

ACREDITAÇÃO DO LABORATÓRIO DE METROLOGIA DA FRILABO PARA ENSAIOS E CALIBRAÇÕES EM TEMPERATURAS

Jorge Miguel Pinto Pereira da Silva



Instituto Superior de
Engenharia do Porto



Departamento de Física

Mestrado em Engenharia de Instrumentação e Metrologia

2016

Dissertação/Projeto/Estágio elaborado e apresentado ao Instituto Superior de Engenharia do Porto para obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Instrumentação e Metrologia.

Candidato: Jorge Miguel Pinto Pereira da Silva, Nº 1080371, 1080371@isep.ipp.pt

Orientação académica: Elisabete Maria da Silva Marques Nogueira, EMN@isep.ipp.pt

Supervisão na empresa: Helder Neto, Helder.Neto@frilabo.pt



Departamento de Física

Mestrado em Engenharia de Instrumentação e Metrologia

2016

Agradecimentos

Deixo aqui o meu agradecimento às pessoas que me ajudaram e acompanharam neste projeto, bem como na escrita deste documento.

À minha orientadora no ISEP, Professora Elisabete Nogueira, por todo o seu apoio e disponibilidade ao longo e após o estágio.

Ao meu orientador na empresa, Hélder Neto, responsável técnico do Serviço de Assistência Técnica da Frilabo, pelo apoio que me deu ao longo deste processo.

À Anna Girolletti, responsável técnica do Laboratório de Metrologia da Frilabo, pela oportunidade que me proporcionou, bem como todo o seu apoio e disponibilidade.

Por último, mas não menos importantes, aos Professores do ISEP Carlos Sousa e Fátima Coelho, pelo apoio e entrega em todas as questões e esclarecimento de dúvidas ao longo deste projeto.

“I often say that when you can measure what you are speaking about, and express it in numbers, you know something about it; but when you cannot measure it, when you cannot express it in numbers, your knowledge is of a meagre and unsatisfactory kind.”

“What is not defined, you cannot measure. What is not measured, it cannot improve. What is not improving, degrades forever.”

Lord Kelvin

“I can live with doubt and uncertainty and not knowing. I think it is much more interesting to live not knowing than to have answers that might be wrong.”

Richard Feynman

“It is better to be roughly right than precisely wrong.”

John Keynes

Resumo

O trabalho desenvolvido centrou-se na preparação da acreditação NP EN ISO/IEC 17025 do Laboratório de Metrologia da empresa Frilabo para prestação de serviços na área das temperaturas, no ensaio a câmaras térmicas e na calibração de termómetros industriais.

Considerando o âmbito do trabalho desenvolvido, são abordados nesta tese conceitos teóricos sobre temperatura e incertezas bem como considerações técnicas de medição da temperatura e cálculo de incertezas. São também referidas considerações sobre os diferentes tipos de câmaras térmicas e termómetros.

O texto apresenta os documentos elaborados pelo autor sobre os procedimentos de ensaio a câmaras térmicas e respetivo procedimento de cálculo da incerteza. Também estão presentes neste texto documentos elaborados pelo autor sobre os procedimentos de calibração de termómetros industriais e respetivo procedimento de cálculo da incerteza.

Relativamente aos ensaios a câmara térmicas e calibração de termómetros o autor elaborou os fluxogramas sobre a metodologia da medição da temperatura nos ensaios, a metodologia de medição da temperatura nas calibrações, e respetivos cálculos de incertezas.

Nos diferentes anexos estão apresentados vários documentos tais como o modelo de folha de cálculo para tratamento de dados relativos ao ensaio, modelo de folha de cálculo para tratamento de dados relativo às calibrações, modelo de relatório de ensaio, modelo de certificado de calibração, folhas de cálculo para gestão de clientes/equipamentos e numeração automática de relatórios de ensaio e certificados de calibração que cumprem os requisitos de gestão do laboratório. Ainda em anexo constam todas as figuras relativas à monitorização da temperatura nas câmara térmicas como também as figuras da disposição dos termómetros no interior das câmaras térmicas.

Todas as figuras que aparecem ao longo do documento que não estão referenciadas são da adaptação ou elaboração própria do autor.

A decisão de alargar o âmbito da acreditação do Laboratório de Metrologia da Frilabo para calibração de termómetros, prendeu-se com o facto de que sendo acreditado como laboratório de ensaios na área das temperaturas, a realização da rastreabilidade dos padrões de medida internamente, permitiria uma gestão de recursos otimizada e rentabilizada.

A metodologia da preparação de todo o processo de acreditação do Laboratório de Metrologia da Frilabo, foi desenvolvida pelo autor e está expressa ao longo do texto da tese incluindo dados relevantes para a concretização da referida acreditação nos dois âmbitos.

A avaliação de todo o trabalho desenvolvido será efetuada pelo o organismo designado IPAC (Instituto Português de Acreditação) que confere a acreditação em Portugal. Este organismo irá auditar a empresa com base nos procedimentos desenvolvidos e nos resultados obtidos, sendo destes o mais importante o Balanço da Melhor Incerteza (BMI) da medição também conhecido por Melhor Capacidade de Medição (MCM), quer para o ensaio às câmaras térmicas, quer para a calibração dos termómetros, permitindo desta forma complementar os serviços prestados aos clientes fidelizados à Frilabo.

As câmaras térmicas e os termómetros industriais são equipamentos amplamente utilizados em diversos segmentos industriais, engenharia, medicina, ensino e também nas instituições de investigação, sendo um dos objetivos respetivamente, a simulação de condições específicas controladas e a medição de temperatura. Para entidades acreditadas, como os laboratórios, torna-se primordial que as medições realizadas com e nestes tipos de equipamentos ostentem confiabilidade metrológica¹, uma vez que, resultados das medições inadequados podem levar a conclusões equivocadas sobre os testes realizados.

Os resultados obtidos nos ensaios a câmaras térmicas e nas calibrações de termómetros, são considerados bons e aceitáveis, uma vez que as melhores incertezas obtidas, podem ser

¹ Confiabilidade metrológica – Capacidade de ter confiança nos resultados obtidos através de medições.

comparadas, através de consulta pública do Anexo Técnico do IPAC, com as incertezas de outros laboratórios acreditados em Portugal.

Numa abordagem mais experimental, pode dizer-se que no ensaio a câmaras térmicas a obtenção de incertezas mais baixas ou mais altas depende maioritariamente do comportamento, características e estado de conservação das câmaras, tornando relevante o processo de estabilização da temperatura no interior das mesmas.

A maioria das fontes de incerteza na calibração dos termómetros são obtidas pelas características e especificações do fabricante dos equipamentos, que se traduzem por uma contribuição com o mesmo peso para o cálculo da incerteza expandida (a exatidão de fabricante, as incertezas herdadas de certificados de calibração, da estabilidade e da uniformidade do meio térmico onde se efetuam as calibrações).

Na calibração dos termómetros as incertezas mais baixas obtêm-se para termómetros de resoluções mais baixas. Verificou-se que os termómetros com resolução de 1°C não detetavam as variações do banho térmico. Nos termómetros com resoluções inferiores, o peso da contribuição da dispersão de leituras no cálculo da incerteza, pode variar consoante as características do termómetro. Por exemplo os termómetros com resolução de 0,1°C, apresentaram o maior peso na contribuição da componente da dispersão de leituras.

Pode concluir-se que a acreditação de um laboratório é um processo que não é de todo fácil. Podem salientar-se aspetos que podem comprometer a acreditação, como por exemplo a má seleção do ou dos técnicos e equipamentos (má formação do técnico, equipamento que não seja por exemplo adequado à gama, mal calibrado, etc...) que vão efetuar as medições. Se não for bem feita, vai comprometer todo o processo nos passos seguintes.

Deve haver também o envolvimento de todos os intervenientes do laboratório, o gestor da qualidade, o responsável técnico e os técnicos, só assim é que é possível chegar à qualidade pretendida e à melhoria contínua da acreditação do laboratório. Outro aspeto importante na preparação de uma acreditação de um laboratório é a pesquisa de documentação necessária e adequada para poder tomar decisões corretas na elaboração dos procedimentos conducentes à referida. O laboratório tem de mostrar/comprovar através de registos a sua competência.

Finalmente pode dizer-se que competência é a palavra chave de uma acreditação, pois ela manifesta-se nas pessoas, equipamentos, métodos, instalações e outros aspetos da instituição a que pertence o laboratório sob acreditação.

Palavras-Chave: *Câmaras Térmicas, Termómetros, Ensaio, Calibração, Temperatura, Metrologia, Padrão, Rastreabilidade, Uniformidade Térmica, Estabilidade Térmica, Incerteza, Acreditação, NP EN ISO/IEC 17025.*

Abstract

The developed work was focused on the accreditation NP EN ISO / IEC 17025 of the Frilabo Metrology Laboratory to provide services in the field of temperatures, in the thermal chambers test and calibration of industrial thermometers.

Considering the scope of this work, are discussed in this thesis theoretical concepts of temperature and uncertainties as well as technical considerations of temperature measurement and calculation uncertainties. They are also referred to considerations about the different types of thermometers and thermal chambers.

The text presents the documents prepared by the author on the procedures to test thermal chambers and respective uncertainty calculation procedure. They are also present in the text documents drawn up by the author of the industrial thermometers calibration procedures and respective uncertainty calculation procedure.

For the thermal chambers tests and thermometers calibration the author elaborated the flowcharts about temperature measurement methodology in testing, temperature measurement methodology in calibration, and respective calculations of uncertainty.

The various annexes are presented several documents such as spreadsheet model for tests data analysis, spreadsheet model calibrations data analysis, model for test report template, model for calibration certificate template, spreadsheet models for customer/equipment management and automatic numbering of test reports and calibration certificates regarding to laboratory management requirements. Still attached there is all the figures relating to the temperature monitoring in the thermal chambers as well as the figures relating to thermometers disposition inside the thermal chambers.

All figures that appear throughout the document that are not referenced are the adaptation or the author's own elaboration.

The decision to extend the scope of accreditation of Frilabo Metrology Laboratory for thermometers calibration, caught up with the fact that being accredited as a testing laboratory in the field of temperature, achieving traceability of internal measurement standards, allow a optimized management resources.

The methodology of the preparation of the entire accreditation process of the Frilabo Metrology Laboratory, was developed by the author and is expressed throughout the text of the thesis the relevant data for the realization of such accreditation in two areas.

The evaluation of all the developed work will be carried out by the agency appointed IPAC (Portuguese Institute of Accreditation) which provides accreditation in Portugal. This accreditation organism will audit the company on the basis of developed procedures and the achieved results, and of these the most important to Balance the Best Uncertainty (BMI) measurement also known as Best Measurement Capability (MCM), or for testing the thermal chambers, or for the calibration of thermometers, thus allowing complement the services provided to loyal customers loyal to Frilabo.

The thermal cameras and industrial thermometers are widely used in various industries, engineering, medicine, teaching and also research institutions, one of the goals respectively, the simulation of specific controlled conditions and temperature measurement. For accredited entities, such as laboratories, it is essential that the measurements taken with and in this types of equipment bearing metrological reliability, since inadequate results of measurements can lead to erroneous conclusions about the realised tests.

The results obtained in thermal chambers test and thermometers calibration, are considered good and acceptable, since the best uncertainties obtained can be compared through public consultation of the IPAC Technical Annex, with the uncertainties of other accredited laboratories in Portugal.

In a more experimental approach, we can say that in thermal chambers test to obtain lower or higher uncertainty mainly depends on the behavior, characteristics and chambers conservation state, concerning which the temperature stabilization process inside the same.

Most sources of uncertainty in the thermometers calibration are obtained by the characteristics and the equipment manufacturer's specifications, which amount to a

contribution of the same weight in calculating the expanded uncertainty (accuracy manufacturer, uncertainties inherited calibration certificates, stability and uniformity of the thermal environment where the calibrations are carried out).

In thermometers calibration lower uncertainties are obtained for lower thermometers resolutions. It was found that the thermometers with a resolution of 1°C do not detect variations in the thermal bath. In thermometers with lower resolutions, the weight of the contribution readings dispersion in the calculation of uncertainty, may vary depending on the thermometer characteristics. For example, thermometers with a resolution of 0.1°C, are the heaviest weight in the readings dispersion component of the contribution.

It can be concluded that a laboratory accreditation is a process that is not at all easy. Aspects can be noted that may compromise the accreditation, such as poor selection in the technicians and equipment (untrained technician, equipment which is not suitable for example to the range, poorly calibrated, etc ...) that will perform the measurements. If not done well, it will compromise the whole process in the following steps.

There must also be the involvement of all laboratory workers, quality manager, technical manager and technicians, only then is it possible to reach the required quality and continuous improvement of laboratory accreditation. Another important aspect in the preparation of a laboratory accreditation is the search of a necessary and proper documentation to be able to make correct decisions in the preparation of procedures leading to that. The laboratory has to show/prove by records its competence.

Finally it can be said that competence is the keyword of an accreditation, as it manifests itself in people, equipment, methods, installations and other aspects of the institution to which it belongs under the laboratory accreditation.

Keywords: *Thermal Chambers, Thermometers, Test, Calibration, Temperature, Metrology, Standard, Traceability, Thermal Uniformity, Thermal Stability, Uncertainty, Accreditation, NP EN ISO/IEC 17025.*

Índice de conteúdo

AGRADECIMENTOS	I
RESUMO	V
ABSTRACT	IX
ÍNDICE DE CONTEÚDO	XII
ÍNDICE DE FIGURAS	XVII
ÍNDICE DE TABELAS	XXV
ACRÓNIMOS	XXIX
1. INTRODUÇÃO	1
1.1.MOTIVAÇÃO E CONTEXTUALIZAÇÃO	1
1.2.OBJETIVOS	2
1.3.CALENDARIZAÇÃO.....	3
1.4.ORGANIZAÇÃO DO DOCUMENTO	4
2. ESTADO DE ARTE.....	7
2.1.ORGANISMOS DE ACREDITAÇÃO	7
2.2.REFERENCIAL TÉCNICO	8
3. METROLOGIA E QUALIDADE NA MEDIÇÃO	21
3.1.OS NÍVEIS DE ATUAÇÃO DA METROLOGIA	21
3.2.TERMINOLOGIA MAIS IMPORTANTE PARA ESTE PROJETO.....	23
3.3.RASTREABILIDADE DOS PADRÕES DE MEDIÇÃO	29
3.4.ÍNCERTEZA NA MEDIÇÃO.....	32
3.5.FONTES DE ÍNCERTEZA	33
4. TEMPERATURA, TERMÓMETROS E CÂMARAS TÉRMICAS	43
4.1.ESCALAS DE TEMPERATURA.....	44

4.2.A ESCALA INTERNACIONAL DE TEMPERATURA DE 1990 (ITS-90)	45
4.3.MEDIÇÃO DE TEMPERATURA	46
4.4.CÂMARAS TÉRMICAS	60
5. PROCESSO DE ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS – NP EN ISO/IEC 17025	70
5.1.ORGANISMO NACIONAL DE ACREDITAÇÃO	72
5.2.RECONHECIMENTO DE UMA ENTIDADE ACREDITADA.....	73
5.3.NORMA NP EN ISO/IEC 17025	76
6. LABORATÓRIO DE METROLOGIA DA FRILABO – PREPARAÇÃO DA ACREDITAÇÃO DO ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS.....	83
6.1.EQUIPAMENTO E <i>SOFTWARE</i> UTILIZADOS	84
6.2.PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS	89
6.3.PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DE INCERTEZAS DE ENSAIO	101
6.4.RESULTADOS	105
6.5.ESTIMATIVA DA MELHOR INCERTEZA DE MEDIÇÃO (MCM)	119
6.6.ENSAIO DE APTIDÃO.....	131
7. LABORATÓRIO FRILABO – PREPARAÇÃO DA ACREDITAÇÃO DA CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS	137
7.1.EQUIPAMENTO E <i>SOFTWARE</i> UTILIZADOS	138
7.2.PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA A CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS INDUSTRIAIS	141
7.3.PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DE INCERTEZAS DE CALIBRAÇÃO	147
7.4.RESULTADOS	153
7.5.ESTIMATIVA DA MELHOR INCERTEZA DE MEDIÇÃO (MCM)	155
8. CONCLUSÕES E PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	161
8.1.CONCLUSÕES.....	161

