/>

## International Summer School on Metrology 2015



De 24 a 28 de agosto de 2015 no PTB, Braunschweig, Alemanha

<http://www.ptb.de/cms/dieptb/summer-school-2015.html>

## XXIV Encontro Nacional da Sociedade Portuguesa de Química (XXIV ENSPQ)



1 a 3 de julho de 2015, Departamento de Química da Universidade de Coimbra

<http://xxivenspq.eventos.chemistry.pt/>

# XXI IMEKO World Congress

30 de Agosto – 4 setembro, 2015, Praga, República Checa



<http://www.imeko.org/>

## 17º Congresso Internacional de Metrologia - CIM 2015

Paris, 21 - 24 setembro de 2015



<http://www.metrologie2015.com/metrology-2015.html>

## Fórum Metrologia e Calibração

Metrologia\_e\_Calibracao · [Fórum Metrologia & Calibração]

Continuamos a contar com o Fórum Metrologia & Calibração como espaço da SPMet para a divulgação de notícias, troca de informações técnicas e resposta a questões sobre Metrologia, Instrumentação, Incertezas, Acreditação, Qualidade, Normalização e temas relacionados.

<http://www.spmet.pt>

# 6º Encontro Nacional SPMet

LUZ, VISÃO e IMAGEM  
MEDIÇÃO E INOVAÇÃO



31 de março de 2015

CTCV - Coimbra

Ent. Patrocinadoras:

**FCT** Fundação para a Ciência e a Tecnologia  
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E CIÊNCIA



Organizado por:



ISSN 2182-5424

| nº 10 | Janeiro de 2015

[www.spmet.pt](http://www.spmet.pt)