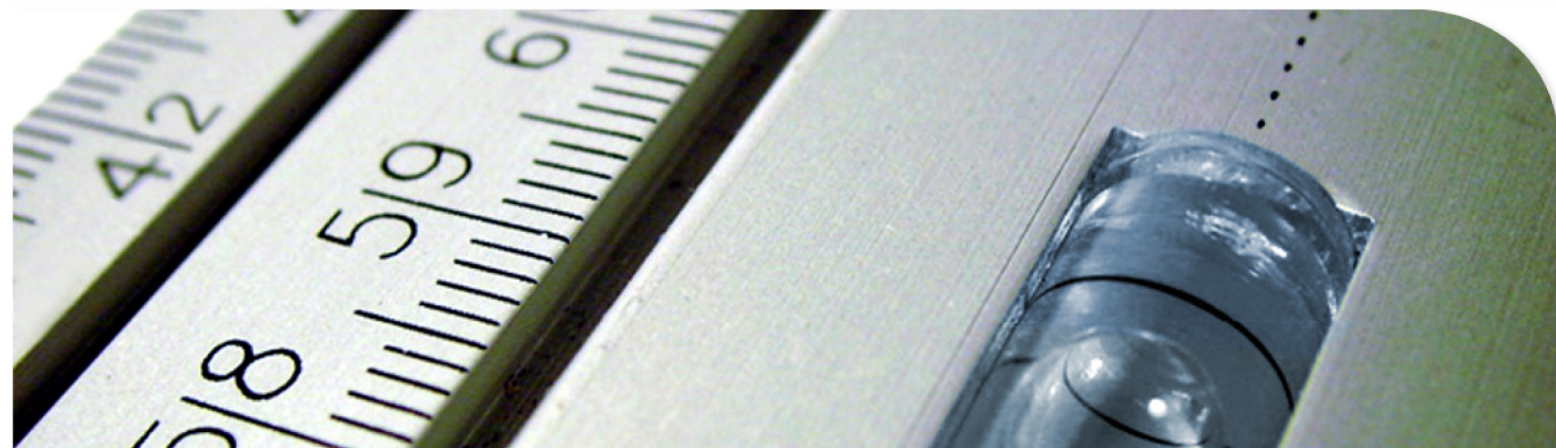




Calibração e Ensaios



Realização



Apoio



ASSOCIAÇÃO
BRASILEIRA
DE NORMAS
TÉCNICAS



Ministério da
Ciência e Tecnologia



Sumário

1ª Aula	5
A. Objetivos da aula.....	6
B. Calibração.....	7
1. Introdução - I.....	7
2. Introdução - II.....	7
3. Calibração: Definição.....	9
4. Grandeza de influência: Definição.....	10
5. Por que calibrar?.....	11
6. Benefícios para o usuário - I.....	12
7. Benefícios para o usuário - II.....	13
8. Benefícios para o usuário - III.....	14
9. Benefícios para o usuário - IV.....	14
10. Exemplo de certificado de calibração.....	15
11. Intervalos de calibração - I.....	17
12. Intervalos de calibração - II.....	18
13. Intervalos de calibração - III.....	18
14. Métodos para ajustes de frequências.....	19
15. Comprovação metrológica.....	20
C. Ensaio.....	23
1. Ensaio: Definição.....	23
2. Laboratórios de ensaio - I.....	24
3. Laboratórios de ensaio - II.....	24
D. Comparações interlaboratoriais e ensaios de proficiência.....	25
1. Introdução.....	25
2. Tipos de ensaios de proficiência - I.....	25
3. Tipos de ensaios de proficiência - II.....	27
4. Tipos de ensaios de proficiência - III.....	28
5. Outros tipos de ensaios de proficiência.....	29
6. Avaliação dos resultados dos ensaios de proficiência.....	29
Encerramento	31
Notas	32
2ª Aula	33
A. Objetivos da aula.....	34
B. Calibração de balanças.....	35
1. Introdução.....	35
2. Operações prévias.....	37
3. Condições ambientais.....	37
4. Conversando.....	39
5. Processo de calibração.....	40
Encerramento	54
Notas	55
3ª Aula	56
A. Objetivos da aula.....	57
B. Prática de ensaio.....	58
1. Introdução.....	58
2. Determinação da massa específica - I.....	60
3. Determinação da massa específica - II.....	61
4. Determinação da massa específica - III.....	62

5. Correções a serem realizadas.....	62
6. Ensaio para determinação da massa específica.....	65
7. Incerteza de medição: Método direto.....	71
C. Encerramento da aula.....	77
D. Conversando.....	78
Encerramento do curso	79
Bibliografia	80

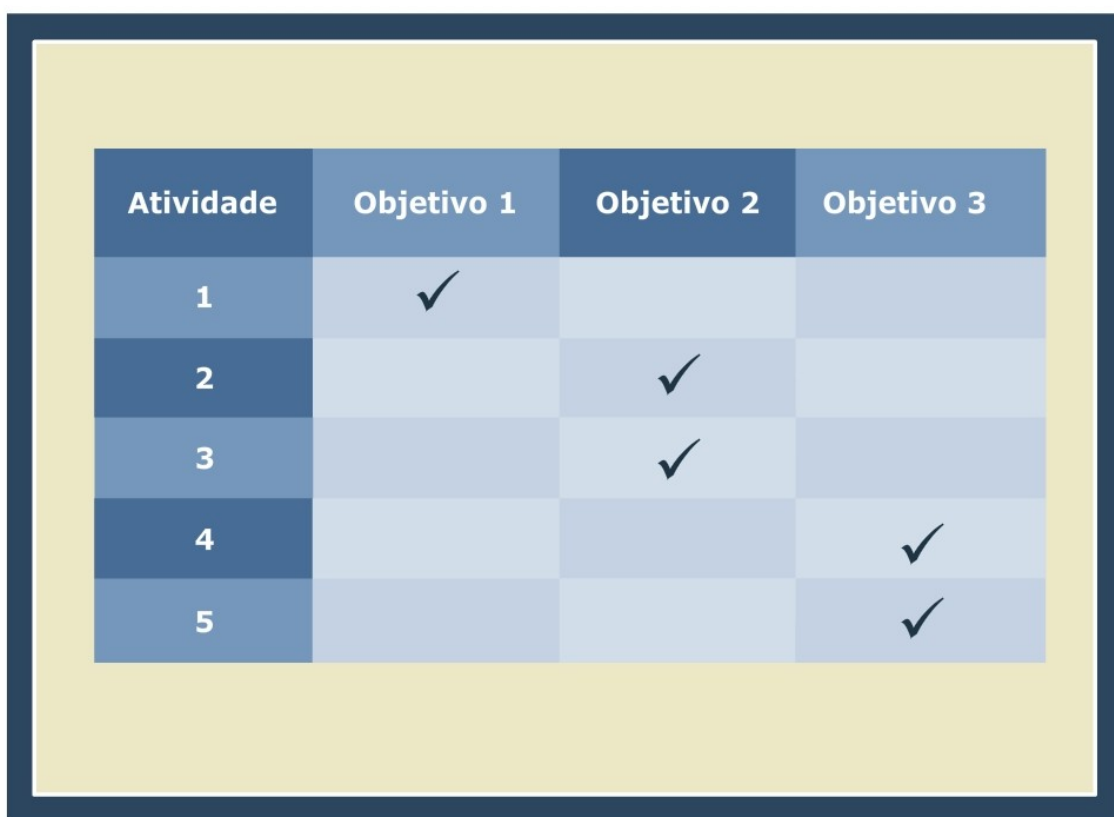
1ª Aula

Objetivos da aula	6
Calibração	7
Ensaio	22
Comparações interlaboratoriais e ensaios de proficiência	24
Encerramento	31

A. Objetivos da aula

No final desta aula você será capaz de:

- Objetivo 1: conceituar acreditação de laboratórios de calibração e ensaio.
- Objetivo 2: definir calibração e ensaio.
- Objetivo 3: caracterizar um programa de intercomparação laboratorial e de ensaio.



Atividade	Objetivo 1	Objetivo 2	Objetivo 3
1	✓		
2		✓	
3		✓	
4			✓
5			✓

Figura 1: Objetivos da aula

As atividades que permitem atingir os objetivos listados acima estão no ambiente virtual de aprendizagem, de acordo com a Figura 1. Lembre-se de fazê-las ao longo dessa semana.

B. Calibração

1. Introdução - I

O resultado de uma calibração é a relação entre indicações de um instrumento e os valores indicados por um padrão de medição. É possível que este instrumento, uma vez calibrado, possa ser utilizado para calibrar outros.

Uma calibração determina características metrológicas do instrumento calibrado, tais como o erro (ex.: erro de histerese, tendência, erro fiducial etc.) e a incerteza de medição.

O resultado de uma calibração é fornecido num documento chamado **certificado de calibração** ou **relatório de calibração** e, de regra geral, emitido por um laboratório, que pode ser acreditado ou não pelo Inmetro.

Acesse o site

<http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/rbc/>

Para ver a relação de laboratórios e serviços acreditados pelo Inmetro.

A **acreditação** é um processo formal de reconhecimento, onde uma organização responsável por esta atividade atesta que o laboratório possui competência técnica para realizar atividades de calibração e ensaios. Esta avaliação é realizada seguindo procedimentos, diretrizes e normas internacionais, o que assegura confiabilidade e uniformidade ao processo de reconhecimento, ou seja, um laboratório acreditado no Brasil é avaliado pelos mesmos critérios que um laboratório na Europa, Ásia etc.

2. Introdução - II

Laboratórios não acreditados também podem efetuar calibrações, mas é imprescindível que usem padrões

rastreáveis a laboratórios acreditados, nacionais ou internacionais.

Os laboratórios acreditados pelo Inmetro são periodicamente auditados para verificação da manutenção dos requisitos técnicos e de qualidade.

Veja a figura a seguir:



Figura 2: Marca utilizada em laboratórios acreditados

3. Calibração: Definição

A seguir apresentamos a definição de **calibração** e a definição de **grandeza de influência** retirada do Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais de Metrologia - VIM.

O VIM pode ser encontrado no seguinte endereço:
<http://www.inmetro.gov.br/infotec/publicacoes/vim.pdf>.



Conceito a) Calibração

"Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidos por padrões." ¹

Consulte a figura a seguir:

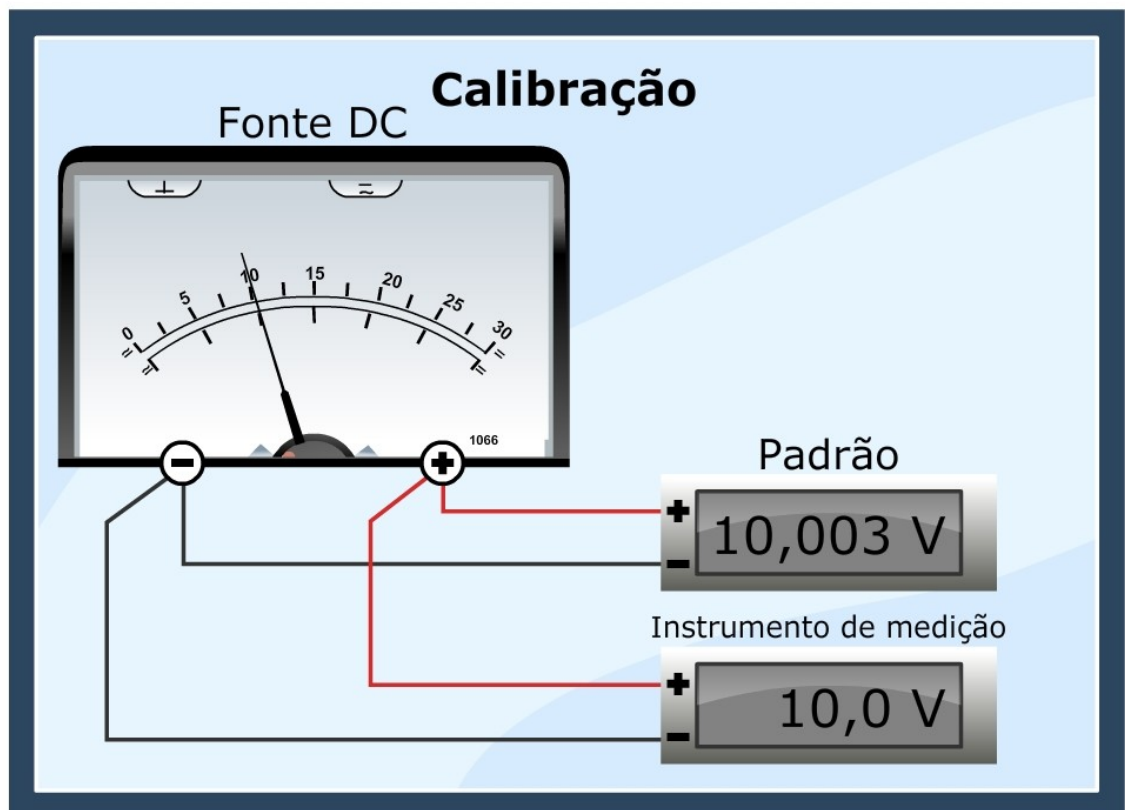


Figura 3: Exemplo de valor encontrado por um instrumento de medição e o valor de referência

Observações:

- 1)** O resultado de uma calibração permite tanto o estabelecimento dos valores do mensurando para as indicações como a determinação das correções a serem aplicadas.
- 2)** Uma calibração pode, também, determinar outras propriedades metrológicas como o efeito das grandezas de influência.
- 3)** O resultado de uma calibração pode ser registrado em um documento, algumas vezes denominado certificado de calibração ou relatório de calibração.

4. Grandeza de influência: Definição



Conceito

b) Grandeza de Influência

Grandeza que não é o mensurando, mas que afeta o resultado da medição deste.

Exemplos:

- a)** A temperatura de um micrômetro usado na medição de um comprimento. Veja exemplo a seguir:



Figura 4: Caso em que a temperatura ambiente pode influenciar no resultado da medição

b) A freqüência na medição da amplitude de uma diferença de potencial em corrente alternada.

c) A concentração de bilirrubina na medição da concentração de hemoglobina em uma amostra de plasma sanguíneo humano.



Atenção

1. Aferição e calibração são sinônimos.
2. Recomenda-se o uso da palavra calibração por ser aceita internacionalmente.

5. Por que calibrar?

As empresas devem entender que a calibração dos equipamentos de medição é uma componente importante na função qualidade do processo produtivo, e dessa forma devem incorporá-la às suas atividades normais de produção. A calibração é uma oportunidade de aprimoramento constante e proporciona vantagens, tais como:

- **Redução na variação das especificações técnicas dos produtos:** produtos mais uniformes representam uma vantagem competitiva em relação aos concorrentes.
- **Prevenção dos defeitos:** a redução de perdas pela pronta

detecção de desvios no processo produtivo evita o desperdício e a produção de rejeitos.

- **Compatibilidade das medições:** quando as calibrações são referenciadas aos padrões nacionais, ou internacionais, asseguram atendimento aos requisitos de desempenho.

