

 INMETRO	CALIBRAÇÃO DE MEDIDAS MATERIALIZADAS DE VOLUME PELO MÉTODO GRAVIMÉTRICO	NORMA Nº NIE-DIMEL-045	REV. Nº 01
		APROVADA EM JUL/2014	PÁGINA 01/07

SUMÁRIO

- 1 **Objetivo**
- 2 **Campo de Aplicação**
- 3 **Responsabilidade**
- 4 **Documentos Referência**
- 5 **Documentos Complementares**
- 6 **Definições**
- 7 **Exigências Gerais**
- 8 **Calibração**
- 9 **Cálculo e Apresentação dos Resultados**
- 10 **Histórico da Revisão**

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 à Dimel e aos Órgãos delegados.

3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão e cancelamento desta Norma é da Dimel/Dfluq.


4 DOCUMENTOS REFERÊNCIA

Resolução Conmetro nº11 de 12/10/1988	Regulamentação Metrológica
Portaria Inmetro nº283 de 18/10/1948	Aprova o RTM sobre medidas de capacidade para líquidos usadas nas transações comerciais na medição do volume de mercadorias líquidas
Portaria Inmetro nº 236 de 22/12/1994	Aprovação do Regulamento Técnico referente à fabricação, instalação e utilização de instrumentos de pesagem não automáticos

5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

NIE-Dimel-043	Cálculo da incerteza de medição na calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico
---------------	--

6 DEFINIÇÕES

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 02/07
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

6.1 Siglas

Dimel	Diretoria de Metrologia Legal
Dfluq	Divisão de Fluidos e Físico-Química
RBMLQ	Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade
Inmetro	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
Conmetro	Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
RTM	Regulamento Técnico Metrológico
RBC	Rede Brasileira de Calibração

6.2 Termos

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

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.

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

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.

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 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 degaseificada;
- 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.

7.2 Condições Ambientais

7.2.1 Temperatura Ambiente

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 03/07
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

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

7.2.2 Umidade Relativa

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

7.3 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 $0,9500 \text{ g/cm}^3$ a $1,0000 \text{ g/cm}^3 \pm 0,0003 \text{ g/cm}^3$;
- 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.

7.3.3.1 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.

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 04/07
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

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

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

8.2.2 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 à 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).

8.5.1 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.

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 05/07
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

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

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;

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 06/07
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

- 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;
- 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
- ρ_a massa específica da água
- ρ_{ar} massa específica do ar
- ρ_p massa específica da massa padrão
- γ 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.

	NIE-DIMEL-045	REV. 01	PÁGINA 07/07
---	----------------------	--------------------------	-------------------------------

10 HISTÓRICO DA REVISÃO

Revisão	Data	Itens Revisados
01	Julho/2014	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Adequação à NIG-Digeq-001 Rev06. ▪ Alteração da responsabilidade pela revisão da Norma de Divol para Dfluq.