

2 Métodos Experimentais

2.1. Equipamentos

Este capítulo trata da descrição dos equipamentos utilizados neste estudo, princípios de funcionamento e aspectos metrológicos referentes aos mesmos.

2.1.1. Densímetro

Fabricado pela Borgwaldt - KC, é utilizado para determinação de firmeza em cigarros e dureza em barras de filtro.

A amostra teste é submetida à aplicação de uma força padronizada durante um dado intervalo de tempo. O diâmetro da amostra após um intervalo de tempo é medido e fornece a informação sobre a firmeza da amostra.

A determinação da firmeza é realizada posicionando-se uma amostra de 10 cigarros sobre um receptáculo apropriado, indicado pelo número 1 na Figura 2. O número 2 indicado na figura representa o dispositivo que simula a compressão sobre a amostra, pela aplicação da força padronizada.

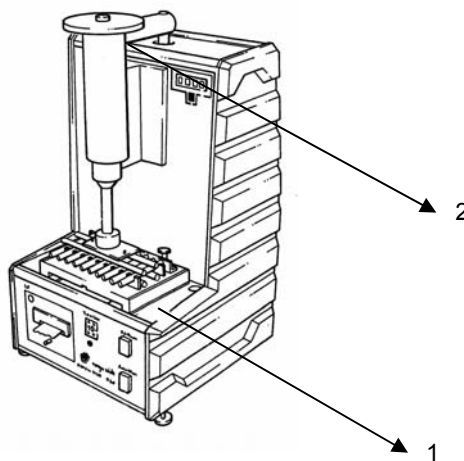


Figura 2 – Densímetro para leitura da deformação vertical do cigarro (Firmeza lida)

O processo de medição se inicia quando uma estrutura com duas barras paralelas é posicionada sobre os 10 cigarros, comprimindo-os, durante um dado intervalo de tempo, com uma força especificada pela metodologia. A média da altura residual da amostra teste é então medida, e a firmeza é calculada através da fórmula:

$$F_{med} (\%) = \frac{L}{d_i} \times 100 \quad (1)$$

Para realização dos testes deste estudo foram utilizados os modelos D - 37 e DD - 60A, apresentados nas figuras 3 e 4, respectivamente.



Figura 3 – Densímetro Borgwaldt D-37



Figura 4 – Densímetro Borgwaldt DD-60A

2.1.2. Estação de Testes

A estação de testes é um equipamento que realiza as medidas de circunferência, massa, queda de pressão e ventilação em cigarros. O princípio de medição pode variar em função do modelo utilizado.

Neste estudo só é mencionada a medição realizada no módulo de circunferência, visto que os demais parâmetros não interferem no resultado de Firmeza.

Estão disponíveis no mercado vários modelos de estações de testes, produzidas por diversos fabricantes. A Souza Cruz utiliza três modelos: CTS, fabricada pela Cerulean / Filtrona; SODIMAT, fabricada pela SODIM Instrumentation e KC, fabricada pela Borgwaldt – KC. Para este estudo foram utilizados os modelos CTS (Figura 5) e SODIMAT (Figura 6).



Figura 5 – Estação de testes CTS



Figura 6 – Estação de testes SODIMAT

A medição de circunferência na SODIMAT é reportada como a média, em mm, de 1024 leituras de diâmetro realizadas através de um feixe de laser de 12 bits, quando o cigarro sofre uma rotação completa. A Figura 7 apresenta o módulo de circunferência da SODIMAT.



Figura 7 – Módulo de Circunferência - SODIMAT

Um feixe de laser emitido por um laser semiconductor é projetado sobre um espelho octogonal e então refletido para fora da câmara por um outro espelho. Uma lente colimadora torna o feixe paralelo e o projeta na direção do objeto a ser medido. Após a “varredura” do objeto, o feixe de laser atinge um elemento receptor, onde ele é convergido e transformado em um sinal elétrico no qual a amplitude é proporcional à intensidade do feixe de laser. A determinação das dimensões do objeto através da utilização de um feixe de laser é função do tempo de exposição ao feixe.

A medição é então confirmada através da emissão de um sinal lógico.

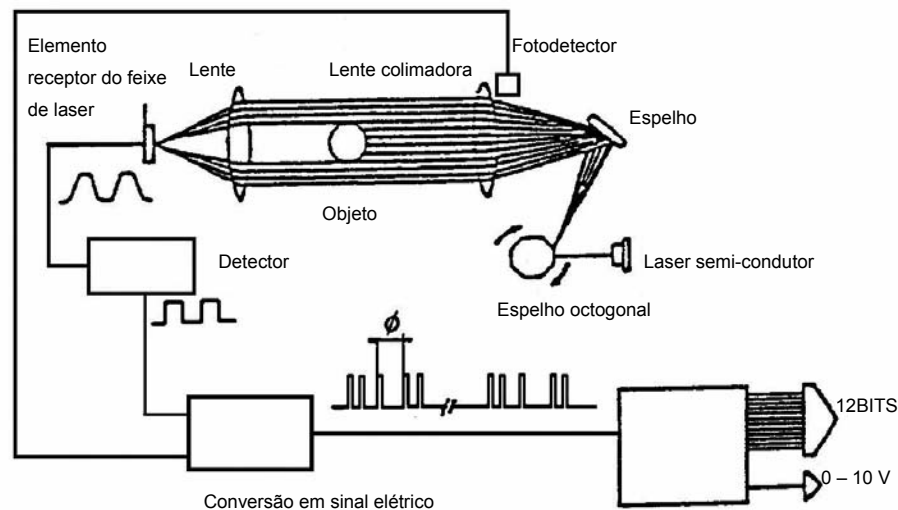


Figura 8 – Princípio de Medição SODIMAT⁴

No módulo de circunferência (Figura 9) da CTS, o cigarro, após posicionamento no interior da cabeça de medição, é preso, levemente, por um mandril de duas garras simples, a qual gira parcialmente (75% de revolução) a amostra dentro do curso de varredura do laser. A liberação da amostra para o próximo módulo se dá pela rotação reversa do mandril.

O princípio de medição é similar ao da SODIMAT, e o resultado final é a média de 100 medições de circunferência em cada cigarro, e pode ser apresentado sob a forma de circunferência ou diâmetro, em mm.

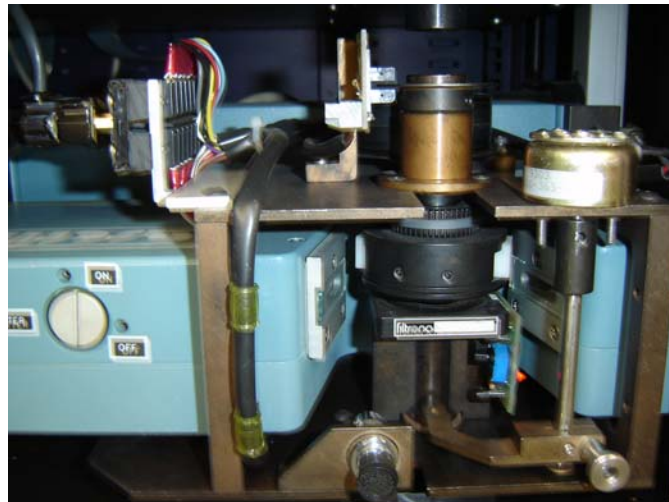


Figura 9 – Módulo de Circunferência - CTS

Para calibração do módulo de circunferência das estações de teste, utiliza-se padrões de aço inoxidável na forma de barras circulares de 8 mm de diâmetro. Essas barras são calibradas por laboratórios da RBC (Rede Brasileira de Calibração) para garantir a rastreabilidade da medição.

O Quadro 1 indica os parâmetros das estações de teste.

Quadro 1 – Parâmetros de Medição das Estações de Teste

Parâmetro	CTS	SODIM
Resolução	0,01mm	0,0025mm
Reprodutibilidade	Melhor que $\pm 0,05$ mm para medição de circunferência e 0,02mm para medição do diâmetro.	-

2.1.3.Forno BAT

O equipamento denominado como Forno BAT foi desenvolvido pela British American Tobacco, e fabricado pela G.H. Bowen Ltda. para determinar o teor de compostos voláteis em amostras de fumo. Consiste em um forno ventilado a ar quente, que comporta 100 latas de amostra teste, subdivididas em 5 bandejas com 20 latas. Os jogos de latas, tal como as bandejas são confeccionadas em aço inoxidável, e estão indicadas na Figura 10.