Veja a figura a seguir:



Figura 5: Pirâmide demonstrativa de que todo padrão é, de alguma maneira, rastreável ao SI

6. Benefícios para o usuário - I

a) Correções

O principal benefício para o usuário é usar a informação sobre o erro de medição das leituras do instrumento em relação ao padrão para corrigi-las, e assegurar sua rastreabilidade com sua incerteza apropriada. Se esta informação não for aproveitada obviamente o custo da calibração se converte em desperdício.

Quando não for prático corrigir cada leitura, deve-se aumentar a incerteza das medições utilizando o seguinte procedimento:

$$U_{\text{máxima}} = \pm (|U| + |E|)$$

Veja a figura a seguir:

Padrão	Objeto	Erro	Incerteza
(°C)	(°C)	(°C)	(°C)
0,74	0	-0,74	±1
24,78	24	-0,78	±1
35,88	35	-0,88	±1
101,02	100	-1,02	±1

$U_{\text{máxima}} = \pm (1 + |-0,88|) = \pm 1,9 \text{ °C}$

Figura 6: Tabela utilizada para correção

7. Benefícios para o usuário - II

b) Incerteza de medição

O usuário do instrumento calibrado deve estimar a incerteza final do processo de medição considerando todas as contribuições pertinentes. Deve incluir, necessariamente, a incerteza proveniente do certificado de calibração, combinada com outras incertezas (tipo A e tipo B) que possam influenciar no resultado da medição.

Certificado de Calibração

Um certificado de calibração, segundo a norma NBR 17025:2005 ², deve conter no mínimo os seguintes itens:

- Nome e/ou logotipo da entidade responsável.

- Número do certificado, em todas as folhas.
- Identificação do instrumento.
- Identificação do solicitante.

8. Benefícios para o usuário - III

- Data da calibração e da emissão.
- Identificação ou descrição do procedimento utilizado e a norma de referência, quando aplicável.
- Padrões e equipamentos utilizados com respectivos números dos certificados de calibração, órgão emissor e data de validade.
- Condições ambientais em que foram realizadas as calibrações.
- Incerteza de medição expressa na mesma unidade do resultado da medição e com o fator k declarado.
- Resultados obtidos, na forma numérica ou representação gráfica, em unidades do SI ou por ele aceitas.
- Assinaturas do técnico responsável e do gerente técnico.

9. Benefícios para o usuário - IV



Atenção

Não cabe ao laboratório que realizou a calibração julgar a aplicabilidade do instrumento, ou seja, se este deve ou não sair de uso em função de estar fora de especificação ou se a incerteza declarada comprometerá a avaliação do processo de medição que o instrumento executa.

A análise do certificado de calibração, pelo usuário do instrumento, apresenta alguns pontos importantes:

- Permite comparar os erros encontrados com os erros máximos tolerados, previamente definidos.
- Orienta um parecer aprovando ou não a utilização do instrumento nas condições atuais. A rejeição do instrumento implica encaminhá-lo para a manutenção ou substituí-lo por um novo.

Veja a figura a seguir:



Figura 7: Exemplo de equipamento não recomendado para uso

O usuário não deve utilizar um instrumento que não apresenta condições mínimas de operação, pois isto acarretará custos adicionais, retrabalho e, possivelmente, descrédito perante o consumidor, caso o produto produzido apresente dados incorretos.

10. Exemplo de certificado de calibração

Observe na página a seguir um exemplo de certificação de calibração:

LOGO DO LABORATÓRIO	LABORATORIO DE CALIBRAÇÃO				
	Laboratório de Metrologia Rua XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX CEP XXXXXXXX Tel.: (0XXXX) XXXXXXXX				
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº 46851					
INFORMAÇÕES RELATIVAS AO CLIENTE					
Empresa: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX Endereço: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX CEP: XXXXXXXX Tel.: (0XXXX) XXXXXXXX					
INFORMAÇÕES RELATIVAS AO OBJETO CALIBRADO					
Fabricante: XX Classe: I Descrição: Balança Analítica Resolução (g): 0,0001 Modelo: XX Faixa de Medição (g): 0 a 200 Nº Série: 421655					
METODOLOGIA UTILIZADA					
A calibração foi realizada como exercício no curso ENTIB, e supervisionada pelo professor Alexandre Mendes, segundo o procedimento POP 01 - Rev 00, com base no método de comparação direta.					
RASTREABILIDADE					
	TAG	Modelo	Fab.:	N.º Cert.:	N.º de Série
Massas-padrão	NA	E2	KN Waagen	M-16105/05	07.038.05
Termômetro	N.A.	Digital	Cole-Parmer	41401401	41401401
Higrômetro	TH 01	Digital	N.A.	N.A.	N.A.
Barômetro	BAR 01	Análogo	N.A.	N.A.	N.A.
RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO					
Indicação (g)	Padrão (g)	Objeto (g)	Tendência (mg)	k	Incerteza (mg)
20	19,999560	20,0004	-0,8	2,03	0,8
50	50,000250	50,0009	-0,7	2,02	0,9
60	60,000150	60,0010	-0,8	2,02	0,9
100	100,000540	100,0014	-0,8	2,01	1,1
150	150,000600	150,0006	0,1	2,00	1,4
200	200,001180	200,0045	-3,3	2,00	1,6
Dados Ambientais: Temp.: 23°C Umidade: 45% Pressão: 1017hPa					
Local de Instalação: (X) Estável () Instável (X) Climatizado					
A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k, que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de 95,45%.					
OBSERVAÇÕES					
a) É permitida a reprodução deste certificado somente em sua totalidade, sem prévia autorização do Laboratório de Metrologia.					
b) Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente ao objeto calibrado nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer equipamentos de mesma natureza.					
c) A calibração efetuada não isenta o objeto do controle metrológico estabelecido pela regulamentação metrológica.					
d) A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02:1999					
Calibração: 09/08/2008					
Emissão: 03/09/2008					
XXXXXXXXXXXXXXXXXX Técnico Metrologista			Prof Alexandre Mendes Gerente Técnico		

Figura 8: Exemplo de certificação de calibração

11. Intervalos de calibração - I

Ao longo do tempo ocorrem desgastes e degeneração de componentes, fazendo com que o comportamento e o desempenho dos instrumentos apresentem problemas.

Nasce daí a necessidade de verificações periódicas, a intervalos regulares, para que instrumentos e padrões sejam recalibrados.

Destacamos alguns fatores que influenciam no intervalo de calibração:

- Frequência de utilização.
- Tipo de instrumento.
- Recomendações do fabricante.
- Dados de tendência de calibrações anteriores.
- Históricos de manutenção.
- Condições ambientais agressivas (temperatura, umidade, vibração etc).

Veja a figura a seguir:

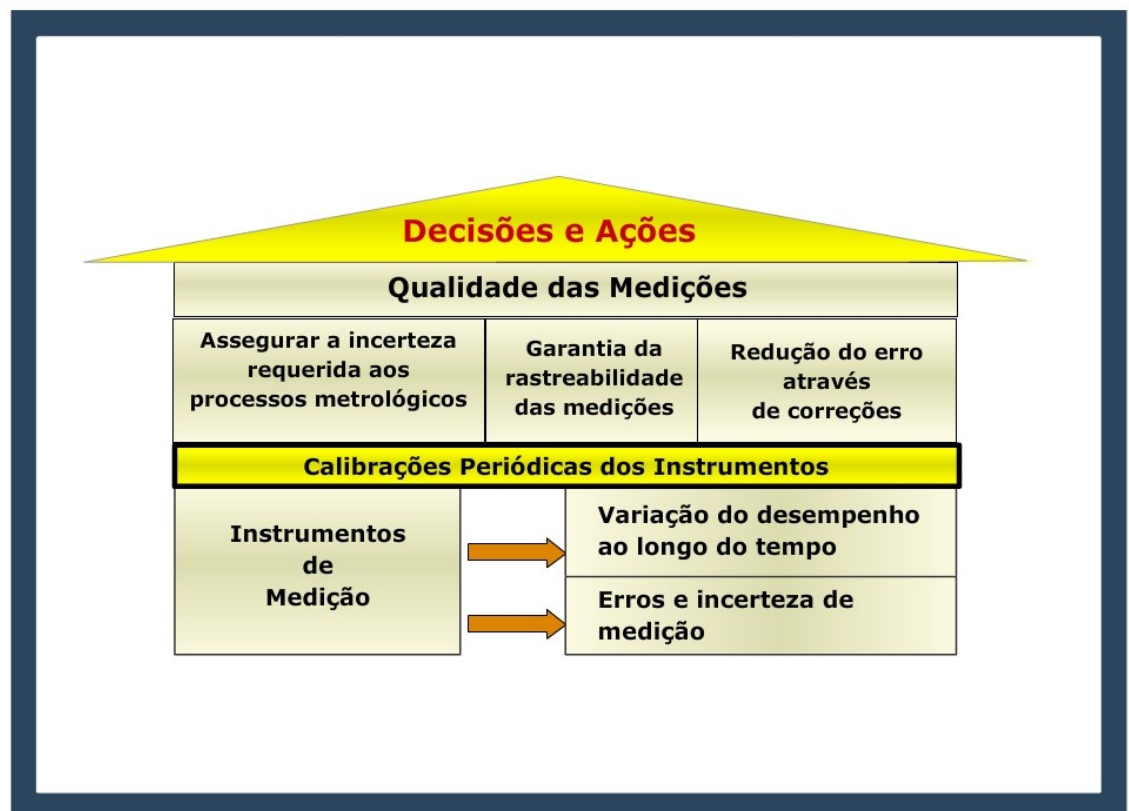


Figura 9: Demonstrativo de decisões e ações

12. Intervalos de calibração - II

Escolha da frequência inicial

A escolha da frequência inicial de calibração é baseada em experiências pessoais ou em frequências adotadas por outras empresas ou laboratórios. Não existe uma norma ou uma regra fixa, mas há um consenso geral de que esta decisão deva ser tomada com bom senso e levando-se em conta alguns fatores, tais como:

- Recomendações do fabricante.
- Limitações impostas por entidades governamentais.
- Frequência de utilização.
- Severidade ambiental.
- Características inerentes ao projeto do instrumento.
- Grau de exatidão do instrumento em relação à tolerância.
- Criticidade e importância da medida efetuada.

13. Intervalos de calibração - III

Métodos para ajustes das frequências

O estabelecimento das frequências de calibração é um processo dinâmico e, assim como o sistema de comprovação metrológica, deve ser analisado criticamente. O ideal seria o estabelecimento de frequências variáveis em função das tendências apresentadas pelo instrumento no momento da calibração, mas isso é impraticável em função do custo.

Entretanto, se ajustarmos adequadamente as frequências podemos minimizar os custos e monitorar as mudanças na exatidão e incertezas do instrumento. Embora não haja um método ideal que englobe todos os tipos de instrumentos, existe uma variedade de métodos disponíveis para a análise das frequências.

14. Métodos para ajustes de frequências

a) Métodos para ajustes de frequência: Detalhes

Ajuste automático ou escalonado

Cada vez que o equipamento é calibrado, a frequência é ajustada em função dos limites de tolerância estabelecidos. O método é indicado para os casos em que os equipamentos são gerenciados individualmente.

Gráfico de controle

São escolhidos os mesmos pontos de calibração e os resultados são levados a um gráfico em função do tempo. A partir destes gráficos, são calculadas a dispersão e a derivação. É um método de difícil aplicação e requer um processamento automático dos dados e um conhecimento prévio da lei de variabilidade do equipamento.

Veja o exemplo a seguir:



Figura 10: Tabela representativa do resultado da calibração

Histórico

É o método mais utilizado atualmente. Os equipamentos são agrupados em famílias e a frequência inicial é determinada para o grupo. Em cada família, a quantidade de equipamentos que são reprovados em um determinado período, exceto os danificados, é expressa como proporção da quantidade total de equipamentos desta família. A frequência é então ajustada com base nesse número.

Tempo de uso

Esse método é uma variação dos anteriores. O método básico permanece inalterado, mas a frequência é estabelecida em horas de uso, em vez de meses decorridos. É um método de difícil gerenciamento que apresenta um custo de implantação muito alto.

Ensaio “em serviço” ou de “caixa preta”

Esse método é uma variação dos dois primeiros métodos, sendo especialmente adequado para instrumentos complexos e bancadas de ensaio. Os parâmetros críticos são verificados freqüentemente, uma ou até mais vezes ao dia, por um dispositivo de calibração portátil ou de preferência uma “caixa preta”, construída especialmente para verificar os parâmetros selecionados. Se a “caixa preta” detectar que o equipamento está “não conforme”, ele é encaminhado para uma comprovação plena.

15. Comprovação metrológica

O propósito de um sistema de comprovação metrológica é assegurar que o risco de um equipamento de medição produzir resultados com erros inaceitáveis permaneça dentro de limites aceitáveis e que o erro imputável à calibração seja o menor possível. Devemos considerar, ainda, que a confiança em um sistema de medição reside no fato de que a incerteza total da medição seja coerente com a tolerância especificada para o produto.

Para isso, ações devem ser tomadas no sentido de minimizar os erros associados aos processos de medida.

Entre elas estão:

- Quantificar os componentes dos erros através de projetos de experimentos e atuar nos erros mais pronunciados.
- Ter programas de calibração e verificação adequadamente planejados e implementados.
- Uniformizar os procedimentos operacionais.
- Escolher equipamentos mais robustos, isto é, menos sensíveis à variação nos procedimentos e operadores.
- Investir na qualificação dos operadores, que são a fonte mais significativa de erros em qualquer processo.

Conversando

Por que é importante investir na qualificação dos usuários de instrumentos de medição? Por que são eles que a partir de informações recebidas nos certificados de calibração e que vão decidir se esse instrumento continua ou não sendo utilizado, e se a frequência de calibração deve ou não ser alterada.

Informações existentes no certificado auxiliam a ele, por que lá ele vai encontrar a incerteza de medição, a rastreabilidade que esse instrumento apresenta, erro e aí o operador vai tomar a decisão mais adequada.

Veja a figura a seguir:

LOGO DO LABORATÓRIO

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO
Laboratório de Metrologia
Rua XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
CEP XXXXXXXX
Tel.: (0XXXX) XXXXXXXX

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº

46891

INFORMAÇÕES RELATIVAS AO CLIENTE

Empresa: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
Endereço: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
CEP: XXXXXXXX
Tel.: (0XXXX) XXXXXXXX

INFORMAÇÕES RELATIVAS AO OBJETO CALIBRADO

Fabricante: XX
Descrição: Balança Analítica
Modelo: XX
Nº Série: 421855

Classe: I
Resolução (g): 0,0001
Faixa de Medição (g): 0 a 200

METODOLOGIA UTILIZADA

A calibração foi realizada como exercício no curso ENTB, e supervisionada pelo professor Alexandre Mendes, segundo o procedimento POP 01 - Rev 00, com base no método de comparação direta.

