

III Oficina para avaliadores e especialistas em calibração e
ensaios na área de química
17 e 18 de Outubro de 2011



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Proposta de Nota Técnica Cgcre

**Verificação intermediária das balanças
utilizadas por laboratórios que realizam
ensaios químicos e biológicos**

Ana Cristina D. M. Follador

Coordenação Geral de Acreditação
Divisão de Acreditação de Laboratórios

Motivação

- Demanda da CT 05, em virtude de diferentes interpretações sobre o requisito 5.5.10 da ABNT NBR ISO 17025:2005 no que se refere às balanças analíticas, gerando conflitos entre avaliadores e laboratórios.
- Elaborar um documento de aplicação direta por todas as partes.

Referências bibliográficas utilizadas

EURAMET/cg-18/v.02.1 - Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments. September 2010.

EURACHEM/EA Guide 04/10. Accreditation in Microbiological Laboratories. Revisão 02. Julho 2002.

INMETRO. Portaria INMETRO / MICT número 236 de 22/12/1994.
Regulamento Técnico referente à fabricação, instalação e utilização de instrumentos de pesagem não automáticos.

INMETRO. Portaria INMETRO / MICT número 233 de 22/12/1994.
Regulamento Técnico referente a fabricação e utilização de pesos padrão.

IPAC. Guia para a acreditação de laboratórios químicos. OGC002. 2005-09-14

NATA. Technical Note 13 - User checks and maintenance of laboratory balances. Maio de 2010.

Breve apresentação da Nota Técnica

Terminologia relacionada a balanças eletrônicas

Balanças de faixa única

Instrumentos que possuem a mesma resolução (valor de divisão) em toda a faixa de pesagem.

Balanças de múltiplas faixas (Portaria Inmetro 236/1994)

Um instrumento possuindo duas ou mais faixas de pesagem com diferentes cargas máximas e diferentes valores de divisão para o mesmo receptor de carga, cada faixa estendendo-se de 0 (zero) a sua respectiva carga máxima. Para tais instrumentos, ensaios de repetitividade e verificações devem ser realizados para cada faixa utilizada.

Faixa de pesagem (Portaria Inmetro 236/1994)

Intervalo compreendido entre a carga mínima (Min) e a carga máxima (Max).

Terminologia relacionada a balanças eletrônicas

Instrumento de pesagem não automático (Portaria Inmetro 236/1994), balanças: instrumentos que necessitam da intervenção de um operador durante o processo de pesagem, por exemplo, para depositar ou remover do receptor a carga a ser medida e também para obtenção do resultado.

Peso (Portaria Inmetro 233/1994)

Medida materializada de massa regulamentada em suas características de construção e metrológicas.

Calibração de balanças

As balanças utilizadas para realizar medições que exerçam influência nos resultados dos ensaios (exemplos: balanças usadas na preparação de soluções e/ou materiais padrão e em métodos gravimétricos devem, de acordo com o requisito 5.5.2 da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, ser calibradas para determinar se atendem aos requisitos especificados pelo Laboratório e às especificações da norma pertinente.

Para a calibração de balanças, o Laboratório pode contratar um fornecedor competente para o serviço ou realizar a denominada calibração interna (quando o laboratório de ensaio faz a calibração de sua balança). Nit-Dicla-030.

Recomenda-se o uso de intervalos iniciais de calibração anuais ou semestrais, a serem ajustados a partir da análise do histórico da balança.

A **calibração deve ser realizada no local de trabalho habitual**. As balanças devem estar instaladas respeitando as instruções dos fabricantes, normalmente em mesas próprias, longe de fontes de calor, luz solar direta, e correntes de ar.

Verificação intermediária de balanças

O Laboratório que realiza ensaios químicos e/ou biológicos deve realizar **verificações intermediárias das balanças que tenham influência nos resultados de medição.**

Tais verificações, realizadas de acordo com uma **periodicidade e procedimentos definidos, têm por objetivo conhecer e controlar a deriva das balanças no período entre duas calibrações.** Dessa forma, o Laboratório tem condições de avaliar se as características das balanças não se modificaram significativamente desde a última calibração realizada por Laboratório competente e, portanto, se os certificados de calibração permanecem válidos.

A periodicidade das verificações intermediárias (diário, semanal, etc.) deve ser estabelecida com base na experiência e condições de utilização da balança. Este controle permite avaliar e otimizar os prazos de calibração estabelecidos, bem como detectar antecipadamente avarias ou falhas. Uma **avaliação da tendência** permite, também, identificar possíveis impactos nos resultados de medição e tomar as ações necessárias para solucionar o problema.

Verificação intermediária de balanças

Preferencialmente o Laboratório deve utilizar pesos padrão com rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades, isto é, **pesos padrão calibrados por Laboratório de Calibração competente**. Denomina-se peso a medida materializada de massa regulamentada em suas características de construção e metrológicas, de acordo com a Portaria Inmetro 233/2004.

É possível, no entanto, a realização das verificações intermediárias utilizando-se pesos não calibrados, desde sejam pesados logo após a calibração completa da balança, a fim de estabelecer um **valor de referência inicial**. Outro fator relevante é que os **mesmos pesos** (artefatos) devem ser utilizados em cada verificação intermediária.

