

	<b>CALIBRAÇÃO DE MEDIDAS MATERIALIZADAS DE VOLUME PELO MÉTODO GRAVIMÉTRICO</b>	<b>NORMA Nº</b>	<b>REV. Nº</b>
		<b>045</b>	<b>00</b>
		<b>APROVADA EM</b>	<b>PÁGINA</b>
		<b>AGO/03</b>	<b>01/06</b>

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo**
- 2 Campo de Aplicação**
- 3 Responsabilidade**
- 4 Documentos Complementares**
- 5 Siglas**
- 6 Definições**
- 7 Exigências Gerais**
- 8 Calibração**

### 1 OBJETIVO

Esta Norma estabelece o procedimento para calibração de medidas materializadas de volume, de construção metálica, pelo método gravimétrico.

### 2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta Norma se aplica a Dimel/Divol e aos órgãos executores da RBMLQ.

### 3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão desta Norma é da Dimel/Divol.


### 4 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

- OIML R 120 – Medidas de capacidade padrão para sistemas de medição para líquidos diferentes de água
- NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos para competência de laboratórios de ensaio e calibração
- Portaria INMETRO nº 29, de 10 de março de 1995 – Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia
- Portaria INMETRO nº 236, de 22 de dezembro de 1994 – Aprovação do Regulamento Técnico referente à fabricação, instalação e utilização de instrumentos de pesagem não automáticos
- MB-3119 – Vidraria volumétrica de laboratório – Métodos de aferição da capacidade e de utilização
- NIE-DMEL-043 – Cálculo da incerteza de medição na calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico.

### 5 SIGLAS

Dimel	Diretoria de Metrologia Legal
Divol	Divisão de Instrumentos de Medição de Volume

---

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b> <b>00</b>	<b>PÁGINA</b> <b>02/06</b>
---	----------------------	--------------------------	-------------------------------

Inmetro	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
LNM	Laboratório Nacional de Metrologia
NIE	Norma Inmetro Específica
OIML	Organização Internacional de Metrologia Legal
RBC	Rede Brasileira de Calibração
RBMLQ	Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade

## 6 DEFINIÇÕES

### 6.1 Ajuste

Operação destinada a fazer com que um instrumento de medição tenha desempenho compatível com o seu uso.

### 6.2 Calibração

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

### 6.3 Deriva

Variação lenta de uma característica metrológica de um instrumento de medição.

### 6.4 Medida do tipo “a conter”

Medida que possui escala graduada contendo linha de referência correspondente ao valor nominal e que destina-se a conferir a exatidão do volume escoado numa entrega, cujo valor nominal foi previamente determinado.

### 6.5 Medida do tipo “a fornecer”

Medida construída de modo a fornecer um único volume nominal, cujo plano de referência é geralmente definido por transbordamento.


## 7 EXIGÊNCIAS GERAIS

### 7.1 Considerações

**7.1.1** Os procedimentos deverão ser realizados em local onde as condições ambientais sejam estáveis, ausente de correntes de ar ou vibrações que possam influenciar nas medições.

**7.1.2** A medida a ser calibrada deverá apresentar-se em perfeitas condições, tais quais:

- a) válvula de descarga sem vazamentos ou emperramentos e possibilitando selagem;
  - b) parte interna ausente de objetos estranhos, limpa e, quando aplicável, comprovadamente desgaseificada;
  - c) visor e escalas em boas condições, tais como sem trincas, vazamentos, com boa legibilidade, etc.;
  - d) escalas possibilitando meios para ajuste e selagem;
  - e) em bom estado de conservação e operação e
  - f) possuir nível instalado.
-

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b> <b>00</b>	<b>PÁGINA</b> <b>03/06</b>
---	----------------------	--------------------------	-------------------------------

## 7.2 Condições Ambientais

### 7.2.1 Temperatura Ambiente

A temperatura ambiente sugerida é 20 °C. A variação da temperatura ambiente durante a calibração deve ser  $\leq 2$  °C.

### 7.2.2 Umidade Relativa

A umidade relativa do ambiente deve estar compreendida na faixa de 60 %  $\pm$  15 %.

## 7.4 Instrumentos Utilizados

**7.3.1** Todos os padrões utilizados (com exceção do definido em 7.4.3 “d”) devem estar calibrados pela RBC, LNM ou organismos internacionais reconhecidos pelo Inmetro e selecionados de modo que estejam compatíveis com o volume a ser determinado e com a incerteza expandida esperada para esta determinação.