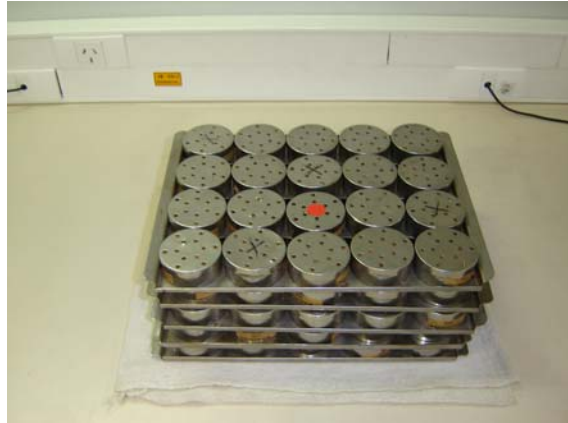


Figura 10 – Jogo de latas para amostras na determinação de umidade

O aquecimento do forno é promovido pela utilização de resistências do tipo espiral, e possui um ventilador que é responsável por equalizar a temperatura interna do forno, além de expulsar pela chaminé os compostos voláteis extraídos das amostras. A rotação é contínua durante o tempo em que a chave on/off estiver acionada. A transmissão do motor para o ventilador ocorre devido às polias e correias.

As Figuras 11 e 12 apresentam as vistas interna e externa do forno BAT.



Figura 11 – Forno BAT – Vista Externa



Figura 12 – Forno BAT – Vista Interna

Sobre o forno há um sistema de exaustão forçada composto por um exaustor interligado a uma tubulação de PVC situada a uma distância previamente especificada do topo da chaminé do forno, fornecendo uma velocidade de arraste que pode ser ajustada.

2.1.4. Câmara de Condicionamento

A Souza Cruz utiliza atualmente dois tipos de câmaras de condicionamento, que foram citados neste estudo: o primeiro, chamado de sala de condicionamento, atualmente utilizado pelo Laboratório de Análises de Cigarros, consiste em uma sala para guarda de amostras onde as condições ambientais são mantidas constantes dentro das faixas preconizadas pela ISO 3402¹⁶. É realizado um controle eletrônico através da utilização de *fan coils* independentes para este ambiente, mantendo a umidade relativa a $(60\pm 3)\%$ e a temperatura a $(22\pm 1)^{\circ}\text{C}$.

O outro tipo, utilizado pelo Laboratório de Análises Físicas de Fumo, Cigarro e Matéria-prima, é um tipo de “armário”, denominado de Câmara Climática para condições constantes, apresentado na Figura 13.



Figura 13 – Câmara Climática Binder

Fabricada pela Binder GmbH, a câmara climática é equipada com um controlador multiprocessador multifuncional, com tecnologia de dois canais para temperatura e umidade, e um display digital com resolução de 0,1°C e 1%UR. Trata-se de um instrumento de alta repetitividade para condições constantes.

2.2. Validação da Metodologia de Medição

2.2.1. Testes Exploratórios

Este capítulo trata dos testes exploratórios realizados preliminarmente aos testes específicos para o estudo do modelo matemático da fórmula da Firmeza corrigida. Estes testes foram essenciais para a definição de alguns critérios para condicionamento das amostras.

2.2.1.1. Teste Exploratório 1 – Avaliação do tempo de condicionamento das amostras em câmaras distintas

Objetivo: Avaliação do efeito do tempo de condicionamento sobre a umidade das amostras. Comparação do efeito do condicionamento na câmara climática e na Sala de Condicionamento.

Amostra teste: A

Tipo da amostra: Cigarro

Procedimento: Foram preparados 24 conjuntos de 10 cigarros. Inicialmente foi determinado o peso P_0 de cada conjunto. 12 destes conjuntos foram colocados na sala de condicionamento a $(60 \pm 3)\%UR$ e $(22 \pm 1)^\circ C$ (ISO 3402), e pesados a cada 2h. Os demais conjuntos foram colocados na câmara climática, em posições previamente especificadas, sob as mesmas condições, e pesados a cada 2 horas. As posições das amostras foram determinadas para que fosse possível avaliar o efeito da localização das amostras sobre a absorção de umidade.

A Figura 14 apresenta o diagrama com o posicionamento das amostras no interior da câmara climática.

Prateleira /coluna	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1										
2	AM1	AM2								
3										
4										
5					AM3	AM4				
6										
7										
8									AM5	AM6
9					AM7	AM8				
10										
11	AM9	AM10								
12										
13										
14									AM11	AM12
15										
16										

Figura 14 – Diagrama do interior da Câmara Climática

Os dados foram analisados com o objetivo de se determinar o tempo em que não há mais absorção de umidade pela amostra, ou seja, em que ponto a massa dos conjuntos atinge valor constante, e também para comparar se há diferença entre os resultados obtidos nos dois sistemas de condicionamento.

As amostras foram pesadas em intervalos de tempo de aproximadamente 2h durante 3 dias. Paralelamente ao condicionamento na câmara climática, também foram realizadas pesagens das amostras armazenadas na sala de condicionamento. As condições ambientais foram as mesmas para os dois ambientes, ou seja, $(60 \pm 3)\%$ de umidade e temperatura de $(22 \pm 1)^\circ\text{C}$.

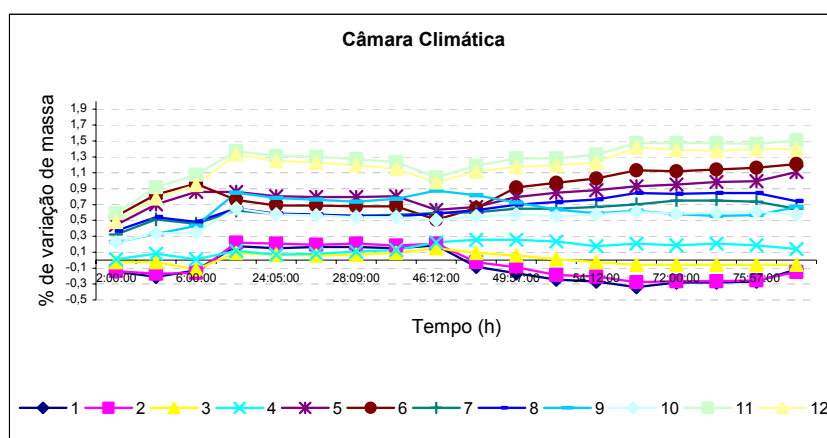


Figura 15 – % de variação de massa em função do tempo de condicionamento em câmara climática

A análise da Figura 15 indica que, aparentemente, há uma tendência das amostras em perder umidade quando situadas nas prateleiras mais elevadas da câmara. Por outro lado, quando posicionadas nas prateleiras centrais (7,8,9 e 10) observou-se que a massa dos cigarros apresentou uma tendência em atingir a estabilidade em um menor espaço de tempo, e os resultados das medições ao longo do tempo apresentam menor variação.

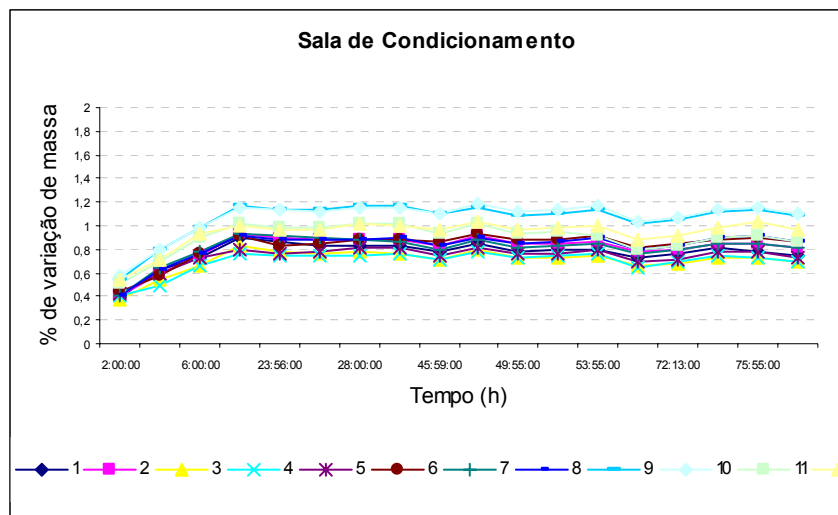


Figura 16 – % de variação de massa em função do tempo de condicionamento em sala de condicionamento

Comparando os resultados obtidos, ilustrados nas Figuras 15 e 16, há a indicação de que a estabilidade da sala de condicionamento é muito maior do que na câmara climática, no entanto, devido à dificuldade operacional em se programar novas condições, tanto pela própria característica do sistema, quanto pelo impacto nas análises do laboratório, a opção para utilização da mesma para este estudo foi descartada. Os resultados obtidos foram utilizados apenas com o objetivo de avaliar os resultados da câmara climática através de um sistema já validado.

Uma vez que o objetivo foi obter as amostras em faixas definidas de umidade, avaliando os resultados obtidos na câmara climática, foram estabelecidos os critérios para condicionamento das amostras para realização dos testes para estudo do modelo matemático. Ficou definido que o tempo de condicionamento deveria ser de no mínimo 24h, e no máximo 30h, que foi o ponto observado nos resultados apresentados na Figura 16, em que as amostras começaram a sofrer nova variação de massa. Este tempo foi adequado no sentido de que, uma vez iniciados os testes com 24h de condicionamento, ao término das 30h foi possível terminar de testar todas as amostras, além do fato

de viabilizar a realização dos testes em menor espaço de tempo, o que não ocorreria caso fosse utilizado o que é preconizado pela ISO 3402 (tempo mínimo de condicionamento das amostras= 48h). O critério adotado foi válido visto que a dispersão dos resultados de cada amostra no intervalo de tempo mencionado foi da ordem de 0,002g, como apresentado na Tabela 1.

