

METROSUL IV – IV Congresso Latino-Americano de Metrologia
“A METROLOGIA E A COMPETITIVIDADE NO MERCADO GLOBALIZADO”
09 a 12 de Novembro, 2004, Foz do Iguaçu, Paraná – BRASIL
Rede Paranaense de Metrologia e Ensaio

METROLOGIA EM VÁCUO
SUPORTE PARA O SETOR INDUSTRIAL E PARA A QUALIFICAÇÃO DE PRODUTOS DA ÁREA DE
PESQUISA E DESENVOLVIMENTO

Luiz Henrique Paraguassu¹, Márcio Antonio Aparecido Santana²,
Paulo Roberto Guimarães Couto¹, Marcos Fiorio Gama Lobo².

¹ Inmetro / Dimci / Dimec / Lapre, Rio de Janeiro, Brasil

² INPE / LIT, São José dos Campos, Brasil

RESUMO: Em uma economia mundial cada vez mais globalizada, os países procuram se agrupar em blocos econômicos, objetivando facilitar e implementar as suas relações comerciais. Para que estas ações ocorram efetivamente é importante o reconhecimento entre os respectivos sistemas metrológicos desses blocos econômicos. A premissa básica para a existência do reconhecimento entre os sistemas metrológicos é a existência da compatibilidade entre os resultados de medição dos sistemas. Existem documentações internacionais que padronizam a elaboração de um resultado de medição, sem as quais os resultados não teriam a propriedade da comparabilidade. O resultado de medição é um parâmetro de comercialização que preconiza o reconhecimento entre os sistemas metrológicos, a fim de superar barreiras técnicas e facilitar a comercialização dos produtos. Conseqüentemente, o reconhecimento mútuo é vital para o estabelecimento do livre comércio. Se um resultado de medição não tem os seus limites de incerteza adequados à especificação de um produto ou à uma tolerância de processo, não será possível a efetivação da comercialização de um produto. Isto ocorrendo, resulta certamente na perda de divisas para os países envolvidos na transação comercial. Quando um país não tem uma cultura metrológica, pode ocorrer um elevado percentual de perdas em relação ao seu produto interno bruto e que em grande parte se deve aos aspectos metrológicos mencionados a seguir: a) erro vs qualidade do produto b) Instrumentação com classe de exatidão inadequada a tolerância do processo e c) Incerteza de Medição. [8]

O resultado de medição também é um parâmetro de avaliação da qualidade de um produto. A grandeza pressão é empregada na maioria dos processos industriais. O seu resultado de medição deve ter confiabilidade metrológica e níveis de incerteza adequados à tolerância do respectivo processo do produto. A grandeza pressão é aplicada principalmente aos processos das áreas industriais geradoras de divisas tais como: petroquímica,

siderurgia, semicondutores, automobilística, biomédica, instrumentação, aeroespacial, etc, conforme demonstrada a demanda, de acordo com a Fig.1.

A responsabilidade por prover rastreabilidade em pressão no Brasil é do Inmetro, através do seu Laboratório de Pressão – Lapre. O Lapre atua na faixa de medição de $1,0 \text{ E}^{-6} \text{ Pa}$ a 350 MPa, com incertezas de 3,5 % a 0,006 % ($k=2,00$) para uma probabilidade de abrangência de 95,45 %.

A área de vácuo no Inmetro teve seu marco com a aprovação do Projeto TIB/PADCT II no ano de 1996 e vem desde esta data se estruturando para atender as exigências técnicas, de tal forma a fornecer rastreabilidade para os laboratórios nacionais, tanto no setor industrial como na área de P&D.

Deste esforço tem-se como resultado em 2004 a acreditação (credenciamento) do primeiro laboratório de vácuo da Rede Brasileira de Calibração (RBC) pertencente ao Instituto de Pesquisas Espaciais (INPE) - Laboratório de Integração e Teste (LIT), acreditado para realizar calibrações de medidores de alto vácuo.

