ZÉ PACEL EXPLICA SOBRE CALIBRAÇÃO DE UM IMPORTANTE INSTRUMENTO DE MEDIÇÃO

Pergunta: Como se calibra um viscosímetro capilar?

Resposta elaborada por. Patricia Hinata (phinata@ipt.br) e Leandro Ogata (lekogata@ipt.br) da Unidade de Tecnologias Regulatórias e Metrológicas do Instituto de Pesquisas Tecnológica do Estado de São Paulo (IPT).

referência mais utilizada em calibrações de viscosímetros capilares é a norma ASTM D446¹, que apresenta a operação de dezoito tipos de viscosímetros capilares, suas dimensões típicas e a metodologia de calibração para obtenção da constante do viscosímetro.

Esses instrumentos foram divididos em três grupos, identificados como viscosímetros de Ostwald modificados, viscosímetros de nível suspenso e viscosímetros de fluxo reverso. Basicamente, eles são diferenciados pelo tipo de amostra que será medida pelo processo de enchimento e ajuste de volume de amostra.

Para alguns modelos, como o Cannon Fenske, a amostra deve ser inserida no viscosímetro por sucção, invertendo o instrumento e colocando o tubo de medição dentro da amostra. Aplica-se vácuo pelo tubo paralelo e, após o preenchimento dos dois bulbos com a amostra, o volume é ajustado até a segunda marcação. Para esses modelos, a temperatura da amostra durante o enchimento deve ser a mesma da calibração, para evitar interferência do volume da amostra devido à contração ou dilatação do fluido.

Os viscosímetros de nível suspenso, como o Ubbelohde, não possuem essa interferência devido à característica do projeto do instrumento, no qual é possível manter o volume fixo de amostra, na temperatura da calibração. O enchimento desse modelo pode ser feito pelo tubo de diâmetro maior, inclinando levemente o instrumento e vertendo a amostra. Após o escoamento total da amostra, o volume deve estar entre as duas marcações do reservatório inferior.

A Figura 1 ilustra os dois modelos de viscosímetros: Cannon Fenske – a. Enchimento e b. Medição; Ubbelohde – c. Enchimento e d. Medição. Após o enchimento, os viscosímetros são colocados em um banho termostático e mantidos por um período de 30 min a 60 min, dependendo do tamanho do capilar, para estabilização da temperatura. Durante a calibração, a variação da temperatura não pode ser maior que 0,02 °C.

A determinação do tempo de escoamento é realizada utilizando cronômetros com exatidão de 0,07 % do tempo medido. A operação consiste em medir um volume fixo de líquido, medido entre duas marcações distintas, sob a ação da gravidade e temperatura controlada.

A metodologia recomenda o uso de dois materiais de referência certificados (MRC) de viscosidade, como os desenvolvidos pelo Laboratório de Referências Metrológicas do IPT. A seleção dos materiais deve ser feita conforme o tamanho do capilar e a temperatura de calibração. A diferença de viscosidade entre os dois materiais deve ser de aproximadamente 50 %. Por exemplo, para um viscosímetro Cannon Fenske, tamanho 200 e faixa de trabalho entre 20 mm²/s e 100 mm²/s, pode-se escolher um MRC com a viscosidade de 20 mm²/s e o segundo com pelo menos 30 mm²/s, na temperatura da calibração.

A viscosidade cinemática certificada do MRC e o tempo de escoamento obtido nas determinações são utilizados para calcular a constante de calibração, conforme a **Equação 1**:

$$C = V/t$$
 Equação 1

Onde:

 $C = Constante da calibração, mm^2/s^2;$

V = Viscosidade cinemática do MRC, mm²/s;

T = Tempo de escoamento, s.

¹ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D446: Standard Specifications and Operating Instructions for Glass Capillary Kinematic Viscometers. Pensilvânia, EUA, 2012 (Reapproved, 2017).

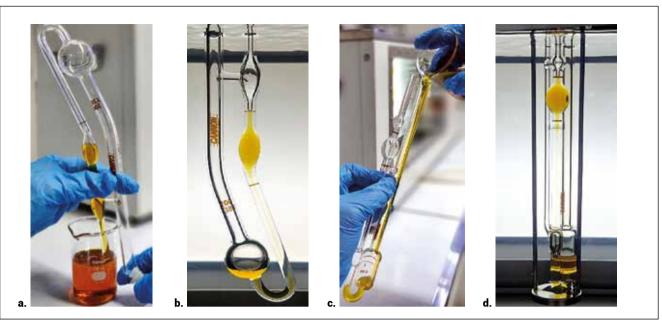


Figura 1 - Viscosímetros Cannon Fenske (a, b) e Ubbelohde (c, d). Fotos do acervo do Laboratório de Referências Metrológicas da Unidade de Tecnologias Regulatórias do IPT

A média desses resultados é calculada se os valores concordarem em 0,3 % para os viscosímetros de fluxo reverso ou 0,2 % para os demais viscosímetros.

Correções

Algumas correções na constante podem ser necessárias, dependendo da localização de uso, da diferença entre a tensão superficial do fluido utilizado na calibração e na medição ou do efeito da temperatura.

A aceleração da gravidade (g) é uma das correções que deve ser aplicada, caso o valor de g no local da calibração diferir em mais de 0,1 % do valor no local de uso. O laboratório responsável pela calibração deve apresentar essa informação em seus certificados. O cálculo da constante corrigida deve ser feito conforme a Equação 2:

$$C_2 = (g_2/g_1) * C_1$$
 Equação 2

Onde:

C₂ = Constante de calibração corrigida, mm²/s²;

g₂ = Aceleração da gravidade no local de uso, m/s²;

g₁ = Aceleração da gravidade no local de calibração, m/s²; C_1 = Constante de calibração, mm²/s².

Checagem

Um controle na medição de viscosidade pode ser estabelecido, utilizando MRC de viscosidade. O limite de tolerância pode ser calculado utilizando a Equação 32.

$$FT = \pm 1,44 * \sqrt{\sigma^2 + u^2}$$
 Equação 3

Onde:

FT = Faixa de tolerância, %;

σ = Incerteza de medição do laboratório, %;

u = Incerteza do MRC, %.

O valor obtido na medição do MRC deve ficar dentro da faixa de tolerância calculada, acrescida ou subtraída do valor certificado.

Se o valor ficar fora desse limite, é importante verificar a calibração do viscosímetro, a variação da temperatura durante a medição, a limpeza do viscosímetro e outros detalhes relacionados à operação do viscosímetro.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D445: Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity). Pensilvânia, EUA, 2021e2.

Coluna Pergunte ao Zé Pacel

Envie suas dúvidas sobre o tema desta série especial (Metrologia) para as coordenadoras desta coluna: Maria Luiza Otero D'Almeida, pesquisadora na Unidade de Tecnologias Regulatórias e Metrológicas do IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas -, e Viviane Nunes, coordenadora Técnica da ABTCP, pelos e-mails: malu@ipt.br e viviane@abtcp.org.br