RASTREABILIDADE

	TAG	Modelo	Fab.:	Nº Cert.:	Nº de Série
Massas-padrão	NA	E2	KN Waagen	M-16105/05	07.038.05
Termômetro	N.A.	Digital	Cole-Parmer	41401401	41401401
Higrômetro	TH 01	Digital	N.A.	N.A.	N.A.
Barômetro	BAR 01	Analogico	N.A.	N.A.	N.A.

RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

Indicação (g)	Padrão (g)	Objeto (g)	Tendência (mg)	k	Incerteza (mg)
20	19,999560	20,0004	-0,8	2,03	0,8
50	50,000250	50,0009	-0,7	2,02	0,9
60	60,000150	60,0010	-0,8	2,02	0,9
100	100,000540	100,0014	-0,8	2,01	1,1
150	150,000600	150,0006	0,1	2,00	1,4
200	200,001180	200,0045	-3,3	2,00	1,6

Dados Ambientais:

Temp.: 23°C Umidade: 45% Pressão: 1017hPa

Local de Instalação: (X) Estável () Instável (X) Climatizado

A incerteza expandida da medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k, que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de 95,45%.

OBSERVAÇÕES

a) É permitida a reprodução deste certificado somente em sua totalidade, sem prévia autorização do Laboratório de Metrologia.

b) Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente ao objeto calibrado nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer equipamentos de mesma natureza.

c) A calibração efetuada não isenta o objeto do controle metrológico estabelecido pela regulamentação metrológica.

d) A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02:1999

Calibração: 09/08/2008
Emissão: 03/09/2008

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Técnico Metrologista

Prof Alexandre Mendes

Gerente Técnico

Figura 11: Exemplo de certificação de calibração

22

C. Ensaio

1. Ensaio: Definição



Conceito

Ensaio: Segundo a ABNT ISO/IEC, Guia 2 "é a operação técnica que consiste na determinação de uma ou mais características de um dado produto, processo ou serviço, de acordo com um procedimento especificado." ³

Um ensaio pode ser realizado para atender a:

- Um fornecedor que pretenda emitir uma declaração para demonstrar a conformidade de um produto com uma norma, especificação técnica ou regulamento.
- Um consumidor, o qual deseja ter certeza de que os requisitos de desempenho de um produto estejam atendidos.
- Um organismo certificador, cujo negócio seja indicar a conformidade de um produto com uma norma ou especificação.

Veja a figura a seguir:



Figura 12: Procedimento de um ensaio

2. Laboratórios de ensaio - I

Para que se tenha segurança na competência técnica de um laboratório que realiza ensaios, testes de funcionamento e desempenho em produtos, é preciso que este atenda a uma série de requisitos técnicos e administrativos.

A norma NBR 17025: 2005 ⁴ descreve os requisitos gerais a serem atendidos para que um laboratório de ensaios demonstre sua competência gerencial e técnica. Esta norma é utilizada pelo Inmetro na acreditação dos laboratórios que integram a Rede de Laboratórios Acreditados, tanto para ensaios quanto para calibração.

A acreditação estabelece um mecanismo para evidenciar que os laboratórios se utilizam de um sistema de qualidade, que possuem competência técnica para realizar serviços de ensaios e assegurar a capacidade em obter resultados de acordo com métodos e técnicas reconhecidos nacional e internacionalmente.

Este conjunto de laboratórios acreditados congrega competências técnicas e capacitações vinculadas a indústrias, universidades e institutos tecnológicos, habilitados para a realização de serviços de ensaios.

3. Laboratórios de ensaio - II

Os laboratórios de ensaios acreditados são fundamentalmente utilizados para a realização de ensaios e testes de funcionamento e desempenho em produtos e serviços que possuem certificação compulsória ou voluntária. Acesse o site: <http://www.inmetro.gov.br/prodcert/> para encontrar mais informações sobre produtos e serviços de certificação compulsória ou voluntária.

A rastreabilidade das medições é garantida através das calibrações dos padrões nos laboratórios de calibração acreditados, ou diretamente nos laboratórios do Inmetro.

Acesse <http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/rble/> e consulte o catálogo da Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio.

D. Comparações interlaboratoriais e ensaios de proficiência

1. Introdução

Comparação interlaboratorial significa comparar resultados, métodos e procedimentos entre laboratórios diferentes. As comparações interlaboratoriais permitem:

- Que os laboratórios identifiquem problemas internos e que tomem ações corretivas e de melhorias.
- Que novos métodos de ensaios, de medições ou de calibrações possam ser comparados, bem como estabelecer parâmetros para este monitoramento.
- A identificação das diferenças entre os laboratórios.
- Estabelecer valores para materiais de referência, bem como estudar sua adequação para utilização em ensaios ou medições específicas.

A ABNT ISO/IEC Guia 43 -1 ⁵ orienta o desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência laboratorial.



Conceito

"Ensaio de proficiência é o uso de comparações interlaboratoriais para o propósito de determinar o desempenho de laboratórios individuais na realização de ensaios e medições específicas, e também para monitorar o desempenho contínuo dos laboratórios." ⁶

2. Tipos de ensaios de proficiência - I

As técnicas utilizadas nos ensaios de proficiência variam dependendo do item de ensaios, do procedimento ou método utilizado e do total de laboratórios. A seguir apresentaremos os tipos mais comuns de programas, e que se encontram na ABNT ISO/IEC Guia 43-1 ⁷.

- **Programas de comparação de medição**

Neste programa, o item a ser ensaiado, medido ou calibrado é enviado de um laboratório para outro.

Existe um laboratório de referência que estabelece o “valor verdadeiro” do item, e os resultados individuais dos laboratórios são comparados a este valor. O coordenador do processo deve considerar, nesta comparação, a incerteza de medição declarada por cada laboratório, inclusive o laboratório de referência.

**Exemplo**

Itens utilizados neste tipo de ensaio: resistores, calibradores e instrumentos em geral.

Veja a figura a seguir:



Figura 13: Programas de comparação de medição

3. Tipos de ensaios de proficiência - II

- **Programas de ensaios interlaboratoriais**

Envolvem amostras selecionadas aleatoriamente de uma quantidade de material, e distribuídas ao mesmo tempo para os laboratórios realizarem os ensaios em paralelo. O resultado dos ensaios é avaliado pelo coordenador do processo, por intermédio de uma comparação com o "valor verdadeiro" do material. Cada laboratório é avaliado individualmente e o grupo como um todo.

**Exemplo**

Itens utilizados neste tipo de ensaio: alimentos, água, solos, fluidos corpóreos (sangue, urina etc.).

Veja a figura a seguir:

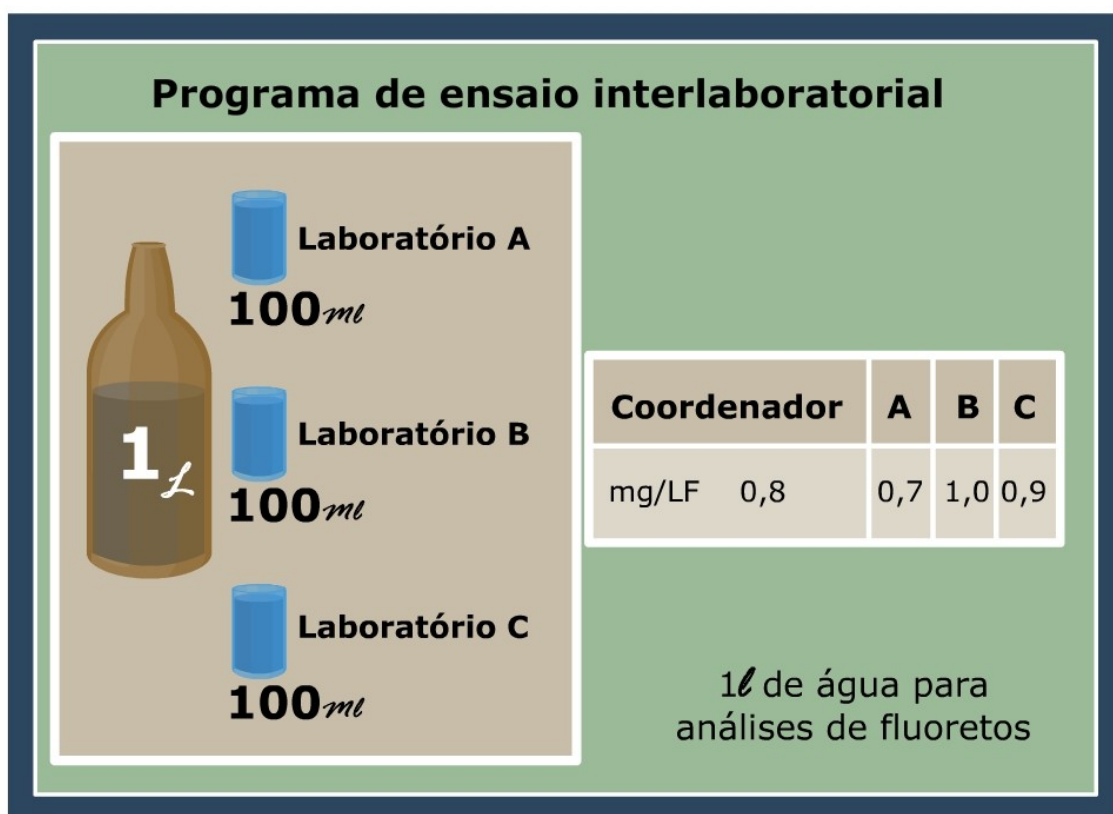


Figura 14: Programa de ensaio interlaboratorial

4. Tipos de ensaios de proficiência - III

- **Programas de ensaios de partidas de amostras**

Envolve comparação de dados produzidos por pequenos grupos de laboratórios (na maioria das vezes somente dois laboratórios), que estão sendo avaliados como prestadores de serviços de ensaios.

Estes programas são regularmente conduzidos em transações comerciais, quando de uma mercadoria negociada são retiradas amostras e divididas entre um laboratório do fornecedor e outro do comprador. Regra geral, uma amostra adicional é encaminhada para um terceiro laboratório, não vinculado ao comprador ou fornecedor, caso seja necessário decidir sobre diferenças entre os resultados.

Veja a figura a seguir:

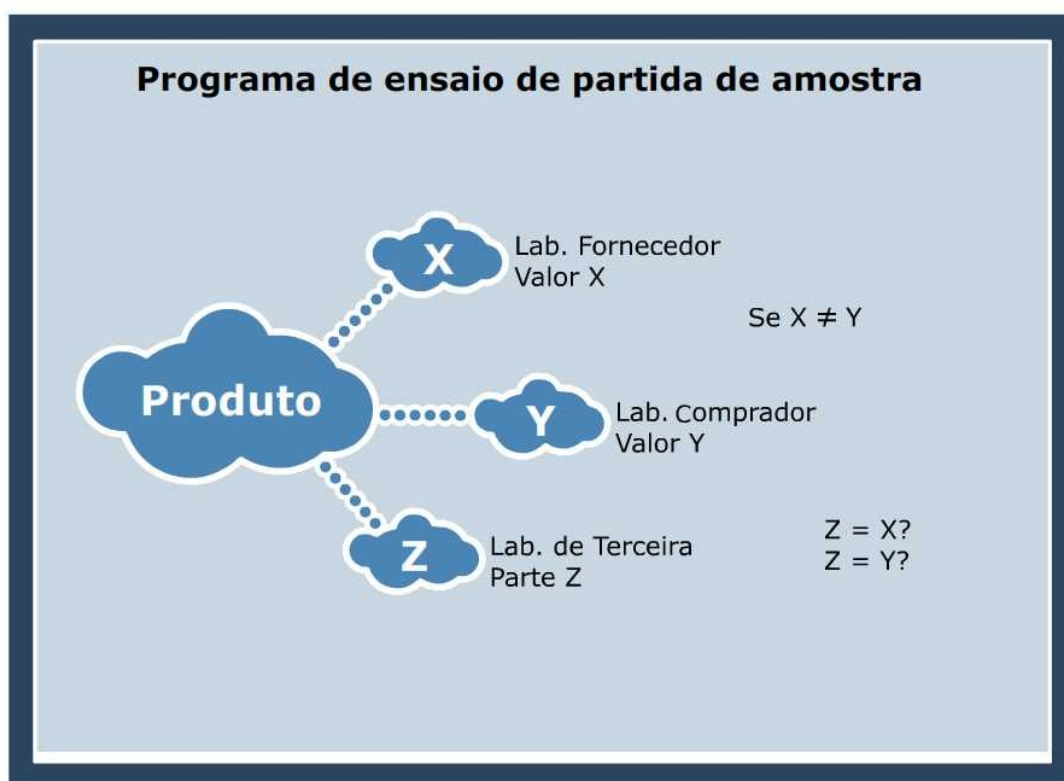


Figura 15: Programa de ensaio de partida de amostra

5. Outros tipos de ensaios de proficiência

- **Programas de valor conhecido**

Nestes programas, os itens de ensaios são preparados com quantidades conhecidas do mensurando sob ensaio. Desta forma é possível avaliar a capacidade do laboratório em fornecer resultados numéricos para comparação com o valor designado.

- **Programas de processo parcial**

Envolve a capacidade do laboratório em realizar parte do ensaio total ou do processo de medição. Alguns programas avaliam a habilidade do laboratório em coletar e preparar amostras de acordo com uma especificação.

6. Avaliação dos resultados dos ensaios de proficiência

a) Introdução

Segundo a ABNT ISO/IEC Guia 43-1 ⁸, apesar das diversas técnicas estatísticas utilizadas na análise dos resultados, existem três etapas comuns a todos os ensaios de proficiência: determinação do valor designado, cálculo da estatística de desempenho e avaliação do desempenho.

b) Determinação do valor designado

Os procedimentos mais comuns nessa determinação são:

a) Valor conhecido: resultado determinado por formulação específica do item de ensaio.

b) Valor de referência certificado: determinado por métodos definitivos.

c) Valor de referência: determinado por análise, medição ou comparação em relação a um padrão ou material de referência.

d) Valor de consenso de laboratórios especialistas: os laboratórios especialistas devem utilizar métodos validados e reconhecidos como de alta precisão e exatidão.

e) Valor de consenso entre laboratórios participantes: utilizando estatísticas para valor **qualitativo** e valor **quantitativo**.

Valor qualitativo: consenso de uma porcentagem majoritária predeterminada, geralmente expressa em uma escala nominal ou ordinária.