8.2.PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	171
REFERÊNCIAS DOCUMENTAIS	173
ANEXO A – PROCEDIMENTO INTERNO DESENVOLVIDO PARA O ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS	177
ANEXO B – PROCEDIMENTO INTERNO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DA INCERTEZA NO ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS.....	185
ANEXO C – PROCEDIMENTO INTERNO DESENVOLVIDO PARA O ENSAIO A AUTOCLAVES	189
ANEXO D – PROCEDIMENTO INTERNO DESENVOLVIDO PARA A CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS INDUSTRIAIS.....	197
ANEXO E – PROCEDIMENTO INTERNO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DA INCERTEZA NA CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS INDUSTRIAIS	203
ANEXO F – EXEMPLO DE MODELO DE RELATÓRIO DE ENSAIO DESENVOLVIDO PARA A MAIORIA DAS CÂMARAS TÉRMICAS	207
ANEXO G – EXEMPLO DE MODELO DE RELATÓRIO DE ENSAIO DESENVOLVIDO PARA AS AUTOCLAVES	211
ANEXO H – EXEMPLO DE MODELO DE CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DESENVOLVIDO PARA TERMÓMETROS INDUSTRIAIS	215
ANEXO I – FIGURAS ILUSTRATIVAS RELATIVAS À DISPOSIÇÃO DOS TERMÓMETROS E GRÁFICOS DA MONITORIZAÇÃO DA TEMPERATURA RELATIVOS À MCM NOS ENSAIOS ÀS CÂMARAS TÉRMICAS	219
ANEXO J – EXEMPLO DE FOLHA EM EXCEL DO TRATAMENTO DE DADOS E CÁLCULO DA INCERTEZA ASSOCIADA À MEDIÇÃO DA TEMPERATURA NAS CÂMARAS TÉRMICAS.....	265
ANEXO K – EXEMPLO DE FOLHA EM EXCEL DO TRATAMENTO DE DADOS E CÁLCULO DA INCERTEZA ASSOCIADA À CALIBRAÇÃO DOS TERMÓMETROS INDUSTRIAIS.....	267
ANEXO L – RESULTADOS DA AVALIAÇÃO DO ENSAIO DE APTIDÃO (LAB 13 – FRILABO)	269
ANEXO M – EXEMPLO DE FOLHA DE CÁLCULO DESENVOLVIDA PARA GESTÃO	

DE CLIENTES/EQUIPAMENTOS ENSAIADOS OU CALIBRADOS E NUMERAÇÃO	
AUTOMÁTICA DE RELATÓRIOS DE ENSAIO E CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO	285

Índice de Figuras

Figura 1 Representação do espaço de trabalho delimitado pela disposição dos sensores	10
Figura 2 Termómetro industrial (sensor e equipamento de leitura)	17
Figura 3 Áreas ou níveis de atuação da Metrologia	22
Figura 4 Calibração direta	27
Figura 5 Calibração indireta	27
Figura 6 Rastreabilidade Metrológica – Hierarquia dos padrões de medição	31
Figura 7 Aparência real de um RTD com ligação a 4 fios	47
Figura 8 Variação da resistência de metais com a temperatura	48
Figura 9 Sensor de <i>thin-film</i> ^[22]	51
Figura 10 Sensor de <i>wire wound</i> ^[22]	52
Figura 11 Sensor de <i>coiled element</i> ^[22]	52
Figura 12 Montagem a dois fios ^[20]	53
Figura 13 Montagem a três fios ^[20]	54
Figura 14 Montagem a quatro fios ^[20]	54
Figura 15 Esquema genérico do controlo da temperatura por <i>feed-back</i>	61
Figura 16 Esquema genérico de atuação de um controlador de temperatura de uma câmara térmica (aquecimento)	62
Figura 17 Da esquerda para a direita – frigorífico; congelador; ultra-congelador horizontal (cortesia Frilabo)	63

Figura 18 Estufa (cortesia Frilabo)	64
Figura 19 Incubadora <i>standard</i> (à esquerda) e incubadora multigás (à direita) (cortesia Frilabo)	65
Figura 20 Incubadora neonatal ^[26]	66
Figura 21 Mufla ^[27]	67
Figura 22 Autoclaves usadas no século XIX para esterilização de sacas de transporte de café ^[28]	68
Figura 23 Autoclave mais antiga, mas não desusada (à esquerda); autoclave mais recente com manipulador projetado para permitir a abertura e fecho da tampa com uma só mão (à direita) (cortesia Frilabo)	69
Figura 24 Resumo do processo de acreditação (DRC001)	74
Figura 25 Símbolo IPAC	75
Figura 26 Bandeira IPAC	75
Figura 27 Aspectos da gestão de qualidade e técnica de um laboratório acreditado	76
Figura 28 Um dos 10 sensores Pt100 com ligação a 4 fios da Omega e multímetro da Fluke (cortesia Frilabo)	85
Figura 29 Aspeto da tela de monitorização do Fluke DAQ 6.0 (cortesia Frilabo)	86
Figura 30 <i>Data logger</i> com Pt100 MadgeTech e respetivo interface (cortesia Frilabo)	87
Figura 31 Aspeto da tela do MadgeTech 4 (cortesia Frilabo)	88
Figura 32 Esquema da configuração tetraédrica (a mais usual)	92
Figura 33 Estabilização da temperatura no interior de uma câmara térmica	93

Figura 34 Esquema da disposição dos sensores no interior da autoclave	94
Figura 35 Ciclo de esterilização no interior de uma autoclave	95
Figura 36 Fluxograma da realização do ensaio	99
Figura 37 Imagens da realização de um ensaio – frigorífico (em cima) e autoclave (em baixo) (cortesia Frilabo)	100
Figura 38 Fluxograma do cálculo de incertezas nos ensaios	104
Figura 39 Câmaras térmicas ensaiadas nas instalações da Frilabo e nas instalações dos clientes	105
Figura 40 Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-95 \leq T \leq -70 \text{ }^\circ\text{C}$)	121
Figura 41 Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-70 < T \leq -40 \text{ }^\circ\text{C}$)	121
Figura 42 Estimativa da melhor incerteza – arcas congeladoras ($-40 \leq T \leq 0 \text{ }^\circ\text{C}$)	122
Figura 43 Estimativa da melhor incerteza – frigoríficos ($2 \leq T \leq 14 \text{ }^\circ\text{C}$)	123
Figura 44 Estimativa da melhor incerteza – estufas ($4 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)	124
Figura 45 Estimativa da melhor incerteza – incubadoras ($4 \leq T \leq 37 \text{ }^\circ\text{C}$)	125
Figura 46 Estimativa da melhor incerteza – incubadoras CO ₂ ($T = 37 \text{ }^\circ\text{C}$)	126
Figura 47 Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($50 \leq T \leq 115 \text{ }^\circ\text{C}$)	127
Figura 48 Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($115 < T \leq 135 \text{ }^\circ\text{C}$)	127
Figura 49 Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($-95 \leq T \leq 0 \text{ }^\circ\text{C}$)	128

Figura 50 Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($0 < T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)	128
Figura 51 Estimativa da melhor incerteza – banhos líquidos ($1 \leq T \leq 50 \text{ }^\circ\text{C}$)	129
Figura 52 Disposição dos sensores no ensaio interlaboratorial	132
Figura 53 Sensor padrão (em cima à esquerda), sensor padrão (em cima à direita) e banho seco (em baixo a meio) (cortesia Frilabo)	140
Figura 54 Exemplo de esquema da calibração de um termómetro por comparação a um termómetro padrão	143
Figura 55 Fluxograma da realização da calibração	146
Figura 56 Calibração de termómetros industriais – termómetro padrão (à esquerda), meio térmico (no meio) e termómetro em calibração (à direita) (cortesia Frilabo)	147
Figura 57 Fluxograma do cálculo de incertezas na calibração de termómetros	152
Figura 58 Estimativa da melhor incerteza – resolução de $1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($-95 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)	156
Figura 59 Estimativa da melhor incerteza – resolução de $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($-95 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)	157
Figura 60 Estimativa da melhor incerteza – resolução de $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ ($-95 \leq T < 0 \text{ }^\circ\text{C}$)	158
Figura 61 Estimativa da melhor incerteza – resolução de $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ ($0 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)	158
Figura 62 Estimativa da melhor incerteza – resolução de $0,001 \text{ }^\circ\text{C}$ ($-95 \leq T < 0 \text{ }^\circ\text{C}$)	159

Figura 63 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,001 °C	
($0 \leq T < 140$ °C)	159
Figura 64 Comparação da contribuição da dispersão de leituras nos diferentes tipos de câmaras térmicas	163
Figura 65 Comparação da contribuição da exatidão dos termómetros nos diferentes tipos de câmaras térmicas	163
Figura 66 Comparação da contribuição da calibração dos termómetros nos diferentes tipos de câmaras térmicas	164
Figura 67 Comparação da contribuição da indicação nos diferentes tipos de câmaras térmicas	164
Figura 68 Comparação da contribuição da dispersão de leituras do termómetro em calibração consoante a sua resolução	166
Figura 69 Comparação da contribuição da indicação do termómetro em calibração consoante a sua resolução	167
Figura 70 Comparação da contribuição da dispersão de leituras do termómetro padrão consoante a sua resolução	167
Figura 71 Comparação da contribuição da exatidão do termómetro padrão consoante a sua resolução	168
Figura 72 Comparação da contribuição da incerteza de calibração do termómetro padrão consoante a sua resolução	168
Figura 73 Comparação da contribuição da estabilidade do meio térmico consoante	

a sua resolução	169
Figura 74 Comparação da contribuição da uniformidade do meio térmico consoante	
a sua resolução	169
Figura 75 Mapeamento da arca ultra-congeladora MCM	220
Figura 76 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -95 °C	221
Figura 77 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -80 °C	222
Figura 78 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -70 °C	223
Figura 79 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -40 °C	224
Figura 80 Mapeamento da arca congeladora MCM	225
Figura 81 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -40 °C	226
Figura 82 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -30 °C	227
Figura 83 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -20 °C	228
Figura 84 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar 0 °C	229
Figura 85 Mapeamento do frigorífico MCM	230
Figura 86 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 2 °C	231
Figura 87 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 5 °C	232
Figura 88 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 8 °C	233
Figura 89 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 14 °C	234
Figura 90 Mapeamento da estufa MCM	235
Figura 91 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 4 °C	236
Figura 92 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 25 °C	237

Figura 93 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 72 °C	238
Figura 94 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 140 °C	239
Figura 95 Mapeamento da incubadora MCM	240
Figura 96 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 4 °C	241
Figura 97 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 20 ° C	242
Figura 98 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 25 °C	243
Figura 99 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 37 °C	244
Figura 100 Mapeamento da incubadora de CO ₂ MCM	245
Figura 101 Incubadora CO ₂ – perfil de temperaturas no patamar 37 °C	246
Figura 102 Mapeamento da autoclave MCM	247
Figura 103 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 50 °C	248
Figura 104 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 115 °C	249
Figura 105 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 121 °C	250
Figura 106 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 125 °C	251
Figura 107 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 134 °C	252
Figura 108 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 135 °C	253
Figura 109 Mapeamento do banho seco MCM	254
Figura 110 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar -95 °C	255
Figura 111 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 0 °C	256
Figura 112 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 23 °C	257
Figura 113 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 140 °C	258

Figura 114 Mapeamento do banho líquido MCM	259
Figura 115 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 1 °C	260
Figura 116 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 25 °C	261
Figura 117 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 44 °C	262
Figura 118 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 50 °C	263
Figura 119 Tratamento de dados e cálculo da incerteza – câmaras térmicas	266
Figura 120 Tratamento de dados e cálculo da incerteza – termômetros industriais	268
Figura 121 Gestão de equipamentos/clientes – câmaras térmicas	286
Figura 122 Gestão de equipamentos/clientes – termômetros industriais	287

Índice de Tabelas

Tabela 1 Calendarização do projeto	4
Tabela 2 Organismos de acreditação de outros países	8
Tabela 3 Alguns tipos de fontes de incerteza para a medição ^[3]	34
Tabela 4 Valores do divisor para várias distribuições de probabilidade	37
Tabela 5 Tabela <i>t-Student</i> para uma probabilidade de 95,45%	40
Tabela 6 Especificações para diferentes RTDs ^[20]	50
Tabela 7 Tolerâncias de fabrico (ITS-90)	58
Tabela 8 Algumas características do tipo de sensores mais utilizados	59
Tabela 9 Características mais importantes dos equipamentos utilizados no ensaio às câmaras térmicas	85
Tabela 10 Resumo das incertezas e exatidões dos termómetros usados nos ensaios	86
Tabela 11 Características mais importantes dos equipamentos utilizados no ensaio das autoclaves	87
Tabela 12 Incertezas da calibração dos <i>data loggers</i>	88
Tabela 13 Balanço de incerteza de um termómetro	103
Tabela 14 Arca ultra-congeladora MCM – dados obtidos na gama de -95 a -40 °C	108
Tabela 15 Arca congeladora MCM – dados obtidos na gama de -40 a 0 °C	109
Tabela 16 Frigorífico MCM – dados obtidos na gama de 1 a 14 °C	110

Tabela 17 Estufa MCM – dados obtidos na gama de 4 a 140 °C	112
Tabela 18 Incubadora MCM – dados obtidos na gama de 4 a 37 °C	113
Tabela 19 Incubadora CO ₂ MCM – dados obtidos no ponto de 37 °C	114
Tabela 20 Autoclave MCM – dados obtidos na gama de 50 a 135 °C	115
Tabela 21 Banho seco MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C	116
Tabela 22 Banho líquido MCM – dados obtidos na gama de 1 a 50 °C	118
Tabela 23 Resultado Final – MCM para o âmbito da acreditação do ensaio a câmaras térmicas (Anexo Técnico IPAC)	130
Tabela 24 Indicadores de Erros Normalizados	135
Tabela 25 <i>Performance</i> do laboratório para ciclo em vazio	136
Tabela 26 <i>Performance</i> do laboratório para o ciclo em carga	136
Tabela 27 Características mais importantes do sensor padrão	139
Tabela 28 Características mais importantes do multímetro padrão	139
Tabela 29 Características mais importantes do banho seco	139
Tabela 30 Exatidão e incerteza do termómetro padrão	141
Tabela 31 Estabilidade e uniformidade da calibração do banho sêco	141
Tabela 32 Balanço de incerteza de calibração de um termómetro	151
Tabela 33 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 1 °C	154
Tabela 34 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,1 °C	154

Tabela 35 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,01 °C	154
Tabela 36 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,001 °C	154
Tabela 37 Resultado Final – MCM para o âmbito da calibração de termómetros industriais (Anexo Técnico IPAC)	160

Acrónimos

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AFNOR	<i>Association Française de Normalisation</i>
ASTM	<i>American Society For Testing Materials</i>
BIPM	<i>Bureau International de Poids et Mesures</i>
BMI	Balço de Melhor Incerteza
CATIM	Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica
CE	<i>Conformité Européene</i>
COFRAC	<i>Comité Français d'Accréditation</i>
DIN	<i>Deutsches Institut für Normung</i>
DKD	<i>Deutscher Kalibrierdienst</i>
EA	<i>European co-Operation for Accreditation</i>
EAp	Ensaio de Aptidão
EN	<i>European Norms</i>
EN	Erro Normalizado
ENAC	<i>Entidad Nacional de Acreditación</i>
EURAMET	<i>European Association of National Metrology Institutes</i>
GL	Graus de Liberdade
HR	Humidade Relativa
IAF	<i>International Accreditation Forum</i>
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
IEP	Instituto Eletrotécnico Português

IFCC	<i>International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine</i>
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
INTA	<i>Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial</i>
IPAC	Instituto Português de Acreditação
IPQ	Instituto Português da Qualidade
ISEP	Instituto Superior de Engenharia do Porto
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
ISQ	Instituto de Soldadura e Qualidade
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
IUPAP	<i>International Union of Pure and Applied Physics</i>
JCGM	<i>Joint Committee for Guides in Metrology</i>
LMN	Laboratório de Metrologia Nacional
MCM	Melhor Capacidade de Medição
MEIM	Mestrado em Engenharia de Instrumentação e Metrologia
NBR	Norma Brasileira
NF	Norma Francesa
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i>
NP	Norma Portuguesa
NVLAP	<i>National Voluntary Laboratory Accreditation Program</i>
OIML	Organização Internacional de Metrologia Legal
RELACRE	Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal
RTD	<i>Resistance Temperature Detector</i>
SEE	<i>Society of Environmental Engineers</i>
SINAL	<i>Sistema Nazionale per l'Accreditamento di Laboratori</i>

SPMET	Sociedade Portuguesa de Metrologia
SPQ	Sistema Português da Qualidade
SPRT	<i>Standard Platinum Resistance Thermometer</i>
UKAS	<i>United Kingdom Accreditation Service</i>
VIM	Vocabulário Internacional da Metrologia

1. INTRODUÇÃO

1.1. MOTIVAÇÃO E CONTEXTUALIZAÇÃO

O trabalho apresentado neste texto insere-se na obtenção do grau de Mestre em Engenharia constituindo uma prova para a conclusão do Mestrado em Engenharia de Instrumentação e Metrologia (MEIM).

