

Análise da repetibilidade e reprodutibilidade na determinação da densidade aparente de rochas aglomeradas

Repeatability and reproducibility analysis on apparent density determination of agglomerated stones

Abiliane de Andrade Pazeto

Bolsista PCI, Tecnóloga em Rochas Ornamentais, D.Sc.

Francisco Wilson Hollanda Vidal

Supervisor, Engenheiro de Minas, D.Sc.

Resumo

Desde 2018, o Núcleo Regional do Espírito Santo (CETEM/NRES) vem desenvolvendo um estudo pré-normativo para ensaios de caracterização tecnológica de rochas aglomeradas. Um importante aspecto a ser considerado nesse estudo é a confiança do sistema de medição empregado nos ensaios, visto que a validade dos dados experimentais obtidos depende de sua adequação. O sistema de medição pode ser avaliado por meio do índice de repetibilidade e reprodutibilidade (R&R). A repetibilidade corresponde à variação do dispositivo, enquanto a reprodutibilidade refere-se a diferenças que podem existir entre as medidas de diferentes operadores. O objetivo deste trabalho foi calcular o parâmetro R&R na determinação da densidade aparente de uma rocha aglomerada pelo método estatístico da Média e Amplitude, a fim de contribuir com o estudo pré-normativo brasileiro. Os resultados mostraram valores do índice R&R abaixo de 10% e estabilidade no controle estatístico das cartas de controle geradas, indicando capacitação do sistema de medição e confiabilidade na metodologia utilizada.

Palavras chave: rochas aglomeradas, análise do sistema de medição, parâmetro R&R.

Abstract

Since 2018, the Espírito Santo Branch (CETEM / NRES) has been developing a pre-normative study for technological characterization testing of agglomerated stones. An important aspect to be considered in this study is the confidence in the measurement system of testing since the validity of the obtained experimental data depends on its adequacy. The measurement system can be evaluated through the repeatability and reproducibility gauge (R&R). Repeatability corresponds to the device variation, while reproducibility refers to differences that may exist between measurements taken by different operators. The objective of this work was to calculate the R&R gauge in the apparent density determination of an agglomerated stone by the Average and Range method, in order to contribute to the Brazilian pre-normative study. The results obtained show values of the R&R gauge below 10% and stability in the statistical control of the generated control charts, indicating the suitability of the measurement system and reliability of the methodology used.

Key words: agglomerated stones, measurement system analysis, R&R gauge.

1. Introdução

O Núcleo Regional do Espírito Santo (NRES/CETEM) vem elaborando, desde 2018, um estudo pré-normativo de ensaios de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas no intuito de futuramente apresentar à ABNT propostas de normas específicas para esses materiais. As rochas aglomeradas são produtos industrializados obtidos a partir da mistura de agregados de rochas naturais, resinas e aditivos (AENOR, 2011).

A importância do estudo pré-normativo reside no fato de que cresce ano a ano o consumo dos aglomerados no país (CHIODI FILHO, 2020), sem haver, no entanto, o conhecimento adequado de seu desempenho como material de revestimento, em parte devido à inexistência de normas brasileiras de caracterização. Há ainda que se mencionar a pequena gama de laboratórios habilitados no Brasil para a prestação desse serviço, o que coloca o Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais - LABRO do NRES em posição estratégica ao qualificar-se para atender as novas exigências do mercado.

Nos anos anteriores, a metodologia do estudo pré-normativo consistiu em testar o pacote de normas europeu que foi adotado como base e elaborar um memorial de cálculo de incerteza da medição para os ensaios realizados (PAZETO & VIDAL, 2018; 2019). Na fase atual do trabalho, abordou-se a avaliação do sistema de medição (SM), que corresponde ao conjunto de operações, equipamentos e pessoal envolvidos na execução de uma medida (MSA, 2010). A confiabilidade do SM é de extrema importância para o estudo pré-normativo, visto que a validação dos dados obtidos experimentalmente depende de sua adequação (RIBEIRO & CATEN, 2012).

O parâmetro de repetibilidade e reprodutibilidade (R&R) é uma das formas mais utilizadas para se avaliar o SM. Segundo o VIM (2012), a repetibilidade é definida como a variação das medições obtidas por um mesmo equipamento de medição, utilizado inúmeras vezes por um mesmo operador, medindo uma mesma peça. Já a reprodutibilidade é definida como a variação das médias obtidas por diferentes operadores, utilizando o mesmo equipamento de medição para medir uma mesma peça.