**7.3.2** Os padrões escolhidos deverão atender aos requisitos regulamentados ou, no caso de não estarem regulamentados, às especificações definidas pelo cliente.

**7.3.3** A seguir são listados os padrões necessários para execução deste procedimento:

- a) Coleção de massas padrão, quando necessário;
- b) Padrão para determinação da massa específica da água, capaz de executar determinações na faixa de 0,9500 g/cm<sup>3</sup> a 1,0000 g/cm<sup>3</sup>  $\pm$  0,0003 g/cm<sup>3</sup>;
- c) Termômetro com resolução de 0,1 °C (para medir a temperatura da água);
- d) Cronômetro com menor divisão igual a 0,1 segundo (admite-se certificado de conformidade do próprio fabricante, em função da natureza de sua utilização);
- e) Proveta com resolução compatível com o valor de uma divisão da escala da medida materializada;
- f) Termômetro (para medir temperatura do ar) com resolução de 0,1 °C;
- g) Barômetro;
- h) Higrômetro e
- i) Balança, cujas características tais como fidelidade, sensibilidade e excentricidade estejam de acordo com a Portaria INMETRO nº 236 de 22 de dezembro de 1994.

**Nota:** A balança deverá ser considerada como padrão quando for utilizado o método de pesagem direta; no caso de pesagem comparativa – AB ou ABBA, a mesma deverá ser considerada como auxiliar.

**7.3.4** Os materiais listados abaixo são auxiliares ao procedimento:


- a) Balança, observando características tais como fidelidade, sensibilidade, excentricidade e resolução
- b) Proveta ou outro recipiente auxiliar
- c) Pipeta, paquímetro, lanterna e/ou quaisquer outros instrumentos conforme necessidade.

## 7.4 Verificação do Instrumental

**7.4.1** Verificar a balança a ser utilizada quanto a sua sensibilidade, fidelidade e excentricidade.

**7.4.2** Inspeccionar visualmente todo material auxiliar

**7.4.3** Tomar, quando necessário, todas as providências para adequação do local.

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b> 00	<b>PÁGINA</b> 04/06
---	----------------------	-------------------	------------------------

## 8 CALIBRAÇÃO

### 8.1 Climatização

A água a ser utilizada, a medida materializada de volume e todo instrumental necessário para calibração deverão estar climatizados nas condições do laboratório por um período de 24 horas.

### 8.2 Nivelamento

Nivelar a medida de volume, tendo como referência seus próprios níveis instalados.

**Nota:** Na ausência de níveis instalados, definir local de nivelamento. Tal informação deverá constar no certificado de calibração.

### 8.3 Verificação da Estanqueidade

**8.3.1** Introduzir água na medida de volume de forma que o menisco coincida com a última indicação da escala (para medidas do tipo “a conter”) ou até o transbordamento (para medidas do tipo “a fornecer”).

**8.3.2** Observar se o menisco permaneceu na mesma referência ou se a medida não apresenta gotejamento após um intervalo de 1 hora. Caso tais condições não tenham permanecido, a medida não estará apta a calibração, devendo ser retirada de uso e submetida a reparos.

### 8.4 Ajuste da Capacidade Nominal (apenas para tipo “a conter”)

Estando a medida cheia, não utilizar a válvula de escoamento para ajustar o menisco da água a referência nominal; o ajuste deverá ser efetuado pela parte superior, utilizando instrumentos adequados (proveta, pipeta, etc).

### 8.5 Pesagem

Realizar a pesagem da medida conforme método apropriado e documentado, disponibilizado por ocasião do serviço. No caso de medida do tipo “a conter”, a própria medida deverá ser pesada. Para medidas “a fornecer”, deverá ser descarregado todo seu conteúdo em um recipiente auxiliar, o qual será pesado (adotar tempo de escoamento igual a 30 segundos, caso não seja definido de outra forma pelo solicitante do serviço ou informação da última calibração).


**Nota:** Caso o laboratório utilize o método de pesagem AB (ou ABBA), deverá adotar, como forma de verificar a deriva da balança, o critério abaixo, onde os índices correspondem a ordem de pesagem:

$$\frac{P_1 + P_n}{2} - P_{(n+1)/2} \leq \text{valor de uma divisão}$$

### 8.6 Medição da Temperatura da Água e Condições Ambientais

**8.6.1** Quando possível, verificar a temperatura da água na própria medida e registrar o valor. No caso da impossibilidade de se verificar na própria medida, retirar uma amostra do centro da medida, com auxílio de um saca amostra, e fazer a verificação imediatamente na amostra coletada.