Este projeto surgiu do desejo de realizar um trabalho no âmbito da Metrologia de Temperaturas. A Frilabo encontrava-se a recrutar pessoal técnico qualificado na área da Metrologia com o objetivo de fazer a acreditação de ensaios na área das temperaturas e já tinha efetuado vários contactos.

Constatando-se que o grau de dificuldade deste projeto estava ao nível de uma tese de mestrado, foi estabelecido um protocolo entre o ISEP e a Frilabo para a implementação da acreditação do Laboratório de Metrologia da Frilabo no ensaio de câmaras térmicas em diferentes gamas de temperatura, e mais tarde então, em calibração de termómetros, não só para poder efetuar serviços a entidades externas, mas também para rentabilizar e rastrear os padrões internamente. Para perceber melhor o porquê desta necessidade, passa-se a descrever um pouco o perfil da empresa.

De momento, a Frilabo é fundamentalmente uma empresa intermediária de comercialização de bens de laboratório e de diagnóstico laboratorial. Possui uma gama de produtos de

aplicação vasta em áreas laboratoriais, hospitalares e para fertilização *in vitro* (equipamentos, consumíveis, reagentes, meios de cultura, entre outros), representando marcas de referência no mercado europeu e internacional (Biocare Europe, Liofilchem, Applichem, Orange Scientific, Santa Cruz, Metabion, Amcor, Bioplastics, Labogene, Biosan, Panasonic, entre outros).

Desde sempre esteve posicionada no mercado como um intermediário na troca de bens laboratoriais. Contudo, face às adversidades do mercado atual, dominado pelas grandes empresas internacionais de logística, na área laboratorial e diagnóstico, que assumem cada vez mais as representações exclusivas de marcas de destaque neste mercado, a Frilabo decidiu definir outro tipo de estratégia, ou seja, passar a ser também uma empresa de produtos e serviços próprios.

As grandes empresas internacionais, face à concorrência de pequenos distribuidores locais, acabam por absorver as empresas disponíveis no mercado de bens laboratoriais, deixando sem opções de comercialização as pequenas empresas/distribuidores, como é caso da Frilabo. Assim, ser apenas uma empresa de comercialização de produtos deixou de ser a estratégia única da empresa, e pelo contrário, optar por ser uma empresa de especialização em determinados bens e serviços. Assim, mantendo uma marca própria, pode desenvolver produtos e serviços, aproveitar o seu *know how* de mercado comercial e promovê-lo junto dos mercados nacionais e internacionais.

Surgiu então o Laboratório de Metrologia da Frilabo, desenvolvido inicialmente para prestar serviços de calibração na área dos pequenos volumes (micropipetas). Tendo agora uma boa posição nos clientes já fidelizados, decide alargar o seu leque de serviços e projeta a ideia de obter a acreditação para ensaios em câmaras térmicas e calibração de termómetros industriais.

1.2. OBJETIVOS

No âmbito da acreditação do referido laboratório, para prestação de serviços de ensaio a câmaras térmicas e calibração de termómetros industriais, o presente trabalho teve por finalidade a proposição e cumprimento dos seguintes objetivos:

- Pesquisar, analisar e avaliar as diferenças existentes entre os documentos que se referem à medição da temperatura;
- Desenvolvimento de procedimentos internos e instruções de trabalho para a realização de ensaios com vista à determinação da uniformidade e estabilidade térmica das câmaras e calibração de termómetros que contemplem os requisitos mínimos e o cálculo da incerteza de medição (procedimentos de medição da temperatura na execução dos ensaios e calibrações e de cálculo de incertezas);
- Execução das medições de temperatura, nas instalações da empresa e de alguns dos seus clientes, em vários tipos de câmaras térmicas em diferentes gamas de temperatura e avaliação dos resultados com base nos procedimentos internos desenvolvidos;
- Execução das calibrações em termómetros de resoluções distintas em vários pontos de temperatura e avaliação dos resultados com base nos procedimentos internos desenvolvidos;
- Expressão da Melhor Capacidade de Medição (MCM), ou BMI (Balanço de Melhor Incerteza) de forma a harmonizar a sua apresentação nos documentos relacionados à acreditação de laboratórios pelo Instituto Português de Acreditação (IPAC).
- Consciencializar clientes da Frilabo, proprietários e usuários de câmaras térmicas e termómetros industriais que as medições de temperatura acreditadas garantem a confiabilidade metrológica nos resultados.

1.3. CALENDARIZAÇÃO

A motivação deste trabalho e a sua prossecução conduziu à calendarização apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 Calendarização do projeto

Atividades desenvolvidas	2015											2016
	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez		
Estudo das normas e documentação técnica												
Aquisição de equipamentos para os ensaios e sua calibração												
Procedimentos de medição e de cálculo de incertezas (ensaios)												
Implementação dos procedimentos de forma a obter histórico de medições e de incertezas (ensaios)												
Participação num ensaio de aptidão de câmaras térmicas												
Aquisição de equipamentos para as calibrações e sua calibração												
Procedimentos de medição e de cálculo de incertezas (calibrações)												
Implementação dos procedimentos de forma a obter histórico de medições e de incertezas (calibrações)												
Análise e discussão dos resultados obtidos												
Entrada de instrução de processo para o IPAC												
Auditorias externas e conceção da acreditação para prestação de serviços nos dois âmbitos												

1.4. ORGANIZAÇÃO DO DOCUMENTO

Este documento está organizado em 8 capítulos sendo que o Capítulo 1 faz a introdução ao documento, descrevendo o enquadramento, os objetivos do trabalho e a sua organização. Neste capítulo também se mencionam as características da empresa Frilabo e a sua necessidade de preparar a acreditação que consta dos objetivos deste trabalho.

O Capítulo 2 situa o leitor relativamente ao panorama nacional e internacional da medição de temperatura em ensaios e calibrações.

O Capítulo 3 aborda alguns conceitos–fundamentais da Metrologia para este projeto, incluindo noções de rastreabilidade de padrões, incertezas na medição e definições do Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) relevantes nos temas abordados.

Os conceitos teóricos relativos ao ensaio das câmaras térmicas e calibração de termómetros são descritos no Capítulo 4, ou seja, são abordados conceitos referentes à grandeza temperatura bem como à instrumentação com ela relacionada que são os termómetros e as câmaras térmicas.

O Capítulo 5 aborda as questões mais importantes da norma NP EN ISO/IEC 17025 que dizem respeito ao processo de acreditação de laboratórios, expondo a necessidade da referida acreditação.

No Capítulo 6 o texto apresenta os documentos elaborados pelo autor sobre os procedimentos de ensaio de câmaras térmicas e respetivo procedimento de cálculo da incerteza. Constan ainda neste capítulo, a descrição de todos os equipamentos utilizados, os resultados obtidos, fluxogramas elaborados pelo autor sobre a metodologia de medição da temperatura nos ensaios e sobre o método do cálculo da incerteza e ainda aspetos de teor experimental observados durante as acreditações dos serviços de Ensaio a Câmaras Térmicas.

No Capítulo 7 o texto apresenta os documentos elaborados pelo autor sobre os procedimentos de calibração de termómetros industriais e respetivo procedimento de cálculo da incerteza. Constan ainda neste capítulo, a descrição de todos os equipamentos utilizados, os resultados obtidos, fluxogramas elaborados pelo autor sobre a metodologia de medição da temperatura nas calibrações e sobre o método do cálculo da incerteza e ainda aspetos de teor experimental observados durante as acreditações dos serviços de Calibração de Termómetros Industriais.

No Capítulo 8, estão apresentadas as principais conclusões do trabalho e ainda sugestões de melhoria, bem como-possíveis trabalhos futuros.

Finalmente, nos diferentes anexos estão apresentados vários documentos tais como o modelo de folha de cálculo para tratamento de dados relativos ao ensaio, modelo de folha de cálculo para tratamento de dados relativo às calibrações, modelo de relatório de ensaio, modelo de

certificado de calibração, folhas de cálculo para gestão de clientes/equipamentos e numeração automática de relatórios de ensaio e certificados de calibração que cumprem os requisitos de gestão do laboratório. Ainda em anexo constam todas as figuras relativas à monitorização da temperatura nas câmara térmicas como também as figuras da disposição dos termómetros no interior das câmaras.

2. ESTADO DE ARTE

Neste capítulo é feita uma abordagem ao referencial normativo e documentação técnica existente, num contexto nacional e internacional, relativa à medição de temperatura em câmaras térmicas e à calibração de termómetros. O referencial normativo diz respeito à documentação que tem vindo a ser desenvolvida de acordo com as diretrizes e o parecer de entidades superiores, que contém os requisitos técnicos e de gestão para realizar uma acreditação.

2.1. ORGANISMOS DE ACREDITAÇÃO

No panorama nacional e internacional, na prestação de serviços de ensaios e calibrações, existem vários laboratórios que são acreditados por organismos de acreditação local. A acreditação é de carácter voluntário e representa o reconhecimento formal das competências de um laboratório para desenvolver atividades específicas, seguindo requisitos estabelecidos.

Em Portugal, os laboratórios são acreditados pelo Instituto Português de Acreditação (IPAC), e constituem uma rede de laboratórios portugueses acreditados. Neste momento,

através do diretório de entidades acreditadas do site do IPAC, constata-se que existem 20 laboratórios acreditados para prestação de serviços de ensaio a câmaras térmicas, com a designação de acreditação de “Equipamentos e instalações para controlo ambiental/climático” e 21 laboratórios acreditados para prestação de serviços de calibrações em temperatura e/ou humidade, com a designação de acreditação de “Temperatura e humidade”.

Para além do IPAC, existem organismos de acreditação bastante conhecidos e credíveis como se pode observar na Tabela 2.

Tabela 2 Organismos de acreditação de outros países

País	Organismo de Acreditação Local
Brasil	INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
França	COFRAC – <i>Comité Français d’Accréditation</i>
Reino Unido	UKAS – <i>United Kingdom Accreditation Service</i>
Alemanha	DKD – <i>Deutscher Kalibrierdienst</i>
Espanha	ENAC – <i>Entidad Nacional de Acreditación</i>
Itália	SINAL – <i>Sistema Nazionale per l’Accreditamento di Laboratori</i>

A acreditação deve ser feita segundo metodologias harmonizadas em todo o Mundo e por isso os organismos da Tabela 2, juntamente com o IPAC entre outros, são membros de cooperações internacionais de laboratórios de acreditação, o *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC), o *European co-Operation for Accreditation* (EA) e o *International Accreditation Forum* (IAF). Assim, o IPAC e outros organismos de acreditação local passam a ser signatários de Acordos de Reconhecimento Mútuo destas organizações internacionais, fazendo com que as acreditações passem por ser também uma ferramenta de globalização, de modo a facilitar o comércio e a aceitação de resultados provenientes de calibrações e ensaios (e noutros âmbitos: inspeções, certificação de sistemas de gestão, certificação de produtos, etc.).

2.2. REFERENCIAL TÉCNICO

A quantidade de documentação referente à medição de temperatura em câmaras térmicas ou à calibração de termómetros não é extensa. Foi realizada uma análise crítica das metodologias de avaliação mencionada nos documentos elaborados em diferentes países

(incluindo Portugal) de acordo com as recomendações dos organismos de acreditação, a qual é apresentada no texto abaixo.

Convém ressaltar que o procedimento de pesquisa adotado na análise do panorama nacional e internacional relativo ao ensaio a câmaras térmicas e calibração de termómetros industriais foi de carácter exploratório, uma vez que a aquisição de maior conhecimento relativamente aos termos e definições que estão descritos, requer a consulta dos documentos originais que aqui são referidos.

2.2.1. MEDIÇÕES DE TEMPERATURA EM CÂMARAS TÉRMICAS

França – Association Française de Normalisation (AFNOR)

A AFNOR é um grupo organizado que se foca na normalização e na certificação, sendo o líder francês no que toca à gestão de qualidade, ambiente e segurança. A AFNOR desenvolveu a norma, **NF X 15-140 – *Enceintes Climatiques et Thermostatiques*** de 2002, que define e descreve os critérios para caracterização e verificação de câmaras termostáticas (apenas medições de temperatura) e climáticas (medições de temperatura e humidade). Esta norma também define a metodologia que se aplica às câmaras com ou sem ventilação forçada de ar, construídas para executar ensaios climáticos (com controlo de temperatura e humidade) e térmicos (apenas com controlo de temperatura), bem como o cálculo da incerteza. Os métodos descritos nesta norma são válidos nas seguintes faixas de temperatura e humidade: -100 a 600 °C e 0 a 100 % HR. Para medições em câmaras que não excedam um volume de 2 m³ a norma sugere a colocação de 9 sensores no seu interior, e 15 sensores para volumes compreendidos entre 2 e 20 m³. Esta norma refere ainda o tipo de sensores a serem utilizados e a sua disposição no espaço da câmara: podem ser termopares do tipo T, J e K, ou termorresistências (RTDs) de platina de 100 Ω a 0 °C (Pt 100) e quanto à disposição, no caso da caracterização da câmara vazia, esses sensores devem ocupar as arestas e o centro delimitado pelo espaço de trabalho. Este espaço de trabalho é caracterizado pelas distâncias iguais das paredes da câmara em 1/10 de cada uma das dimensões do volume interno (comprimento, largura e altura) da câmara (Figura 2).

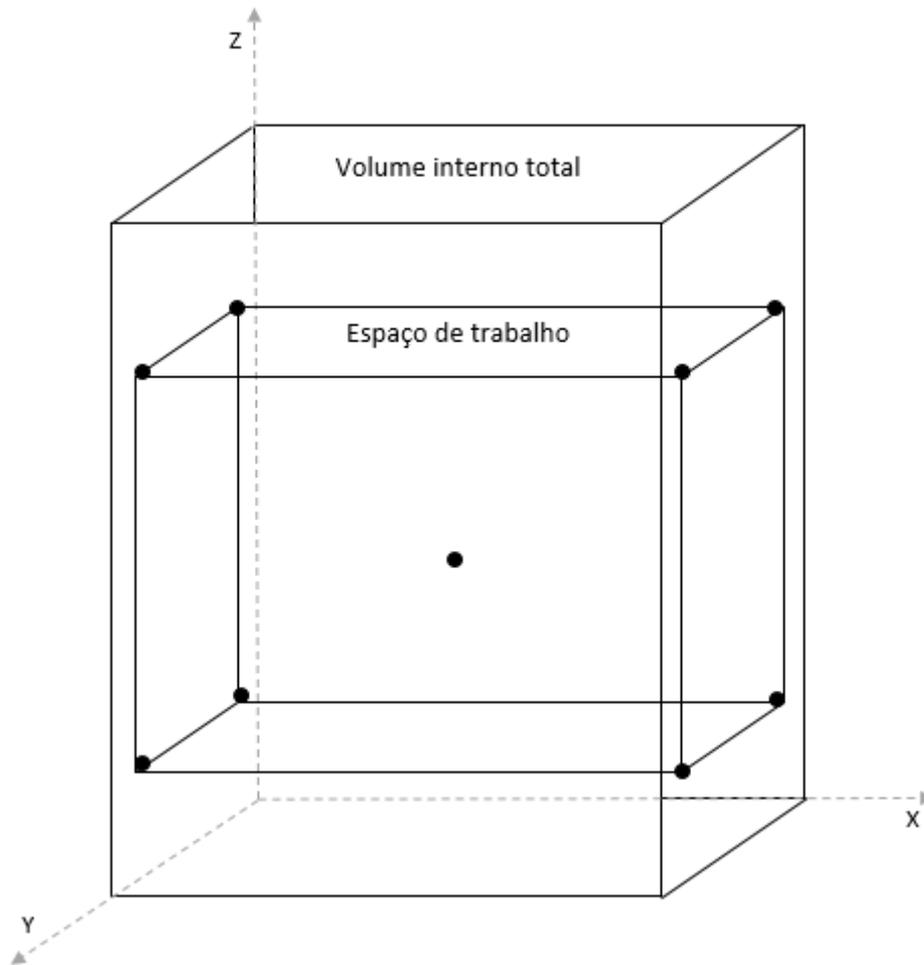


Figura 1 Representação do espaço de trabalho delimitado pela disposição dos sensores

Quanto ao registo das leituras, devem acontecer, no máximo, a uma cadência de 1 minuto. Após a estabilização², no mínimo 30 medições devem ser registadas por sensor e o período mínimo de medições é de 30 minutos.

A diferença máxima de temperatura em ambiente estável entre os valores médios obtidos, com o acréscimo da incerteza expandida, designa-se de homogeneidade. No entanto, a

² Estabilização – Termo utilizado quando a temperatura apresenta oscilações constantes em torno de um valor estabelecido.

diferença entre o valor máximo e mínimo obtido, com o acréscimo da incerteza expandida e no mesmo ambiente estável, designa-se de homogeneidade máxima. Na norma aparece também o termo estabilidade, que é a diferença entre os valores máximos e mínimos obtidos para cada ponto durante o tempo de medição e estabilidade máxima, o ponto com o valor máximo de estabilidade.