É importante ressaltar também que o critério adotado atendeu a uma das orientações da ISO 3402, que menciona que o condicionamento é considerado estável quando a variação de massa da amostra for inferior a 0,2%, durante 3h.

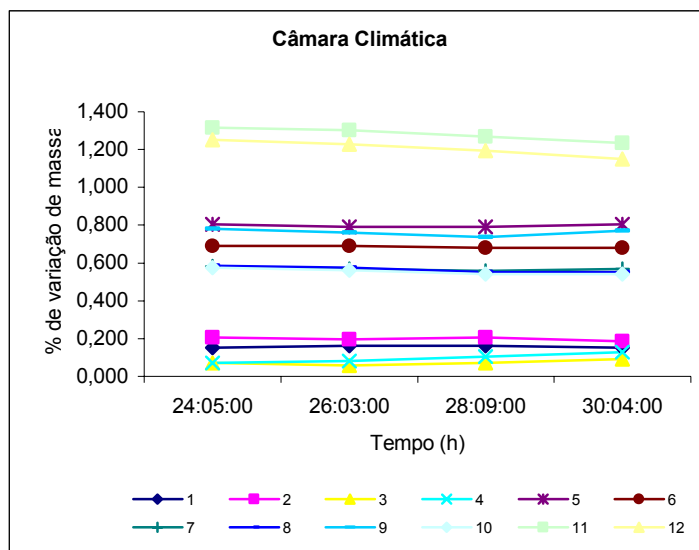


Figura 17 – % de variação de massa na amostra de cigarro entre 24 e 30 h de condicionamento

Tabela 1 – Avaliação da variação da massa entre 24 e 30h

Amostra	Conjunto	Massa dos Conjuntos, g				desvio padrão, g
		Instante A	Instante B	Instante C	Instante D	
A	1	8,560	8,561	8,561	8,560	0,001
A	2	8,697	8,696	8,697	8,695	0,001
A	3	8,625	8,624	8,625	8,627	0,001
A	4	8,560	8,561	8,563	8,565	0,002
A	5	8,903	8,902	8,902	8,903	0,001
A	6	8,910	8,910	8,909	8,909	0,001
A	7	9,007	9,006	9,005	9,006	0,001
A	8	8,934	8,933	8,931	8,931	0,002
A	9	8,889	8,887	8,885	8,888	0,002
A	10	8,936	8,935	8,933	8,933	0,002
A	11	8,940	8,939	8,936	8,933	0,003
A	12	8,980	8,978	8,975	8,971	0,004

2.2.1.2. Teste Exploratório 2 – Avaliação do efeito do tempo de condicionamento sobre a umidade do fumo

Objetivo: Avaliação do efeito do tempo de condicionamento sobre a umidade das amostras. Estimativa do teor de umidade no fumo após condicionamento.

Amostra teste: A

Tipo da amostra: Cigarro/Fumo

Procedimento: Foram preparados 36 conjuntos equivalentes de 20 cigarros cada. Cada 6 desses conjuntos foi acondicionado na câmara climática, sob cada uma das condições apresentadas no Quadro 2, e depois do intervalo de tempo determinado, submetidas ao ensaio de umidade utilizando o Forno BAT.

Quadro 2 – Condições de teste das amostras para avaliação do tempo de condicionamento

Conjunto	Tempo (h)	UR (%)	Temperatura (°C)
1	24	60 ± 3	22 ± 1
2	48	60 ± 3	22 ± 1
3	24	75 ± 3	22 ± 1
4	48	75 ± 3	22 ± 1
5	24	40 ± 3	22 ± 1
6	48	40 ± 3	22 ± 1

Uma vez que ficou definido no teste anterior que o condicionamento das amostras seria de 24h, foi necessário avaliar qual seria a condição da câmara de condicionamento para atingir determinados valores de umidade no cigarro / fumo. Desta forma, tomou-se como base um estudo⁹ realizado anteriormente no CPD, para avaliação do modelo matemático de correção na determinação do poder de enchimento no fumo. Neste estudo foram estipuladas algumas faixas de umidade relativa para condicionamento do fumo, para que ele atingisse um determinado valor de umidade, mas neste caso não houve comprovação de que estes valores também seriam válidos para condicionamento de cigarros. Sendo assim, foi realizado este teste, para avaliar se os pontos utilizados para fumo seriam válidos para cigarros, principalmente porque, para o fumo, foi utilizado

condicionamento de 24h, e no caso de cigarros, o condicionamento adotado rotineiramente é de 48h.

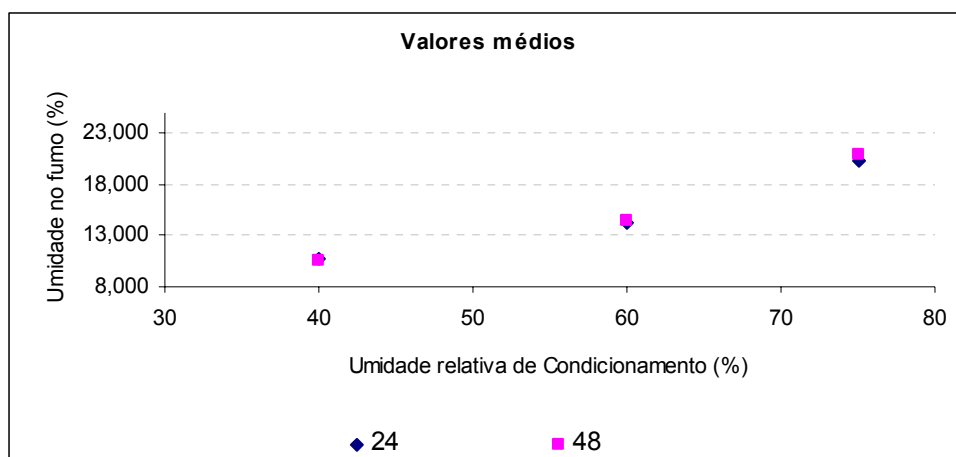


Figura 18 – Comparação de amostras condicionadas a 24 e 48h

Observando o gráfico da Figura 18, podemos notar que, aparentemente não há diferença entre os resultados de umidade no fumo obtidos quando se utiliza o condicionamento com 24 e 48 horas. Sendo assim, as faixas de umidade do sistema de condicionamento determinadas para o fumo foram consideradas válidas para cigarro.

2.2.2. Validação das Metodologias – Avaliações Metrológicas

2.2.2.1. Teste 1 – Medição da Umidade

Este item aborda a avaliação da medição da umidade, realizada durante o estudo de Análise Metrológica da Firmeza de Cigarros¹⁰. Para esta avaliação foi realizada a série de testes a seguir.

2.2.2.1.1. Avaliação do Efeito da Variação da Massa de Fumo

Foram colocadas no forno para determinação de umidade, 100 latas contendo as seguintes massas de fumo úmido: 8, 10 e 12g, e variando de 8 a 12g.

Após a realização do ensaio utilizando a metodologia especificada pela empresa, a umidade foi calculada, e os resultados obtidos foram comparados para avaliação da dispersão da determinação.

O Quadro 3 indica a simbologia e os parâmetros avaliados na análise dos resultados.

Quadro 3 – Simbologia para análise dos resultados da avaliação do efeito da variação da massa de fumo

Simbologia	Parâmetro
P ₁	Massa da lata vazia, g
P ₂	Massa da lata com fumo úmido, g
P ₃	Massa do fumo úmido, g
P ₄	Massa da lata com fumo seco, g
P ₅	Massa do fumo seco, g
P ₆	Massa de água e voláteis, g

A massa de água e voláteis pode ser calculada pela expressão (2).

$$P_6 = P_3 - P_5 = (P_2 - P_1) - (P_4 - P_1) \quad (2)$$

A incerteza de medição da massa de água e voláteis pode ser estimada através da equação (3).

$$u_6 = \sqrt{u_2^2 + u_1^2 + u_4^2 + u_1^2} \quad (3)$$

Entretanto, foi necessário considerar a não uniformidade do teor de umidade no fumo, bem como do processo de secagem, o que não é possível através da expressão acima. Desta forma, para considerarmos esses efeitos, foi necessário realizar a análise estatística dos resultados, através do cálculo de média e desvio padrão e estimativa da incerteza. Para esta análise, foram utilizadas as expressões (4) a (6).

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{i=n} X_i \quad (4)$$

$$u_x = s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{i=n} (X_i - \bar{X})^2} \quad (5)$$

$$U_x = t \cdot u_x \quad (6)$$

Analisando os resultados da Tabela 2, é possível perceber que a quantidade de água e voláteis retirados depende da massa de fumo úmido. No entanto, a umidade permanece aproximadamente constante, com pequenas variações dentro da incerteza de medição.

