

Calibração do Espectrômetro GDS500A

Frederico Costa Souza*, Rosenda Valdés Arencibia, Elias Bitencourt Teodoro, Sinésio Domingues Franco

*Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste, fredericocostasouza@gmail.com

Palavras-chave

Espectrometria, Análise Química, Erro Sistemático, Incerteza de Medição.

1. Introdução

Na indústria de petróleo são utilizados diferentes materiais para as mais diversas aplicações. Para que estes materiais possam ser utilizados de forma adequada, bem como para efeitos de manutenção e reparos é essencial que a natureza e as especificações dos mesmos sejam conhecidas. Muitas vezes, os dados a respeito dos materiais de interesse não estão disponíveis ou foram perdidos. Pode ocorrer ainda que a documentação disponível seja pouco confiável, imprecisa, ou que divirja de resultados experimentais.

Uma das formas de se obter essas especificações de forma rápida é por meio da análise da composição química, frequentemente realizada por espectrometria. Este procedimento pode ser realizado em laboratórios ou mesmo em campo utilizando espectrômetros. Para que os resultados da análise da composição química sejam válidos é necessário efetuar a calibração do espectrômetro. Pelo exposto este trabalho tem como objetivo calibrar um espectrômetro GDS500A, do fabricante LECO (LECO CORPORATION, 2009) utilizando uma amostra padrão da liga Níquel IN 100.

2. Metodologia

A verificação do espectrômetro GDS500A (Fig. 1a) foi realizada por meio de medições diretas da composição química de uma amostra padrão (Fig. 1b). Essa amostra, da liga de Níquel IN 100, apresenta valores de composição química (Tabela 1) que foram então assumidos como Valores Convencionais. O certificado de calibração desta amostra padrão foi emitido pelo *Bureau Of Analysed Samples LTD.*

Tabela 1: Composição química da liga de Níquel IN 100, em porcentagem de peso.

C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti	V	Zr
0,153	9,95	3,01	5,58	0,019	14,71	4,74	1,00	0,044

Foram realizados dois ensaios de espectrometria. Três resultados foram obtidos em cada ensaio, totalizando seis medições. Para avaliar o desempenho metrológico do equipamento foram calculados a média, o desvio padrão, o erro sistemático, o erro relativo, a repetibilidade e a incerteza de medição. A incerteza associada às medições foi determinada aplicando a metodologia proposta no “Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição” (INMETRO, 2012).

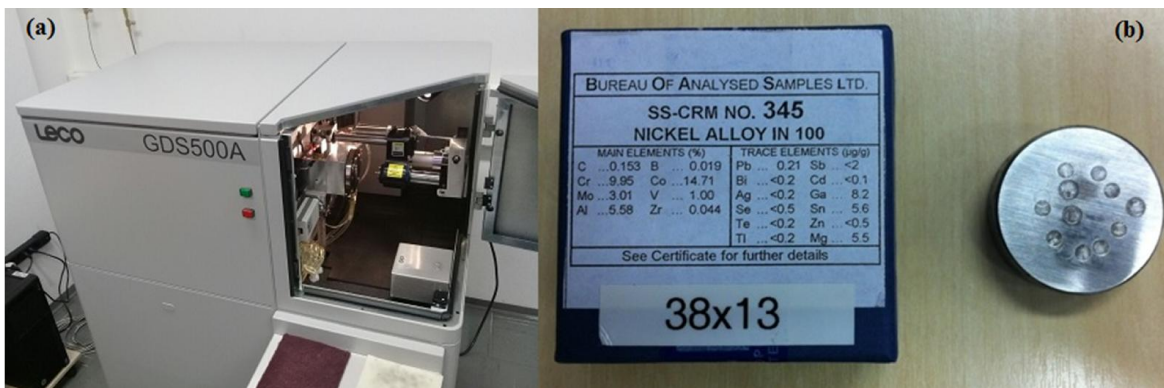


Figura 1: Espectrômetro GDS500A (a) e amostra padrão da liga de Níquel IN 100 (b).

3. Resultados

Os resultados das análises de composição química do padrão de liga de Níquel IN 100 estão apresentados na Tabela 2. Essa tabela mostra também os valores de desvio padrão declarados no certificado de calibração deste padrão (desvios convencionais), bem como os valores de erro relativo e de erro sistemático calculados. O número de algarismos significativos dos resultados é diferente porque o espectrômetro GDS500A possui três resoluções, a saber: 0,1% do peso, 0,01% do peso ou 0,001% do peso.