Alemanha – Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Na Alemanha, o organismo de acreditação já mencionado anteriormente, o DKD, publicou em 2009 o guia **DKD-R 5-7 – Calibration of Climatic Chambers**, versão traduzida para inglês do **DKD-R 5-7 – Kalibrierung von Klimaschränken**, publicado em 2004, que se refere à caracterização de câmaras e à estimativa da incerteza de medição, no âmbito dos laboratórios acreditados pelo mesmo.

Ao contrário do termo espaço de trabalho utilizado na norma da AFNOR, o guia alemão utiliza o termo volume útil, que é o volume parcial da câmara definido pelos locais de medição dos sensores. Este guia diz ainda que local de medição é a posição espacial na qual um sensor é posicionado no volume útil, e local de medição de referência como sendo, à partida, o centro do volume útil.

A caracterização da câmara passa por: comparar a indicação da temperatura pelo sensor interno da câmara com os valores medidos do espaço útil; estimar a incerteza de medição sob condições definidas; teste de conformidade com as tolerâncias definidas pelo usuário ou especificações técnicas (quando solicitado); caracterização somente em locais de medição individuais (se solicitado).

O guia alemão apresenta-se um pouco complexo e ainda com algumas restrições, como por exemplo, a câmara só pode ser caracterizada se houver a disponibilidade de especificações técnicas do fabricante, documentos técnicos sobre os sensores, informações adicionais como por exemplo a especificação e a posição dos sensores e características de isolamento, entre outras.

É feita uma distinção entre câmaras com ou sem circulação de ar no volume útil e apresenta três métodos de caracterização. O primeiro método é com o volume útil sem carga, o segundo

método apresenta preenchimento de 40% do volume útil com corpos de ensaio³ e o terceiro método para locais de medição individuais que não formem um volume útil. No primeiro e segundo caso, o número e posição dos sensores apresenta a mesma configuração da norma francesa, 9 sensores, sendo posicionados nas arestas e no centro do volume útil.

Para as medições, este guia não apresenta sugestões de sensores/transdutores, apenas estabelece que todos os instrumentos usados para a sua realização devem estar devidamente calibrados, e quanto ao registo das medições, volta a estar novamente de acordo com a norma francesa, que diz que após a estabilização, pelo menos 30 leituras devem ser registadas durante 30 minutos.

Contrariamente à norma francesa, a homogeneidade surge aqui definida como não-homogeneidade espacial, determinada através da maior diferença de temperatura entre um local de medição e o local de referência (o guia define local de referência o sensor colocado no centro do volume útil). Por sua vez a estabilidade aparece como não-estabilidade temporal e é medida igualmente para cada ponto, mas através da diferença entre a temperatura média temporal e a temperatura média medida no ponto.

A incerteza do sistema de medição é estimada através da combinação de todas as contribuições de incerteza, tais como: incerteza de calibração; resolução; outras fontes detalhadas no guia.

Reino Unido – Society of Environmental Engineers (SEE)

A SEE é uma sociedade profissional formada por engenheiros que existe para promover a consciencialização das questões relativas à engenharia ambiental e para fornecer aos membros da sociedade formação dentro desta área. Desta sociedade faz parte um grupo

³ Corpo de ensaio – Itens que simulam os objetos de carga.

técnico que preparou o guia do Reino Unido intitulado **SEE:2003 – A Guide to Calculating the Uncertainty of the Performance of Environmental Chambers**, de 2003.

No que diz respeito à quantidade e disposição de sensores, este guia concorda com o guia alemão e com a norma francesa, no entanto, para volumes maiores, sensores extras poderão ser utilizados. Para o caso de uma câmara onde seja evidenciada a dissipação de calor, as medições devem ser efetuadas de maneira a que efeitos de dissipação possam ser quantificados.

Aqui surgem os termos flutuação (estabilidade térmica) e gradiente (uniformidade/homogeneidade térmica). O primeiro diz respeito às variações de temperatura em cada ponto de medição e é calculado através da dispersão de leituras (desvio-padrão) de uma repetibilidade de medições, o segundo corresponde à maior dispersão das medições de em todos os pontos, num dado momento, ou seja, o maior desvio-padrão registado ao longo do tempo de medição. Se a incerteza apresentada for para cada ponto de medição, o valor utilizado para a fonte de incerteza relativo à estabilidade térmica é o desvio-padrão obtido para esse ponto. Já se a incerteza apresentada for corresponde a uma medição global, ou seja, à média de todos os sensores, será contabilizada a uniformidade térmica juntamente com a maior estabilidade térmica verificada.

Volta a estar de acordo com o guia alemão, no que diz respeito a não recomendar nenhum tipo de sensor de temperatura em especial, apenas requer que sejam calibrados para as condições de uso.

Relativamente à aquisição dos dados, este guia concorda também com o guia alemão e com a norma francesa, pelo que recomenda que a aquisição deva ser feita após a estabilização da temperatura.

Este guia refere ainda dois tipos de análise para a incerteza de medição: o caso médio (*avarage case analysis*) e o pior caso (*worst case analysis*). Na análise do caso médio, calcula-se a incerteza para a condição média, a e declaração de conformidade é a seguinte: “A temperatura medida durante o teste foi [valor obtido \pm incerteza obtida] com um nível de confiança de 95%.”. A análise do pior caso utiliza os valores do ponto de medição que

apresenta uma maior diferença em relação ao *setpoint*⁴. É adicionada à incerteza expandida do ponto de medição a diferença entre o valor médio obtido no ponto de medição e o valor de *setpoint* juntamente com o dobro do valor de flutuação nesse ponto, e é declarada a seguinte condição de conformidade: “Nenhum ponto da câmara sob teste esteve fora da faixa [*setpoint* ± incerteza obtida] com um nível de confiança de 95%”.

Brasil – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO)

Desta entidade, faz parte a CGCRE (Coordenação Geral de Acreditação do INMETRO). Este grupo, inserido na estrutura organizacional do INMETRO, é a parte que se foca nas questões relacionadas com a acreditação de laboratórios da rede brasileira. Recentemente, em 2013, o CGCRE desenvolveu um documento de carácter orientativo que apresenta sugestões para que os laboratórios acreditados e postulantes à acreditação estabeleçam procedimentos para a calibração de câmaras térmicas sem carga, o **DOQ-CGCRE-028 – Orientação para a Calibração de Câmaras Térmicas sem Carga**.

Como o próprio título diz, este documento somente se aplica à calibração de câmaras térmicas sem carga e define também fontes de incerteza para o cálculo da incerteza expandida. No que diz respeito ao posicionamento dos sensores no interior da câmara, este documento está de acordo com a norma francesa, com o guia alemão e com o guia britânico, e sugere que a câmara seja ensaiada em pelo menos 3 patamares⁵ de temperatura com as seguintes condições de ensaio: a temperatura ambiente esteja entre 15 e 35 °C, a humidade relativa do ar esteja entre 25 e 75% HR e a pressão atmosférica de 860 a 1060 hPa. Diz ainda que a câmara deve estar nivelada, em local livre de vibrações, radiação solar e interferências eletromagnéticas.

⁴ *Setpoint* – Valor de temperatura que é seleccionado no controlador da câmara térmica.

⁵ Patamar – Termo utilizado com o mesmo sentido de interpretação que “ponto de temperatura”.

Quanto à instrumentação, esta norma refere que o tipo de sensores a serem utilizados no espaço da câmara podem ser Pt 100 (como a norma francesa) e termopares do tipo N, J e T.

Quanto ao registo das leituras, volta a estar de acordo com as referências anteriores: os dados devem ser registados, no mínimo, a cada 1 minuto. Após a estabilização da temperatura, devem ser realizadas, no mínimo, 30 medições por sensor.

A caracterização de uma câmara térmica, para efeito deste documento, consiste na determinação dos seguintes parâmetros: uniformidade térmica, estabilidade térmica e desvio da temperatura de controlo. A estabilidade e uniformidade térmica são obtidas da mesma maneira que no guia britânico (pelos desvios-padrões) e o desvio da temperatura de controlo é determinado pela diferença entre a temperatura estabelecida como temperatura de controlo (*setpoint*) e a temperatura média da câmara. No entanto, refere ainda alguns parâmetros, cuja avaliação pode ser solicitada pelo cliente: tempo de recuperação após uma ação intencional; taxa de mudança da temperatura; sobre-temperatura (*temperature overshoot*); efeito da radiação térmica; outros parâmetros exigidos em normas/regulamentos específicos.

Portugal – Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE)

Por último, faz-se uma análise do **Guia RELACRE 19 – Câmaras Térmicas: Conceitos Básicos, Realização do Ensaio Térmico e Avaliação do Relatório de Ensaio**. Desenvolvido em 2003 pelo grupo de trabalho GT06 da RELACRE, este guia integra conceitos básicos de metrologia das temperaturas nesta área, como seja uniformidade e estabilidade térmica, conceitos sobre termodinâmica e aborda alguns tipos de câmaras térmicas onde é possível efetuar o ensaio.

Este guia não evidencia o facto de a câmara ser ensaiada com ou sem carga, apenas diz que a disposição dos sensores na câmara térmica deve ser feita de forma a otimizar o estudo da variação espacial da temperatura. Numa primeira abordagem, a câmara deve ser ensaiada na sua globalidade, ou pode apenas incidir na zona de utilização (exemplo: uma só prateleira). No caso de volumes muito pequenos, o número de sensores a usar fica condicionado à possibilidade de colocação dos mesmos. Assim, poderá haver câmaras em que apenas seja possível estudar 1 ou 2 pontos (1 ou 2 sensores).

Da mesma maneira que os documentos anteriores, os sensores devem ser colocadas com alguma distância das paredes e/ou prateleiras, para que o sensor não contacte com superfícies condutoras (cerca de 1/10 da dimensão), sugerindo ainda algumas sugestões de como fazer o mapeamento⁶.

O Guia RELACRE 19 não faz também referências ao tipo de sensores a utilizar, destacando só que o equipamento de medição de temperatura a utilizar no ensaio de câmaras térmicas deve estar calibrado e rastreado, ser adequado à gama de temperaturas a ensaiar e possuir resolução adequada às exigências dos métodos ou funções a que a câmara se destina.

Aqui voltam a surgir os termos estabilidade e uniformidade térmica, mas com uma conotação diferente dos referenciais anteriores, onde as mesmas aparecem. Desta vez, estabilidade térmica é definida como a aptidão para manter, ao longo do tempo, a mesma temperatura (desvio temporal) e é calculada em cada ponto de medição através da diferença entre a temperatura máxima e mínima registada para esse ponto. Por sua vez, uniformidade térmica é a aptidão para manter a mesma temperatura nos vários pontos espaciais da câmara (desvio espacial) e é calculada através da diferença entre o valor médio mais alto e o valor médio mais baixo do conjunto dos sensores usados.

Respeitante á aquisição dos dados, este guia não refere o número de leituras nem o tempo de ensaio. Apenas refere que n leituras devem ser efetuadas e o seu tempo de amostragem deve ser calculado através da determinação do período de oscilações constantes de temperatura em torno do *setpoint*, já em fase de estabilização.

O guia dispõe ainda de alguns anexos onde exemplifica o cálculo de incerteza e dois métodos de teste de conformidade.

⁶ Mapeamento – Termo que se refere à disposição e número de sensores utilizados no espaço da câmara térmica.

2.2.2. CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS

A Frilabo decidiu fazer a calibração do conjunto (sensor de temperatura + indicador de temperatura)⁷, ou seja, de um termómetro industrial como se pode ver na Figura 2.

Sendo assim, não será discutida a matéria relativa à calibração apenas do sensor e calibração apenas do indicador, pelo que a análise será exclusivamente focada na calibração do conjunto, o que tornou mais simples a análise dos documentos de referência existentes.



Figura 2 Termómetro industrial (sensor e equipamento de leitura)

Assim, o laboratório da Frilabo não poderá aceitar um pedido de calibração de um sensor termopar ou de uma Pt 100, pois não irá dispor de um procedimento nem de instrumentação necessária para esse âmbito.

⁷ Um sensor de temperatura, por exemplo, uma Pt 100, por si só não é um termómetro, visto que não dispõe de indicação do valor da temperatura. Para se poder utilizar o termo termómetro, terá de ser um conjunto que contemple um elemento sensor acoplado a um sistema de aquisição de dados que permite ler e mostrar num indicador digital ou analógico (p.e., um multímetro digital que permita converter um sinal lido em tensão ou resistência para temperatura).

No entanto, existem laboratórios acreditados que têm a flexibilidade de poder prestar serviços de calibração a termómetros (o sensor juntamente com o indicador da temperatura), a sensores de temperatura e a indicadores de temperatura, separadamente, através de processos de simulação. Esta simulação acaba por ser um método de substituição. Ou seja, na calibração de um indicador de temperatura, estes laboratórios utilizam o método da substituição de um sensor de temperatura, um termopar por exemplo, por um dispositivo elétrico equivalente capaz de simular uma força eletromotriz térmica. Já se o sensor a ser substituído fosse uma Pt 100, o dispositivo elétrico equivalente tem de ser capaz de simular resistência, a fim de calibrar o indicador de temperatura.

Após a compreensão deste caso, foi então que se partiu para uma análise/pesquisa debruçada apenas no âmbito que toca à calibração do conjunto (sensor + indicador).

A nível nacional, não existe nenhum documento de carácter orientativo ou norma com indicações para a calibração de um termómetro. No contexto internacional, a **Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT)** desenvolveu em 2000 uma norma focada apenas para a calibração de sensor de temperatura com indicador, a **NBR 14610 – *Temperature Indicator with Sensor: Calibration by Comparison with Standard Instrument***. Esta norma, juntamente com a experiência do autor em calibração de equipamentos, foi o principal ponto de partida para a elaboração do procedimento de calibração de termómetros que o laboratório da Frilabo irá dispor.

A norma apresenta definições teóricas, algumas do VIM, e definições técnicas complementares à calibração, como por exemplo a definição de meio térmico. O meio térmico pode ser qualquer equipamento que proporcione uma uniformidade e uma estabilidade térmica na região onde estão inseridos o sensor do termómetro padrão e os que estão em calibração.

A norma descreve o procedimento de calibração em relação às condições do local onde é efetuada, os cuidados a ter antes e durante a calibração e os pontos de calibração, pois a calibração pode ser feita para vários valores de temperatura. Quanto ao registo das leituras, o método é parecido com o das câmaras térmicas. Após a estabilização do meio térmico deve-se registar pelo menos 3 leituras de cada termómetro padrão e do termómetro a ser calibrado.

No que diz respeito à avaliação dos resultados, a norma apresenta o cálculo do erro da calibração e enuncia algumas fontes para o cálculo de incerteza.

3. METROLOGIA E QUALIDADE NA MEDIÇÃO

A Metrologia como ciência da medição compreende tudo o que respeita ao processo de medição, abrangendo os instrumentos, a capacidade do operador e as condições ambientais do local onde se efetuam ^[1].

Quando se mede uma grandeza, surge inevitavelmente a preocupação de saber qual a relação entre o valor obtido e o valor real dessa grandeza. Torna-se então fundamental, definir conceitos tais como incerteza, calibração, rastreabilidade, exatidão, entre outros, uma vez que existem inúmeros fatores que levam à ocorrência de erros. Erros estes, que precisam de ser identificados e classificados, de modo a poder reduzi-los, ou até mesmo, eliminá-los. São estes temas que são focados, com maior ênfase, neste capítulo.

3.1. OS NÍVEIS DE ATUAÇÃO DA METROLOGIA

A metrologia atua em 3 níveis com diferentes características, aos quais correspondem geralmente instituições próprias, por vezes com estatutos completamente distintos. Estes

níveis são designados por Metrologia Científica (ou Primária), Metrologia Legal e Metrologia Industrial. A Figura 3 apresenta um esquema das áreas de atuação da metrologia.