A obtenção do parâmetro R&R, além de importante para validação do estudo pré-normativo, também servirá de base para a inclusão do LABRO em programas interlaboratoriais no Brasil e no exterior, atualmente em fase de planejamento.

2. Objetivos

Realizar ensaio de determinação da densidade aparente em uma rocha aglomerada e calcular o parâmetro R&R das massas pelo método da média e amplitude a fim de contribuir com o estudo pré-normativo brasileiro.

3. Material e Métodos

O ensaio de determinação da densidade aparente foi realizado no LABRO/NRES, utilizando-se uma rocha aglomerada produzida no norte do estado do Espírito Santo, comercialmente denominada Branco Galaxy (Figura 1). O material é composto por quartzo em uma ampla faixa granulométrica, pigmento branco e resina poliéster como aglutinante.

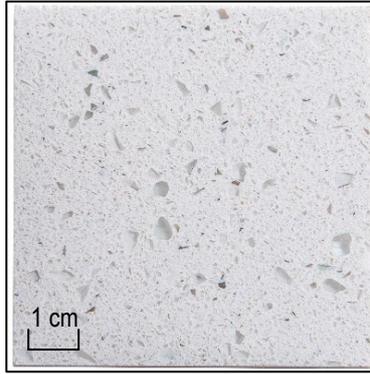


Figura 1. Amostra da rocha estudada Branco Galaxy.

O ensaio foi realizado em uma balança Marte Científica, modelo AD 2000, com resolução de $\pm 0,01g$, seguindo a norma EN 14617-1 (AENOR, 2013). A densidade aparente, M_v , é obtida pela relação das massas seca (M_o), saturada (M_t) e submersa (M_a) conforme a equação 1:

$$M_v = \frac{M_o \cdot 100}{(M_t - M_a)} \quad (1)$$

Após realização do ensaio, o parâmetro R&R das massas foi calculado pelo método da Média e Amplitude conforme o Manual de Análise do Sistema de Medição - MSA (2010), selecionando-se 10 corpos de prova aleatórios, que foram pesados 3 vezes cada, por 2 operadores distintos.

O cálculo inicia-se obtendo o desvio padrão do instrumento de medição (σ_e), que corresponde à razão entre a amplitude média (\bar{R}) das medições efetuadas pelos operadores e d_2 , constante tabelada para o número de peças (n), operadores e medições (r) em estudo (neste caso, 1,693). Por sua vez, a repetibilidade (VE), ou variação do instrumento, é obtida multiplicando-se σ_e pelo fator 5,15, intervalo que abrange 99% da variação esperada para uma distribuição normal (Equação 2).

$$\sigma_e = \frac{\bar{R}}{d_2} \rightarrow VE = \sigma_e \cdot 5,15 \quad (2)$$

Para a reprodutibilidade (VO), deve-se calcular a amplitude entre as médias das medições obtidas por cada operador (R_o), e aplicá-la na equação compensando-se a contaminante VE. Em seguida, obtém-se o desvio-padrão ajustado entre operadores (σ_o) (Equação 3):

$$VO = \sqrt{\left(5,15 \cdot \frac{R_o}{d_2}\right)^2 - \frac{(\sigma_e \cdot 5,15)^2}{nr}} \rightarrow \sigma_o = \frac{VO}{5,15} \quad (3)$$

Conhecida a variabilidade devido a VE (equipamento) e VO (operadores), a variabilidade do sistema de medição R&R e seu desvio padrão (σ_m) são calculados (Equação 4):

$$R\&R = \sqrt{(VE)^2 + (VO)^2} \rightarrow \sigma_m = \sqrt{(\sigma_e)^2 + (\sigma_o)^2} \quad (4)$$

A variabilidade das peças (σ_p) é obtida pela razão entre a amplitude das médias das peças (R_p) e a constante d_2 , para em seguida obter-se a variação total das peças (VP) (Equação 5):

$$\sigma_p = \frac{R_p}{d_2} \rightarrow VP = \sigma_p \cdot 5,15 \quad (5)$$

Por fim, a variabilidade total (VT), e a variação em termos de desvio padrão (σ_t) são obtidas somando-se a variabilidade do sistema de medição com a variabilidade das peças (Equação 6):

$$VT = \sqrt{(R\&R)^2 + (VP)^2} \rightarrow \sigma_t = \sqrt{(\sigma_m)^2 + (\sigma_p)^2} \quad (6)$$