Este artigo tem por objetivo abordar especificamente a faixa de vácuo ($1,0 \text{ E}^{-6} \text{ Pa}$ a 100 kPa) do Lapre e também apresentar o panorama atual da metrologia de alto vácuo no País. Desde sua rastreabilidade até a sua capacitação laboratorial. Também visa harmonizar metodologias de medição implementadas com a acreditação do LIT/INPE, visando à comparabilidade e compatibilidade entre resultados de medição, ferramenta capital para a existência de um mútuo reconhecimento entre sistemas metrológicos.

Adicionalmente, se abordará a necessidade e importância da ampliação do número de usuários e laboratórios acreditados para a área de alto vácuo, de forma que se estabeleça no País uma uniformização dos processos de medição, a fim de atender os requisitos da norma NBR ISO/IEC 17025:2001 (Requisitos gerais para competência de laboratórios de calibração e/ou ensaios).

PALAVRAS CHAVE: Vácuo, metrologia, acreditação.

Calibrações na Área de Vácuo por Ramo de atividade
 Fonte: INPE jan./2001 ~ ago./2004

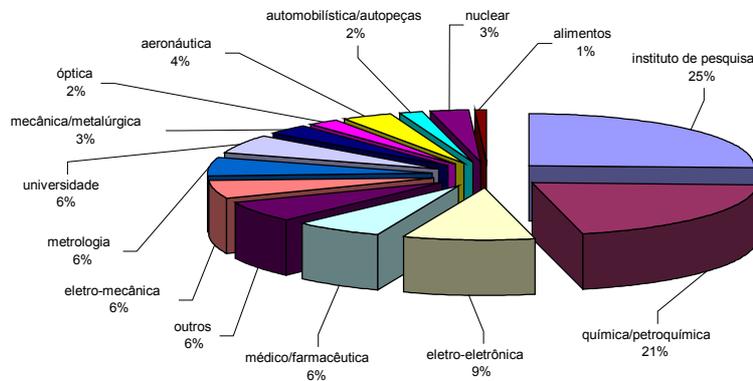


Fig. 1 – Demanda de solicitação de serviço de calibração de sensores/medidores de vácuo por área, em percentagem.

1. LABORATÓRIO DE PRESSÃO – INMETRO

Vinculado à Divisão de Metrologia Mecânica do Inmetro, o Laboratório de Pressão (Lapre) é responsável pela realização e manutenção da unidade de Pressão (pascal) do *Système International d'Unités* (SI) no País. No desempenho de sua missão institucional, o Lapre é também responsável pela disseminação dessa unidade para os laboratórios acreditados que integram a Rede Brasileira de Calibração (RBC), assegurando-lhes rastreabilidade internacional. Neste sentido, como estratégico instrumento de descentralização e fortalecimento da infra-estrutura de serviços básicos para a qualidade e competitividade, em atendimento à demanda dos laboratórios acreditados de calibração e de ensaios e laboratórios de Metrologia Legal supervisionados pelo Inmetro.

O Lapre por exigências internacionais (ISO/IEC 17025:2001) e em atendimento aos requisitos do acordo de reconhecimento mútuo (*Mutual Recognition Agreement - MRA*) se submete periodicamente à avaliações externas internacionais (*Peer Review*), a fim de verificar "in loco" a adequação da melhor capacidade de medição declarada no apêndice C do BIPM (Bureau Internacional de Pesos e Medidas).

Os serviços de calibração disponibilizados para os usuários da grandeza pressão são:

- i) Calibração de medidores em alto-vácuo.
- ii) Calibração de barômetro e altímetro.

- iii) Calibração de manômetro de coluna líquida.
- iv) Calibração de balança de pressão.
- v) Calibração de transdutores de pressão
- vi) Calibração de manômetro, manovacuômetro e vacuômetro.



Fig. 2 – Sistema de calibração de alto vácuo Lapre/Inmetro

2. LABORATÓRIO DE INTEGRAÇÃO E TESTES – INPE

O Laboratório de Integração e Testes - LIT, do INPE, através dos Laboratórios Vácuo-Térmico e Metrologia Física (temperatura, umidade, vácuo e vibração) está capacitado para realizar ensaios em alto vácuo para qualificação de componentes e de sistemas na área aeroespacial.