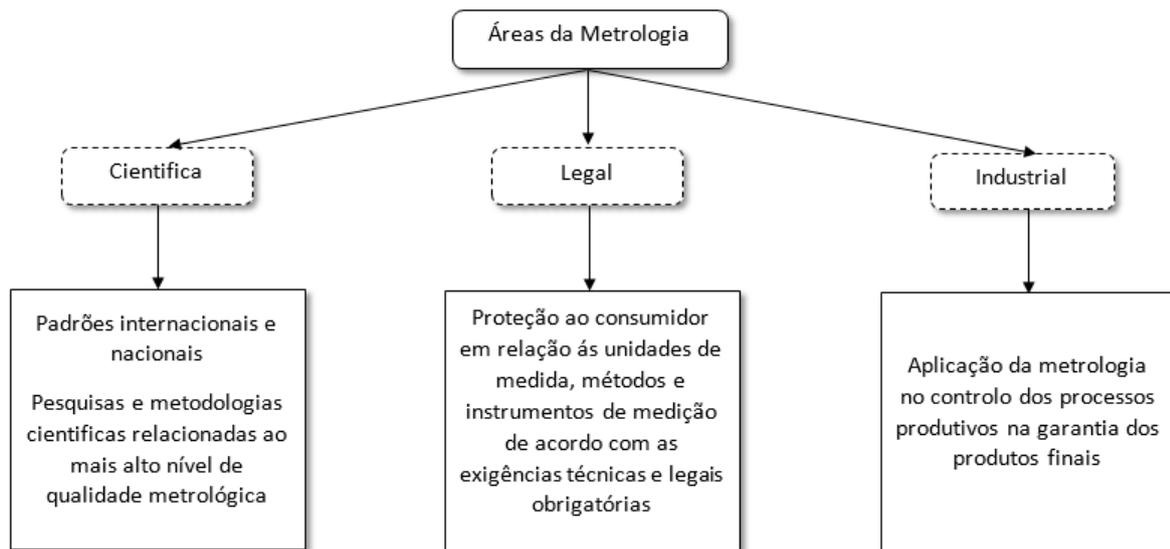


Figura 3 Áreas ou níveis de atuação da Metrologia

A **Metrologia Científica** trata da realização física das unidades de medida e das constantes físicas fundamentais. Efetua a conservação e o desenvolvimento de padrões e da instrumentação em laboratórios adequados, designados Laboratórios Primários, que atualizam no nosso país as unidades do sistema SI (Sistema Internacional de Unidades), de acordo com recomendações internacionais ^[1]. É a “única metrologia” que é independente de outras entidades em termos de rastreabilidade.

A **Metrologia Legal** insere-se no controlo metrológico aplicado a domínios de natureza obrigatória e legal, resultante de exigências referentes às medições, unidades de medida, instrumentos e métodos de medição, que são desenvolvidos por organismos e entidades competentes ^[1] ^[2]. Este tipo de Metrologia permite proteger o consumidor enquanto comprador de produtos e serviços, e o vendedor, enquanto fornecedor destes, fazendo por exemplo a verificação da exatidão dos instrumentos de medição, especialmente em atividades comerciais.

A **Metrologia Industrial** dá apoio às atividades de controlo de processos e de produtos, mediante a integração dos meios metrológicos existentes quer nas empresas, quer nos laboratórios e outros organismos.

Um laboratório de Metrologia Industrial, como o Laboratório de Metrologia da Frilabo, rege-se pelos seguintes aspetos:

- Domínio da metrologia em causa;
- *Performance* de atuação (melhores incertezas de medição);
- Escolha do tipo de atividade a desenvolver (calibração de instrumentos, controlo de produtos ou de processos, análises, ensaios, entre outros);
- Elaboração de manuais de procedimentos (procedimentos internos de ensaio, de calibração ou de cálculo de incertezas, normas, registos, documentos emitidos, relatórios de ensaio, certificados de calibração) ^[1].

3.2. TERMINOLOGIA MAIS IMPORTANTE PARA ESTE PROJETO

O domínio da Metrologia é muito vasto, pelo que é crucial que toda a terminologia relacionada com a ciência e técnica da medição seja bem conhecida e escolhida. Esta terminologia tem de ter um carácter universal, ou seja, deve apresentar conceitos bem definidos e com igual significado para todos os utilizadores, sem entrar em conflito com a linguagem comum ^[3]. Quem define estes termos é o Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM). Este documento é o resultado do trabalho conjunto de oito organismos mundialmente reconhecidos ligados às medições e à normalização técnica, os quais constituem o conhecido *Joint Committee for Guides in Metrology* (JCGM) e que são:

Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM – *Bureau International de Poids et Mesures*);

Comissão Internacional de Eletrotécnica (IEC – *International Electrotechnical Commission*);

Federação Internacional de Química Clínica e Medicina Laboratorial (IFCC – *International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*);

Cooperação Internacional de Acreditação de Laboratórios (ILAC – *International Laboratory Accreditation Cooperation*);

Organização Internacional de Normalização (ISO – *International Organization for Standardization*);

União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC – *International Union of Pure and Applied Chemistry*);

União Internacional de Física Pura e Aplicada (IUPAP – *International Union of Pure and Applied Physics*);

Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML – *International Organization of Legal Metrology*).

No texto seguinte, faz-se a apresentação da definição dos termos e conceitos relacionados com a ciência da medição e que são muito importantes no âmbito deste projeto. Esta descrição tem por objetivo, sobretudo, elucidar o leitor sobre este assunto.

Medição [VIM 2.1] – Processo de obtenção experimental de um ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza.

Método de medição direto – O valor da grandeza é obtido diretamente e não através da medição de outras grandezas que estejam relacionadas por meio de uma função com a grandeza a medir. Exemplo de medição direta: medição de um comprimento com uma régua ou paquímetro (escalas graduadas).

Método de medição indireto – O valor da grandeza é obtido através da medição de outras grandezas que estão relacionadas com a grandeza a medir por uma determinada função. Exemplos de medições indiretas: medição da temperatura recorrendo a um termopar ou a uma termorresistência, lendo respetivamente a força eletromotriz ou a resistência, que estes dispositivos produzem sob o efeito da temperatura. Medição do volume de um cilindro através da medição do diâmetro e da altura recorrendo a um paquímetro.

Mensuranda [VIM 2.3] – Grandeza que se pretende medir.

A especificação de uma mensuranda requer o conhecimento da natureza da grandeza e a descrição do estado do fenómeno, do corpo ou da substância da qual a grandeza é uma propriedade, incluindo qualquer constituinte relevante e as entidades químicas envolvidas.

Exatidão de medição ou Exatidão [VIM 2.13] – Aproximação entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma mensuranda.

Erro de medição ou Erro [VIM 2.16] – Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.

Erro sistemático [VIM 2.17] – Componente do erro de medição que, em medições repetidas, permanece constante ou varia de maneira previsível.

O erro sistemático é igual à diferença entre o erro de medição e o erro aleatório.

Erro aleatório [VIM 2.19] – Componente do erro de medição que, em medições repetidas, varia de maneira imprevisível.

O erro aleatório é igual à diferença entre o erro de medição e o erro sistemático.

Repetibilidade dos resultados (de uma medição) – Aproximação entre os resultados de medições sucessivas da mesma mensuranda efetuadas nas mesmas condições de medição. Estas condições são chamadas de condições de repetibilidade e incluem: mesmo procedimento de medição, mesmo observador/técnico, mesmo instrumento de medição utilizado nas mesmas condições, mesmo local e repetição num determinado intervalo de tempo. A repetibilidade pode ser expressa quantitativamente em termos das características da dispersão dos resultados ^[4].

Reprodutibilidade dos resultados (de uma medição) – Aproximação entre os resultados das medições da mesma mensuranda, efetuadas com alteração das condições de medição. Para que uma expressão da reprodutibilidade seja válida é necessário que sejam especificadas as condições alteradas. As condições alteradas podem incluir: princípio de medição, método de medição, observador/técnico, instrumento de medição, padrão de referência, condições de utilização e tempo ^[4].

Incerteza de medição [VIM 2.26] – Parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a uma mensuranda, com base nas informações utilizadas.

Avaliação de Tipo A da incerteza de medição [VIM 2.28] – Avaliação de uma componente da incerteza de medição por uma análise estatística dos valores medidos, obtidos sob condições definidas de medição.

Avaliação de Tipo B da incerteza de medição [VIM 2.29] – Avaliação de uma componente da incerteza de medição determinada por meios diferentes daquele adotado para uma avaliação de tipo A da incerteza de medição.

Incerteza-padrão [VIM 2.30] – Incerteza de medição expressa na forma de um desvio-padrão.

Incerteza-padrão combinada [VIM 2.31] – Incerteza-padrão obtida ao se utilizarem incertezas-padrão individuais associadas às grandezas de entrada num modelo de medição.

Graus de liberdade [GUM C.2.31] – Em geral, é o número de termos de uma soma menos o número de limitações em termos da soma.

Graus de liberdade efetivos [GUM G.4.1] – Número de graus de liberdade associado à incerteza padrão combinada, estimados através da equação de Welch-Satterthwaite.

Incerteza de medição expandida [VIM 2.35] – Produto de uma incerteza-padrão combinada por um fator maior do que o número um.

O fator depende do tipo de distribuição de probabilidade da grandeza de saída e da probabilidade de expansão escolhida.

O termo “fator” nesta definição se refere ao fator de expansão.

Probabilidade de expansão [VIM 2.37] – Probabilidade de que o conjunto de valores verdadeiros de uma mensuranda esteja contido num intervalo expandido especificado.

Geralmente, este termo costuma ser confundido com o conceito estatístico “nível de confiança”, visto que no GUM é utilizado o termo inglês “*confidence level*”.

Fator de expansão, k [VIM 2.38] – Número maior do que 1 pelo qual uma incerteza-padrão combinada é multiplicada para se obter uma incerteza de medição expandida.

Calibração – Conjunto de operações que estabelece, em condições específicas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou um sistema de medição, ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas realizados por padrões. O resultado de uma calibração tanto permite a atribuição de valores da mensuranda às indicações, como a determinação das correções a aplicar. Uma calibração pode, também, determinar outras propriedades metrológicas, tal como o efeito das grandezas de influência ^[3].

Calibração direta – Na calibração direta, a grandeza padrão de entrada é aplicada diretamente ao sistema de medição a calibrar e as medidas são comparadas com os valores padrão (Figura 4).

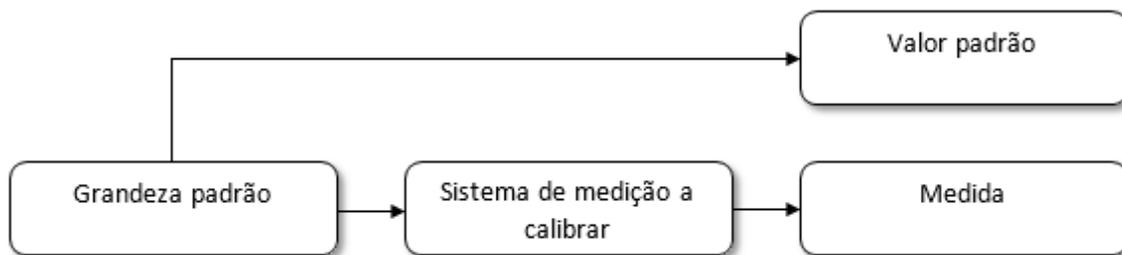


Figura 4 Calibração direta

Calibração indireta – Na calibração indireta, a grandeza que se deseja medir é fornecida por um meio externo (gerador da grandeza), que atua simultaneamente no sistema de medição em calibração e no sistema de medição padrão. Os resultados do sistema de medição em calibração são comparados com os do sistema de medição padrão (considerados como verdadeiros). Dessa forma, os erros podem ser determinados e as correções efetuadas (Figura 5).

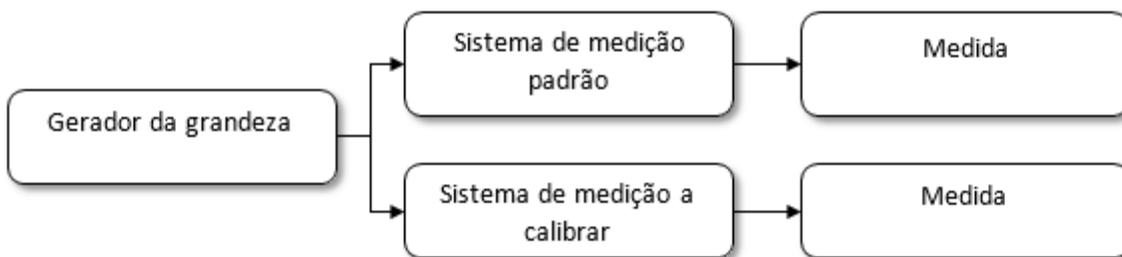


Figura 5 Calibração indireta

Rastreabilidade metrológica [VIM 2.41] – Propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.

Instrumento de medição [VIM 3.1] – Dispositivo utilizado para realizar medições, individualmente ou associado a um ou mais dispositivos suplementares.

Sistema de medição [VIM 3.2] – Conjunto de um ou mais instrumentos de medição e frequentemente outros dispositivos, compreendendo, se necessário, reagentes e fontes de alimentação, montado e adaptado para fornecer informações destinadas à obtenção dos valores medidos, dentro de intervalos especificados para grandezas de naturezas especificadas.

Um sistema de medição pode consistir em apenas um instrumento de medição.

Instrumento de medição indicador [VIM 3.3] – Instrumento de medição que fornece um sinal de saída contendo informações sobre o valor da grandeza medida.

Exemplos: Voltímetro, micrómetro, termómetro, balança eletrónica.

Transdutor de medição [VIM 3.7] – Dispositivo, utilizado em medição, que fornece uma grandeza de saída, a qual tem uma relação especificada com uma grandeza de entrada.

Exemplos: Termopar, transformador de corrente elétrica, extensómetro.

Sensor [VIM 3.8] – Elemento de um sistema de medição que é diretamente afetado por um fenómeno, corpo ou substância que contém a grandeza a ser medida.

Exemplos: Bobina sensível de um termómetro de resistência de platina, boia de um instrumento de medição de nível.

Resolução (de um dispositivo indicador) [VIM 4.14] – Menor variação da grandeza medida que causa uma variação perceptível na indicação correspondente.

Exatidão (de um instrumento de medição) – Aptidão de um instrumento de medição para dar indicações próximas do verdadeiro valor da mensuranda. A exatidão é um conceito qualitativo ^[3].

Erro máximo admissível [VIM 4.26] – Valor extremo do erro de medição, com respeito a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição.

Padrão de medição [VIM 5.1] – Realização da definição de uma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada, utilizada como referência.

Padrão de medição internacional [VIM 5.2] – Padrão de medição reconhecido pelos signatários dum acordo internacional, tendo como propósito a sua utilização mundial.

Exemplo: Protótipo internacional do quilograma.

Padrão de medição nacional [VIM 5.3] – Padrão de medição reconhecido por uma entidade nacional para servir dentro dum estado ou economia, como base para atribuir valores a outros padrões de medição de grandezas da mesma natureza.

Padrão de medição primário [VIM 5.4] – Padrão de medição estabelecido com auxílio dum procedimento de medição primário ou criado como um artefacto, escolhido por convenção.

Padrão de medição de referência [VIM 5.6] – Padrão de medição estabelecido para a calibração de outros padrões de grandezas da mesma natureza numa dada organização ou num dado local.

Padrão de medição de trabalho [VIM 5.7] – Padrão de medição que é utilizado rotineiramente para calibrar ou controlar instrumentos de medição ou sistemas de medição.

3.3. RASTREABILIDADE DOS PADRÕES DE MEDIÇÃO

Um padrão⁸ de medição é uma medida materializada, instrumento de medição, material de referência ou sistema de medição destinado a definir, realizar, conservar ou reproduzir uma unidade, ou um ou mais valores de uma grandeza, para servirem de referência. Por exemplo, são conhecidos os seguintes padrões de medição: padrão de massa de 1 kg com uma incerteza associada de $\pm 3 \mu\text{g}$; resistência-padrão de 100Ω com uma incerteza associada de $\pm 1 \mu\Omega$.

A rastreabilidade é a propriedade do resultado de uma medição, ou o valor de um padrão, que poder ser relacionado a referências estabelecidas, padrões internacionais ou nacionais, através de uma cadeia ininterrupta e documentada de comparações^{[1][5]}. Esta propriedade é fulcral em metrologia, uma vez que permite a uniformidade nas medições em qualquer momento e em qualquer lugar do planeta^[6].

A cadeia ininterrupta de comparações, na rastreabilidade, exige que não se pode efetuar calibração em “anel fechado”, isto é, não deve ser efetuada calibração de um equipamento

⁸ Padrão – A origem da palavra Padrão, é a tradução portuguesa do termo inglês *standard*, ou *measurement standard* (padrão de medição), quando aplicado no âmbito da Metrologia.

B com um outro equipamento A que posteriormente irá calibrar o equipamento C. Chama-se a isto Efeito de Zanzibar⁹.

A relação dos termos rastreabilidade e padrões de medição, permite criar uma hierarquia de qualidade que relaciona sistemas de medição a padrões que, por sua vez, estão relacionados a outros padrões de qualidade superior. A unidade de medida, que por sua vez está relacionada com as definições das unidades base SI, é o elemento do topo desta hierarquia como se pode ver na Figura 6.

As relações hierárquicas são estabelecidas com base nos níveis de exatidão e incerteza envolvidos, sendo que os níveis mais baixos da hierarquia possuem um menor nível de qualidade, menor exatidão e uma incerteza maior associada aos padrões^{[6][7]}. Esta hierarquia também está relacionada com os níveis de atuação dos laboratórios.