Valor quantitativo: valor central de um grupo de comparação, tal como a média, mediana ou moda.

c) Cálculo da estatística de desempenho

- **Desempenho de itens únicos de ensaio:** o objetivo é medir o desvio em relação ao valor designado para permitir comparação com critérios de desempenho. As medidas mais comuns de variabilidade adotadas são: desvio padrão, desvio padrão relativo, *percentis* ou desvio médio absoluto.
- **Valores de desempenho combinados:** o desempenho pode ser avaliado com base em mais de um resultado, em uma única rodada de ensaio de proficiência, isto quando há mais de um item de ensaio para um mesmo mensurando. Métodos gráficos como o de *Youden* ou estatísticas *h de Mandel* são efetivos para interpretação de desempenho (para mais detalhes, consulte a norma ISO 5725-2: 1994).

d) Avaliação de desempenho

a) Consenso de especialistas: especialistas determinam se os resultados são adequados. Esta é uma forma utilizada em ensaios qualitativos.

b) Adequação ao propósito: considera as especificações de desempenho do método e o nível operacional dos participantes.

c) Determinação estatística para valores: definição de critérios para cada valor.

d) Consenso de participantes: definição de faixa de valores ou resultados por um percentual de participantes.

Um programa de ensaio de proficiência pode incluir técnicas para o monitoramento do desempenho ao longo do tempo. Convém que métodos gráficos sejam utilizados para facilitar a interpretação.

Encerramento



Notas

1

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de Metrologia*: Portaria Inmetro n. 29 de 1995. Inmetro/Senai - Departamento Nacional. 5. ed. Rio de Janeiro: Senai, 2007. p. 55.

2

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC 17025:2005*: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005. p. 22.

3

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ISO/IEC GUIA 2:1998*: Normalização e atividades relacionadas. Rio de Janeiro, 1998. p.10.

4

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC 17025:2005*: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005. p. 22.

5

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999.

6

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999.

7

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999.

8

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999.

9

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999

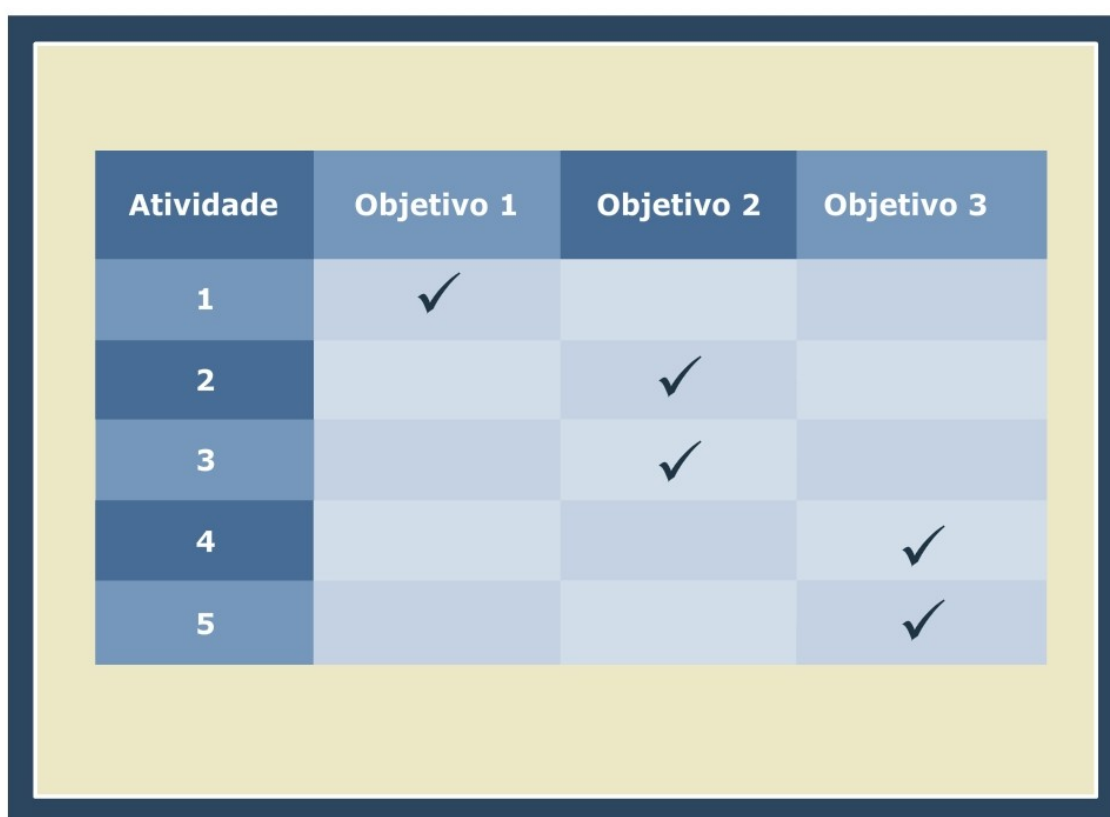
2ª Aula

Objetivos da aula	34
Calibração de balanças	35
Encerramento	54

A. Objetivos da aula

No final desta aula você será capaz de:

- Objetivo 1: conceituar acreditação de laboratórios de calibração e ensaio.
- Objetivo 2: definir calibração e ensaio.
- Objetivo 3: caracterizar um programa de intercomparação laboratorial e de ensaio.



Atividade	Objetivo 1	Objetivo 2	Objetivo 3
1	✓		
2		✓	
3		✓	
4			✓
5			✓

Figura 16: Objetivos da aula

As atividades que permitem atingir os objetivos listados acima estão no ambiente virtual de aprendizagem, de acordo com a Figura 16. Lembre-se de fazê-las ao longo dessa semana.

B. Calibração de balanças

1. Introdução

Este procedimento de calibração de balanças é aplicado a qualquer tipo de balança e faixa de medição. Vale destacar que não existe ainda uma norma para calibração de balanças no mundo e que no Brasil utilizamos duas portarias do Inmetro para auxiliar neste procedimento. São elas:

a) Portaria Inmetro nº 233, de 22 de dezembro de 1994. ¹

O objetivo deste regulamento é estabelecer as condições técnicas e metrológicas essenciais a que devem satisfazer os pesos utilizados nas medições de massa que envolve as atividades previstas no item 8 da resolução Conmetro nº 11/1988.

Acesse o site:

<http://www.inmetro.gov.br/legislacao/rtac/pdf/RTAC000178.pdf>

E confira a portaria nº 233 na íntegra.

b) Portaria Inmetro nº 236 de 22 de dezembro de 1994. ²

Este regulamento técnico metrológico estabelece as condições técnicas e metrológicas bem como o controle metrológico, aplicados aos instrumentos de pesagem não automáticos.

Acesse o site:

<http://www.inmetro.gov.br/legislacao/rtac/pdf/RTAC000180.pdf>

Para conferir a portaria nº 236 na íntegra.

2. Operações prévias

Antes de realizar a calibração, devemos tomar uma série de providências:

- a)** A balança deve se encontrar perfeitamente identificada, no que se refere à **marca, modelo e número de série**. No caso de não existir, se procederá à identificação do instrumento da melhor forma possível (por exemplo: etiqueta aderida ao instrumento), de forma a não surgir dúvida entre o equipamento calibrado e seu certificado.
- b)** Deverá haver um manual de instruções do instrumento, caso o operador não esteja familiarizado com seu uso.
- c)** A balança deverá estar situada num local adequado, livre de vibrações ou qualquer influência sobre a calibração.
- d)** Tanto os padrões de massa quanto a balança, devem permanecer no local da calibração o tempo necessário para a sua estabilização térmica.
- e)** As balanças devem estar ligadas por, pelo menos, meia hora antes da calibração.
- f)** As balanças devem ser calibradas no seu local de uso.

3. Condições ambientais

É necessário medir e controlar as condições ambientais, que nos darão valores entre os quais se realiza a calibração. Para realizar a medição de condições ambientais, será suficiente usar:

- Termômetro com resolução mínima de 0,2°C.
- Higrômetro com resolução de 1%.

Veja a figura a seguir:



Figura 17: Termohigrômetro aponta temperatura e umidade

- Barômetro com resolução de pelo menos 0,5 hPa.

Veja a figura da página a seguir:

Barômetro - barômetro é um instrumento para verificar a pressão atmosférica.



Figura 18: Barômetro aponta a pressão atmosférica

4. Conversando

O objetivo da prática é calibrar uma balança. A metodologia para a calibração de balança difere muito pouco de balança para balança. Nós trouxemos aqui uma balança analítica de 4 casas que mede de 0 a 200 gramas.

Antes de iniciar a calibração de uma balança, é importante tomarmos alguns cuidados: preparar o laboratório de tal maneira que a prática da calibração ocorra de acordo com a norma. Por exemplo, o laboratório precisa estar a 20°C, a balança precisa estar ligada 30 minutos antes do início da calibração.

É importante que o laboratório não tenha fluxo de pessoas, um entra e sai muito grande, isso é ruim, é prejudicial para a calibração da balança, porque gera fluxo de ar, e a balança muitas vezes é sensível a isso. Essa balança que vocês que utilizamos no teste é uma balança que possui uma capela, logo a gente não pode trabalhar com a capela aberta, sempre tem que ter o cuidado de deixar a capela fechada.

É importante para a pessoa que está fazendo a calibração estar com luvas para evitar que a gordura da mão passe para o jogo de massas. Outro fator importante é a medição de umidade relativa do ar e da pressão atmosférica. A gente usa para medir a pressão atmosférica do laboratório um barômetro, e para medir a umidade relativa do ar um termohigrômetro.

5. Processo de calibração

a) Introdução

O processo de calibração de um instrumento de medição é, em geral, comum a todos os instrumentos. Difere apenas em algumas características próprias associadas à grandeza estudada.

Por exemplo:

Na calibração de balança levantaremos a sua **excentricidade**, conceito que definimos a seguir:



Conceito

"Excentricidade é o fato das medições serem dispersas à medida que mudamos a posição do mensurando no prato da balança." ³

Já na calibração de um voltímetro, estimaremos a sua eletricidade estática, que é a voltagem parasita em torno dos seus bornes. A literatura especializada indica uma voltagem parasita na ordem de $\pm 2 \mu\text{V}$ e sua incerteza de medição é estimada como na fórmula a seguir (adotando uma distribuição uniforme):

$$\pm \frac{2}{\sqrt{3}} \mu\text{V}$$

Quem aprende a metodologia de estimativa da incerteza de medição está apto a estimar a incerteza de qualquer instrumento. A diferença está no procedimento de calibração, que difere de instrumento para instrumento.

b) Calibração de balança - I

Na calibração de balança, devemos realizar os seguintes estudos para a estimativa de incerteza de medição. Tomaremos como exemplo uma balança analítica com as seguintes características:

- Faixa de medição (FM) de (0 a 200) g.
- Resolução de 0,0001 g.

Repetitividade das leituras

Para darmos prosseguimento a esta apresentação, resgataremos o conceito de repetitividade, já apresentado na disciplina Fundamentos da Metrologia.



Conceito

"A repetitividade é uma medida da precisão na determinação da massa pela balança em questão. A repetitividade deve ser verificada o mais próximo possível da utilização da balança." ⁴

A repetitividade das leituras será representada pela maior incerteza tipo A encontrada nos pontos 10%, 50% e 100% da faixa de medição da balança. Em cada ponto serão realizadas no mínimo 5 medições.



Atenção

Lembre-se que a incerteza tipo A é determinada calculando-se o desvio padrão experimental da média.

Veja a fórmula a seguir:

$$u_A = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

c) Calibração de balança - II

Efeito da descentralização de carga: Excentricidade

Este efeito acontece quando o centro de massas dos pesos não coincide com o centro do prato, dando lugar para divergências ou defeitos de descentralização. O efeito é fácil de medir, e serão considerados os seguintes passos:

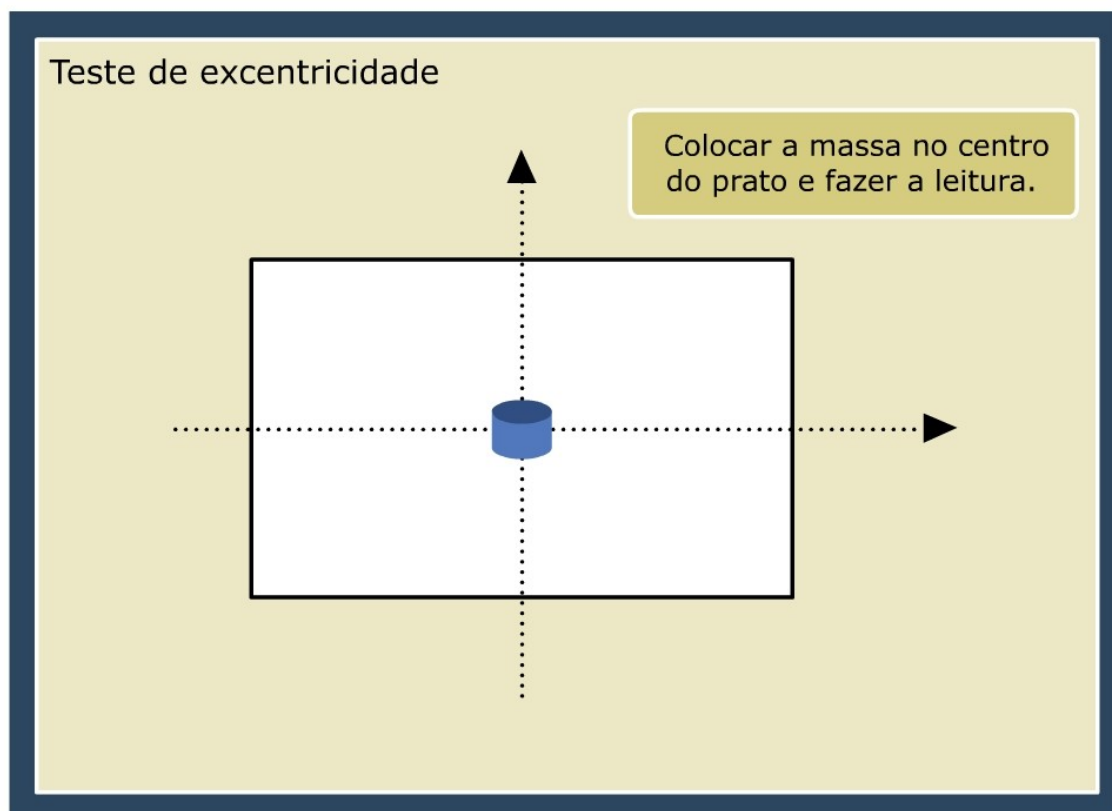


Figura 19: Processo de medição da descentralização de carga- passo 1

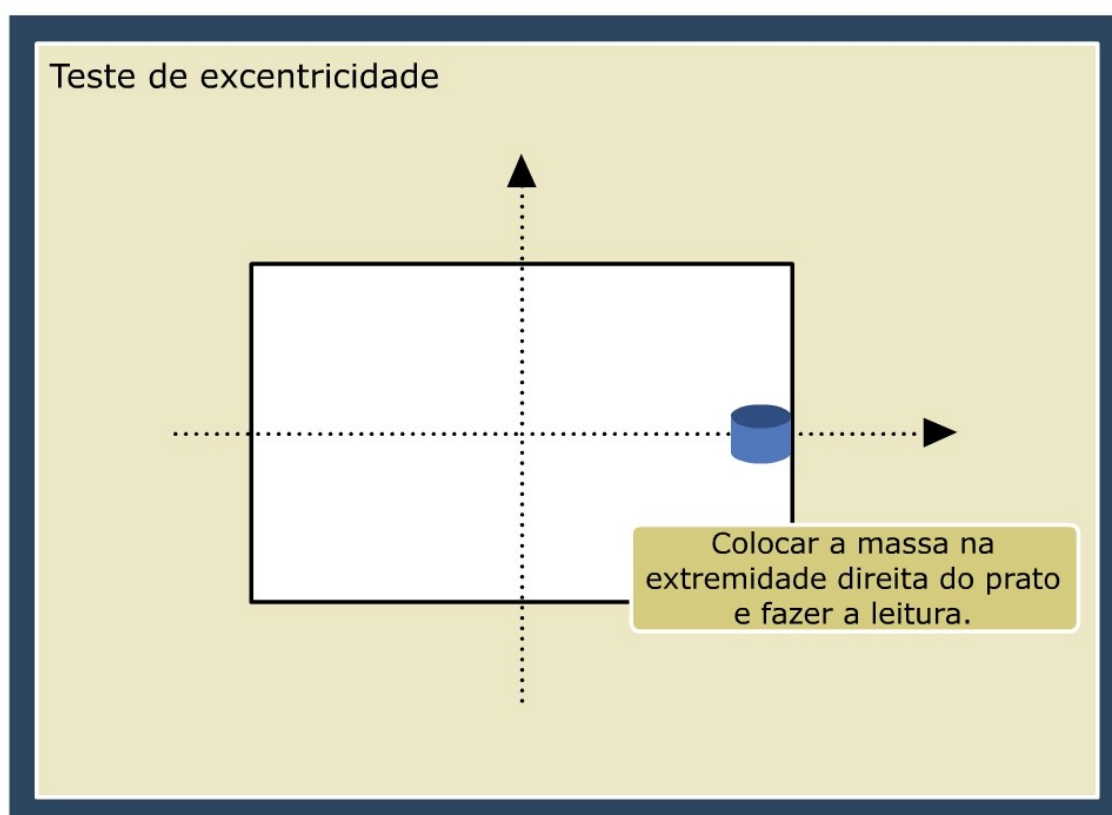


Figura 20: Processo de medição da descentralização de carga - passo 2

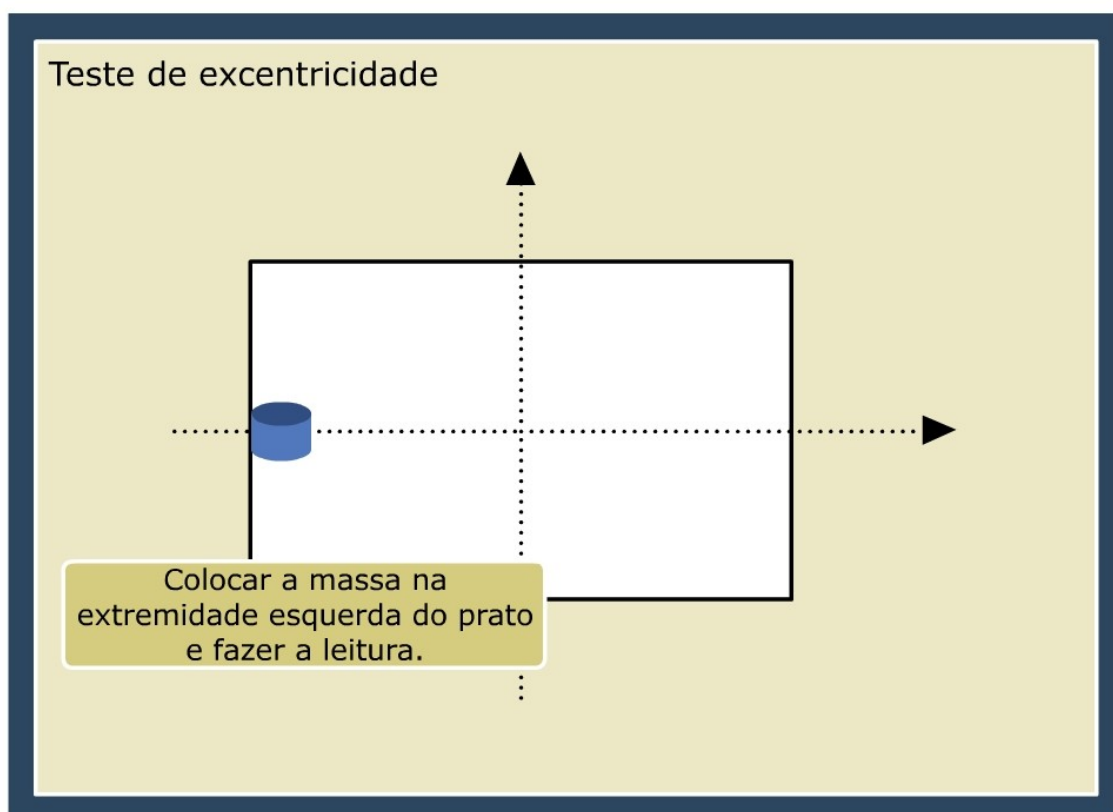


Figura 21: Processo de medição da descentralização de carga - passo 3

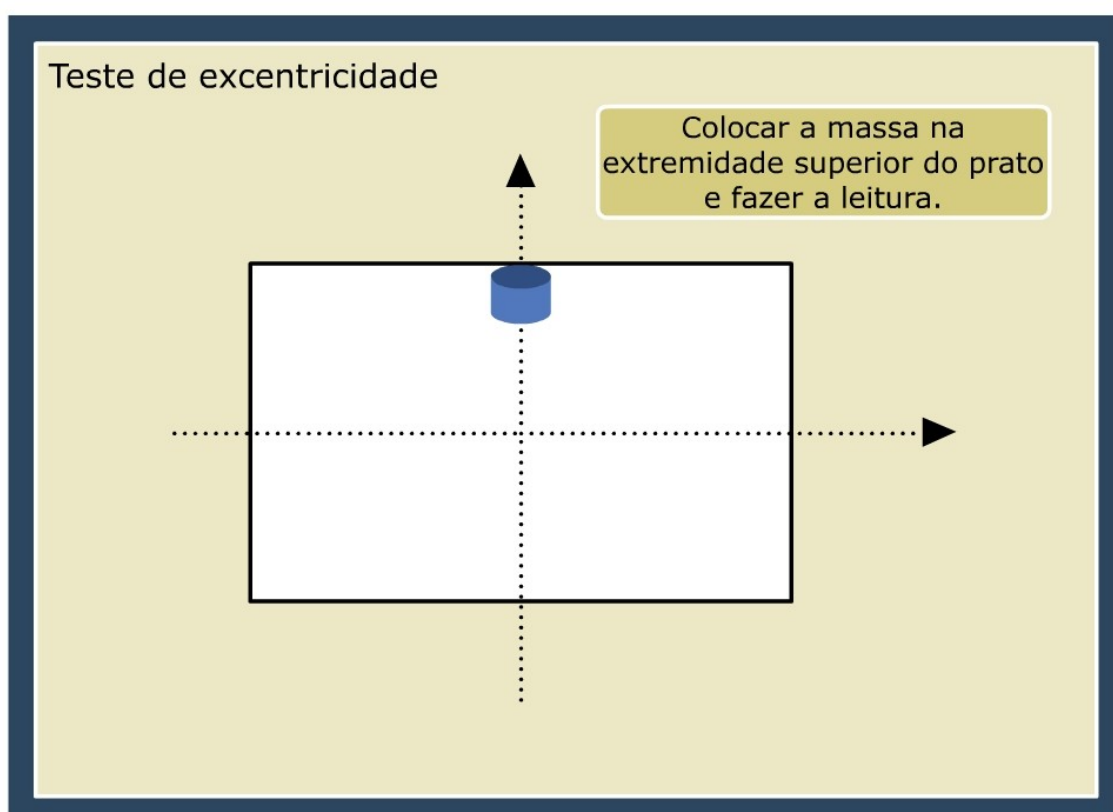


Figura 22: Processo de medição da descentralização de carga - passo 4

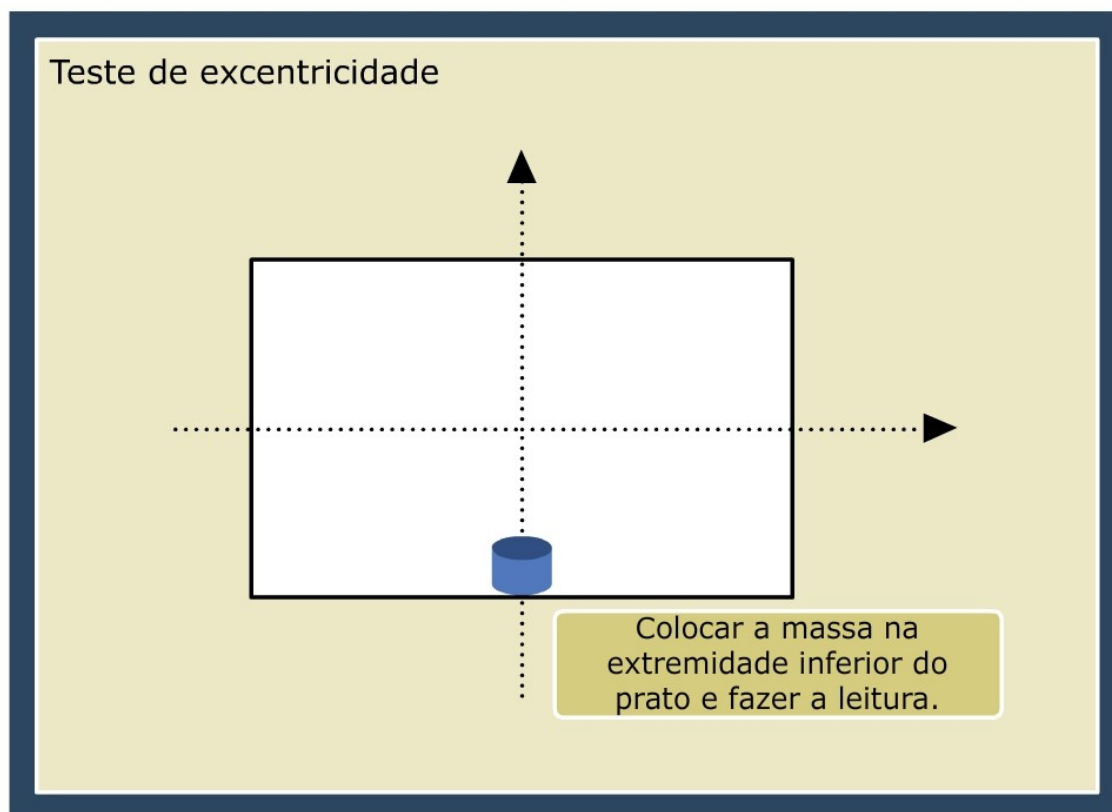


Figura 23: Processo de medição da descentralização de carga - passo 5

Cálculo da excentricidade

A medida deste efeito será determinada pela diferença entre o maior valor máximo e o menor valor mínimo obtido.

- Excentricidade = (valor máximo - valor mínimo)

$$Exc = x_{\max} - x_{\min}$$



Atenção

Este efeito será avaliado usando uma massa com valor entre 20% e 50% da faixa de medição da balança. Deste modo evita-se qualquer dano ao mecanismo da balança, que aconteceria se posicionássemos uma carga elevada afastada do centro do prato.

A incerteza da excentricidade é calculada considerando uma distribuição uniforme. Observe a fórmula a seguir:

$$U_{Exc} = \pm \frac{Exc}{\sqrt{12}}$$

Histerese

Este fenômeno ocorre em sistemas mecânicos por rolamento ou atrito entre as peças.

É determinado pela maior diferença entre a carga e descarga sofrida pelo instrumento. No nosso caso, a balança analítica.

Sua determinação se dará utilizando uma massa de valor igual a 50% da faixa de medição da balança.

O procedimento será o seguinte:

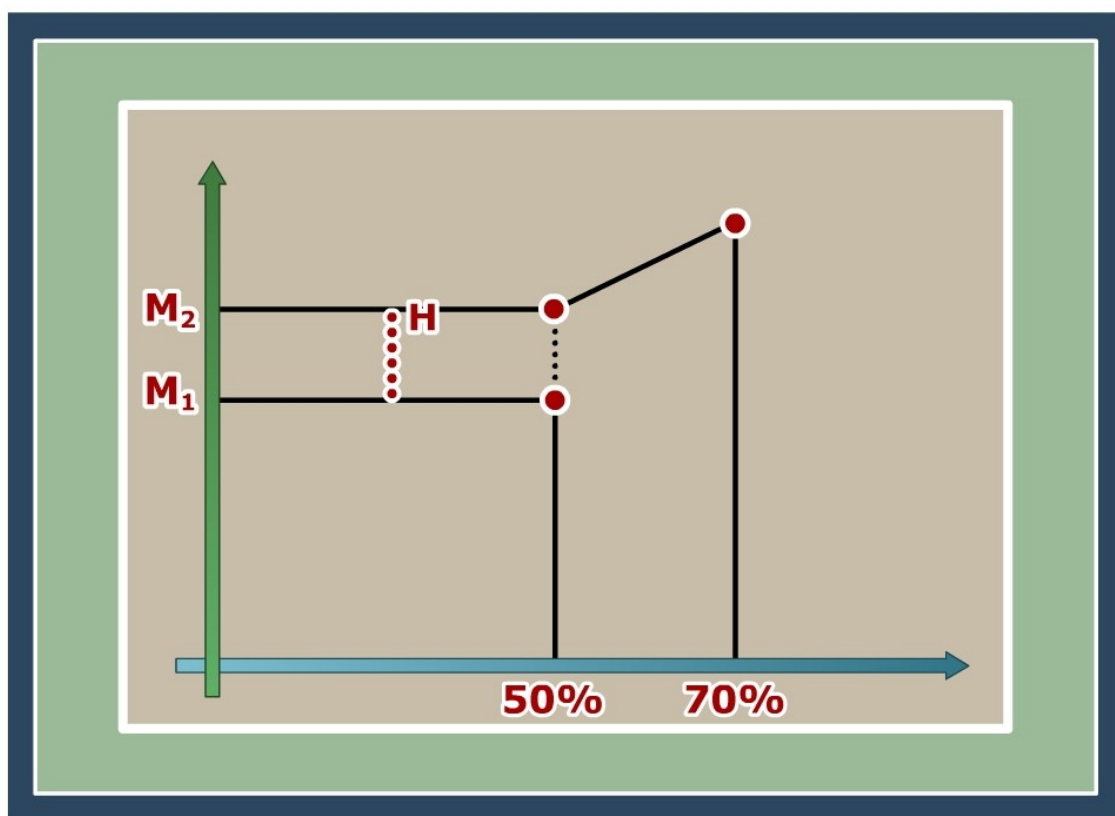


Figura 24: Processo para determinar a histerese

Coloca-se a massa equivalente a 50% da faixa de medição da balança, no centro do prato, e anota o valor encontrado (M_1).

