

	<b>CÁLCULO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO NA CALIBRAÇÃO DE MEDIDAS MATERIALIZADAS DE VOLUME PELO MÉTODO GRAVIMÉTRICO</b>	<b>NORMA Nº</b> <b>NIE-DIMEL-043</b>	<b>REV. Nº</b> <b>00</b>
		<b>APROVADA EM</b> <b>AGO/03</b>	<b>PÁGINA</b> <b>01/09</b>

## SUMÁRIO

- 1 Objetivo**
- 2 Campo de Aplicação**
- 3 Responsabilidade**
- 4 Documentos Complementares**
- 5 Siglas**
- 6 Condições Gerais**

### 1 OBJETIVO

Esta Norma estabelece o procedimento e padroniza o cálculo da incerteza da medição para calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico.

### 2 CAMPO DE APLICAÇÃO

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

### 3 RESPONSABILIDADE

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

### 4 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

- NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração
- Versão Brasileira do Documento de Referência EA-4/02 – Expressão da Incerteza da Medição na Calibração
- NIE-Dimel-045 – Calibração de Medidas Materializadas de Volume pelo Método Gravimétrico

### 5 SIGLAS

Inmetro	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
Dimel	Diretoria de Metrologia Legal
RBMLQ	Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade
NIE	Norma Inmetro Específica

### 6 CONDIÇÕES GERAIS

#### 6.1 Considerações

**6.1.1** O cálculo da incerteza de medição deve estar de acordo com a versão brasileira do documento de referência EA-4/02.

---

**6.1.1** Todos os dados necessários ao cálculo da incerteza de medição devem ser fornecidas a uma planilha do Excel ou outro software específico para este fim. O laboratório deve possuir uma sistemática para validação desta planilha ou software e apresentar as evidências sempre que solicitado.

**6.1.2** A incerteza de medição deve ser expressa para um intervalo de confiança de 95,45%.

**6.1.3** O valor do fator de abrangência (k) também deve ser calculado pela planilha ou software.

**6.1.4** A seguir é apresentada a fórmula geral do cálculo da incerteza de medição:

$$U = k \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)}$$

onde:

U incerteza expandida da medição

k fator de abrangência

$\frac{\partial y}{\partial x_i}$  derivada parcial da função y (y = f(x<sub>1</sub>, x<sub>2</sub>, ..., x<sub>i</sub>)) em relação a grandeza de entrada x<sub>i</sub>

u(x<sub>i</sub>) incerteza padrão da grandeza estimada de entrada x<sub>i</sub>

## 6.2 Padronização dos Resultados

**6.2.1** A incerteza de medição deve ser apresentada com a indicação precedente ±, quando estiver logo após o resultado. Além disso, deve possuir 1 ou 2 algarismos significativos.

**6.2.2** A incerteza deve ser expressa na mesma unidade do resultado da calibração.


**6.2.3** O valor final da incerteza de medição expandida deve ser arredondado conforme as regras usuais de arredondamento, entretanto, se o arredondamento diminuir o valor numérico da incerteza de medição em mais de 5%, o arredondamento deve ser feito para cima.

## 6.3 Estrutura de Cálculo

A tabela a seguir exemplifica a estrutura de planilha de cálculo a ser utilizada para obtenção da incerteza de medição:

Tabela 1 – Estrutura de Planilha de Cálculo

s <sub>i</sub>	Fonte de Incerteza	Estimativa	Unidade	Dist. De probab.	divisor	Incerteza padrão u(x <sub>i</sub> )	c <sub>i</sub>	contribuição p/ incerteza padrão u <sub>i</sub> (y)		v, v <sub>eff</sub>
								Unidade: L	Unidade: %	
							<b>u<sub>c</sub></b>			<b>k</b>
							<b>U</b>			

	<b>NIE-DIMEL-043</b>	<b>REV.</b>	<b>PÁGINA</b> <b>03/09</b>
--	----------------------	-------------	-------------------------------