⁹ Efeito de Zanzibar – Zanzibar é uma ilha situada no Oceano Índico, na Tanzânia. No século XIX, não era fácil acertar relógios, sendo geralmente feito através dos sinos das igrejas, mas isto na Europa. Em África, particularmente em Zanzibar, não havia naquela altura sino que avisasse a população das horas. Foi então que um capitão reformado, que tinha ao seu dispor um canhão e bastante pólvora, resolveu passar a disparar um tiro de canhão ao meio-dia, para que todos na região pudessem acertar os seus relógios. Para assegurar a “hora certa”, o capitão deslocava-se ao relojoeiro da ilha e aí acertava o seu relógio. O relojoeiro, pessoa também preocupada com a exatidão dos seus relógios, acertava-os ao ouvir o tiro de canhão, que por ser bastante longe o obrigava a utilizar um auxiliar auditivo. Não é claro na história o que aconteceu, mas é de crer que o capitão um dia começou a desconfiar do seu relógio, quando ao disparar o canhão verificou que o sol já se estava a pôr^[4].

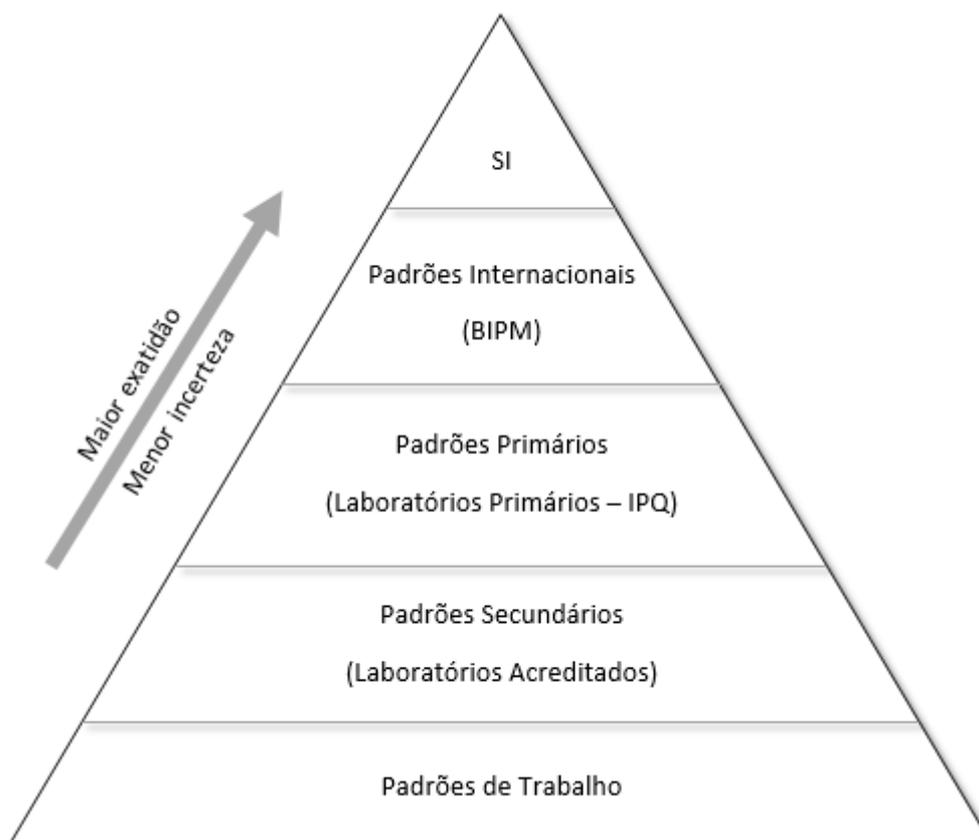


Figura 6 Rastreabilidade Metrológica – Hierarquia dos padrões de medição

Como se disse anteriormente, o nível superior é constituído pelas definições fundamentais das unidades de medida do SI.

No segundo nível, o Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM), mantém os **padrões internacionais**, não estando estes disponíveis ao utilizador normal para comparação ou calibração ^{[1] [4] [8]}. Estes padrões são reconhecidos por um acordo internacional e a sua utilização é destinada a ser universal, para isso, esta classe de padrões são constantemente testados através de medidas muito exatas e absolutas. Um dos principais objetivos e responsabilidades do BIPM é estabelecer os padrões das grandezas fundamentais e as escalas das principais grandezas físicas e conservar os padrões internacionais ^[8] de forma a serem utilizados para calibração dos padrões dos laboratórios primários, correspondentes ao terceiro nível da hierarquia.

Nesse nível, os padrões mantidos pelos laboratórios primários são designados de **padrões primários**, reconhecidos como sendo detentores das mais elevadas qualidades metrológicas dentro de um país ou estado. Por exemplo, no caso de Portugal, a organização responsável

pelo mantimento destes padrões é o IPQ (Instituto Português de Qualidade). O IPQ, como laboratório nacional, não disponibiliza os seus padrões para usos externos, pelo que a sua principal função é servir como referência à calibração dos padrões de laboratórios acreditados (quarto nível), fornecedores de serviços de calibração a terceiros, que por sua vez, servem de base aos padrões de laboratórios acreditados, que realizam ensaios para a avaliação e certificação de vários produtos ^[8].

Neste quarto nível, estão os **padrões secundários**, que são os padrões utilizados em laboratórios industriais e são normalmente mantidos por uma empresa em particular. Estes padrões são enviados periodicamente aos laboratórios primários para calibração e comparação com os padrões primários.

Um laboratório como a Frilabo poderá prestar serviços de calibração e ensaio desde que tenha os dois âmbitos acreditados. Os laboratórios acreditados para estes dois âmbitos poderão fazer a gestão da rastreabilidade dos seus padrões de trabalho internamente, desde que o padrão a utilizar seja rastreável a um padrão primário.

Por fim, no último nível de rastreabilidade, estão os **padrões de trabalho**, habitualmente calibrados por comparação com um padrão de referência (ou secundário). Estes padrões são de fundamental existência num laboratório, sendo utilizados para se poder efetuar medições acreditadas ao cliente, ou verificações de instrumentos de utilização mais comuns ^[8]^[9].

3.4. INCERTEZA NA MEDIÇÃO

Segundo a definição do VIM, a incerteza de medição é um “parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a uma mensurada, com base nas informações utilizadas”. Numa abordagem metrológica, o resultado de uma medição só estará completo se, para além do valor médio da grandeza que se pretende conhecer, incluir uma estimativa da incerteza desse valor médio ^[3]. Ou seja, da forma:

$$\text{Resultado da medição} = \text{Valor medido} \pm \text{Incerteza da medição}$$

O resultado de uma medição quando expresso desta maneira permite caracterizar o “grau de confiança” que se tem nas medições efetuadas, sendo uma indicação dos limites máximos (superior e inferior) dos erros que, se supõe, possam ter sido cometidos ao medir uma dada grandeza. Dada a impossibilidade de prever qual o sinal destes erros e a sua ordem de

grandeza, a incerteza é sempre indicada como “±” [5] [8]. O termo “incerteza” indica assim uma estimativa provável do erro.

Ao longo dos anos, foram-se seguindo diferentes abordagens para calcular o valor da incerteza de uma medição. Da mesma maneira que o VIM uniformizou a terminologia dos conceitos relacionados com os sistemas de medição a nível global, foi também necessário a criação de um método de avaliação e indicação das incertezas de medição que fosse aceite mundialmente, ou seja, aplicável a todos os tipos de medição da metrologia no domínio da física e da química. Deste modo, e devido à importância da rastreabilidade internacional, este método deve permitir a intercomparação de resultados entre os vários laboratórios existentes.

Após recomendações das observações realizadas pelo JCGM, a ISO preparou um documento aceite mundialmente para uniformizar os processos de avaliação e interpretação dos valores de incerteza especificados pelos vários laboratórios metrológicos. Este documento é o *Guide to Expression the Uncertainty in Measurement* (GUM) o qual fornece as regras para a expressão da incerteza da medição, na padronização, calibração, acreditação laboratorial e serviços metrológicos.

Como é essencial ter em atenção o tipo de incerteza com a qual estamos a trabalhar, uma das primeiras, e mais importantes recomendações do GUM é a classificação das fontes de incertezas: avaliação de incerteza de Tipo A e Tipo B.

3.5. FONTES DE INCERTEZA

Quando se está a medir uma grandeza, como por exemplo a temperatura (quer seja em ensaio ou calibração), é sabido que depende de um conjunto de outras grandezas (de entrada), que incluem as que constam dos certificados de calibração, dos padrões utilizados, as que intervêm no processo de medição e as grandezas de influências (métodos de medição, condições ambientais, etc), entre outras.

Considerando que Y é a grandeza que está a ser medida, denominada de mensuranda, não é obtida diretamente, mas sim determinada a partir das outras grandezas, através da relação funcional f dada da seguinte forma:

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$$

Esta função deve conter todas as grandezas e fatores de correção que podem contribuir de forma significativa para a incerteza da medição.

As grandezas X_n , são fontes de incerteza que têm de ser usadas como desvios-padrão experimentais, também designados por **incertezas-padrão** das grandezas de entrada, na avaliação da **incerteza combinada**.

Embora de forma não exaustiva, é comum considerar cinco tipos (ou “famílias”) de fontes de incerteza, como mostra a Tabela 3.

Tabela 3 Alguns tipos de fontes de incerteza para a medição ^[3]

Fonte de incerteza	Contribuição para a incerteza do resultado
Objeto da medição Equipamento a calibrar/ensaiar Instrumentos de medição ou padrão usado	Resolução finita Dificuldade na leitura Estado de conservação Instabilidade das leituras Incerteza devida à rastreabilidade (calibração) Deriva ao longo do tempo Exatidão
Método de medição utilizado	Adequabilidade do método ao fim em vista
Operador	Formação e experiência Paralaxe (capacidade visual) Leitura e registo de valores Tempo de reação
Condições ambientais	Temperatura ambiente Humidade relativa Pressão atmosférica Poeiras Vibrações Ruido eletromagnético

Cada uma destas fontes contribui para a incerteza do resultado final com um determinado “peso” que é função da maior ou menor sensibilidade da mensuranda à variação de cada uma das grandezas de entrada. Como veremos adiante, tal “peso” é contabilizado a partir dos coeficientes de sensibilidade, que não são mais do que as derivadas parciais da função que relaciona a mensuranda com as diversas grandezas de entrada.

Todas as fontes de incerteza devem ser recolhidas e listadas, e, dependendo do conhecimento que se tenha sobre cada uma destas fonte de incerteza-padrão considerada, estas podem contribuir como uma incerteza-padrão do Tipo A ou do Tipo B, como já vimos.

3.5.1. AVALIAÇÃO DA INCERTEZA-PADRÃO DE TIPO A

A incerteza-padrão de tipo A é baseada na análise estatística de observações repetidas da mensuranda, obtidas com as mesmas condições de medição.

Na grande maioria dos casos, a melhor estimativa para o valor esperado de uma quantidade que varia aleatoriamente e para o qual temos um número de leituras independentes obtidas sob condições de repetibilidade, é a média aritmética ^{[10] [11]}:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Equação 1

Assim, quando a estimativa da grandeza de entrada x_i , ($i = 1, 2, 3, \dots, n$) obtida em n medições, a incerteza padrão é obtida pela estimativa da variância da média. A variância é dada por ^[10]:

$$s_x^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}$$

Equação 2

A raiz quadrada da variância é denominada de desvio padrão experimental, e caracteriza a dispersão dos valores observados à volta do valor médio ^{[10] [11]}. Assim sendo, a melhor estimativa da variância da média é dada pela seguinte expressão:

$$s_x = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Equação 3

Uma vez estimado s_x , a incerteza padrão a ser associada à fonte de incerteza avaliada depende apenas do procedimento de medição utilizado. Se apenas uma medição é efetuada, a incerteza padrão é dada por a seguinte equação:

$$u_x = s_x$$

Equação 4

Entretanto, se em vez de uma, n medições são efetuadas e o seu valor médio é usado para calcular o resultado da medição, a incerteza-padrão corresponde ao desvio padrão da média de n medições, ou seja:

$$u_{\bar{x}} = \frac{s_{\bar{x}}}{\sqrt{n}}$$

Equação 5

O GUM diz ainda que ν é o número de graus de liberdade associado à determinação da incerteza-padrão. O número de graus de liberdade é calculado como o número de dados usados para estimar o desvio-padrão experimental (n) menos 1:

$$\nu = n - 1$$

Equação 6

3.5.2. AVALIAÇÃO DA INCERTEZA-PADRÃO DE TIPO B

A incerteza-padrão de tipo B é obtida através de outros métodos. Em vez da informação estatística, esta é avaliada através de informação científica sobre a variabilidade das variáveis que contribuem para a incerteza ^[3].

Todas as incertezas do tipo B poderiam ser também avaliadas pelo tipo A através de uma investigação estatística exaustiva de casa componente de incerteza. Mas, para isso, um laboratório necessitaria de recursos e tempo ilimitados para fazer análises estatísticas de várias séries de observações. Como não é uma prática muito económica, muitos dos componentes de incerteza precisam de ser avaliados por outros meios mais praticáveis, ou seja, a incerteza-padrão é avaliada através de um estudo científico baseado nas informações já disponíveis, como por exemplo:

- Experiência ou conhecimento geral do comportamento e propriedades de equipamentos;
- Dados fornecidos em certificados de calibrações, relatórios de ensaio, ou outros;
- Dados de medições anteriores. Por exemplo, mudanças em função do tempo de um certo equipamento (deriva);

- Experiência ou conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais similares e equipamentos;
- Especificações de fabricantes ou qualquer outra informação relevante.
- Limites deduzidos da experiência pessoal.

Com base em distribuições probabilísticas, adaptadas segundo o conhecimento do comportamento de cada variável, a incerteza-padrão é calculada. Uma vez que a incerteza-padrão é uma medida de dispersão equivalente a um desvio-padrão, as componentes das várias incertezas terão de ser transformadas em incertezas-padrão, dividindo-se a grandeza de entrada por um valor associado a uma distribuição de probabilidade assumida, cujo esse valor, para as várias distribuições, pode ser observado na Tabela 4.

Tabela 4 Valores do divisor para várias distribuições de probabilidade

Tipo de incerteza	Distribuição	Divisor	Graus de Liberdade, ν
Conhecem-se apenas valores máximos e mínimos de variação ($\pm a$)	Retangular (R)	$\sqrt{3}$	∞
Conhece-se apenas o intervalo de variação ($2a$)	Retangular (R)	$2\sqrt{3}$	∞
Conhecem-se os valores máximos e mínimos ($\pm a$) e o valor mais provável	Triangular (T)	$\sqrt{6}$	∞
Incerteza herdada da calibração de equipamentos e padrões	Normal / <i>t-Student</i> (N)	k , informado no certificado de calibração	50, usualmente

Alguns exemplos das fontes mais comuns de incerteza tipo B e o seu cálculo de incerteza-padrão são apresentados a seguir:

Resolução e divisão – A resolução de um instrumento de medição digital ou a divisão de escala de um instrumento de medição analógico, causam uma componente de incerteza matematicamente expressa como:

$$u_R = \frac{\text{Resolução}}{2\sqrt{3}}$$

Equação 7

Histerese¹⁰ – A histerese na indicação de um instrumento de medição deve ser tratada como uma incerteza simétrica em relação à média das duas indicações (avanço/retorno) que formam a histerese. A componente de incerteza atribuída à histerese terá como incerteza-padrão:

$$u_H = \frac{\text{Histerese}}{2\sqrt{3}}$$

Equação 8

Condições ambientais – As variações, Δ , de temperatura e/ou humidade relativa ambiente de um laboratório, contribuem como uma componente de incerteza de:

$$u_\Delta = \frac{\Delta}{\sqrt{3}}$$

Equação 9

em que Δ é a variação da temperatura ou humidade.

Certificados de calibração (incerteza herdada) – Certificados de calibração apresentam valores medidos de características metrológicas e suas respetivas incertezas de medição. Quando um instrumento calibrado é utilizado, a incerteza-padrão proveniente do certificado de calibração é apresentada a seguir:

$$u_C = \frac{U}{k}$$

Equação 10

em que U é a incerteza expandida expressa no certificado de calibração e k o fator de abrangência expresso no certificado de calibração.

¹⁰ Histerese – Tendência de um determinado instrumento ou sistema de conservar suas propriedades ou comportamento.

3.5.3. BALANÇO DAS INCERTEZAS E INCERTEZA-PADRÃO COMBINADA

O balanço de incertezas é a formulação e apresentação de uma incerteza de medição e de suas componentes, assim como o seu cálculo e combinação.

Trataremos neste projeto de grandezas de entrada não correlacionadas¹¹ entre si, situação razoavelmente aceita na maioria dos estudos no âmbito das calibrações e ensaios.