Adiciona-se uma segunda massa extra à primeira, de aproximadamente 20% da faixa de medição da balança, e

em seguida retira-se a massa extra. Anota-se o valor encontrado para a massa (M_2).

A histerese será o módulo da diferença entre M_1 e M_2 . Veja na fórmula a seguir:

$$H = |M_1 - M_2|$$



Atenção

A incerteza da histerese considerará uma distribuição de probabilidade uniforme. Seu valor será dado pela equação a seguir:

$$u_H = \pm \frac{H}{\sqrt{12}}$$

Massas padrão

As massas padrão devem ser utilizadas de acordo com a balança a ser calibrada. Abaixo apresentamos um trecho da Portaria Inmetro nº 233, de 22 de Dezembro de 1994 ⁵.

5.1.2: a classe de exatidão dos pesos utilizados como instrumentos de pesagem devem estar de acordo com o prescrito para "instrumentos de pesagem a funcionamento não automático".

F1; E2: Pesos destinados a serem utilizados com instrumentos de pesagem de classe de exatidão I.

F2: Pesos destinados utilizados nas transações comerciais importantes (ex.: ouro e pedras preciosas), com instrumentos de pesagem de classe de exatidão II.

M1: Pesos destinados a serem utilizados como instrumentos de pesagem de classe de exatidão II.

M2: Pesos destinados às transações comerciais normais com os instrumentos de pesagem de classe de exatidão III.

M3: Pesos destinados a serem utilizados com os instrumentos de pesagem de classe de exatidão III e IV.

Veja a figura a seguir:

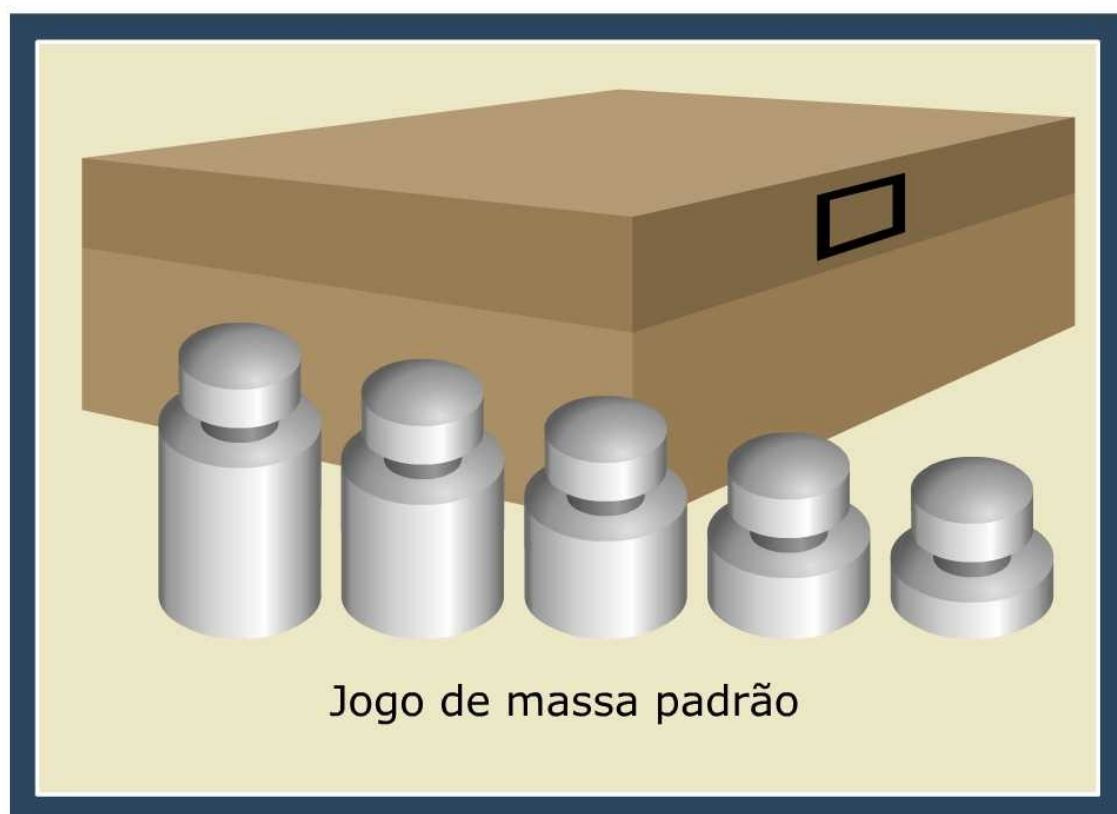


Figura 25: Exemplo de jogo de pesos das massas padrão

A classificação dos instrumentos

As balanças são definidas por classes. Abaixo um trecho da Portaria Inmetro nº 236 de 22 de dezembro de 1994 ⁶.

Classificação dos instrumentos

O valor de divisão de verificação, o número de valores de divisão de verificação e a carga mínima devem ser como estabelecido na tabela a seguir em função da classe de exatidão dos instrumentos.

Tabela 2

Classe de exatidão	Valor de divisão de verificação (e)	Número de valores de divisão de verificação ($n = M_{\max}/e$)		Carga mínima (min) (limite inferior)
		Mínimo	Máximo	
Especial Ⓘ	$0,001g \leq e$	50000		100e
Fina Ⓜ	$0,001g \leq e \leq 0,05g$ $0,1g \leq e$	100 5000	100000 100000	20e 50e
Média ⓂⓂ	$0,1g \leq e \leq 2g$ $5g \leq e$	100 500	10000 10000	20e 20e
Ordinária ⓂⓂⓂ	$5g \leq e$	100	1000	10e

Retirado da Portaria INMETRO nº 236 de 22 de dezembro de 1994.

Figura 26: Tabela de classificação dos instrumentos

As classes de exatidão

São estabelecidos as seguintes classes de exatidão e seus símbolos:

- a) Exatidão especial, símbolo Ⓘ.
- b) Exatidão fina, símbolo Ⓜ.
- c) Exatidão média, símbolo ⓂⓂ.
- d) Exatidão ordinária, símbolo ⓂⓂⓂ.

**Atenção**

O número de valores de divisão de verificação (n) é dado pela expressão a seguir:

$$n = \frac{M_{\max}}{e}$$

M_{\max} : carga máxima da balança.

e: valor de verificação de divisão.

Quando a balança não possui dispositivo indicador auxiliar **e** = resolução.

Leituras

Na calibração de balanças serão feitas leituras, igualmente espaçadas, em toda a faixa de medição da balança a fim de verificar seu erro em cada ponto.

Devemos fazer uma leitura nos pontos: 10%, 20%, 40%, 50%, 60%, 80% e 100% da faixa de medição da balança.



Atenção

Lembre-se que devemos fazer a correção dos valores das massas padrão através do seu certificado de calibração.

A incerteza do padrão deve ser obtida no certificado do jogo de massa padrão e calculada para uma incerteza padronizada pela fórmula a seguir:

$$U_{\text{padrão}} = \pm \frac{U_{\text{certificado}}}{k}$$

Conversando

Feito o teste da incerteza tipo A, que é a repetitividade nos pontos 20, 100 e 200, feito o teste da excentricidade, com a massa de 50 gramas nos extremos do prato, feito o teste da histerese, com a massa de 100g, colocando uma massa de 50g e retirando. Feito esses três testes nós temos então, condições de calcular tanto a incerteza tipo A, como a incerteza da excentricidade, como a incerteza da repetitividade e da histerese.

O outro passo seria calcular as outras incertezas que influenciam também na calibração, como por exemplo a incerteza da temperatura, caso a temperatura do laboratório esteja fora de 20°C, nós temos que também calcular a incerteza da temperatura e também uma incerteza da deriva, que é o quanto a massa, o jogo de massas mudou de uma calibração para a outra.

Incerteza da deriva das massas - I

A deriva é a variação da incerteza de um determinado padrão com o tempo. Para determinarmos a deriva devemos calcular a variação da incerteza do referido

padrão entre duas calibrações consecutivas. Observa a fórmula a seguir:

$$U_{\text{der}} = \pm \frac{\text{der}}{\sqrt{3}}$$

Na falta dessa informação, adotamos a deriva das massas como sendo 1/3 da tolerância para a classe correspondente. Deste modo, a incerteza da deriva será:

$$U_{\text{der}} = \pm \frac{\text{Tol}}{3\sqrt{3}}$$

Incerteza da deriva das massas - II

A figura a seguir define os erros máximos admissíveis (tolerância) para massa padrão de acordo com a portaria 233 de 22 de dezembro de 1994. ⁷

Erros Máximos Permitidos			$\pm \delta m$ em mg				
Valor nominal	Classe E ₁	Classe E ₂	Classe F ₁	Classe F ₂	Classe M ₁	Classe M ₂	Classe M ₃
50 kg	25	75	250	750	2500	7500	25000
20 kg	10	30	100	300	1000	3000	10000
10 kg	5	15	50	150	500	1500	5000
5 kg	25	75	25	75	250	750	2500
2 kg	1,0	3,0	10	30	100	300	1000
1 kg	0,5	1,5	5	15	50	150	500
500 g	0,25	0,75	2,5	7,5	25	75	250
200 g	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30	100
100 g	0,05	0,15	0,5	1,5	5	15	50
50 g	0,030	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30
20 g	0,025	0,080	0,25	0,8	2,5	8	25
10 g	0,020	0,060	0,20	0,6	2	6	20
5 g	0,015	0,050	0,15	0,5	1,5	5	15
2 g	0,012	0,040	0,12	0,4	1,2	4	12
1 g	0,010	0,030	0,10	0,3	1,0	3	10
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	
100 mg	0,005	0,015	0,05	0,15	0,5	1,5	
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4		
20 mg	0,003	0,010	0,03	0,10	0,3		
10 mg	0,002	0,008	0,025	0,08	0,25		
5 mg	0,002	0,006	0,020	0,06	0,20		
2 mg	0,002	0,006	0,020	0,06	0,20		

Figura 27: Tabela de tolerância para massas padrão

Incerteza devida à variação de temperatura do laboratório

Incerteza que ocorre quando a calibração não é feita na temperatura de 20° C.

Veja a figura a seguir:

$$u_T = \pm \frac{\bar{X} \cdot T_c \cdot \Delta T}{\sqrt{12}}$$

Onde:

- \bar{x} é a média das leituras no ponto considerado.
- T_c é o coeficiente térmico da balança, encontrado no seu manual.
- ΔT é a variação entre a temperatura do laboratório e a temperatura de referência (20° C).

Incerteza da resolução de leitura da balança

A incerteza devido à resolução de leitura da balança é determinada por uma distribuição uniforme, conforme a equação a seguir:

$$u_{res} = \pm \frac{res}{\sqrt{12}}$$

Conversando

Feito o levantamento de todas as incertezas, por fim temos que montar uma planilha de calibração, calcular essas incertezas na planilha, combinar essas incertezas todas para obter a incerteza final da balança.

Com essa incerteza final, e também a determinação do erro dos diversos pontos da calibração, nós encerramos a calibração da balança.

Encerramento



Notas

1

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 233* de 22 de dezembro de 1994.

2

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 236* de 22 de dezembro de 1994.

3

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de Metrologia*: Portaria Inmetro n. 29 de 1995. Inmetro/Senai -Departamento Nacional. 5. ed. Rio de Janeiro: Senai, 2007. p. 51.

4

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de Metrologia*: Portaria Inmetro n. 29 de 1995. Inmetro/Senai -Departamento Nacional. 5. ed. Rio de Janeiro: Senai, 2007. p. 51.

5

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 233* de 22 de dezembro de 1994.

6

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 236* de 22 de dezembro de 1994.

7

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 233* de 22 de dezembro de 1994.

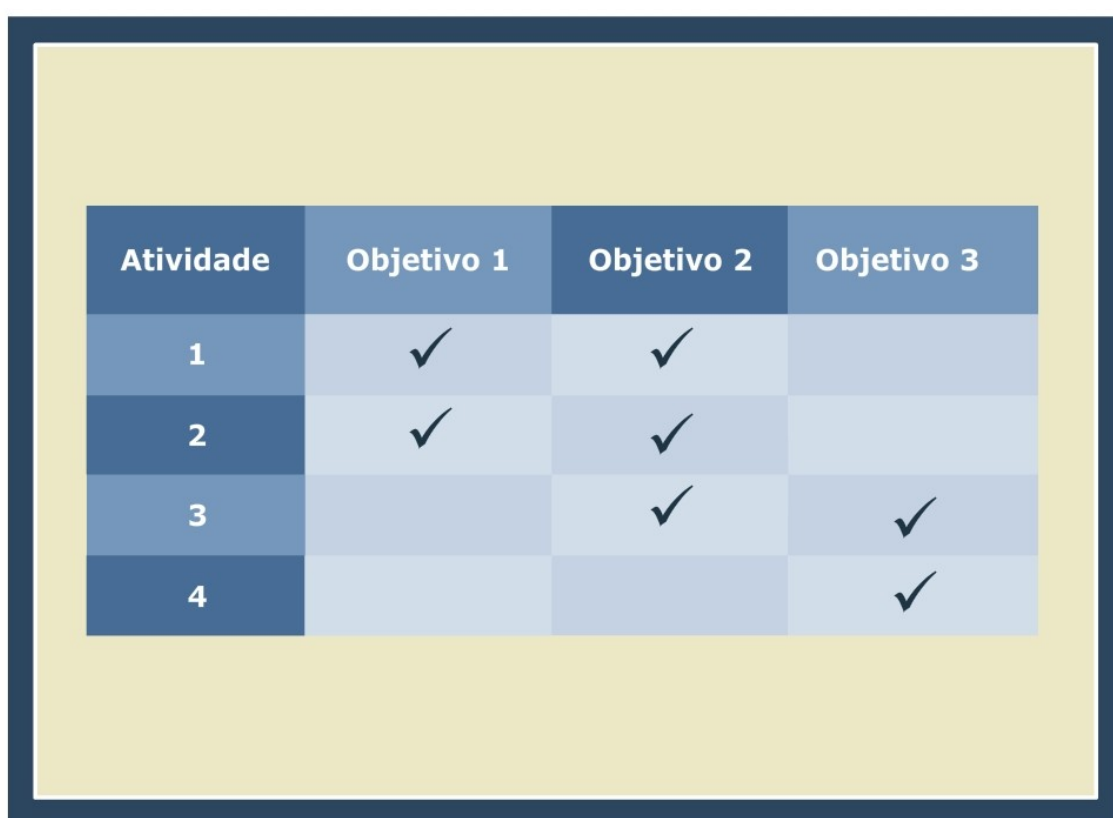
3ª Aula

Objetivos da aula	57
Prática de ensaio	58
Encerramento da aula	77
Conversando	78
Encerramento do curso	79

A. Objetivos da aula

No final desta aula você será capaz de:

- Objetivo 1: determinar a massa específica de uma solução utilizando um densímetro calibrado, efetuando as correções necessárias.
- Objetivo 2: utilizar o certificado dos instrumentos envolvidos no ensaio.
- Objetivo 3: estimar a incerteza de medição do ensaio.