Tabela 2: Resultados de análise de composição química fornecidos pelo espectrômetro GDS500A para o padrão de Liga de Níquel IN 100.

Medição de % do peso	Cr	Mo	Ti	Al	Co	C	B	V
1	10,4	3,166	5,11	5,608	14,710	0,162	0,016	1,01
2	10,4	3,133	4,95	5,614	14,769	0,159	0,017	1,00
3	10,3	3,176	4,96	5,640	14,760	0,159	0,017	1,01
4	10,3	3,109	4,94	5,552	14,729	0,160	0,017	1,01
5	10,2	3,143	4,92	5,560	14,940	0,159	0,017	1,01
6	10,3	3,141	4,92	5,622	14,698	0,160	0,017	1,01
Média	10,3	3,145	4,97	5,599	14,768	0,160	0,017	1,01
Desvio Padrão	0,1	0,024	0,07	0,035	0,089	0,001	0	0
Valor Convencional	10,0	3,010	4,74	5,58	14,710	0,153	0,019	1,00
Desvio Padrão Convencional	0,1	0,060	0,04	0,070	0,050	0,007	0,002	0,04
Erro Relativo (%)	3,6	4,3	3,7	0,3	0,4	4,3	-12,9	0,8
Erro Sistemático	0,3	0,135	0,23	0,019	0,058	0,007	-0,002	0,01
Repetibilidade (95%)	0,2	0,048	0,14	0,070	0,178	0,002	0	0

Observa-se na Tabela 2 que os valores de erro relativo não excederam 5% do Valor Convencional, exceto para o elemento Boro, que apresentou um erro da ordem de -12,9% de peso. Este erro pode ser considerado adequado uma vez que este elemento exibiu a menor porcentagem de peso (0,017% de peso).

O erro sistemático assumiu valores positivos para todos os elementos exceto para o Boro, indicando que o espectrômetro GDS500A tem a tendência de fornecer valores maiores que o Valor Convencional. Para um melhor entendimento os valores de erro sistemático são apresentados na Figura 2 juntamente com o desvio padrão, para uma confiabilidade de 68,27%.

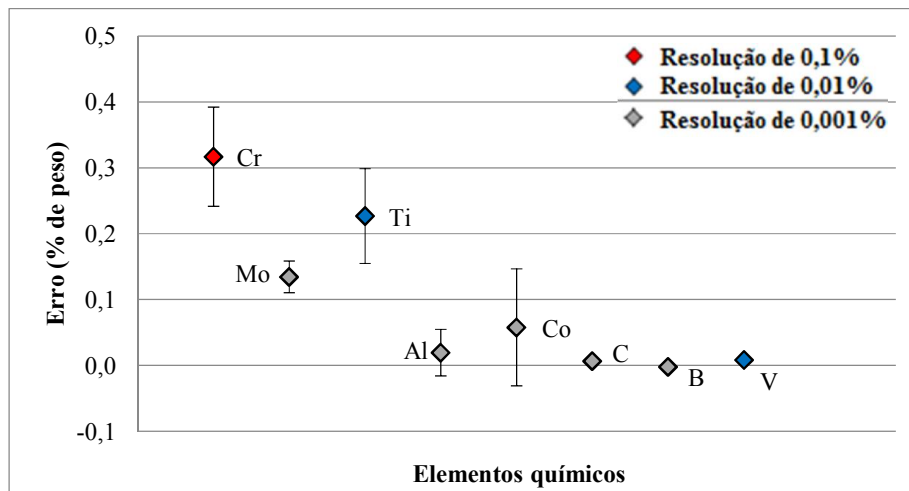


Figura 2: Erros sistemáticos obtidos durante a verificação do espectrômetro GDS500A, com barra de erros indicando o desvio padrão.

Na Figura 2, se observa que os erros maiores foram obtidos para os componentes cuja composição química foi determinada com as resoluções de 0,1% de peso e 0,01% de peso. A variabilidade dos erros também mostrou-se em geral maior para os componentes medidos com resoluções maiores.