A adequação do sistema de medição (SM) é avaliada em termos percentuais, quantificando-se o percentual da variabilidade total do processo que é devida ao sistema de medição (Equação 7). A contribuição (%) de VE, VO e VP é calculada pela mesma equação, substituindo-se %R&R.

$$\%R\&R = 100 \cdot \frac{R\&R}{VT} \quad (7)$$

Foram geradas ainda cartas de controle para monitorar o SM analisando-se as médias (X) e amplitudes (R) das medições de cada massa. Os cálculos dos limites centrais (LM), superiores (LSC) e inferiores (LIC) das cartas seguiram o preconizado pelo MSA (2010).

4. Resultados e Discussão

As Tabelas 1 a 3 contêm as médias e amplitudes resultantes das três medições realizadas por cada operador, bem como a média das peças entre operadores para cada uma das massas envolvidas no ensaio de determinação da densidade do Branco Galaxy.

Tabela 1. Médias (X) e amplitudes (R) das medições por operador e média geral das peças (X_p) para a massa seca (g).

		Peças									
		1	5	8	17	21	22	25	28	31	35
X	Op 1	249,26	250,97	253,89	252,84	250,79	251,58	252,89	252,51	251,30	252,24
	Op 2	249,27	250,98	253,88	252,86	250,8	251,57	252,9	252,5	251,3	252,23
R	Op 1	0,03	0,01	0,01	0,03	0	0,01	0,02	0,02	0	0,01
	Op 2	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0	0,02	0,02
X_p		249,26	250,98	253,89	252,85	250,79	251,57	252,89	252,50	251,30	252,23

Tabela 2. Médias (X) e amplitudes (R) das medições por operador e média geral das peças (X_p) para a massa saturada (g).

		Peças									
		1	5	8	17	21	22	25	28	31	35
X	Op 1	249,36	251,06	253,98	252,94	250,88	251,65	252,98	252,59	251,37	252,32
	Op 2	249,35	251,05	253,98	252,93	250,87	251,66	252,98	252,61	251,38	252,32
R	Op 1	0,02	0,06	0,03	0,04	0,01	0,03	0,03	0,04	0,02	0,02
	Op 2	0,02	0,02	0,01	0,03	0,01	0,03	0,04	0,01	0,03	0,01
X_p		249,36	251,06	253,98	252,93	250,88	251,66	252,98	252,60	251,38	252,32

Tabela 3. Médias (\bar{X}) e amplitudes (R) das medições por operador e média geral das peças (\bar{X}_p) para a massa submersa (g).

		Peças									
		1	5	8	17	21	22	25	28	31	35
\bar{X}	Op 1	144,59	145,47	147,23	146,52	145,44	145,90	146,61	146,42	145,69	146,27
	Op 2	144,56	145,49	147,25	146,65	145,44	145,91	146,63	146,47	145,66	146,35
R	Op 1	0,03	0,06	0,17	0,28	0,05	0,11	0,08	0,12	0,13	0,14
	Op 2	0,09	0,06	0,22	0,35	0,03	0,04	0,06	0,10	0,07	0,05
\bar{X}_p		144,58	145,48	147,24	146,59	145,44	145,90	146,62	146,44	145,67	146,31

A Tabela 4 apresenta o parâmetro R&R e demais fontes de variação encontradas através da aplicação do método da Média e Amplitude sobre os dados das Tabelas 1 a 3.

Tabela 4. Resultado do estudo R&R para as massas seca, saturada e submersa.

	Massa seca	Massa saturada	Massa submersa
	M_o	M_t	M_a
Varição Total (VT)	7,49	7,49	4,33
Repetibilidade (VE%)	0,55	1,04	7,87
Reprodutibilidade (VO%)	0,11	0,28	1,77
R&R (R&R%)	0,56	1,07	8,07
Peças (VP%)	100,00	99,99	99,67

De acordo com o MSA (2010), um sistema de medição é considerado aceitável quando a variação do índice R&R for menor que 10%, o que foi alcançado pelas três massas analisadas. Com exceção da repetibilidade da massa submersa, os parâmetros VE e VO das massas apresentaram porcentagens bastante baixas em relação à variabilidade das peças (VP), estabelecendo que as contribuições dos operadores e do equipamento não são significativas neste estudo.