## 6.4 Coeficientes de Sensibilidade (c<sub>i</sub>)

6.4.1 Os coeficientes de sensibilidade são obtidos a partir da expressão geral para o cálculo do volume:

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

6.4.2 Seja x<sub>i</sub> uma grandeza, o coeficiente de sensibilidade correspondente será igual a  $\frac{\partial V_{20}}{\partial x_i}$ :

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial m} = \left( \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \right) \times \left( 1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \right) \times [1 - \gamma(t - 20)]$$

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_a} = m \times \left( 1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \times \left( \frac{1}{(\rho_a - \rho_{ar})^2} \right)$$

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_{ar}} = m \times [1 - \gamma(t - 20)] \times \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \times \left( \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \times \left( 1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \right) - \frac{1}{\rho_p} \right)$$

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_p} = m \times \left( \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \right) \times \frac{\rho_{ar}}{\rho_p^2} \times [1 - \gamma(t - 20)]$$

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma} = m \times \left( \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \right) \times \left( 1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \right) \times [-(t - 20)]$$

$$\frac{\partial V_{20}}{\partial t} = m \times \left( \frac{1}{\rho_a - \rho_{ar}} \right) \times \left( 1 - \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \right) \times (-\gamma)$$

6.4.3 No caso da determinação da incerteza de medição da massa específica do ar, os coeficientes de sensibilidade são obtidos a partir da expressão geral para massa específica do ar:

$$\rho_{ar} = \frac{(0,348444 P - (UR(0,00252 T_{ar} - 0,020582)))}{(273,15 + T_{ar})}$$

Desta forma, os coeficientes de sensibilidade aplicáveis serão dados por  $\frac{\partial \rho_{ar}}{\partial x_i}$ , sendo estes:

$$\frac{\partial \rho_{ar}}{\partial T_{ar}} = - \frac{0,348444 P + 0,020582 UR + 0,00252 \times 273,15 UR}{(273,15 + T_{ar})^2}$$

$$\frac{\partial \rho_{ar}}{\partial P} = \frac{0,38444}{(273,15 + T_{ar})}$$

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

### 6.5 Fontes de Incerteza

A seguir são listadas todas as contribuições para a incerteza de medição. A princípio, todas as fontes devem ser utilizadas, podendo esta lista ser ampliada de acordo com as particularidades de cada laboratório ou executor do serviço.

- Repetitividade na determinação do volume

Estimativa	Desvio padrão dos volumes encontrados dividido pela raiz quadrada de n, onde n é o número de determinações
Tipo	A
Distribuição de probabilidade	***
Divisor	***
Incerteza padrão	Idem <i>Estimativa</i>
Coefficiente de sensibilidade	1
Graus de liberdade	n – 1

- Contribuições de Massa

Para leitura direta na balança

→ Incerteza da balança

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração da balança ( $U_{\text{balança}}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de acordo com o certificado de calibração da balança
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial m$
Graus de liberdade	Infinito

→ Resolução da balança

Estimativa	Metade do valor de resolução da balança
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Retangular
Divisor	$\sqrt{3}$
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial m$
Graus de liberdade	Infinito

Para método AB ou ABBA

→ Incerteza dos padrões de massa

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração dos pesos ( $U_{\text{pesos}}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de acordo com o certificado de calibração dos pesos
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial m$
Graus de liberdade	Infinito

→ Resolução da balança

Estimativa	Metade do valor de resolução da balança
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Triangular
Divisor	$\sqrt{6}$
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial m$
Graus de liberdade	Infinito

→ Excentricidade

Estimativa	Maior valor de excentricidade no certificado de calibração da balança
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Retangular
Divisor	$\sqrt{3}$
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial m$
Graus de liberdade	Infinito

▪ Incerteza na Medição da Massa Específica da Água

Estimativa	Incerteza da medição da massa específica da água ( $U_{\text{massa esp.}}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de conforme calculado
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial \rho_a$
Graus de liberdade	Infinito