A Tabela 3 mostra os dados relativos ao cálculo da incerteza de medição para o elemento Cobalto, para 95% de probabilidade de abrangência, onde $\bar{x}$ representa a contribuição da variabilidade das leituras, R a contribuição da resolução e ΔIC a correção associada à calibração do espectrômetro. Nos cálculos intermediários foram usadas até quatro casas após a vírgula, para diminuir os erros provenientes de arredondamento.

Tabela 3: Dados do cálculo da incerteza de medição para a composição química do Cobalto (em % em peso).

Grandeza	Estimativa (% peso)	Tipo de avaliação	Distribuição de probabilidade	Graus de Lib.	Coefficiente de sensibilidade	u (% peso)	Contribuição
$\bar{x}$	14,768	A	t-student	5	1	0,0363	99,92%
R	0,001	B	Retangular	∞	1	0,0003	0,01%
ΔIC	0,001	B	t-student	∞	1	0,0010	0,07%
Incerteza padrão combinada (u_c) em % do peso						0,0363	
Grau de liberdade efetivo (v_{ef})						5,00	
Fator de abrangência (k)						2,015	
Incerteza expandida (U) em % do peso						0,0732	

A partir da Tabela 3, se conclui que a incerteza expandida associada à determinação da composição química do Cobalto é de 0,073% de peso. A variabilidade das leituras foi a variável de maior contribuição na incerteza final, com 99,92% de contribuição.

A incerteza associada à medição da composição química dos demais elementos da liga de Níquel foi calculada de forma similar, e portanto as tabelas não são aqui apresentadas. Verificou-se que os valores de incertezas expandidas seguem a tendência do desvio padrão fornecido pelo certificado de calibração.

A repetibilidade das medições também foi avaliada, ao comparar-se os desvios padrão experimentais com aqueles declarados no certificado de calibração, para cada elemento, como mostra a Figura 3.

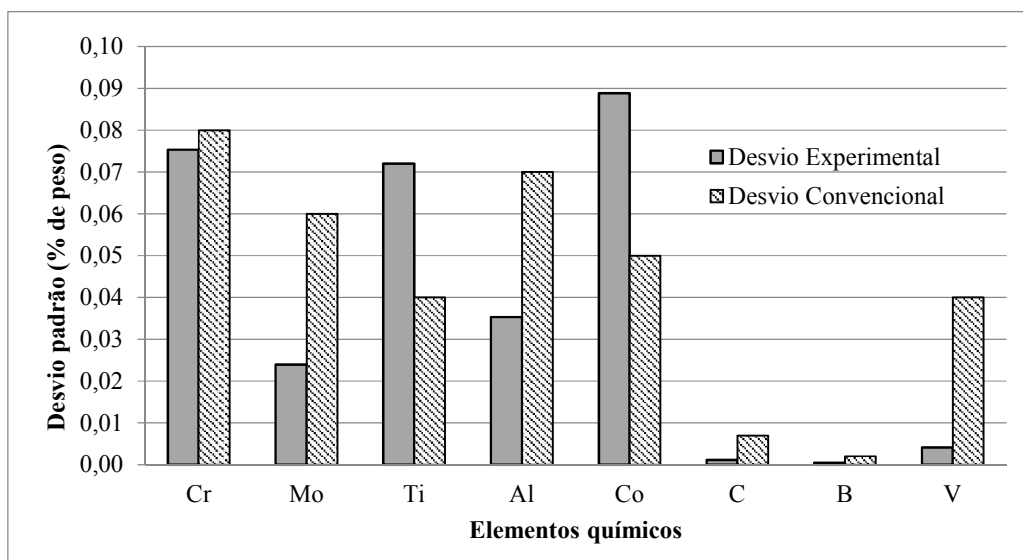


Figura 3: Valores de desvios padrão experimental e convencional, para cada elemento analisado.

Observa-se na Figura 3 que a repetibilidade dos valores de composição química fornecidos pelo espectrômetro avaliado é superior àqueles apresentados no certificado de calibração, excetuando-se o Titânio e o Cobalto.

4. Agradecimentos

Os autores agradecem ao programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, e à FAPEMIG pelo suporte financeiro.

5. Referências

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (2012). “Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008”, 1ª edição brasileira, INMETRO, Rio de Janeiro.
LECO Corporation, GDS500A Glow Discharge Spectrometer Instruction Manual. 494 p., 2009.

6. Direitos Autorais

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.