As cartas de controle das médias da massa seca (Figura 2), saturada (Figura 4) e submersa (Figura 6) corroboram os resultados da Tabela 4, pois demonstram uniformidade com relação às medições dos operadores. O fato de que todos, ou a maioria dos pontos ficarem fora dos limites de controle indica a adequabilidade do SM, pois a variabilidade intrínseca das peças (pontos) é maior do que a repetibilidade do SM (limites de controle).

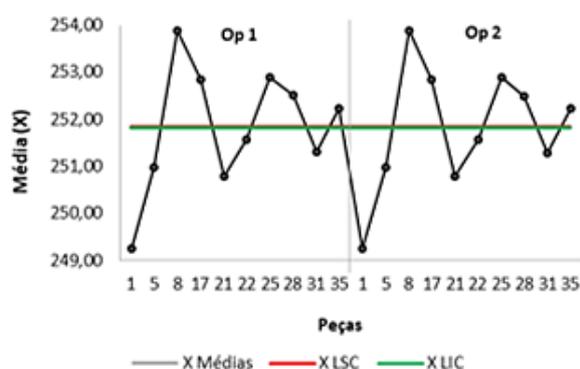


Figura 2. Carta de controle das médias da massa seca.

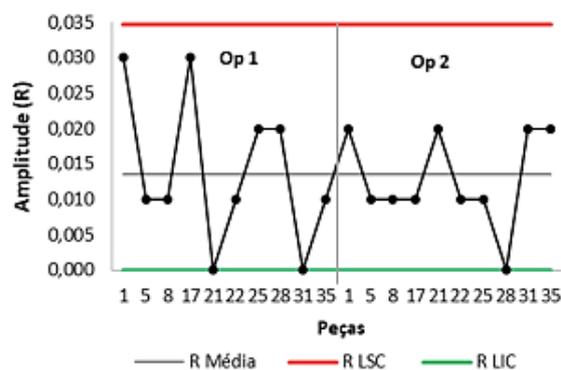


Figura 3. Carta de controle da amplitude da massa seca.

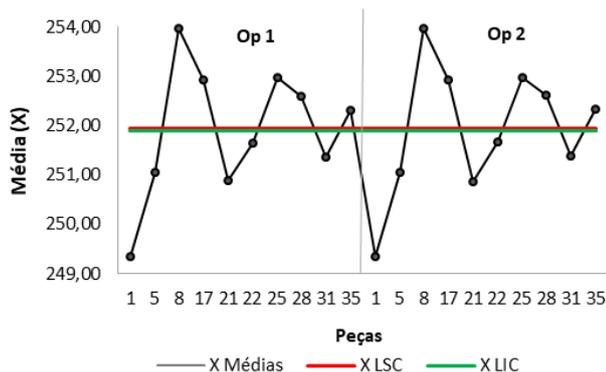


Figura 4. Carta de controle das médias da massa saturada.

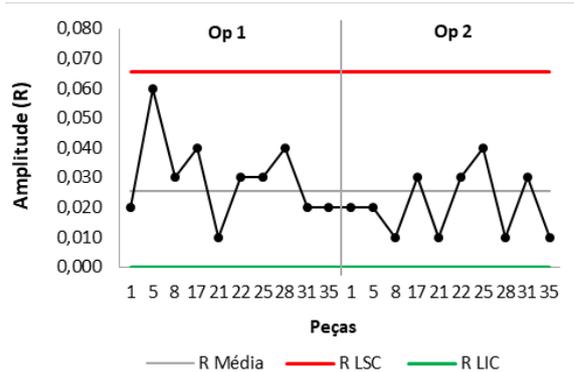


Figura 5. Carta de controle das amplitudes da massa saturada.

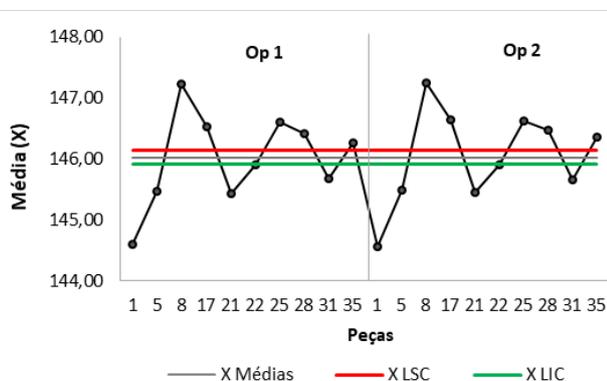


Figura 6. Carta de controle das médias da massa submersa.