Para a realização de ensaios vácuo-térmicos, o laboratório dispõe de várias câmaras, inclusive com dimensões para testes de satélites integrados. Na Fig. 3 temos a preparação do ensaio do satélite CBERS 2 (*China Brazilian Earth Resources Sattelite*).

O Laboratório de Metrologia Física mantém os padrões de referência (*Spinning Rotor Gauge, Ion Gauge e Capacitance Diaphragm Gauges*) rastreados ao Inmetro/ Lapre, assegurando a confiabilidade metrológica dos ensaios vácuo-térmicos realizados na montagem, integração e teste de satélites e outros subsistemas da área aeroespacial, estendendo a prestação de serviços de calibração de padrões e instrumentos, ensaios vácuo-térmicos e teste de vazamento para o setor produtivo e também para outros institutos de pesquisa.



Fig. 3 – Ensaio vácuo-térmico no satélite CBERS 2 (Satélite Sino Brasileiro de Recursos Terrestres)

O LIT vem contribuindo desde 1987, prestando serviços de calibração de sensores e medidores de vácuo, inicialmente com rastreabilidade ao DKD (*Deutscher Kalibrierdienst*) e a partir de 1997 ao Inmetro [1].

O sistema de calibração de vácuo foi construído em conformidade com a norma DIN 28418 [2], e o método utilizado é o de comparação direta a um padrão de referência [2-3].



Fig. 4 – Sistema de Calibração de Vácuo do INPE / LIT

3. ACREDITAÇÃO (CREDENCIAMENTO)

O Laboratório de Metrologia Física (temperatura, umidade, vácuo e vibração) do LIT foi acreditado em 2004 junto à RBC (Rede Brasileira de Calibração) na área de pressão, de acordo com a norma NBR ISO/IEC (17025:2001) (Requisitos gerais para competência de laboratórios de calibração e/ou ensaios). A acreditação representa o reconhecimento formal da competência do laboratório para realizar calibrações na área de pressão, em especial, na área de alto vácuo.

Com esta concessão de acreditação, o LIT torna-se o primeiro laboratório acreditado na faixa de alto-vácuo, com capacitação para a realização de serviços de calibração de transdutores de pressão, vacuômetros a e barômetros analógicos e digitais, na faixa de $1,0 \times 10^{-6}$ Pa até 110 kPa, com incerteza na faixa de 6,60 a 0,23 % ($k=2,00$) para uma probabilidade de abrangência de 95,45 % [4].

4. RASTREABILIDADE

Os padrões de referência da grandeza pressão do Inmetro têm rastreabilidade ao PTB (Physikalische Technische Bundesanstalt) da Alemanha, garantindo a cadeia de rastreabilidade do SI. A rastreabilidade é representada pelo diagrama, conforme a Fig. 5.

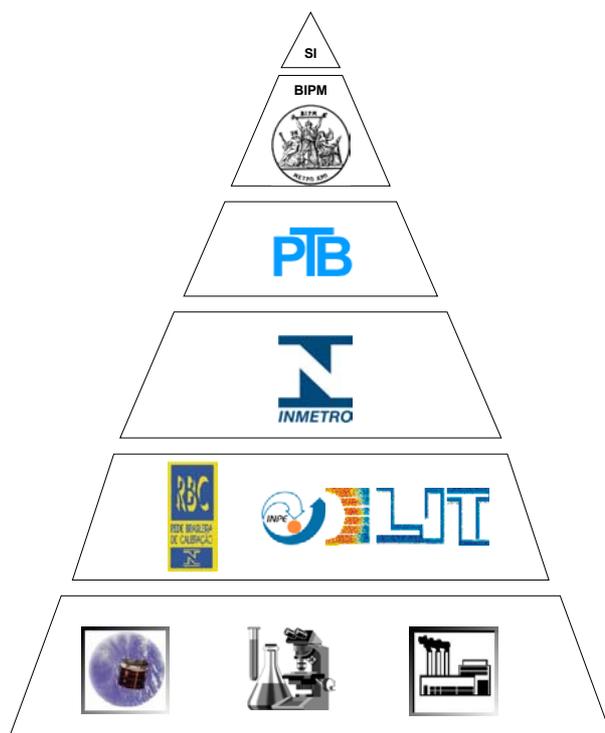


Fig. 5 – Diagrama de rastreabilidade e disseminação da grandeza pressão (vácuo) no País.