O quadrado da incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída é o resultado da soma do quadrado das incertezas-padrão associadas a cada componente de incerteza, afetados de um coeficiente de sensibilidade ^{[4] [10]}:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n u_i^2(y)$$

Equação 11

$u_i(y)$ com $(i = 1, 2, \dots, n)$ é a contribuição para a incerteza padrão associada à estimativa da grandeza de saída y , resultando da incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada x_i ^{[4] [10]}:

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

Equação 12

c_i é o coeficiente de sensibilidade associado à estimativa da grandeza de entrada x_i , e é obtido através da derivada parcial da função modelo f em relação às estimativas x_i da grandeza de entrada ^{[4] [10]}:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

Equação 13

¹¹ Grandeza de entrada não-correlacionada – Grandezas que são mutuamente independentes, Por sua vez, as grandezas de entrada correlacionadas, são grandezas que, de certa forma, são mutuamente dependentes.

Os coeficientes de sensibilidade descrevem como a grandeza estimada de saída y é influenciada pelas variações de cada uma das estimativas das grandezas de entrada x_i .

Podemos representar uma expressão global para a incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída (**incerteza-padrão combinada**):

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 \cdot u^2(x_i)}$$

Equação 14

3.5.4. INCERTEZA EXPANDIDA

O cálculo da incerteza expandida, grandeza que acompanha o resultado final para um grau (ou intervalo) de confiança de aproximadamente de 95% (mais exatamente 95,45%), obtém-se pelo produto da incerteza padrão combinada com o fator de expansão k . O fator k é retirado de uma tabela de distribuição *t-Student* e é função do número de graus de liberdade efetivos (v_{eff}) (Tabela 5).

Tabela 5 Tabela *t-Student* para uma probabilidade de 95,45%

v_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,32	2,28	2,13	2,05	2,00

O número de graus de liberdade efetivos é dado pela fórmula de Welch-Sattherwaite:

$$v_{eff} = \frac{u_y^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4 y}{v_i}}$$

Equação 15

em que $u_i(y)$ é a inésima contribuição para o cálculo da incerteza padrão; v_i o número de graus de liberdade dessa contribuição e u_y a incerteza-padrão associada à medição efetuada.

O cálculo do número de graus de liberdade para as contribuições das várias distribuições consideradas pode ser consultado de forma pormenorizada em bibliografia específica. Como já foi referido, geralmente assume-se $v = 50$ para distribuições Gaussianas (normais) e $v =$

∞ para distribuições Retangulares (uniformes) (no GUM é apresentada uma expressão que permite determinar os graus de liberdade associado a componentes de incerteza do tipo B, a partir da fiabilidade dos limites de variação considerados). No caso de estimativas de componentes do tipo A: $\nu = n - 1$, sendo n o número amostras experimentais.

A incerteza expandida é então expressa da seguinte forma:

$$U = \pm u(y).k$$

Equação 16

4. TEMPERATURA, TERMÓMETROS E CÂMARAS TÉRMICAS

Neste capítulo é feita uma abordagem à fundamentação teórica relacionada com o ensaio das câmaras térmicas e a calibração de termómetros industriais.

Normalmente fala-se da temperatura da forma em que esta nos afeta, o estar “quente” ou “frio”, mas não se podem atribuir valores a temperaturas apenas com base nas nossas sensações.

Segundo literatura consultada sobre Termodinâmica e Metrologia da Temperatura, uma das definições para a temperatura, é a média da energia cinética dos átomos que constituem um dado corpo. Logo, se os átomos se movimentam com velocidade elevada dizemos que o corpo está quente, contrariamente, se a velocidade de movimentação dos átomos for reduzida diz-se que o corpo está frio. Uma das questões que se levanta é como se traduz este fenómeno em termos de medição. Parece difícil medir a velocidade com que os átomos se

movimentam, mas quando se encosta um dedo a um objeto e se sente quente ou frio, pode-se afirmar que os átomos se estão a movimentar rápida ou lentamente ^[13].

Pode também compreender-se o conceito de temperatura através de experiências de equilíbrio térmico e transferência de energia. Quando um corpo é colocado em contacto com outro corpo que está a uma temperatura diferente, o calor é transferido do corpo com temperatura mais alta, para o corpo com temperatura mais baixa até que ambos atinjam a mesma temperatura, cessando a transferência de energia, sob a forma de calor. Diz-se que os dois corpos atingiram o **equilíbrio térmico** ^[14]. A **Lei Zero da Termodinâmica** declara que dois corpos estão em equilíbrio térmico se ambos tiverem a mesma leitura de temperatura, mesmo que não estejam em contacto ^[14].

4.1. ESCALAS DE TEMPERATURA

As escalas de temperatura permitem usar uma base comum para as medições de temperatura, e várias foram citadas ao longo da história. Todas as escalas se baseiam em alguns estados facilmente reproduzíveis, como os conhecidos pontos de congelamento e de ebulição da água.

A unidade de base do SI da grandeza Temperatura é o Kelvin, K, tendo sido definido pelo físico britânico Lord Kelvin, como “a fração $1/273,16$ da temperatura termodinâmica do ponto triplo da água” ^[14], com o intuito de se encontrar mais próximo da temperatura termodinâmica. A escala Kelvin foi atribuída em 1954 na 10ª Conferência Geral de Pesos e Medidas ^[16].

Esta escala é constituída por onze pontos fixos, referenciando entre eles como por exemplo, o ponto triplo do hidrogénio em equilíbrio (20,28 K), o ponto de ebulição do hidrogénio em equilíbrio (20,28 K), o ponto triplo da água (273,16 K) e o ponto de ebulição da água (373,15 K). Diz-se que o zero absoluto (0 K) corresponde a não existir energia cinética nas moléculas. Este ponto existe teoricamente mas na prática nunca foi atingido ^[17].

Contudo, no nosso quotidiano é mais usado a escala Celsius visto que a gama de valores é mais perceptível que as outras escalas de temperatura existentes (Kelvin, Fahrenheit, Rankine, entre outras).

O grau Celsius, de símbolo °C, denominado em tributo ao astrónomo Anders Celsius (1701-1744), designa a unidade de temperatura, tendo sido proposta pelo astrónomo em 1742. Inicialmente, Celsius convencionou que à pressão de uma atmosfera (1 atm), a temperatura de fusão da água seria 100 °C e a temperatura de ebulição 0 °C. Anos mais tarde, em 1747, esses valores foram invertidos pelo fabricante da maioria dos termómetros, Lineu, passando a fusão da água para 0 °C e a temperatura de ebulição para 100 °C.

A conversão da temperatura absoluta, K para °C, baseia-se numa equação bastante simples. Se o ponto triplo da água (coexistência em equilíbrio da fase sólida, líquida e gasosa) equivale a 273,16 K (aproximadamente 0,01 °C), quer dizer que 0 °C corresponde a 273,15 K. A magnitude da escala Kelvin é igual à escala do grau Celsius, isto é, uma variação de 1 °C é igual a uma variação de 1 K ^{[14][18]}.

$$^{\circ}\text{C} = \text{K} - 273,15$$

Equação 17

4.2. A ESCALA INTERNACIONAL DE TEMPERATURA DE 1990 (ITS-90)

A Escala Internacional de Temperatura de 1990, que substitui a Escala de Temperatura Prática de 1968 (IPTS-48) e de 1927 (IPTS-21), foi adotada pelo Comitê Internacional de Pesos e Medidas no encontro de 1989 sob solicitação da Décima Oitava Conferência Geral de Pesos e Medidas ^[14].

A ITS-90 é semelhante às suas antecessoras, exceto por estar mais refinada com valores atualizados de temperaturas fixas, ter um intervalo estendido e ser mais compatível com a escala de temperatura termodinâmica. O ponto de gelo permanece o mesmo a 0 °C (273,15 K) na ITS-90 e na IPTS-68, mas o ponto de vapor é de 99,975 °C na ITS-90 (com uma incerteza de ± 0,005 °C), que era de 100,000 °C na IPTS-68 ^[14].

A ITS-90 estende-se de 0,65 K até à temperatura mais alta mensurável na prática a partir da lei da radiação de Planck, usando princípios de medição por radiação monocromática.

Esta é a escala de temperaturas utilizada na calibração de termómetros. Neste documento optou-se por indicar todas as temperaturas em graus Celsius de forma a tornar mais fácil a observação e análise dos valores a qualquer leitor.

4.3. MEDIÇÃO DE TEMPERATURA

O avanço tecnológico, proporcionado pela sofisticação eletrónica dos dias de hoje, possibilitou o surgimento de uma ampla gama de meios e instrumentos de medição de temperatura, tais como, termómetros de dilatação de líquido, termómetros de pressão de gás e de vapor, termómetros de dilatação de sólidos, termopares (efeitos termoelétricos), termorresistências (variação da resistência de um metal com a temperatura), termístores (variação da resistência de um material semicondutor com a temperatura), pirómetros de radiação, pirómetros óticos, entre outros. Neste momento, o sensor de temperatura mais comum nos laboratórios portugueses de metrologia industrial é a termorresistência de platina. Devido às suas características, foi o sensor escolhido pela Frilabo no âmbito da calibração de termómetros, ser-lhe-á dado um ênfase especial.

Como já foi referido anteriormente, este tipo de sensor terá de fazer parte de um sistema de medição em conjunto com um equipamento capaz de indicar a temperatura.

Um dos métodos principais da medição elétrica da temperatura envolve a variação da resistência elétrica de certos metais. A técnica de medida consiste em colocar o sensor da temperatura em contacto com o ambiente cuja temperatura se vai medir. Assim, uma medida da respetiva resistência indica a temperatura do sensor e também do ambiente ^[19].

Estes sensores são denominados **RTDs (*Resistance Temperature Detector*)** e apresentam-se como se pode ver na Figura 7. O RTD funciona com base no facto de que, de modo geral, a resistência de um metal aumenta com a temperatura. Com este tipo de sensor, podem obter-se erros da ordem das décimas, centésimas de graus. Os termómetros de resistência de platina podem chegar a erros na ordem da milésima de grau ^[20].

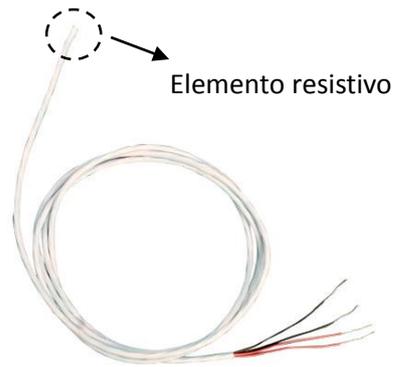


Figura 7 Aparência real de um RTD com ligação a 4 fios

As principais características de um RTD são:

- Condutor metálico (a platina é o metal mais utilizado);
- Praticamente lineares;
- Muito estáveis, dependendo do metal;
- Grande faixa de operação (-200 °C a +850 °C, padrões de platina podem abranger ligeiramente uma maior gama);
- Boa tolerância de fabrico ($\pm 0,15$ °C Classe A).

Os termómetros de resistência são, portanto, considerados sensores de alta exatidão e ótima repetibilidade de leitura. Estes sensores são confeccionados com um metal de alto grau de pureza, usualmente cobre, platina ou níquel. Geralmente a platina é a melhor escolha, por ser um metal quimicamente inerte e, assim, conservar suas características a altas e baixas temperaturas (não se deixa contaminar com facilidade), além de poder trabalhar a altas temperaturas devido o seu elevado ponto de fusão ^[19] ^[20].

Segundo a ITS-90, padrões de platina podem abranger uma faixa de temperatura que vai dos -259,3467 °C aos 961,78 °C, como relação resistência/temperatura estável sobre a maior parte dessa faixa. Elementos de níquel têm uma faixa limitada, tornando-se bastante não-lineares acima dos 300 °C. O cobre tem uma relação resistência/temperatura bastante linear, porém oxida a temperaturas muito baixas e não pode ser utilizado acima de 150 °C ^[20].

Resumindo, o metal mais comum para a medição de temperaturas é a platina, sendo por vezes denominado PRT (*Platinum Resistance Thermometer*). Apesar de ser o mais caro, é o melhor metal para a construção de um RTD, basicamente por três motivos: dentro de uma faixa, a relação resistência/temperatura é bastante linear; essa faixa é muito repetitiva, ou seja, apresenta resultados muito reproduzíveis (pois tem a capacidade de manter as suas características por longo período); a sua faixa de linearidade é a maior entre os metais [18] [19]. O gráfico da Figura 8 mostra a variação da resistência de alguns metais mais utilizados na medição da temperatura.

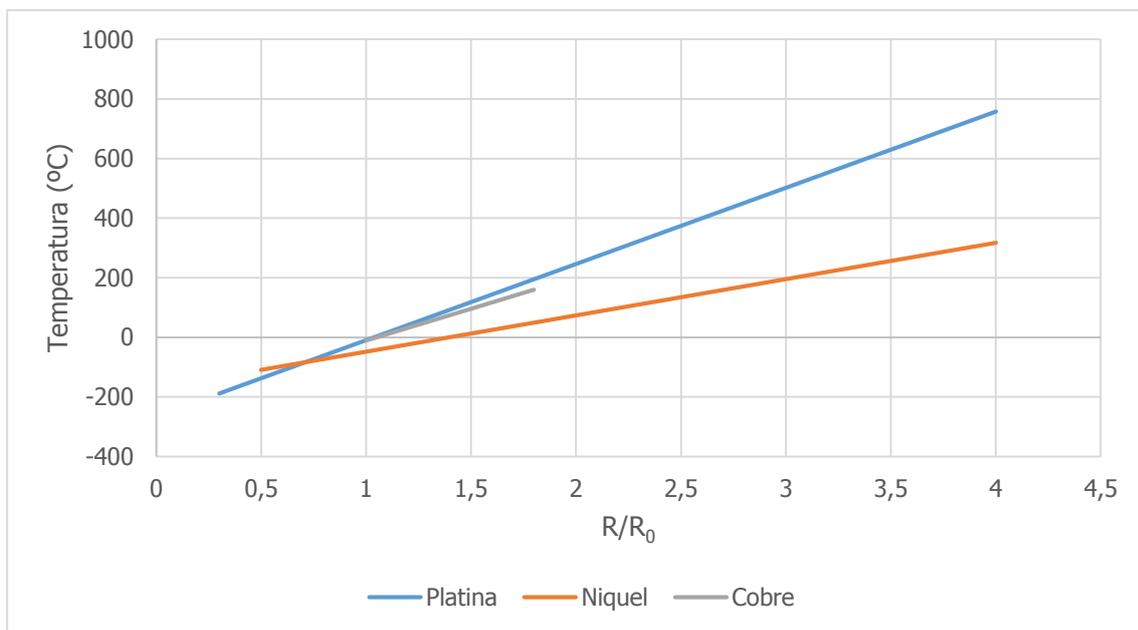


Figura 8 Variação da resistência de metais com a temperatura

Além da variação da temperatura, impurezas e ainda tensões internas influenciam as características resistência/temperatura dos elementos. De certo modo, são fatores como contaminações químicas e ainda tensão mecânica que reduzem a vida útil dos RTDs. Como se pode observar na Figura 7, cada metal apresenta uma sensibilidade diferente. O valor dessa sensibilidade está relacionado com o coeficiente de temperatura da resistência [20].

Define-se a variação de resistência do metal em função da variação da temperatura pela equação seguinte¹²:

$$R = R_0(1 + \alpha(T - T_0))$$

Equação 18

em que R é a resistência à temperatura T ; R_0 é a resistência de referência à temperatura de referência T_0 e α é o coeficiente de temperatura do metal, ou, a variação da resistência por grau de temperatura. Este coeficiente térmico é calculado pela resistência medida a duas temperaturas de referência (por exemplo, de 0 a 100 °C). A partir da Equação 18, pode-se isolar o coeficiente de temperatura pela expressão:

$$\alpha = \frac{R - R_0}{R_0(T - T_0)}$$

Equação 19

Esta equação é utilizada em faixas de temperaturas pequenas, nas quais se pode considerar a variação de resistência em função da temperatura em curva linear.

A sensibilidade do sensor de temperatura é, por definição, a razão da variável de saída pela variável de entrada (resistência/temperatura). Nesse caso é necessário derivar a Equação 18 de modo a calcular a sensibilidade:

$$S_{RTD} = \frac{dR}{dT} = \frac{d[R_0(1 + \alpha(T - T_0))]}{dT} = \alpha R_0$$

Equação 20

Outra característica muito importante é a resistividade (ρ). A resistividade é maior em sensores cujo valor ohmico é maior, e com pequena massa, apresentam uma resposta mais

¹² Esta é apenas a equação utilizada para se ter uma percepção básica da relação entre a temperatura e a resistência. Digamos portanto, que estamos a falar de uma aproximação linear. No entanto já existem equipamentos que permitem aproximações mais ajustadas (quadráticas) para obter o valor de temperatura com mais exatidão.

rápida às mudanças de temperatura. É possível exprimir de uma forma analítica a resistividade de um sensor de temperatura metálico, a uma temperatura constante ^[19]:

$$\rho = \frac{R}{l/A} \quad (T = \text{constante})$$

Equação 21

em que R é a resistência do metal; l é o comprimento da parte ativa do sensor e A é a área da secção transversal.