Tabela 2 – Medição de umidade em fumo, por 3,5h a 110°C

Massa de Fumo (g)	8		8 a 12		10		12	
	\bar{X}	u_x	\bar{X}	u_x	\bar{X}	u_x	\bar{X}	u_x
Referência	(4)	(5)	(4)	(5)	(4)	(5)	(4)	(5)
Fumo úmido (g)	8,000	0,0007	9,495	0,3342	10,000	0,0007	12,000	0,0006
Água e Voláteis (g)	1,123	0,0049	1,336	0,0480	1,397	0,0101	1,671	0,0091
Umidade (%)	14,038	0,0610	14,006	0,0824	13,972	0,1011	13,926	0,0751

Desta forma, foi possível concluir que o procedimento adotado gera resultados aproximadamente uniformes de umidade no fumo, apesar das variações de massa. Outro fator importante é que a medição da massa influencia de forma desprezível a medição de umidade.

A incerteza padronizada da umidade é igual ao desvio padrão dos resultados, considerando-se todos os resultados de umidade obtidos, independentemente da massa de fumo utilizada, uma vez que se verificou que os resultados são aproximadamente uniformes.

A incerteza expandida pode ser calculada multiplicando-se a incerteza padronizada (desvio padrão) pelo t-Student para 73 valores (72 graus de liberdade), resultando em um valor de umidade de:

$$H = (13,98 \pm 0,18)\% \quad (7)$$

2.2.2.1.2. Avaliação da Influência da redução do tempo de fornada e utilização de dessecador

Foi realizado um teste semelhante ao anterior, colocando a mesma massa de fumo em todas as latas, totalizando 4 fornadas, com 99 latas cada uma. O tempo de fornada foi reduzido em 30 minutos, e as amostras foram colocadas em dessecador até que as amostras atingissem aproximadamente 50°C (equivalente a aproximadamente 30 minutos para as condições ambientais do CPD). Esta modificação na metodologia é sugerida pela BAT.

Utilizando a mesma metodologia o valor de umidade foi estimado, utilizando-se t-Student igual a 2,006 para 396 elementos e 95,45% de confiança, em:

$$H = (13,15 \pm 0,25)\% \quad (8)$$

A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 3 – Medição de umidade, por 3,0h a 110°C, com utilização de dessecador, em fornadas independentes de 99 latas de fumo

Massa de fumo (g)	Referência	8	9	10	12	Todos os valores
\bar{X}	(4)	13,24	13,20	13,13	13,01	13,15
u_x	(5)	0,087	0,088	0,075	0,092	0,122
n		99	99	99	99	396
t		2,025	2,025	2,025	2,025	2,006
U_x	(6)	0,18	0,18	0,15	0,19	0,25

Desta forma, concluiu-se que há um pequeno aumento na incerteza, provavelmente devido ao maior número de medições realizadas. O valor de umidade diminuiu, possivelmente devido à redução no tempo de secagem.

2.2.2.1.3. Avaliação da Influência da Variação de Temperatura

Para avaliar o efeito da variação da temperatura sobre o resultado de umidade, foram realizadas 3 fornadas, com 20 latas de fumo cada uma, nas seguintes temperaturas: 109, 110 e 111°C, durante 3 horas e 30 minutos. A incerteza expandida foi calculada multiplicando-se o valor da incerteza

padronizada pelo t-Student para 19 graus de liberdade ($n = 20$) e 95,45% de confiança.

Analisando os resultados da Tabela 4, observa-se uma tendência em aumentar o resultado de umidade com a temperatura, apesar do fato da diferença estar dentro da faixa de incerteza. Isto significa que o fumo não está totalmente seco e provavelmente seria necessário um tempo de fornada maior para retirar toda umidade do fumo e reduzir o erro de medição.

Tabela 4 – Determinação de umidade no fumo utilizando temperaturas variáveis, e metodologias distintas

Metodologia		Souza Cruz			B3		
Temperatura (°C)	Referência	109	110	111	109	110	111
\bar{X}	(4)	11,74	11,82	11,95	11,37	11,55	11,61
u_x	(5)	0,071	0,065	0,069	0,037	0,045	0,076
n		20	20	20	20	20	20
t		2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14
U_x	(6)	0,15	0,14	0,15	0,08	0,10	0,16

2.2.2.1.4. Avaliação da Influência da Quantidade de Fumo

Este teste foi realizado para verificar se a quantidade de latas com fumo no interior do forno poderia influenciar no resultado de umidade. Para isso foram feitas 5 fornadas com 20, 25, 50, 75 e 100 latas preenchidas com fumo úmido, seguindo a metodologia adotada atualmente. As demais latas foram colocadas vazias no interior do forno, de forma que o número total de latas fosse sempre igual a 100.

Os resultados da Tabela 5 indicam que há uma tendência em secar mais o fumo quando o forno está vazio, apesar das diferenças estarem dentro da incerteza de medição ($\pm 0,30\%$), o que nos leva a concluir que este não parece ser um fator muito importante na secagem do fumo.

Tabela 5 – Determinação de umidade no fumo com ausência de fumo em latas previamente definidas

Nº de latas	Referência	25	50	75	100	20
\bar{X}	(4)	12,90	12,80	12,76	12,71	12,87
u_x	(5)	0,1376676	0,1269333	0,1442218	0,1462428	0,1119904
n		20	48	70	95	20
t		2,14	2,05	2,04	2,03	2,14
U_x	(6)	0,29	0,26	0,29	0,30	0,24

2.2.2.1.5. Avaliação da Influência do Tempo de Fornada

Foi realizada uma série de fornadas, de acordo com a programação do Quadro 4, com 100 latas de fumo úmido cada uma, variando o tempo, para se avaliar se o tempo de fornada influenciaria de forma significativa sobre o resultado de umidade. Esta hipótese foi considerada uma vez que se observou que o tempo de estabilização da temperatura, após a entrada das amostras, de cada forno era diferenciado, o que poderia acarretar em diferenças do resultado final.

Quadro 4 – Tempos de fornada para avaliação da influência sobre o resultado de umidade no fumo

Tempo de fornada (h)
1,0
1,5
2,0
2,5
3,0
3,5
4,0
5,0
6,0
7,0

É possível concluir, analisando os resultados da Tabela 6, que o valor médio de umidade aumenta com o tempo de fornada. A incerteza estimada é mais elevada para menores tempos, atingindo um valor mínimo para o tempo de 3 horas e 30 minutos (especificado pela metodologia), ligeiramente superior ao estimado anteriormente. Assim, foi possível concluir que a secagem deveria ser

feita em um tempo maior, para garantir que toda umidade do fumo seja retirada, e a incerteza de medição está variando entre $\pm 0,2$ e $0,3\%$.

Tabela 6 – Determinação de umidade no fumo com tempos variáveis a 110°C

Tempo de fornada (h)	\bar{X}	u_x	n	t	U_x
Referência	(4)	(5)			(6)
1,0	10,93	0,39089	95	2,03	0,79
1,5	11,95	0,21985	95	2,03	0,45
2,0	12,50	0,14663	95	2,03	0,30
2,5	12,92	0,13917	95	2,03	0,28
3,0	13,15	0,15494	95	2,03	0,31
3,5	13,38	0,10963	95	2,03	0,22
4,0	13,61	0,12060	95	2,03	0,24
5,0	13,89	0,12612	95	2,03	0,26
6,0	14,16	0,11904	95	2,03	0,24
7,0	14,32	0,15138	95	2,03	0,31

2.2.2.2. Teste 2 – Medição da Circunferência

Neste item foi realizada uma série de testes com o objetivo de se avaliar a incerteza associada à medição da circunferência. Estes testes foram realizados durante o estudo de Análise Metrológica da Firmeza de Cigarros, em 2004¹⁰.

A Souza Cruz utiliza para calibração dos módulos de circunferência das estações de teste cilindros de aço inoxidável calibrados por laboratório da RBC. A calibração destes cilindros consiste na medição do diâmetro em vários pontos ao longo do seu comprimento, utilizando uma máquina de coordenadas.

Primeiramente foi realizada uma série de testes para avaliar a contribuição da calibração na incerteza da medição da circunferência. Para fazê-lo, foi estabelecida uma série de parâmetros.