5. CONFIABILIDADE E COMPATIBILIDADE DOS RESULTADOS

Vários são os fatores que influenciam na medição de pressão na região de vácuo e alto-vácuo, para os diversos medidores existentes, tais como: verificação de repetitividade e reprodutibilidade, a influência do gás utilizado na medição, estabilidade de zero, contaminações existentes na pressão residual, comportamento do padrão de referência em função do tempo, etc [1-2-3-4-5-6].

Na calibração são relatadas a pressão de referência P_{ref} (valor verdadeiro convencional), a pressão indicada pelo objeto sob calibração P_{ind} , a tensão elétrica medida no objeto (quando aplicável), a incerteza de medição e o erro relativo (e), conforme demonstrado na Equação 1. Com o erro relativo, alguns usuários estão realizando estudos para substituir seus medidores por outros que tenham um princípio de funcionamento mais adequado na faixa de operação do seu sistema ou processo.

$$e(\%) = \frac{P_{ind} - P_{ref}}{P_{ref}} \quad (1)$$

Para assegurar a confiabilidade e compatibilidade dos resultados na disseminação da grandeza pressão, na faixa de vácuo, e disponibilizar maiores informações aos usuários de sensores/medidores de vácuo, os laboratórios de metrologia do Inmetro e do INPE (RBC) estão realizando uma comparação laboratorial.

O intercâmbio técnico entre o Inmetro e o INPE é importante pela complementação das suas capacitações laboratoriais, de forma a ampliar a abrangência de particularidades de cada instituição. O processo de integração seguindo as práticas internacionais está em fase de conclusão, com uma comparação bilateral entre as instituições empregando como padrão itinerante um medidor cátodo frio Fig 6. Com o objetivo de confirmar a compatibilidades dos resultados de medição efetuados por ambos. Inicialmente será utilizada a Equação 2, do erro normalizado para comparar os resultados.

$$EN = \frac{|P_{ind} - P_{ref}|}{\sqrt{U_{ind}^2 + U_{ref}^2}} \quad (2)$$

Posteriormente, ações serão tomadas para ampliar a comparação laboratorial do medidor catodo frio no âmbito do SIM (Sistema Interamericano de Metrologia), através do CENAM (Centro Nacional de Metrologia), a fim de ampliar a comparabilidade dos resultados de medição.

Também está sendo programada uma nova comparação laboratorial com um medidor cátodo quente que possui um melhor nível de exatidão.



Fig. 6 – Instrumento utilizado na comparação

6. CONCLUSÃO

Pela tendência de aumento na demanda de calibrações de medidores de vácuo, é necessário tomar algumas ações num período curto de tempo para acompanhar as novas necessidades de mercado:

- i) Duplicação dos padrões de referência.
- ii) Estudo da periodicidade de recalibração, objetivando estabelecer a frequência mais adequada de calibração para os medidores de vácuo.
- iii) Ampliação do escopo de serviços acreditados pelo Cgcre/Inmetro para calibrações de medidores de vácuo em campo e ensaios.
- iv) Acreditação de outros laboratórios na área de vácuo.
- v) Conscientização da cultura metrológica aos usuários da tecnologia de vácuo quanto da importância da rastreabilidade nas medições.
- vi) Confirmação das especificações técnicas dos diferentes instrumentos de vácuo em função dos seus níveis de exatidão.
- vii) Atualização da Melhor Capacidade de Medição.