Atividade	Objetivo 1	Objetivo 2	Objetivo 3
1	✓	✓	
2	✓	✓	
3		✓	✓
4			✓

Figura 28: Objetivos da aula

As atividades que permitem atingir os objetivos listados acima estão no ambiente virtual de aprendizagem, de acordo com a Figura 28. Lembre-se de fazê-las ao longo dessa semana.

B. Prática de ensaio

1. Introdução

Existem diversos métodos de determinação da massa específica de líquidos, porém, nesta aula vamos aprender a determinar a massa específica de um líquido de duas formas:

Direta: utilizando um densímetro calibrado.

Indireta: utilizando uma balança e vidraria calibradas.

e como não existe medição sem incerteza, devemos declarar o resultado final com a incerteza estimada.

Veja a equação a seguir:

$$\rho = m / v$$

Onde:

ρ - massa específica (kg/m^3)

m- massa (kg)

v- volume (m^3)

O conhecimento da massa específica de um objeto permite o cálculo direto do seu volume através da pesagem. Da mesma forma, a massa específica pode ser determinada pesando-se um volume conhecido de uma substância considerada.

É sempre possível medir o volume de gases e líquidos. Se o volume de um sólido não puder ser determinado diretamente podemos colocá-lo imerso em um líquido e medir o deslocamento deste líquido.

2. Determinação da massa específica - I

O densímetro é o único método clássico que permite a medição direta do valor, pois apresenta a escala graduada em unidades de massa específica. A profundidade em que o instrumento flutua é proporcional à massa específica do fluido. Este fenômeno, baseado no princípio de Arquimedes, indica que quanto mais leve é o fluido mais profundo ficará o densímetro. Desta forma, a marcação da escala de um densímetro começa no topo da haste.

Veja a figura a seguir:

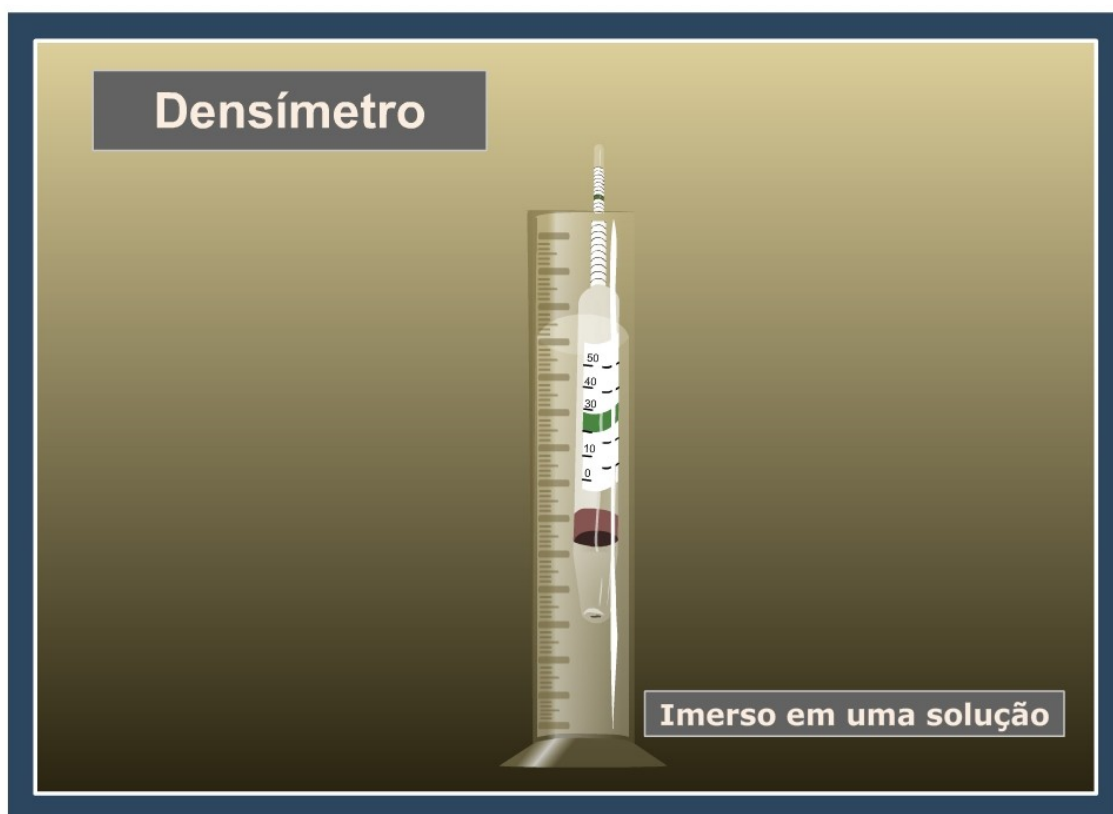


Figura 29: Medição de massa específica a partir da imersão em um densímetro

3. Determinação da massa específica - II

A leitura do valor da massa específica, no caso de líquidos transparentes, deve ser realizada no nível da superfície livre do líquido por causa de influência da tensão interfacial. No caso de líquidos escuros devemos utilizar densímetros corrigidos onde a leitura é realizada no topo do menisco formado.

Veja a figura a seguir:

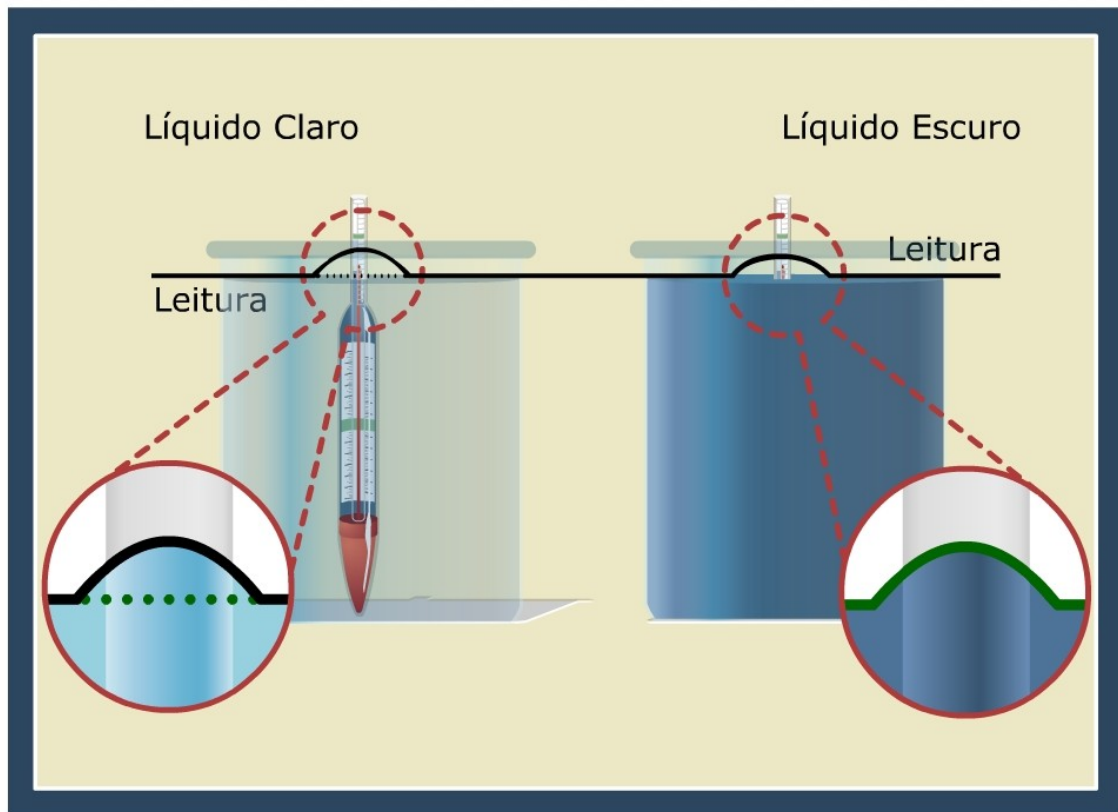


Figura 30: Medição de massa específica de líquidos transparentes

4. Determinação da massa específica - III

O valor final da massa específica não é aquele encontrado na leitura realizada no densímetro. Devemos efetuar algumas correções de fatores que afetam este valor, tais como a:

- Correção da tensão interfacial.
- Correção do menisco, quando utilizamos um densímetro para líquidos transparentes em líquidos opacos.
- Correção da temperatura.
- Correção do certificado de calibração.

5. Correções a serem realizadas

a) Correção da tensão interfacial - I

A força exercida pelo líquido sobre o densímetro é dada por:

$$F = \sigma \pi d$$

Onde:

σ : tensão interfacial do líquido.

d : diâmetro da haste do densímetro.

Esta força F é igual ao empuxo E :

$$E = \frac{\delta \pi d^2 \rho g}{4}$$

Onde:

δ : representa quanto afundou o densímetro devido à tensão interfacial;

g : aceleração da gravidade.

b) Correção da tensão interfacial - II

Fazendo $E=F$ e após algumas manipulações algébricas chegamos à expressão da correção da tensão interfacial:

$$C_{\sigma} = \frac{\rho_I}{2} \sqrt{\frac{1 + 16 \Delta \sigma \frac{\Delta \rho}{\Delta L}}{\rho_I^2}} - 1$$

Onde:

ρ_I = Massa específica indicada pelo densímetro.

$\Delta \sigma$ = Diferença entre a tensão interfacial medida do líquido (σ) e a tensão interfacial informada no certificado de calibração do densímetro (σ_E).

g = Aceleração da gravidade.

d = Diâmetro da haste do densímetro.

$\Delta \rho / \Delta L$ = Verificado na escala do densímetro (variação da massa específica em relação à variação do comprimento da haste)

**Atenção**

A correção será positiva se $\sigma > \sigma_E$ e negativa se $\sigma < \sigma_E$.

c) Correção do menisco

Quando utilizamos um densímetro para líquidos transparentes na determinação da massa específica de líquidos opacos devemos ler o valor no topo do menisco, porém, faz-se necessário utilizar a seguinte expressão de *Langberg* para correção:

$$C_m = \left(\frac{\sigma}{gd\rho_I} \cdot \frac{\Delta\rho}{\Delta L} \right) \left(\sqrt{1 + \frac{2\rho_I gd^2}{\sigma}} - 1 \right)$$

d) Correção da temperatura

Quando a temperatura do líquido a ser medido é diferente da temperatura de calibração do densímetro (normalmente 20 °C) devemos efetuar a correção a seguir:

$$C_T = \rho_I \alpha_V (T_0 - T)$$

Onde:

ρ_I = Massa específica indicada pelo densímetro.

T_0 = Temperatura de calibração do densímetro.

T = Temperatura de medição.

α_V = Coeficiente de dilatação do vidro do densímetro (valor típico de $2,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$).

e) Correção do certificado de calibração

O certificado de calibração do instrumento apresenta uma tabela comparativa entre os valores indicados pelo densímetro e massas específicas consideradas padrões. Devemos inicialmente realizar as correções da tensão interfacial, do menisco e da temperatura, depois interpolar linearmente na tabela para indicarmos o valor final da

massa específica do líquido em questão.

6. Ensaio para determinação da massa específica

a) Determinando a massa específica

Utilizando-se de um densímetro para líquidos transparentes, foi realizada a determinação da massa específica de uma mistura de álcool e água, em um banho térmico estabilizado em 20°C como temperatura de referência.

A experiência consistiu de quatro etapas:

- Limpeza do densímetro.
- Leitura, na escala do densímetro, do valor da massa específica do líquido.
- Medição da tensão interfacial do líquido.
- Avaliação da incerteza de medição.

b) Etapas: Detalhes

Limpeza

A limpeza deve ser feita com todo cuidado, pois o densímetro é um instrumento muito frágil. É importante que o densímetro esteja bem limpo para que somente as variáveis de influência (tensão interfacial e temperatura) afetem o resultado.

As fases da limpeza foram:

- Lavar o densímetro com água corrente em abundância.
- Passar uma solução detergente com esponja.
- Lavar com solução sulfocrômica (dicromato de potássio + ácido sulfúrico).
- Lavar com água destilada.
- Lavar com álcool.
- Deixar secar no escorredor.

Para verificarmos se o vidro do densímetro está totalmente limpo, jogamos um pouco de água destilada e verificamos se a mesma escorre livremente na superfície do vidro, sem interrupção.

Medição da massa específica

O procedimento adotado na obtenção do valor da massa específica de uma solução álcool + água consistiu das seguintes etapas:

- Utilizar um banho térmico com água filtrada a 20 °C.

Observe a figura da página a seguir:

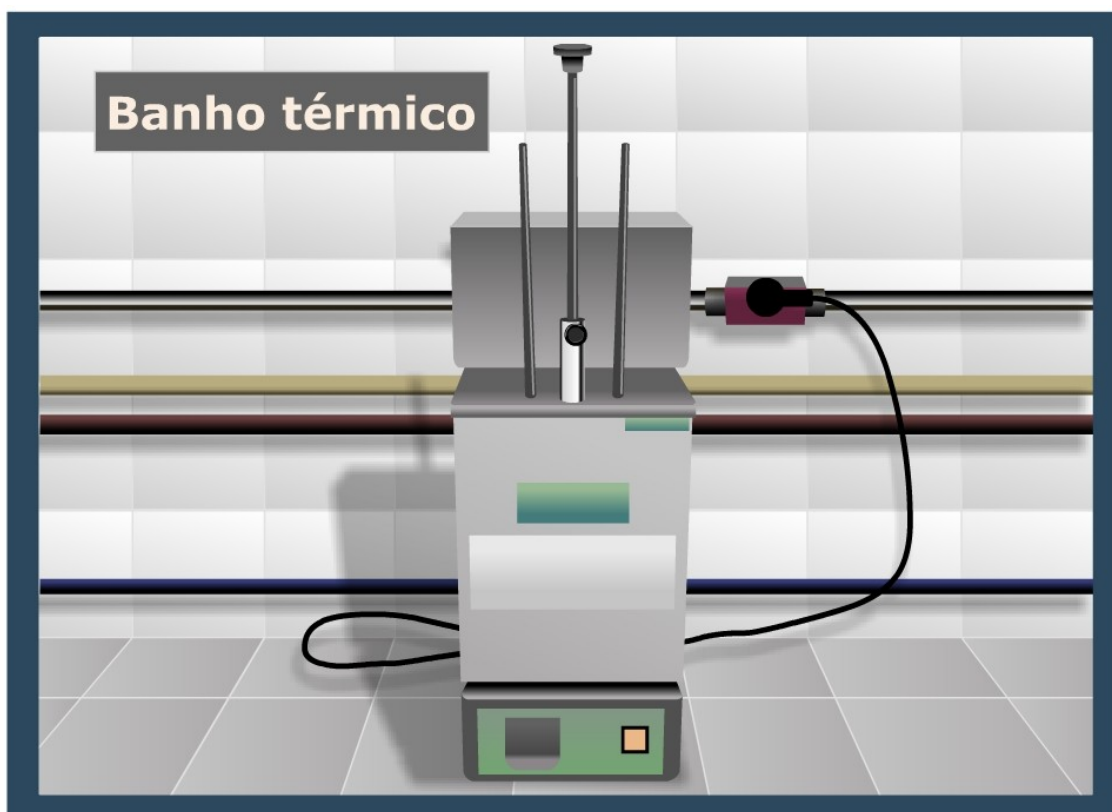


Figura 31: Aparelho utilizado para medir o valor da massa específica de solução álcool e água

- Imergir um recipiente de vidro com a solução água + álcool no banho. O topo do recipiente deverá ficar acima do nível do banho para que não haja contaminação da amostra.
- Agitar a solução de modo a homogeneizar a temperatura.
- Medir a temperatura da solução.
- Colocar o densímetro na solução quando a temperatura da mesma estiver muito próxima à temperatura do banho.
- Efetuar a leitura no nível da superfície livre da solução.