2.2.2.2.1. Estimativa da Incerteza da calibração dos padrões

O diâmetro médio (d), representativo do padrão, foi calculado como a média aritmética entre os valores máximo ($d_{\text{máx}}$) e mínimo ($d_{\text{mín}}$) indicados no certificado de calibração, através da expressão (9).

$$d = \frac{d_{\max} + d_{\min}}{2} \quad (9)$$

A incerteza do diâmetro médio (u) é composta dos seguintes valores de incerteza expandida:

- Máxima incerteza expandida (U_{\max}) dentre os valores fornecidos no certificado de calibração do padrão para as diferentes posições ao longo do seu comprimento. Neste caso, a incerteza padronizada, do tipo A, pode ser calculada pela equação (10).

$$u_{\max} = \frac{U_{\max}}{2} \quad (10)$$

- Não uniformidade do diâmetro (U_h) do padrão de circunferência, calculada como a metade da diferença entre os valores máximo e mínimo de diâmetro. Desta forma, a incerteza padronizada, do tipo B, pôde ser estimada através das expressões (10) e (12).

$$U_h = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{2} \quad (11)$$

$$u_h = \frac{U_h}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

Desta forma, as incertezas combinada (u_d) e expandida (U_d) do diâmetro puderam ser calculadas através das fórmulas (12) e (13), pela combinação da incerteza padronizada máxima (u_{\max}) com a incerteza padronizada relativa à não uniformidade do diâmetro do padrão (u_h).

$$u_d = \sqrt{u_{\max}^2 + u_h^2} \quad (13)$$

$$U_d = 2 \cdot u_d \quad (14)$$

Uma vez estimada a incerteza do diâmetro, foi possível chegar a estimativa da incerteza da circunferência, bem como do valor médio de

circunferência, multiplicando-se por π os valores de incerteza do diâmetro e diâmetro médio, respectivamente.

$$u_c = \pi \cdot u_d \quad (15)$$

$$U_c = \pi \cdot U_d \quad (16)$$

Visto que o número de padrões utilizados para calibração dos módulos de circunferência das estações de testes era restrito, foram fabricados outros 7 padrões com diâmetros variados para abranger uma faixa maior de utilização. O diâmetro dos padrões foi medido com um paquímetro digital, calibrado por laboratório pertencente a RBC, tendo uma incerteza (U_p) maior do que a máquina de medir coordenadas utilizada para calibrar os padrões anteriores.

Como procedimento de calibração das estações de teste, foi realizado um teste no qual cada padrão foi medido 10 vezes, com o paquímetro, antes de cada estação, e foi estimada a incerteza da calibração das estações de testes. Considerou-se que a variação do diâmetro ao longo do comprimento do padrão era desprezível.

$$U_p = 0,01mm \quad (17)$$

$$u_p = \frac{U_p}{2} \quad (18)$$

A medição do diâmetro foi feita com o paquímetro, com uma incerteza expandida de 0,01mm (U_p), e o valor médio foi estimado pela equação (19).

$$\bar{d} = \frac{1}{10} \cdot \sum_{i=1}^{10} d_i \quad (19)$$

A repetitividade pôde ser estimada pelo desvio padrão das medições:

$$u_r = s = \sqrt{\frac{1}{9} \sum_{i=1}^{10} (d_i - \bar{d})^2} \quad (20)$$

Desta forma, foi possível estimar a incerteza padronizada do diâmetro medido, u_d :

$$u_d = \sqrt{u_p^2 + u_r^2} \quad (21)$$

A incerteza expandida do diâmetro do padrão pôde ser estimada pela equação (22), utilizando-se valor de t-Student igual a 2,32, correspondente a 9 graus de liberdade (10 medições):

$$U_d = t \cdot u_d \quad (22)$$

Inicialmente foram avaliados os padrões calibrados por laboratório da RBC, os quais são utilizados nas atividades de rotina. Os resultados estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 – Padrões para calibração da estação de testes, valores em mm

Grandeza	Referência	CTS-A	CTS-B	SODIM-CIRC
d_{\min}	Certificado	4,9865	9,5130	7,9963
d_{\max}	Certificado	4,9875	9,5146	7,9980
d	(9)	4,9870	9,5138	7,9972
U_{\max}	Certificado	0,0039	0,0040	0,0038
u_{\max}	(10)	0,00195	0,002	0,0019
U_h	(11)	0,0005	0,0008	0,00085
u_h	(12)	0,0003	0,0005	0,0005
u_d	(13)	0,0020	0,0021	0,0020
U_d	(14)	0,0039	0,0041	0,0039
C	$= \pi \cdot d$	15,667	29,888	25,124
U_c	(16)	0,012	0,013	0,012
Certificado de Calibração		152/02	153/02	157/02

Era de se esperar que a estimativa da incerteza de calibração dos padrões de 5,00; 5,50; 6,00; 6,50; 7,00; 7,50 e 8,00mm fosse realmente superior a dos padrões calibrados pelo laboratório da RBC, uma vez que o paquímetro utilizado na medição dos mesmos apresentava incerteza expandida superior a máquina de coordenadas utilizada na calibração dos padrões certificados.

Visto que cada estação de testes realiza sua medição em um determinado comprimento do cigarro, bem como dos padrões, tomou-se o cuidado em se determinar essas distâncias para realizar as medições sempre nas mesmas posições (a partir da extremidade inferior do padrão, 16mm para CTS e 61mm para SODIM), apesar de se ter considerado como desprezível a variação do diâmetro ao longo do comprimento do padrão. Os conjuntos medidos com paquímetro foram denominados PAQUÍMETRO_CTS e PAQUÍMETRO_SODIM, para diferenciá-los das medições realizadas nas estações de testes.

Tabela 8 – Medição dos Padrões de Circunferência Média – PAQUÍMETRO_CTS

PAQUÍMETRO_CTS		Diâmetro Nominal (mm)						
Grandeza	Referência	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
U_p	Certificado	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
u_p	(18)	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
u_r	(20)	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00516
u_d	(21)	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,007
U_d	(22)	0,012	0,012	0,012	0,012	0,012	0,012	0,017
\bar{d}	(19)	4,990	5,500	6,000	6,500	7,000	7,500	8,014
C	$= \pi \cdot \bar{d}$	15,677	17,279	18,850	20,420	21,991	23,562	25,177
U_c	(16)	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,052

Tabela 9 – Medição dos Padrões de Circunferência Média – PAQUÍMETRO_SODIM

PAQUÍMETRO_SODIM		Diâmetro Nominal (mm)						
Grandeza	Referência	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
U_p	Certificado	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
u_p	(18)	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
u_r	(20)	0,00000	0,00316	0,00316	0,00516	0,00000	0,00000	0,00483
u_d	(21)	0,005	0,006	0,006	0,007	0,005	0,005	0,007
U_d	(22)	0,012	0,014	0,014	0,017	0,012	0,012	0,016
\bar{d}	(19)	5,000	5,501	6,001	6,504	7,000	7,500	8,013
C	$= \pi \cdot \bar{d}$	15,708	17,282	18,853	20,433	21,991	23,562	25,174
U_c	(16)	0,036	0,043	0,043	0,052	0,036	0,036	0,051

2.2.2.2.2. Avaliação das medições realizadas com o paquímetro - Teste de Média Zero

Com o objetivo de se avaliar a confiabilidade das medições dos padrões realizadas com o paquímetro, foi aplicado o Teste de Média Zero.

Aplicando o teste da média zero aos resultados obtidos, observa-se que não há diferença significativa entre os valores medidos de cada padrão, ao nível de significância de 5%, o que demonstra a confiabilidade de medição dos padrões. Os resultados estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Teste de Média Zero para circunferência média do PAQUÍMETRO_CTS e PAQUÍMETRO_SODIM

Diâmetro Nominal (mm)	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
C ₁	15,677	17,279	18,850	20,420	21,991	23,562	25,177
U _{C1}	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,052
C ₂	15,708	17,282	18,853	20,433	21,991	23,562	25,174
U _{C2}	0,036	0,043	0,043	0,052	0,036	0,036	0,051
X = C ₁ -C ₂	-0,031	-0,003	-0,003	-0,013	0,000	0,000	0,003
$U_x = \sqrt{U_{C_1}^2 + U_{C_2}^2}$	0,052	0,056	0,056	0,064	0,052	0,052	0,073
X < U _x ?	sim	sim	sim	sim	sim	sim	sim

2.2.2.2.3. Estimativa da Incerteza da Calibração da Estação de Teste de medição de circunferência média

Neste item foi feita a comparação entre os valores de circunferência medidos pelo paquímetro digital, e os valores medidos pelas estações de teste CTS e SODIM.

$$U_l = \text{resolução de leitura do instrumento (CTS, SODIM)}$$

A incerteza padronizada associada a resolução de leitura do instrumento, do tipo B, pode ser calculada segundo a expressão (23).

$$u_l = \frac{U_l}{\sqrt{3}} \quad (23)$$

Foi estabelecido o valor de circunferência média, calculado como a média aritmética das 10 medições:

$$\bar{C} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} C_i \quad (24)$$

A incerteza associada a repetitividade (u_r) pode ser estimada pelo desvio padrão das 10 medições:

$$u_r = s = \sqrt{\frac{1}{9} \sum_{i=1}^{10} (C_i - \bar{C})^2} \quad (25)$$

Desta forma, é possível estimar a incerteza associada a dispersão das medições (u_σ), pela combinação da incerteza associada a resolução de leitura e da repetitividade :

$$u_\sigma = \sqrt{u_l^2 + u_r^2} \quad (26)$$

Supondo-se que o valor indicado pela estação de testes não seria corrigido, foi necessário estimar a incerteza expandida da medição da circunferência, de acordo com:

- Correção do valor medido:

$$e = C - \bar{C} \quad (27)$$

- Incerteza expandida associada à correção do valor medido de circunferência:

$$U_e = |e| \quad (28)$$

- Incerteza padronizada associada a correção do valor medido de circunferência:

$$u_e = \frac{U_e}{\sqrt{3}} \quad (29)$$

A incerteza da calibração da circunferência pode ser estimada pela do diâmetro, multiplicando por :

$$u_c = \pi \cdot u_d \quad (15)$$

Desta forma, combinando as expressões, foi possível estimar a incerteza padronizada de medição da circunferência na estação de teste:

$$u_{ET} = \sqrt{u_\sigma^2 + u_e^2 + u_c^2} \quad (30)$$

Incerteza expandida de medição da circunferência na estação de testes:

$$U_{ET} = t \cdot u_{ET} \quad (31)$$

Tabela 11 – Calibração da estação de teste CTS

CTS		Diâmetro Nominal (mm)						
Grandeza	Referência	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
U_c	Tabela 8	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,036	0,052
u_c	(15)	0,018	0,018	0,018	0,018	0,018	0,018	0,026
U_l	Manual do equipamento	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010
u_l	(23)	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(25)	0,00707	0,00516	0,00667	0,00471	0,00316	0,00422	0,01059
u_σ	(26)	0,00913	0,00775	0,00882	0,00745	0,00658	0,00715	0,01206
C	Tabela 8	15,677	17,279	18,850	20,420	21,991	23,562	25,177
\bar{C}	(24)	15,715	17,286	18,860	20,420	22,011	23,558	25,147
e	(27)	-0,038	-0,007	-0,010	0,000	-0,020	0,004	0,030
U_e	(28)	0,038	0,007	0,010	0,000	0,020	0,004	0,030
u_e	(29)	0,022	0,004	0,006	0,000	0,011	0,002	0,017
u_{ET}	(30)	0,030	0,020	0,021	0,020	0,023	0,020	0,034
U_{ET}	(31)	0,070	0,047	0,049	0,046	0,052	0,046	0,078

Tabela 12 – Calibração da estação de teste SODIM

SODIM		Diâmetro Nominal (mm)						
Grandeza	Referência	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
U_c	Tabela 9	0,036	0,043	0,043	0,052	0,036	0,036	0,051
u_c	(15)	0,018	0,022	0,022	0,026	0,018	0,018	0,025
U_l	Manual do equipamento	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010
u_l	(23)	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(25)	0,00789	0,00738	0,00527	0,00966	0,00632	0,00000	0,00816
u_{σ}	(26)	0,00978	0,00937	0,00782	0,01125	0,00856	0,00577	0,01000
C	Tabela 9	15,708	17,282	18,853	20,433	21,991	23,562	25,174
\bar{C}	(24)	15,718	17,279	18,855	20,426	22,002	23,560	25,140
e	(27)	-0,010	0,003	-0,002	0,007	-0,011	0,002	0,034
U_e	(28)	0,010	0,003	0,002	0,007	0,011	0,002	0,034
u_e	(29)	0,006	0,002	0,001	0,004	0,006	0,001	0,019
u_{ET}	(30)	0,021	0,024	0,023	0,029	0,021	0,019	0,033
U_{ET}	(31)	0,050	0,055	0,053	0,067	0,049	0,044	0,078

Tabela 13 – Teste de média zero para circunferência medida nas estações de teste CTS e SODIM

Diâmetro Nominal (mm)	5,00	5,50	6,00	6,50	7,00	7,50	8,00
C_1	15,715	17,286	18,860	20,420	22,011	23,558	25,147
U_{C1}	0,070	0,047	0,049	0,046	0,052	0,046	0,078
C_2	15,718	17,279	18,855	20,426	22,002	23,560	25,140
U_{C2}	0,050	0,055	0,053	0,067	0,049	0,044	0,078
$X = C_1 - C_2$	-0,003	0,007	0,005	-0,006	0,009	-0,002	0,007
$U_x = \sqrt{U_{C1}^2 + U_{C2}^2}$	0,086	0,072	0,072	0,081	0,072	0,064	0,110
$ X < U_x ?$	sim	sim	sim	sim	sim	sim	sim

Observa-se que não há diferença significativa, ao nível de 5% de significância, entre os resultados obtidos para as estações de testes CTS e SODIMAT, após a análise dos resultados apresentados nas Tabelas 11 a 13.

2.2.2.2.4. Estimativa da Incerteza de Medição do cigarro com as estações de teste de Circunferência média

Com o objetivo de se avaliar a uniformidade dos cigarros e a repetitividade do processo de medição, os padrões do teste anterior foram substituídos por 3 tipos de cigarros, de marcas e diâmetros distintos.

Cada um dos 10 cigarros foi medido 6 vezes em cada estação de testes. Para análise dos resultados foi utilizada a mesma metodologia adotada no teste anterior.

Tabela 14 – Medição do diâmetro (mm) com paquímetro

Grandeza	Referência	CTS			SODIM		
		F	H	B	F	H	B
U_p	Certificado	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
u_p	(18)	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
u_r	(20)	0,163	0,144	0,067	0,109	0,106	0,102
u_d	(21)	0,163	0,144	0,068	0,109	0,106	0,102
U_d	(22)	0,332	0,293	0,138	0,223	0,216	0,207
\bar{d}	(19)	7,451	7,069	5,301	7,481	7,119	5,340
C	$= \pi \cdot \bar{d}$	23,41	22,21	16,65	23,50	22,36	16,78
U_c	$= \pi \cdot U_d$	1,04	0,92	0,43	0,70	0,68	0,65

Tabela 15 – Dispersão da Medição da circunferência média dos cigarros (mm) com estação de teste

Grandeza	Referência	CTS			SODIM		
		F	H	B	F	H	B
C	$= \pi \cdot \bar{d}$	23,41	22,21	16,65	23,50	22,36	16,78
\bar{C}	(24)	24,30	22,94	17,03	24,28	23,00	16,98
e	(27)	-0,89	-0,73	-0,37	-0,77	-0,63	-0,20
U_i	Manual do equipamento	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
u_i	(23)	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(25)	0,059	0,056	0,098	0,094	0,065	0,122
u_σ	(26)	0,059	0,056	0,098	0,094	0,065	0,122
U_σ	$= 2,04 \cdot u_\sigma$	0,12	0,12	0,20	0,19	0,13	0,25

Analisando os resultados obtidos, várias observações puderam ser feitas:

A incerteza de medição da circunferência média dos cigarros, medida com o paquímetro, é bem maior do que a da circunferência dos padrões rígidos,

medidos da mesma forma, indicando que há um efeito da não-rigidez do produto sobre o processo de medição;

Os valores de circunferência do cigarro medidos com o paquímetro foram menores do que os medidos na estação de teste, indicando possível efeito de pressão do paquímetro sobre o cigarro durante o processo de medição;

A dispersão das medições realizadas com o paquímetro é maior do que a das estações de teste;

A incerteza de medição do cigarro na estação de teste tem valor estimado maior do que o dos padrões rígidos, o que pode ser atribuído a não uniformidade do diâmetro do produto;

A correção da medição da circunferência é bem menor do que a incerteza de medição, logo, foi possível chegar a conclusão de que os equipamentos medem corretamente a circunferência do cigarro, sem haver necessidade, portanto, de se fazer correção do valor lido.

Considerou-se, portanto, que o máximo valor estimado para incerteza de medição da circunferência na estação de teste foi de $\pm 0,25\text{mm}$, referente a estação de testes SODIM. Isto quer dizer que, se a circunferência de vários cigarros for medida na estação de teste, é de se esperar que cada valor individual se afaste do valor médio obtido em no máximo $\pm 0,25\text{mm}$, ainda que a incerteza de medição de cada um seja no máximo de $\pm 0,08\text{mm}$.

2.2.2.3. Teste 3 – Medição da Leitura de Firmeza

2.2.2.3.1. Estimativa da Incerteza de Calibração dos Padrões

Para calibração do densímetro são utilizadas barras cilíndricas de aço, com diâmetro medido ao longo de seu comprimento de 80 mm por uma máquina de coordenadas.

O diâmetro médio (d), representativo do padrão, foi calculado como a média aritmética entre os valores máximo ($d_{\text{máx}}$) e mínimo ($d_{\text{mín}}$) medidos pela máquina de coordenadas.

$$d = \frac{d_{\max} + d_{\min}}{2} \quad (9)$$

A incerteza combinada do diâmetro médio (u) é composta dos seguintes valores de incerteza expandida:

- Máxima incerteza expandida (U_{\max}) dentre os valores fornecidos no certificado de calibração do padrão, estimada para as diferentes posições ao longo do seu comprimento. A incerteza padronizada, do tipo A, pode ser estimada dividindo-se o valor da máxima incerteza pelo fator de abrangência ($k=2$).

$$u_{\max} = \frac{U_{\max}}{2} \quad (10)$$

- Não uniformidade do diâmetro (U_h) corresponde a metade da diferença entre os valores máximo e mínimo de diâmetro. O valor da incerteza padronizada, do tipo B, pôde ser estimado utilizando as equações (11) e (12).

$$U_h = \frac{d_{\max} - d_{\min}}{2} \quad (11)$$

$$u_h = \frac{U_h}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

Assim, as incertezas do diâmetro - combinada (u_d) e expandida (U_d) - puderam ser estimadas como:

$$u_d = \sqrt{u_{\max}^2 + u_h^2} \quad (13)$$

$$U_d = 2 \cdot u_d \quad (14)$$

A Tabela 16 apresenta os valores de diâmetro médio e incerteza calculados para os padrões utilizados no teste.