“UM PAÍS SE FAZ DE HOMENS, LIVROS E METROLOGIA”.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às equipes dos laboratórios Lapre, Mtf e Vácuo-Térmico pelo apoio técnico. Ao Inmetro e INPE pela viabilização das atividades. À Dicla/Cgcre pelas orientações no processo de acreditação. Também é importante registrar a integração e sinergia entre Inmetro e INPE.

REFERÊNCIAS

- [1] SUTÉRIO, Ricardo, DANIEL, João Carlos da S., OLIVEIRA, Jackson da S., CINELLI, Leonardo R. **"Avaliação Metrológica de Padrões de Vácuo e a Influência do Tempo de Uso"**, METROLOGIA 2000, São Paulo, dezembro de 2000.
- [2] DIN 28418 – **"Standard Method for Vacuum Gage Calibration by Direct Comparison with a Reference Vacuum Gage"** – DIN – *Deutsches Institut für Normung*, 1976.
- [3] NASH, P. J., THOMPSON, T. J. **"A System for Vacuum Gage Calibration Using the Comparison Technique"**, *American Vacuum Society, Journal of Vacuum Science and Technology*, v.1, n.2, p. 172-174, Apr./Jun.,1983.
- [4] SANTANA Márcio A. A., GUIMARÃES, Patrícia L. O. **"Melhor Capacidade de Medição do Laboratório de Metrologia Física na Calibração de Instrumentos de Medição de Pressão"**, INPE – LIT29-LIT09-RG-012, , São José dos Campos, SP, 01 de julho de 2002.
- [5] HYLAND, R. W., TILFORD, C. R. **"Zero Stability and Calibration Results for a Group of Capacitance Diaphragm Gages"**, *American Vacuum Society, Journal of Vacuum Science and Technology*, v.3, n.3, p. 1731-1737, May./Jun.,1985.
- [6] HUBER, W. K., MÜLLER, N., RETTINGHAUS, G., **"Total and Partial Pressure Measurement in the Low 10^{-12} mbar Range"**, *VACUUM*, v.41, n.7/9, p. 2103-2105,1990.
- [7] COUTO,Paulo R. G. , FRAKLIN Túlio P. , JACKSON da S. Oliveira , CINELLI Leonardo R. **"Apresentação das Planilhas de Incerteza de Todos os Serviços de Calibração realizados pelo Laboratório de Pressão do Inmetro"**, METROLOGIA 2000, São Paulo, dezembro de 2000.
- [8] COUTO,Paulo R. G. , MONTEIRO LC **"A Função de uma Laboratório de Acordo com o Contexto de Globalização"** METROLOGIA 2000, São Paulo, dezembro de 2000.

AUTORES: Mestre, Luiz Henrique Paraguassu, Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, Divisão de Mecânica, Av. Nossa Senhora das Graças, n.º 50, CEP: 25250-020, Xerém - Duque de Caxias, RJ, Brasil, telefone: (21)2679-9042, fax: (21)2679-1505, e-mail: paraguassu@inmetro.gov.br.

Mestrando, Paulo Roberto Guimarães Couto, Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, Divisão de Mecânica, Av. Nossa Senhora das Graças, n.º 50, CEP: 25250-020, Xerém - Duque de Caxias, RJ, Brasil, telefone: (21)2679-9042, fax: (21)2679-1505, e-mail: prcoutho@inmetro.gov.br.

Mestre, Márcio Antonio Aparecido Santana, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Laboratório de Integração e Testes, Av. dos Astronautas, n.º 1758, Caixa Postal 515, CEP: 12227-010, São José dos Campos, SP, Brasil, telefone: (12)3945-6274/6318, fax: (12)3941-1884, e-mail: marcio@lit.inpe.br.

Técnico Metrologista, Marcos Fiorio Gama Lobo, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Laboratório de Integração e Testes, Av. dos Astronautas, n.º 1758, Caixa Postal 515, CEP: 12227-010, São José dos Campos, SP, Brasil, telefone: (12)3945-6318, fax: (12)3941-1884, e-mail: marcos.lobo@lit.inpe.br.