▪ Incerteza da Massa Específica do Ar

Estimativa	Incerteza da massa específica do ar calculada ( $U_{\text{ar.}}$ ), ver item 6.12.1
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de conforme calculado
Coefficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial \rho_{\text{ar}}$
Graus de liberdade	Infinito

▪ **Dúvida no Coeficiente de Expansão Volumétrica do Material da Medida**

Estimativa	“zero” quando se conhece exatamente o valor; caso contrário adotar como estimativa $5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Retangular
Divisor	$\sqrt{3}$
Coeficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial \gamma$
Graus de liberdade	Infinito

▪ **Incerteza do Termômetro da Água**

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do termômetro ( $U_{\text{term}}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de acordo com o certificado de calibração do termômetro
Coeficiente de sensibilidade	$\partial V_{20} / \partial t$
Graus de liberdade	Infinito

### 6.6 Incerteza Padrão $u(x_i)$

A incerteza padrão,  $u(x_i)$  pode ser entendida obtida pela razão entre a *estimativa* e o *divisor*:

$$u(x_i) = \frac{\text{estimativa}}{\text{divisor}}$$

### 6.7 Contribuição para Incerteza Padrão $u_i(y)$

A contribuição para incerteza padrão,  $u_i(y)$  pode ser entendida obtida pelo produto entre a *incerteza padrão* –  $u(x_i)$  e o *coeficiente de sensibilidade* -  $c_i$ :

$$u_i(y) = u(x_i) \times c_i$$

### 6.8 Graus de Liberdade Efetivos ( $v_{\text{eff}}$ )

Os graus de liberdade efetivos podem ser estimados a partir da fórmula de Welch-Satterthwaite, abaixo:

$$v_{\text{eff}} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{v_i}}$$

### 6.9 Fator de Abrangência (k)

O fator de abrangência pode ser calculado pelo Excel, utilizando a função estatística 'INVT', para o nível de confiança estabelecido e dado o número de graus de liberdade efetivos. Para uma probabilidade de 95,45%, e dado  $v_{\text{eff}}$  como sendo o número de graus de liberdade efetivos, tem-se na célula do Excel onde deverá aparecer o valor de k: =INVT(0,0455;  $v_{\text{eff}}$ )

### 6.10 Incerteza Padrão Combinada

A incerteza padrão combinada ( $u_c$ ) será igual a raiz quadrada da soma quadrática de todas as contribuições para incerteza padrão ( $u_i(y)$ ).

### 6.11 Incerteza Expandida

Finalmente, a incerteza expandida é dada pelo produto entre a incerteza padrão combinada e o fator de abrangência.

$$U = \pm u_c \times k$$

### 6.12 Incerteza de Medição na Determinação da Massa Específica do Ar

6.12.1 Para determinação da incerteza de medição da massa específica do ar, deve-se adotar o mesmo roteiro apresentado anteriormente, devendo ser consideradas as seguintes contribuições:

#### ▪ Incerteza do Termômetro do Ar

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do termômetro ( $U_{T_{ar}}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de acordo com o certificado de calibração do termômetro
Coefficiente de sensibilidade	$\partial \rho_{ar} / \partial T_{ar}$
Graus de liberdade	Infinito

#### ▪ Incerteza do Barômetro

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do barômetro ( $U_P$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de k, de acordo com o certificado de calibração do barômetro
Coefficiente de sensibilidade	$\partial \rho_{ar} / \partial P$
Graus de liberdade	Infinito

▪ Incerteza do Higrômetro (ou Higrógrafo)

Estimativa	Incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do higrômetro ou higrógrafo ( $U_{UR}$ )
Tipo	B
Distribuição de probabilidade	Normal
Divisor	Valor de $k$ , de acordo com o certificado de calibração do higrômetro ou higrógrafo
Coeficiente de sensibilidade	$\partial \rho_{ar} / \partial UR$
Graus de liberdade	Infinito

**6.12.2** Como todos os graus de liberdade tendem ao infinito (avaliações do tipo B), o valor de  $k$  pode ser tomado como igual a 2.

---