O densímetro utilizado apresentava uma escala de 0,9000 a 0,9500 g/ml, com resolução de 0,0002 g/ml.

Foram realizadas 3 medições para a temperatura e para a

densidade, cujos valores encontram-se na figura a seguir:

	Temperatura (°C)	Densidade (g/mL)
	20,1	0,9264
	20,0	0,9262
	20,2	0,9266
Total	20,1	0,9264

Figura 32: Resultados de medições realizadas

Medição da tensão interfacial

Foi coletada uma amostra da solução em um *becker* e submetida à leitura de um tensiômetro.

Foram realizadas três medições e o valor médio da tensão interfacial lida foi de 28,5 mN/m como aparece na figura a seguir:

Tensão Superficial (mN/m)
28,5
28,7
28,3
Média = 28,5

Figura 33: Resultado de medição realizada

c) Conversando - I

Determinação, de maneira direta, da massa específica de um líquido utilizando-se de um densímetro calibrado.

O densímetro é um tipo de instrumento que permite a indicação direta da massa específica ou densidade do produto. Através da graduação da escala, isso é possível.

O que se percebe é que a marcação começa do topo da haste para o fundo porque quanto mais pesada a massa específica do líquido, mais ele vai empurrar o flutuador para cima. Então, a marcação vai ficar mais próxima do final da escala. Quanto mais leve, ou seja, o flutuador afundar mais, eu tenho a marcação mais no topo, por isso que ela é graduada de cima para baixo. Quando colocamos o densímetro dentro da solução a ser medida, essa leitura é realizada na região da superfície do fluido em contato com a haste do densímetro.

Com o fluido limpo, nós devemos realizar a leitura no nível do líquido, desprezando o menisco que sempre acontece que é o pequeno crescimento do líquido causado pela

tensão interfacial entre o líquido e a haste do densímetro.

d) Conversando - II

Determinação, de maneira indireta, da massa específica de um líquido com uma balança e vidraria calibradas.

O objetivo do ensaio é determinar a massa específica da água de maneira indireta. Nós vamos, para isso, usar um picnômetro. Picnômetro é uma vidraria de volume conhecido, no caso essa vidraria aqui tem um volume de 25 ml e vamos usar, além do picnômetro, o auxílio da balança calibrada. Então, a idéia é medir a massa do picnômetro vazio cinco vezes.

Então pegamos aqui o picnômetro, com a tampa e tudo, colocamos no centro do prato da balança e anotamos a sua massa cinco vezes, repetimos isso cinco vezes. Tiramos o picnômetro, fechamos a balança, deixamos a balança zerar, se ela não conseguir zerar naturalmente taramos a balança e medimos a massa do picnômetro mais uma vez. Vamos medir a massa do picnômetro vazio cinco vezes e vamos calcular uma média dessas cinco medições, isso faz com que a gente conheça a massa do picnômetro vazio.

Em seguida, vamos pegar esse picnômetro e vamos colocar água, água a uma temperatura conhecida, 20° Celsius. Então, esta aqui é uma água destilada, nós vamos pegar aqui, com o transferidor, esta água, transferir para o picnômetro. Após transferir o líquido, a água para o picnômetro, transferimos até a boca e colocamos agora a tampa. Nesse momento, nós vamos ter o líquido, no caso a água, transbordando. É importante que a gente obrigue o picnômetro a transbordar o líquido, para garantir que dentro do picnômetro tem 25 ml de água.

E aí eu preciso com um papel, tem que ser um papel que não solte muita película, eu seco o picnômetro, retirando o excesso de água que foi transbordado. Temos que fazer isso com muita atenção, para não deixar resíduo de papel sobre o picnômetro. É importante o uso da luva, para que não passe gordura da mão para o picnômetro, isso vai alterar a massa do picnômetro também. Bom, secado com papel, eu agora tenho uma quantidade de água, abro a capela da balança, coloco o picnômetro no centro do prato

e meço essa quantidade de água com o picnômetro cinco vezes.

Então o que que eu vou ter? Eu vou ter o picnômetro vazio medido cinco vezes, calculo uma média e tenho a média da massa do picnômetro vazio. Agora pego o picnômetro cheio e meço a massa desse picnômetro cinco vezes, ele cheio. Retiro, volto, fecho a capela, zero a balança, faço de novo a medição da massa do picnômetro cheio, faço isso cinco vezes. Anoto esses cinco valores e eu vou ter a média desse picnômetro cheio. A média do picnômetro cheio com o líquido menos a massa do picnômetro vazio, vai me dar a massa do líquido que está dentro do picnômetro.

Como eu conheço o volume do picnômetro, porque esse picnômetro é uma vidraria calibrada com o volume conhecido. Então sabendo a massa de água, sabendo o volume que essa massa está ocupando, dividindo um pelo outro automaticamente eu terei a massa específica da água.

Essa é uma maneira de você fazer um ensaio para determinar a massa específica de um líquido, de maneira indireta. Uma outra forma de fazer a determinação da massa específica da água, de maneira direta, é usando um densímetro. É um aparelho, um instrumento que pode ser utilizado para determinar a massa específica da água de maneira direta. Aqui eu estou demonstrando a determinação da massa específica usando um picnômetro de maneira indireta.

Tendo a massa da água, tendo o volume do certificado do picnômetro, dividindo um pelo outro eu tenho a massa específica da água. Para saber a incerteza dessa massa específica, basta eu propagar as incertezas, eu preciso fazer as derivadas, as parciais da massa específica da água em relação à massa da água, da massa específica da água em relação ao seu volume, propagar essas incertezas e calcular a incerteza da massa específica da água.

7. Incerteza de medição: Método direto

a) Incerteza de medição - I

Após a conclusão das etapas de limpeza, da realização da leitura na escala do densímetro e a da medição da massa específica realizando todas as correções, falta estimar sua incerteza de medição. Este processo de estimativa será apresentado nas seguintes etapas:

- a)** Modelo matemático.
- b)** Medições realizadas.
- c)** Incerteza da correção de temperatura.
- d)** Incerteza da correção da tensão interfacial.
- e)** Incerteza combinada.
- f)** Grau de liberdade.
- g)** Resultado final.

Vamos ao processo, então.

b) Incerteza de medição - II

- a)** Modelo matemático:

$$\rho = \rho_I + C_T + C_\sigma + C_c = 0,9260 \text{ g/ml}$$

Onde:

ρ_I = Indicação do densímetro, medido na altura do nível do líquido.

C_T = Correção de temperatura.

C_σ = Correção de tensão interfacial.

C_c = Correção do certificado.

b) A figura a seguir mostra as medições realizadas:

	Temperatura (°C)	Densidade indicada (g/mL)	Tensão Interfacial (mN/m)
	20,1	0,9264	28,5
	20,0	0,9262	28,7
	20,2	0,9266	28,3
Média	20,1	0,9264	28,5

Figura 34: Tabela com resultados de medições realizadas

A medição da temperatura foi realizada com um termômetro de vidro calibrado, com incerteza $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ($k=2$).

A medição da tensão interfacial foi realizada com um tensiômetro calibrado, com incerteza de $\pm 0,1 \text{ mN/m}$ ($k=2$).

A incerteza do densímetro, declarada no certificado de calibração, é de $\pm 0,0002 \text{ g/ml}$ ($k=2$).

c) Incerteza de medição - III

c) Incerteza da correção de temperatura. Observe a figura a seguir:

$$C_T = \rho_1 \times 0,000025 (T_0 - T)$$

d) Incerteza de medição - IV**d)** Incerteza da correção da tensão interfacial:

$$C_{\sigma} = \frac{\rho_I}{2} \left(\sqrt{1 + \frac{16\Delta\sigma}{\rho_I^2 g d} \frac{\Delta\rho}{\Delta L}} - 1 \right)$$

$$\rho_I = 0,9264 \text{ g/ml} = 926,4 \text{ kg/m}^3$$

$$\sigma = 28,5 \text{ mN/m}$$

$$\sigma_E = (31,55 \pm 0,05) \text{ mN/m} \quad (k = 2)$$

$$\Delta\sigma = 28,5 - 31,55 = -3,05 \text{ mN/m}$$

$$g = 9,81 \text{ m/s}^2$$

$$d = 5,25 \text{ mm}$$

$$\Delta\rho = 0,0500 \text{ g/ml} = 50 \text{ kg/m}^3$$

$$\Delta L = 157 \text{ mm} = 0,157 \text{ m}$$

$$\Delta\rho / \Delta L = 50 / 0,157 = 318,47 \text{ kg/m}^4$$

$$u_{\rho} = \pm 0,00016 \text{ g/ml} = \pm 0,16 \text{ kg/m}^3$$

$$u_{\sigma} = \pm 0,126 \text{ mN/m} = \pm 0,126 \times 10^{-3} \text{ N/m}$$

Podemos considerar constantes g, d e $\Delta\rho/\Delta L$, de modo que as variáveis de influência serão ρ_I e $\Delta\sigma$.

A incerteza de $\Delta\sigma$ é a combinação das incertezas de σ_E e σ .

Veja o cálculo a seguir:

$$u_{\Delta\sigma} = \sqrt{0,025^2 + 0,126^2} = \pm 0,1285 \times 10^{-3} \text{ N/m}$$

e) Incerteza de medição - V

A incerteza de C_σ é calculada pela seguinte expressão:

$$u_{C_\sigma} = \sqrt{\left(\frac{\partial C_\sigma}{\partial \rho_i} u_{\rho_i}\right)^2 + \left(\frac{\partial C_\sigma}{\partial \Delta\sigma} u_{\Delta\sigma}\right)^2}$$

$$\frac{\partial C_\sigma}{\partial \rho_i} = \frac{\frac{\rho_i}{4}}{\sqrt{\frac{\rho_i^2}{4} + \frac{4\Delta\sigma}{gd} \frac{\Delta\rho}{\Delta l}}} - \frac{1}{2} = 8,7926 \times 10^{-5}$$

$$\frac{\partial C_\sigma}{\partial \Delta\sigma} = \frac{\frac{2}{gd} \frac{\Delta\rho}{\Delta l}}{\sqrt{\frac{\rho_i^2}{4} + \frac{4\Delta\sigma}{gd} \frac{\Delta\rho}{\Delta l}}} = 26,70$$

$$u_{C_\sigma} = \pm \sqrt{(8,7926 \times 10^{-5} \times 0,16)^2 + (26,70 \times 0,1285 \times 10^{-3})^2} =$$

$$\pm 0,0034 \text{ kg / m}^3 = \pm 0,0034 \times 10^{-3} \text{ g / ml}$$

f) Incerteza de medição - VI

e) Incerteza combinada:

$$u_p = \pm 0,00016 \text{ g / ml}$$

$$u_{C_T} = \pm 1,334 \times 10^{-6} \text{ g / ml} \rightarrow u_c = \pm 0,00016 \text{ g / ml}$$

$$u_{C_\sigma} = \pm 0,0000034 \text{ g / ml}$$

$$u_c = \pm 0,00016 \text{ g / ml}$$

f) Grau de liberdade:

Para efetuarmos o cálculo do grau de liberdade final precisamos identificar, inicialmente, o grau de liberdade de cada componente, a saber: temperatura, densidade e tensão interfacial.

$$u_T = \pm 0,058^\circ\text{C}$$

$$u_\rho = \pm 0,00016\text{g/ml}$$

$$u_\sigma = \pm 0,126\text{mN/m}$$

Temperatura:

$$V_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\sum \frac{u_A^4}{n-1}} = \frac{0,058^4}{\frac{0,029^4}{2}} = 32$$

Tensão interfacial:

$$V_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\sum \frac{u_A^4}{n-1}} = \frac{0,126^4}{\frac{0,116^4}{2}} = 2,78$$

Densidade:

$$V_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\sum \frac{u_A^4}{n-1}} = \frac{0,00016^4}{\frac{0,00012^4}{2}} = 6,32$$

g) Incerteza de medição - VII

Densidade corrigida:

$$V_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\sum \frac{u_A^4}{n-1}} = \frac{0,00016^4}{\frac{0,00016^4}{6,32} + \frac{(1,334 \times 10^{-6})^4}{32} + \frac{(0,0034 \times 10^{-3})^4}{2,78}} = 6,32$$

$$k = 2,52$$

g) Resultado final:

$$u_p = \pm (2,52 \times 0,00016) = \pm 0,0004 \text{ g / ml}$$

$$\rho = (0,9260 \pm 0,0004) \text{ g/ml}$$

A incerteza expandida apresentada é a incerteza padronizada da medição multiplicada pelo fator de abrangência $k = 2,52$ que, para uma distribuição normal, corresponde a uma probabilidade de 95,45%.

C. Encerramento da aula



D. Conversando

Olá, chegamos ao final da nossa disciplina. Ao longo destas três semanas espero que vocês tenham aproveitado bastante os conceitos e as práticas que foram apresentadas. Não esqueçam de realizar as três atividades que comporão sua avaliação final. Convido-os para o preenchimento do questionário de avaliação da nossa disciplina porque isso é sempre um processo de melhoria e evolução contínua.

Aproveito a oportunidade para convidá-los a novas disciplinas e módulos de metrologia, e também, para a realização de outros módulos da Escola Nacional de Tecnologia Industrial Básica. Esperamos vê-los em breve. Boa sorte.

Encerramento do curso



Bibliografia

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ISO/IEC GUIA 2:1998*: Normalização e atividades relacionadas. Rio de Janeiro, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ISO/IEC GUIA 43-1:1999*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Rio de Janeiro, 1999.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR ISO/IEC 17025:2005*: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de Metrologia*: Portaria Inmetro n. 29 de 1995. Inmetro/Senai -Departamento Nacional. 5. ed. Rio de Janeiro: Senai, 2007.

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 233* de 22 de dezembro de 1994.

MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, DO COMÉRCIO E DO TURISMO; INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL. *Portaria n. 236* de 22 de dezembro de 1994.