Os pesos não calibrados são denominados “designados pelo usuário”, uma vez que o valor designado é dado pelo usuário quando da calibração completa da balança.

Verificação intermediária de balanças

Caso o Laboratório utilize pesos que tenham características construtivas e metrológicas diferentes das preconizadas pela Portaria Inmetro 233/2004, tais pesos devem, no entanto, possuir **formato que permita uma distribuição o mais uniforme possível da carga em torno do centro do prato de pesagem e serem** **construídos em material estável (aço inoxidável ou ligas normalmente empregadas na construção de tais artefatos).**

Não é necessário que o Laboratório efetue as verificações intermediárias em todos os pontos da faixa de pesagem da balança. Deve-se levar em conta, no entanto, que as balanças nem sempre apresentam comportamento linear, ou seja, sua curva de erros não aumenta (ou decresce) na mesma proporção ao longo da faixa da pesagem.

Sendo assim, é recomendável que o Laboratório selecione pontos de verificação intermediária da faixa de utilização da balança de forma representativa, sendo um dos pontos próximo da capacidade máxima (em torno de 80%).

Verificação intermediária de balanças

Por exemplo, para uma **balança de faixa de pesagem de 1 mg a 220 g** que seja **utilizada em toda a faixa**, convém que seja feita a verificação em pelo menos um ponto entre 1 mg e 100 mg, um ponto entre 1 g e 100 g e outro em 200 g.

Convém utilizar uma composição com o **menor número possível de pesos** para cada ponto (preferencialmente um único peso por ponto), para que os erros e incertezas sejam minimizados.

Para balanças de múltiplas faixas, **cada faixa deve ser verificada**, como se fossem instrumentos distintos.

Verificação intermediária de balanças

Deve-se observar que os **mesmos pesos devem ser utilizados** para a realização das verificações intermediárias.

Caso isso não ocorra, então se devem utilizar pesos padrão calibrados. O valor de massa utilizado como referência para as verificações da balança deve ser o valor declarado no certificado de calibração (valor verdadeiro convencional, por exemplo: 100,005 g), e não o valor nominal do peso padrão (100 g nesse mesmo exemplo).

Outro fator a ser observado é que o peso padrão utilizado deve ter sido calibrado com uma **incerteza apropriada** à resolução da balança a ser verificada.

Verificação intermediária de balanças

Quer sejam utilizados pesos padrão calibrados ou não calibrados, para que as verificações intermediárias sejam eficazes, devem ser manuseados e armazenados com cuidados tais que seus valores não se modifiquem em função de arranhões, poeira, contaminação, etc.

Exemplo de procedimento de verificação

Para **cada ponto selecionado** da faixa de pesagem:

Pesagem:

Tarar a balança e **registrar** a leitura no ponto zero (z_1);

Posicionar o peso (M) na balança e **registrar** a leitura da indicação da balança (m_1);

Retirar o peso da balança. **Não tarar a balança**;

Posicionar o peso (M) na balança e **registrar** a leitura da indicação da balança (m_2);

Retirar o peso da balança e **registrar** a leitura (z_2).

Calcular a correção para cada pesagem:

$$C1 = M - (m1 - z1)$$

$$C2 = M - (m2 - z2)$$

$$\text{Correção do usuário} = (C1 + C2)/2$$

Exemplo de procedimento de verificação

Caso o valor da correção se modifique em mais de três vezes a incerteza de medição, conforme informação do Laboratório que realizou a calibração, fornecida pelo certificado de calibração da balança no ponto verificado, então a balança pode requerer manutenção, ajuste e nova calibração. Após a nova calibração, o usuário deve verificar se a balança continua a atender as tolerâncias do seu processo.

Exemplo de procedimento de verificação

P = 20 g:

Peso padrão calibrado: $M = 20,001$ g com incerteza $U = 0,00001$ g

Balança $d = 0,001$ g, $U_{20g} = 0,001$ g:

Pesagem no dia 01:

$P_0 (z_1) = 0,002$ g

$(m_1) = 20,003$ g

$(m_2) = 20,003$ g

$(z_2) = 0,001$ g

Pesagem no dia 02:

$P_0 (z_1) = 0,004$ g

$(m_1) = 20,007$ g

$(m_2) = 20,009$ g

$(z_2) = 0,003$ g

Correção 01

$C_1 = 20,001 - (20,003 - 0,002) = 0$ g

$C_2 = 20,001 - (20,003 - 0,001) = -0,001$ g

$C_{\text{dia 1}} = (0 - 0,001 \text{ g})/2 = -0,0005$ g

Correção 02

$C_1 = 20,001 - (20,007 - 0,003) = -0,003$ g

$C_2 = 20,001 - (20,009 - 0,003) = -0,005$ g

$C_{\text{dia 2}} = (-0,003 - 0,005)/2 = -0,004$ g

$\Delta C = C_{\text{dia 2}} - C_{\text{dia 1}} = (-0,004 + 0,0005) = -0,0035$ g $> 3 \times U_{20g}$

Periodicidades recomendadas

Balanças: calibração anual e verificações diárias ou a cada uso.

Pesos padrão: calibração a cada 5 anos.

Pesos de valor designado: verificações contra pesos padrão calibrados (anualmente) ou pesagem direta nas balanças imediatamente após a calibração destas.