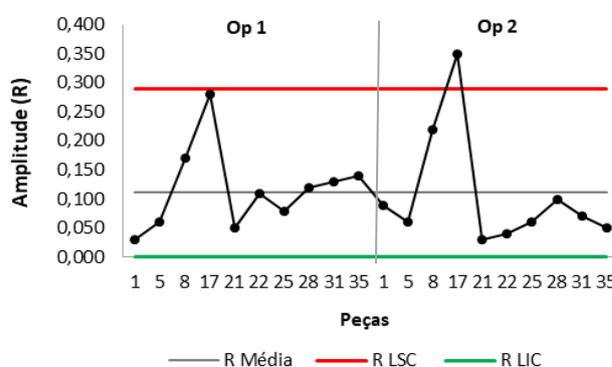


Figura 7. Carta de controle das amplitudes da massa submersa.

Legendas: X Médias: limite central das médias; X LSC: limite superior de controle das médias; X LIC: limite inferior de controle das médias; R Média: limite central da amplitude; R LSC: limite superior de controle da amplitude; R LIC: limite inferior de controle da amplitude.

Analisando-se as cartas de controle das amplitudes (Figuras 3 e 5), observa-se que as medições da massa seca e saturada se encontram sob controle estatístico, conforme recomenda o MSA (2010). Para a massa submersa (Figura 7), no entanto, identifica-se uma pequena dificuldade com o método para ambos operadores. Como o ponto além dos limites corresponde à mesma peça (17), infere-se que este corpo de prova em específico dificultou o manuseio no kit hidrostático.

5. Conclusões

O conhecimento do parâmetro R&R de um sistema de medição confere maior confiabilidade aos resultados de um novo ensaio, e por consequência ao estudo pré-normativo em si.

O índice R&R calculado neste trabalho pelo método da Média e Amplitude apresentou valor abaixo de 10%, demonstrando a adequação do sistema de medição para a determinação da densidade aparente de rochas aglomeradas e a confiabilidade da metodologia de ensaio europeia utilizada. Como esperado, a maior contribuição para o índice provém da variabilidade natural dos corpos de prova da rocha estudada.

No geral, as cartas de controle para as médias e amplitudes das massas demonstraram que as medições se situaram sob controle estatístico, e que os operadores são capazes de reproduzir o método. Uma pequena discrepância foi observada para a carta da amplitude da massa submersa, relacionada à habilidade para manusear o corpo de prova no kit hidrostático. Para que a medição não seja prejudicada em nenhum novo ensaio, a fixação do dispositivo ou a posição do operador para a medição podem ser melhorados.

6. Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida (301583/2020-0 e 300666/2020-9) e à Guidoni Quartz pela doação de amostras.

7. Referências Bibliográficas

AENOR - ASSOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE-EN 14617** - Piedra aglomerada. Métodos de ensayo. Parte 1: Determinación de la densidad aparente y la absorción de agua, 2013.

_____. **UNE-EN 14618** - Piedra aglomerada. Terminología y clasificación, 2011.

CHIODI FILHO, C. **Balanço das exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais em 2019**. Informe 01/2020. Disponível em: https://abirochas.com.br/wp-content/uploads/2020/06/Informe-01_2020-Balan%C3%A7o-2019.pdf. Acesso em: 31 de ago. 2020.

MSA. **Análise dos sistemas de medição**. Manual de referência. 4ª. ed. São Paulo: IQA, 2010. 232 p.

PAZETO, A. A; VIDAL, F. W. H. **Estudo pré-normativo de ensaios de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas**. VII Jornada do Programa de Capacitação Institucional – PCI/CETEM – Rio de Janeiro, p. 1-7, 7 de novembro de 2018.

PAZETO, A. A; VIDAL, F. W. H. **Normatização de ensaios de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas**. VIII Jornada do Programa de Capacitação Institucional – PCI/CETEM – Rio de Janeiro, p. 9-16, 30 e 31 de outubro de 2019.

RIBEIRO, J. L. D; CATEN, C. S.T. **Série Monográfica Qualidade - Controle Estatístico do Processo**. FEENG/UFRGS, Porto Alegre - RS, 2012.

VIM - Vocabulário Internacional de Metrologia. **Conceitos fundamentais e gerais e termos associados**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2012. 94p.