**8.6.2** Verificar e registrar a temperatura do ar, pressão atmosférica e umidade relativa do ar.

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b> <b>00</b>	<b>PÁGINA</b> <b>05/06</b>
---	----------------------	--------------------------	-------------------------------

**8.6.3** A massa específica do ar será calculada a partir dos dados registrados no item anterior, conforme a seguinte expressão:

$$\rho_{ar} = \frac{(0,34844 P - (UR (0,00252 T_{ar} - 0,020582)))}{(273,15 + T_{ar})}$$

onde:

- $T_{ar}$  temperatura do ar
- $UR$  umidade relativa do ar
- $P$  pressão atmosférica

## **8.7 Determinação da Massa Específica da Água**

**8.7.1** Recolher uma amostra de água do centro da medida (cuja quantidade seja compatível com o método a ser utilizado) utilizando um saca amostra ou outro meio.

**8.7.2** Determinar a massa específica da água, conforme procedimento documentado, procurando minimizar os efeitos de troca de calor.

## **8.8 Descarga da Medida**

**8.8.1** Tratando-se de medida “a conter”, escoar toda água contida na medida de volume e cronometrar o tempo de 30 segundos após cessar o fluxo principal, necessário para seu escoamento. Caso seja apresentado certificado com tempo diferente de 30 segundos, deverá ser adotado o tempo constante no certificado ou definido pelo solicitante do serviço. Independente do tipo, abrir e fechar a válvula seguidamente por 3 vezes, para esvaziamento total da medida.

**8.8.2** Para medida “a fornecer”, pesar o recipiente auxiliar, após esvaziamento total.

## **8.9 Determinação da Massa da Medida ou do Recipiente Auxiliar Vazio**

Após o descarregamento pesar a medida vazia ou o recipiente auxiliar para se obter a massa apenas do recipiente.

## **8.10 Enchimento da Medida e Repetição dos Ciclos**


**8.10.1** Com a válvula fechada, encher a medida de volume até um nível próximo à capacidade nominal ou até o transbordamento.

**8.10.2** Repetir os itens 8.4 a 8.9 por mais duas ou quatro vezes.

## **8.11 Registro dos Valores**

Os valores medidos deverão ser registrados em formulário padronizado, contendo, no mínimo, as seguintes informações:

- a) dados do solicitante do serviço;
  - b) dados dos padrões utilizados;
  - c) resultados de todas as medições realizadas;
  - d) data da execução do serviço;
  - e) identificação do executor do serviço;
  - f) número da ordem de serviço;
-

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b> 00	<b>PÁGINA</b> 06/06
---	----------------------	-------------------	------------------------

- g) identificação da medida materializada a ser calibrada;
- h) características da medida materializada a ser calibrada (ex.: tipo, capacidade nominal, material construtivo, etc.) e
- i) massa específica da água utilizada.
- j) outras informações relevantes (ex.: nivelamento, tempo de escoamento, etc.)

### 8.12 Ajuste

Caso seja necessário, ajustar o volume da medida ao valor nominal, observando critérios de sensibilidade e incerteza. Para o desempenho das atividades da RBMLQ, deve-se ajustar sempre que possível. Para os demais serviços, contatar o cliente para saber da viabilidade do ajuste.

## 9 CÁLCULOS E APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

### 9.1 Volume

9.1.1 O volume calculado será obtido para uma temperatura de 20 °C.

9.1.2 Calcular o volume de acordo com a expressão:

$$V_{20_n} = m_n \left( \frac{1}{\rho_{a_n} - \rho_{ar_n}} \right) \left( 1 - \frac{\rho_{ar_n}}{\rho_{p_n}} \right) [1 - \gamma(t_n - 20)]$$

onde:

- m massa de água (medida ou recipiente auxiliar cheio – medida ou recipiente auxiliar vazio)
- n índice relativo a cada ciclo
- $\rho_a$  massa específica da água
- $\rho_{ar}$  massa específica do ar
- $\rho_p$  massa específica da massa padrão
- $\gamma$  coeficiente de dilatação volumétrica da medida
- t temperatura da água

9.1.3 Calcular a média dos volumes obtidos.

### 9.2 Incerteza de medição

Calcular a incerteza de medição conforme NIE-DIMEL 043.

### 9.3 Apresentação dos Resultados

Os resultados devem ser apresentados em certificado, de acordo com critérios do Inmetro e requisitos da NBR ISO/IEC 17025.