Tabela 16 – Padrões para calibração do densímetro (mm)

Padrão		A	B	C	D	E	F
Certificado de Calibração	Referência	155/02	154/02	4102403	4102303	4102203	4102103
k		2	2	2	2	2	2
d	(9)	7,9934	7,9940	6,000	6,003	4,003	4,002
U _{max}	Certificado	0,0043	0,0040	0,003	0,003	0,003	0,003
u _{max}	(10)	0,0022	0,0020	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015
U _h	(11)	0,0006	0,0010	0,000	0,0005	0,000	0,000
u _h	(12)	0,0003	0,0005	0	0,0003	0	0
u _d	(13)	0,0022	0,0021	0,0015	0,0015	0,0015	0,0015
k		2	2	2	2	2	2
U _d	(14)	0,0044	0,0042	0,003	0,003	0,003	0,003

2.2.2.3.2. Estimativa da Incerteza de Calibração do densímetro

O diâmetro de cada padrão foi medido 10 vezes em cada um dos três densímetros utilizados pelo laboratório, denominados BORG-1, BORG-2 e BORG-3. Cada medição foi identificada como d_i , com i variando de 1 a 10.

A partir dos resultados obtidos, os valores de correção e de incerteza foram estimados.

A correção (e), também denominada erro sistemático, pode ser definida como um valor que deve ser algebricamente adicionado ao resultado não corrigido de uma medição para compensar um erro sistemático. Neste caso, o resultado não corrigido da medição foi representado pela média dos diâmetros (\bar{d}) medidos pelo instrumento.

Assim, o valor verdadeiro (d) foi estimado a partir do valor indicado pelo instrumento de medição.

No caso do resultado da medição não ser corrigido, foi considerada a correção como uma incerteza do tipo B, com um valor (U_e) igual ao valor absoluto da correção ($|e|$), realizando sua composição com a incerteza de medição após a mesma.

$$\bar{d} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} d_i \quad (19)$$

$$e = d - \bar{d} \quad (32)$$

O diâmetro medido pelo densímetro é indicado com uma resolução de leitura de 0,01mm, a qual foi considerada como uma incerteza do tipo B para a resolução de leitura (U_l).

A incerteza padronizada, u_l , foi estimada dividindo-se o valor da incerteza expandida por $\sqrt{3}$.

A repetitividade (u_r) foi calculada pela estimativa do desvio padrão das medições (s).

A dispersão dos resultados (u_σ) medidos pelo densímetro foi estimada pela composição das incertezas padronizadas.

U_l = resolução de leitura do instrumento

$$u_l = \frac{U_l}{\sqrt{3}} \quad (23)$$

$$u_r = s = \sqrt{\frac{1}{9} \sum_{i=1}^{10} (d_i - \bar{d})^2} \quad (20)$$

$$u_\sigma = \sqrt{u_l^2 + u_r^2} \quad (26)$$

A incerteza expandida de medição do diâmetro pelo densímetro (U_F) foi estimada supondo-se que o valor indicado pelo equipamento não seria corrigido. O valor de u_d foi calculado pela equação (13).

Assim:

$$U_e = |e| \quad (28)$$

$$u_e = \frac{U_e}{\sqrt{3}} \quad (29)$$

$$u_F = \sqrt{u_\sigma^2 + u_e^2 + u_d^2} \quad (33)$$

$$U_F = t \cdot u_F \quad (34)$$

onde $t = 2,32$ para 9 graus de liberdade (10 medições).

Para estimativa da incerteza, utilizando-se a equação (28) da incerteza expandida do erro sistemático, optou-se por adotar um procedimento conservador, utilizando-se como base de cálculo o resultado do padrão que apresentou o maior valor de correção, adotado então como limite superior de correção.

As Tabelas 17 a 19 apresentam os resultados da calibração dos densímetros. Observa-se que os instrumentos medem a leitura de firmeza dos padrões rígidos com uma incerteza entre $\pm 0,014$ e $\pm 0,021$ mm, sem necessidade de correção.

Tabela 17 – Calibração do densímetro BORG – 1 (mm)

Equipamento	Referência	BORG - 1 (D37)		
		E,F	C,D	A,B
\bar{d}	(19)	4,01	6,00	8,00
d	Tabela 16	4,00	6,00	7,99
e	(32)	-0,003	0,002	-0,005
U_e	(28)	0,0025	0,0015	0,0053
u_e	(29)	0,0014	0,0009	0,0031
U_i	Manual do equipamento	0,01	0,01	0,01
u_i	(23)	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(20)	0,00527	0,00000	0,00316
u_s	(26)	0,00782	0,00577	0,00658
u_F	(33)	0,01	0,01	0,01
t-student (9 GL)		2,32	2,32	2,32
U_F	(34)	0,019	0,014	0,018

Tabela 18 – Calibração do densímetro BORG – 2 (mm)

Equipamento	Referência	BORG - 2 (DD60)		
Padrão		E,F	C,D	A,B
\bar{d}	(19)	4,00	6,00	7,99
d	Tabela 16	4,00	6,00	7,99
e	(32)	0,002	0,002	0,004
U_e	(28)	0,0025	0,0015	0,0037
u_e	(29)	0,0014	0,0009	0,0021
U_i	Manual do equipamento	0,01	0,01	0,01
u_i	(23)	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(20)	0,00000	0,00000	0,00000
u_s	(26)	0,00577	0,00577	0,00577
u_F	(33)	0,01	0,01	0,01
t-student (9 GL)		2,32	2,32	2,32
U_F	(34)	0,014	0,014	0,015

Tabela 19 – Calibração do densímetro BORG – 3 (mm)

Equipamento	Referência	BORG - 3 (DD60)		
Padrão		E,F	C,D	A,B
\bar{d}	(19)	4,00	6,00	7,99
d	Tabela 16	4,00	6,00	7,99
e	(32)	0,004	0,005	0,005
U_e	(28)	0,0045	0,0055	0,0047
u_e	(29)	0,0026	0,0032	0,0027
U_i	Manual do Equipamento	0,01	0,01	0,01
u_i	(23)	0,00577	0,00577	0,00577
u_r	(20)	0,00422	0,00516	0,00316
u_s	(26)	0,00715	0,00775	0,00658
u_F	(33)	0,01	0,01	0,01
t-student (9 GL)		2,32	2,32	2,32
U_F	(34)	0,018	0,020	0,017

2.2.2.3.3. Avaliação do efeito da não uniformidade do produto sobre o resultado da medição

Para avaliação da não uniformidade do cigarro sobre a firmeza medida, foram utilizados os dados da intercomparação laboratorial realizada entre CDP e UDI, FIS-200, para duas amostras de 50 cigarros de cada marca em cada laboratório: D e K.

Foi calculado o desvio padrão, e com este valor, foi estimada a incerteza expandida, multiplicando-o por t-Student igual a 2,05, para 49 graus de liberdade.

Pela Tabela 20, observa-se que o desvio padrão está na faixa de 0,06 a 0,09mm, o que resulta em uma incerteza expandida entre $\pm 0,12\text{mm}$ e $\pm 0,18\text{mm}$, valores estes superiores a incerteza máxima de medição da firmeza no densímetro utilizando um padrão rígido ($\pm 0,021\text{mm}$).

Tabela 20 – Análise comparativa da leitura de firmeza (mm)

Parâmetro	Referência	D		K	
		CPD	UDI	CPD	UDI
Média (\bar{L})	(4)	5,51	5,32	5,63	5,46
Desvio Padrão (s _L)	(5)	0,09	0,09	0,06	0,07
t		2,05	2,05	2,05	2,05
U _{leitura}	(6)	0,18	0,18	0,12	0,14

Analisando os resultados obtidos, chegou-se à conclusão de que os densímetros foram calibrados, medindo a deformação vertical, sem necessidade de correção, com incerteza (U_F) na faixa de 0,014 a 0,021mm, o que representa aproximadamente o dobro da sua resolução de leitura.

Desta forma, para cada medição de firmeza estima-se que a incerteza seja de $U_F = \pm 0,02\text{mm}$, entretanto, como o processo de controle de qualidade é estatístico, torna-se necessário levar em consideração a variação do produto sobre o resultado da medição. Assim, considera-se que a incerteza de medição dos densímetros seja de $U_F = \pm 0,18\text{mm}$, o que representa o afastamento do valor individual da medição em relação ao valor médio.

2.2.2.4. Teste 4 – Estimativa da Incerteza da Medição da Firmeza (%) utilizando o modelo matemático exponencial especificado pela metodologia BAT

Visto que se considera que a firmeza do cigarro é função da umidade do fumo e também pela necessidade de se comparar produtos em diferentes níveis de umidade, adotou-se na empresa a prática de se corrigir este valor para uma condição de referência, em que a umidade no fumo é igual a 13,5%.

Com base nestes fatos, no estudo de avaliação metrológica da firmeza¹⁰, foi estimada a incerteza de medição da firmeza corrigida através da expressão utilizada atualmente pela Souza Cruz. Esta expressão²⁰ considera a firmeza corrigida como uma função da umidade do fumo, da circunferência do cigarro e da deformação vertical do cigarro quando submetido a compressão da força padronizada. No entanto, neste desenvolvimento não foi considerada a incerteza desta correlação.

$$F = 100 - 100 \cdot \left(1 - \frac{L \cdot \pi}{C}\right) \cdot \left(\frac{13,5}{H}\right)^{1,6} \quad (35)$$

As incertezas de medição dos parâmetros L, C e H foram propagadas para fazer a estimativa da incerteza de medição de F.

Os coeficientes de sensibilidade foram estimados de acordo com as equações (36) a (38).

$$c_L = \frac{\partial F}{\partial L} = \frac{100 \cdot \pi}{C} \cdot \left(\frac{13,5}{H}\right)^{1,6} \quad (36)$$

$$c_C = \frac{\partial F}{\partial C} = -\frac{100 \cdot L \cdot \pi}{C^2} \cdot \left(\frac{13,5}{H}\right)^{1,6} \quad (37)$$

$$c_H = \frac{\partial F}{\partial H} = -100 \cdot \left(1 - \frac{L \cdot \pi}{C}\right) \cdot 1,6 \cdot \left(\frac{13,5}{H}\right)^{0,6} \cdot \left(\frac{-13,5}{H^2}\right) \quad (38)$$

Utilizando os valores calculados para os coeficientes de sensibilidade, e as incertezas padronizadas da deformação vertical (u_L), circunferência média (u_C) e umidade (u_H), foi possível estimar a incerteza combinada (u) da firmeza, através da expressão:

$$u = \sqrt{(c_L \cdot u_L)^2 + (c_C \cdot u_C)^2 + (c_H \cdot u_H)^2} \quad (39)$$

A incerteza expandida foi então estimada como sendo a incerteza combinada multiplicada por t-Student.

$$U = t \cdot u \quad (40)$$

Para estimativa da incerteza indicada pela expressão (39) foram utilizados os dados experimentais da intercomparação laboratorial entre CPD e UDI.

A Tabela 21 apresenta a média dos parâmetros \bar{L} , \bar{C} , \bar{H} e \bar{F} , com os respectivos desvios padrão.

A Tabela 22 apresenta os valores máximos de incerteza esperados para o densímetro, estação de testes e forno de umidade.

Tabela 21– Análise Comparativa dos parâmetros de Firmeza medidos no CPD e em UDI

Parâmetro	Referência	D		K	
		CPD	UDI	CPD	UDI
\bar{L}	(4)	5,51	5,32	5,63	5,46
s_L	(5)	0,09	0,09	0,06	0,07
\bar{C}	(4)	24,35	24,30	24,35	24,32
s_C	(5)	0,08	0,08	0,05	0,06
\bar{H}	(4)	13,72	13,37	13,48	13,05
s_H	(5)	0,14	0,19	0,13	0,22
\bar{F}	(35)	71,78	68,20	72,53	68,84
s_F	(5)	1,12	1,19	0,88	1,38

Tabela 22 – Valores Máximos de Incerteza de medição

Equipamento	Referência	Grandeza	Unidade	U	u
Densímetro	Tabela 20	Leitura da deformação vertical (L)	(mm)	0,18	0,09
Estação de testes	Tabela 15	Circunferência (C)	(mm)	0,25	0,12
Forno	Tabela 5	Umidade (H)	(%)	0,29	0,14

Tabela 23 – Incerteza da Firmeza Corrigida estimada para as amostras analisadas no CPD

	Grandeza	Referência	Unidade	D	K
Deformação vertical	\bar{L}	Tabela 21	mm	5,51	5,63
	s_L	Tabela 21	mm	0,09	0,06
	c_L	(36)	mm^{-1}	12,57	12,93
	u_L	Tabela 22	mm	0,09	0,09
	$c_L \cdot u_L$			1,13	1,16
Circunferência	\bar{C}	Tabela 21	mm	24,35	24,35
	s_C	Tabela 21	mm	0,08	0,05
	c_C	(37)	mm^{-1}	2,84	2,99
	u_C	Tabela 22	mm	0,125	0,125
	$c_C \cdot u_C$			0,35	0,37
Umidade	\bar{H}	Tabela 21	%	13,72	13,48
	s_H	Tabela 21	%	0,14	0,13
	c_H	(38)	$\%^{-1}$	3,29	3,26
	u_H	Tabela 22	%	0,14	0,14
	$c_H \cdot u_H$			0,46	0,46
Firmeza	\bar{F}	Tabela 21	%	71,8	72,5
	s_F	Tabela 21	%	1,1	0,9
	u_F	(39)	%	1,3	1,3
	U_F	(40)	%	2,5	2,6

Analisando a Tabela 21, é possível observar que a circunferência é o parâmetro que apresenta a melhor repetitividade, com média aproximadamente constante. O desvio padrão é menor do que a incerteza padronizada máxima de medição.

Na Tabela 22, observa-se que o desvio padrão da firmeza corrigida é aproximadamente igual a incerteza calculada, o que valida a metodologia adotada. o desvio padrão dos parâmetros medidos é aproximadamente igual àqueles estimados com base em medições anteriores.

Com base na Tabela 23, podemos dizer que a incerteza da firmeza corrigida é aproximadamente a mesma para as duas marcas em questão, com um valor de $\pm 2,6\%$.

Foi possível concluir, com base nos resultados apresentados na Tabela 23, que a deformação vertical é o parâmetro que tem maior contribuição sobre a incerteza da firmeza, seguida da umidade e da circunferência.

2.2.2.5.Considerações Finais

Com base nos resultados obtidos para os testes exploratórios, foram estabelecidos os critérios para condicionamento das amostras para realização dos ensaios.

As amostras foram condicionadas em câmara climática, devido à praticidade do equipamento quanto à mudança das condições de umidade relativa. A câmara utilizada apresenta resposta rápida quando as condições são alteradas, além de se manter estável, uma vez atingido o equilíbrio.

Ficou definido que as amostras deveriam ficar sob condicionamento durante 24 até no máximo 30 horas, sem que houvesse alteração significativa na umidade absorvida nesse período. Além disso, a variação de massa observada ficou dentro do critério estabelecido pela ISO 3402, ou seja, inferior a 0,2% de variação durante 3 h.

A segunda etapa de validação das metodologias consistiu nas avaliações metrológicas dos ensaios de umidade, circunferência e leitura de firmeza. Esta etapa teve por objetivo principal avaliar se as medições estavam sendo realizadas adequadamente, identificando e avaliando as possíveis fontes de variação, e estimando suas incertezas de medição.

Na medição de umidade foram avaliados os possíveis efeitos de variação de massa no fumo, tempo de fornada, variação de temperatura e quantidade total de fumo no interior do forno durante a realização do ensaio. Algumas tendências são observadas quando se isola um ou outro efeito, no entanto, a incerteza de medição não é muito afetada, ficando na faixa de $\pm 0,2\%$ a $\pm 0,3\%$ de umidade. Entretanto, alguns parâmetros exigem atenção especial, como tempo e temperatura de fornada, uma vez que os resultados médios podem sofrer variação em função desses efeitos.

Para validação da metodologia de medição da circunferência foram avaliados os efeitos da calibração dos padrões, calibração da estação de teste e medição do produto.

Os resultados obtidos indicaram uma série de aspectos: a correção da medição da circunferência é bem menor do que a incerteza de medição, o que quer dizer que os equipamentos realizam a medição de forma correta, sem necessidade de correção. A incerteza de medição nas estações de teste é no máximo de $\pm 0,08\text{mm}$ para medição de circunferência. Entretanto, se vários cigarros forem medidos, espera-se que o valor individual se afaste da média em $\pm 0,25\text{mm}$, devido à não uniformidade do diâmetro do produto.

A validação da medição da deformação (leitura de firmeza) foi realizada de acordo com metodologia semelhante a adotada para medição da circunferência, ou seja, foram avaliados os efeitos associados a calibração dos padrões, calibração do instrumento de medição e efeito da não uniformidade do produto sobre a grandeza medida. Os resultados obtidos nos levaram a concluir que, tal como nas estações de teste, as medições são realizadas de forma correta, sem necessidade de correção, com incerteza na faixa de $\pm 0,014$ a $\pm 0,021\text{mm}$. No entanto, se não considerarmos a não uniformidade do produto, a incerteza de medição dos densímetros é de $\pm 0,18\text{mm}$.