Na Tabela 6 apresentam-se alguns valores de α (0 a 100 °C) e de resistividade de metais comumente utilizados em RTDs.

Tabela 6 Especificações para diferentes RTDs ^[20]

Parâmetro	Platina	Cobre	Níquel
Gama (°C)	-200 a +850	-200 a +260	-80 a +320
R (Ω)	25, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000	10	50,100,120
α^* $\left[\frac{\Omega/\Omega}{^\circ\text{C}} \right]$	0,00385 (IEC 751) 0,00392 (ITS 90)	0,00427	0,00672
ρ ($\mu\Omega m$)	10,6	1,673	6,844

*O coeficiente de temperatura depende da pureza do metal. Para a platina a 99,999% de pureza, $\alpha = 0,00395 \left[\frac{\Omega/\Omega}{^\circ\text{C}} \right]$.

4.3.1. CONSTRUÇÃO DE UM RTD

Atualmente, as termorresistências de platina mais usuais são: Pt25 Ω, Pt25,5 Ω, Pt100 Ω, Pt500 Ω e Pt1000 Ω, sendo que o mais conhecido e mais utilizado industrialmente é o Pt100 Ω. Estas siglas significam o metal (Pt, Platina) e a resistência (100 Ω) à temperatura de 0 °C. A nomenclatura de outros RTDs segue esse padrão. Por exemplo: Ni50 Ω é um RTD construído com níquel que apresenta uma resistência de 50 Ω a 0 °C. A faixa mais comum de sensores Pt100 industriais vai de -200 a 420 °C, no entanto, um sensor de platina padrão pode ser utilizado até quase 1000 °C (o sensor padrão é bastante frágil e caro, sendo utilizado apenas para aferir/rastrear padrões secundários) ^[20].

É importante salientar que:

- ✓ A ITS90 especifica um mínimo de coeficiente de temperatura de 0,003925 para RTDs padrões de platina. As normas IEC 751 e ASTM 1137 padronizaram o coeficiente de 0,0038500.
- ✓ Quando o elemento é comercializado, esse mesmo coeficiente, geralmente, é impresso na embalagem.
- ✓ A construção dos sensores e o seu emprego é de extrema importância e vai determinar a vida útil do elemento e a sua consequente exatidão de medida.

Os RTDs são fabricados em 3 tipos básicos de construção. Na ponta dos fios ou cabos de ligação, como se pode verificar na Figura 7, existe um elemento resistivo (ou sensível) projetado sob a forma de *thin-film*, *wire wound* ou *coiled element*. Cada um dos diferentes tipos de construção tem vantagens e desvantagens.

***Thin-film* (filme fino ou película fina)** – O filme fino é provavelmente a construção mais utilizada por causa do seu *design* robusto e do baixo custo. O sensor de película fina consiste no revestimento com uma pequena pastilha cerâmica de uma camada muito fina de película de platina, onde, através de corte *laser* ou gravura química, é feito um “caminho de resistência”, que é soldado aos cabos de ligação, como se pode ver na Figura 9. Para proteção, o elemento é revestido com uma fina camada de vidro para evitar as influências de produtos químicos e gases nocivos [21].

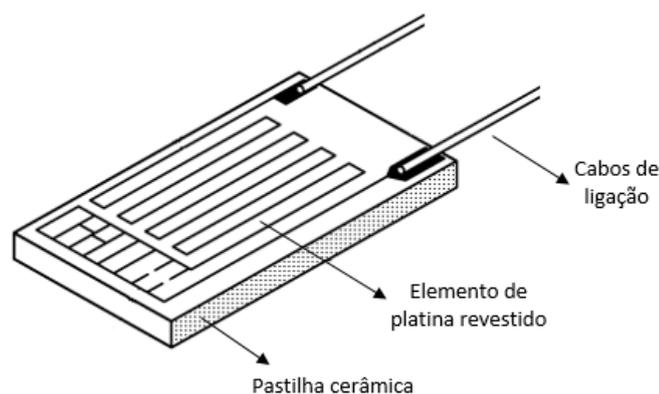


Figura 9 Sensor de *thin-film* [22]

***Wire wound* (fio enrolado)** – O sensor é construído por enrolamento de um fio de platina de pequeno diâmetro em torno de um material não condutor, que é geralmente feito de cerâmica. Este enrolamento é também revestido com vidro ou algum outro material de

isolamento para proteção. Os fios de enrolamento são soldados aos cabos de ligação (Figura 10) [21].

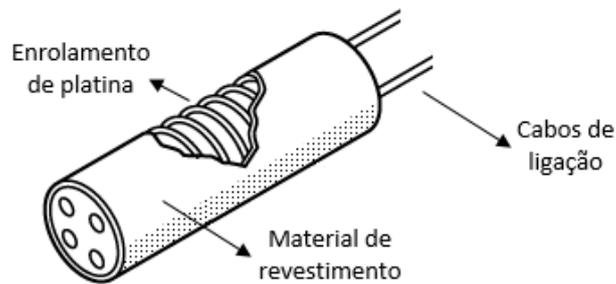


Figura 10 Sensor de *wire wound* [22]

Coiled element (elemento em espiral) – O sensor de elemento em espiral é construído através da inserção de fios de platina helicoidais num isolante de cerâmica, por sua vez preenchido com pó cerâmico para evitar contactos entre os fios (Figura 11) [21].

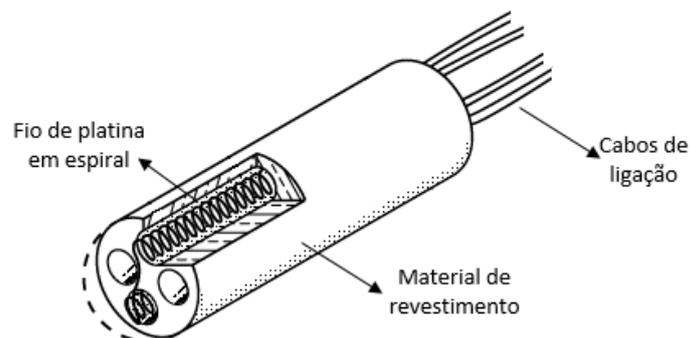


Figura 11 Sensor de *coiled element* [22]

Cada um dos tipos tem as suas vantagens. O *thin film* é o menos caro para produzir e também o mais resistente. Eles podem também ser fabricados em tamanhos muito pequenos. Em termos de custos a construção *wire wound* é semelhante, porém, apesar de ser mais robusto, é menos preciso. O *coiled element* é o mais preciso, mas, no entanto, mais dispendioso de fabricar.

4.3.2. MONTAGEM E CONDICIONAMENTO DE SINAL

Para se utilizar um sensor do tipo RTD é necessário fazer uma corrente elétrica passar pelo mesmo, e medir a sua tensão. Uma das maneiras de se implementar é utilizar um circuito em ponte de *Wheatstone*¹³. Esta ponte precisa de se “auto-equilibrar” de modo a detetar com exatidão as variações de resistência dos sensores. Os equipamentos utilizados quer no âmbito dos ensaios ou calibrações, já dispõem de pontes de *Wheatstone*.

A Figura 12 mostra uma montagem denominada de **ligação a dois fios**. Nesse caso tem-se uma ligação para cada terminal do sensor. Normalmente, essa montagem é satisfatória em locais em que o comprimento de cabo que faz a ligação do sensor à unidade de leitura for de pequenas dimensões (não ultrapassar os 3 m).

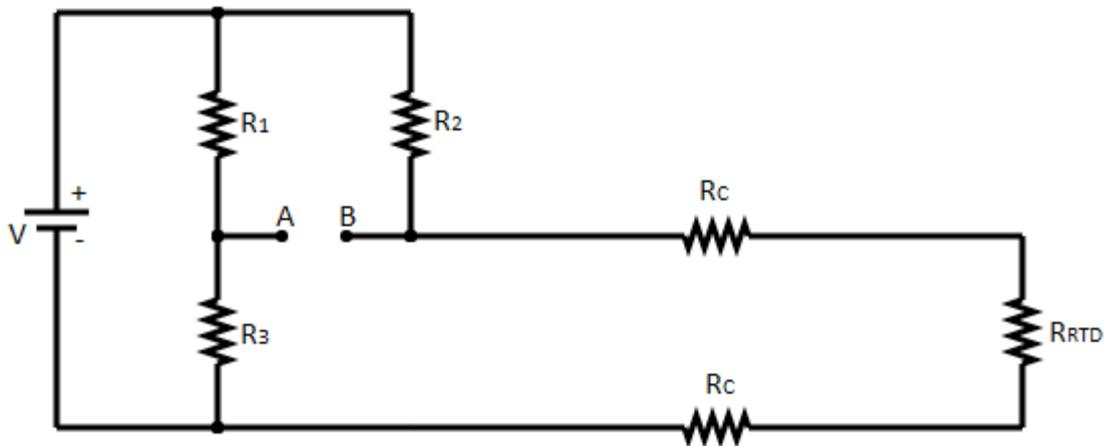


Figura 12 Montagem a dois fios ^[20]

A Figura 13 mostra a **ligação a três fios**. Neste tipo de montagem, que é a mais utilizada industrialmente, haverá uma compensação da resistência elétrica pelo terceiro fio.

¹³ Ponte de *Wheatstone* – A ponte de *Wheatstone* é um esquema de montagem de elementos elétricos que permite a medição do valor de uma resistência elétrica desconhecida.

Na **ligação a quatro fios** (Figura 14) existem duas ligações para cada lado da ponte, anulando os efeitos das resistências dos cabos.

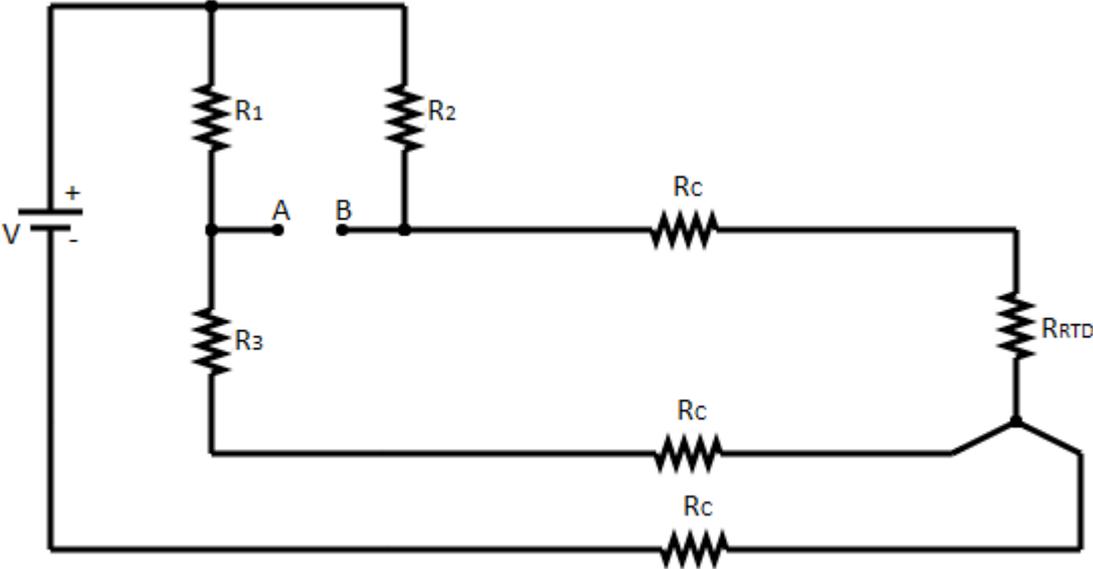


Figura 13 Montagem a três fios [20]

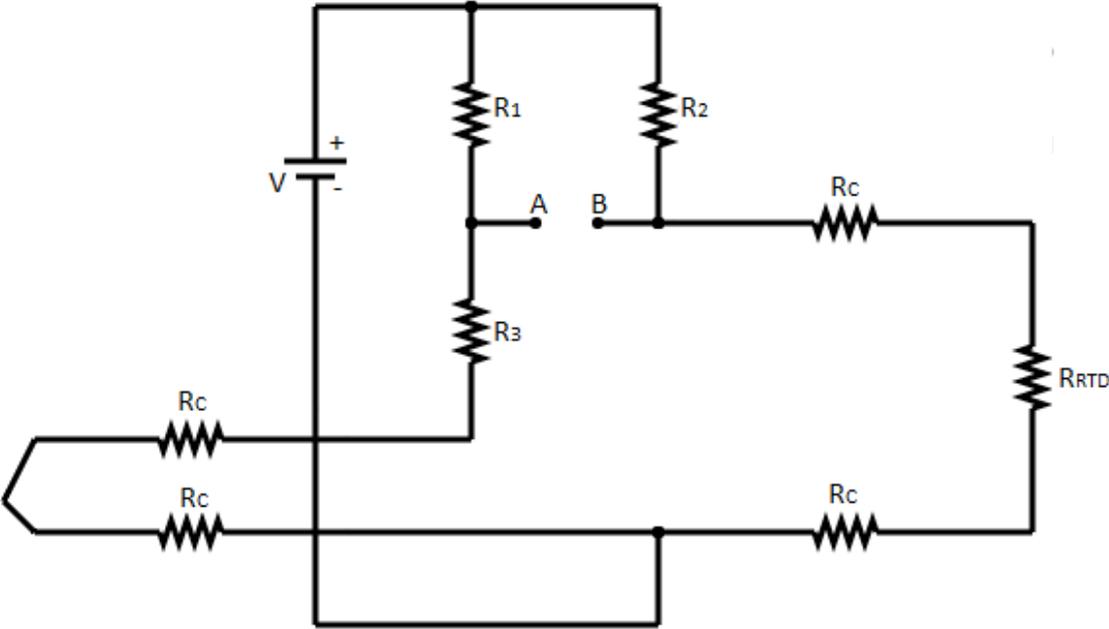


Figura 14 Montagem a quatro fios [20]

A diferença entre estas montagens é que, na ligação a dois fios, haverá influência dos cabos de ligação na tensão de saída. Considerando-se a situação de equilíbrio, quando a resistência do RTD for R , a tensão na ponte será:

$$V_{AB} = V_A - V_B$$

Equação 22

Desenvolvendo a equação de cima:

$$V_{AB} = V \left(\frac{R_3}{R_1 + R_3} \right) - V \left(\frac{R_{RTD} + 2R_C}{R_{RTD} + 2R_C + R_2} \right)$$

Equação 23

Se a ponte estiver em equilíbrio, então $R_1 = R_2 = R_3 = R_{RTD} = R$:

$$V_{AB} = V \left(\frac{R}{R + R} \right) - V \left(\frac{R + 2R_C}{R + 2R_C + R} \right)$$

Equação 24

Simplificando a Equação 24:

$$V_{AB} = \frac{1}{2} - \left(\frac{R + 2R_C}{2R + 2R_C} \right)$$

Equação 25

Ou seja, se os valores das resistências dos cabos forem significativos (nomeadamente em cabos longos, > 3 m), será introduzido um erro devido aos mesmo. No caso da ligação a três fios, observa-se a condição $V_{AB} = 0$, quando as resistências são todas iguais. Isto acontece porque a ligação do terceiro fio compensou a queda de tensão devido à resistência dos cabos, ou seja, a corrente que circula pelo cabo é próxima de zero (devido à alta impedância do voltímetro ou multímetro) não ocorrendo, então, as chamadas de tensões parasitas ^{[19] [20] [23]}.

A forma ideal de fazer uma ligação para RTDs é mesmo a de quatro fios, (ou idêntico) pois desta forma resolve-se o problema das correções do valor de resistência e das variações de temperatura ambientes nos cabos, observando-se a mesma condição de $V_{AB} = 0$, mas desta vez, com mais exatidão que na situação anterior. Porém, a ligação desta forma nem sempre é possível pois nem todas as unidades de leitura possuem entrada de quatro fios.

4.3.3. EFEITO DO AUTO-AQUECIMENTO (*SELF-HEATING*)

Como se verificou no ponto anterior, é necessário incluir um RTD num circuito de condicionamento de sinal, e alimentá-lo com uma corrente. Essa corrente será responsável pela dissipação de potência por Efeito Joule¹⁴. Ou seja, quando uma corrente passa pelo sensor a temperatura tende a aumentar neste componente, afinal, um RTD é uma resistência, e as mesmas dissipam energia elétrica na forma de calor. Isto também pode causar um erro na leitura ou mesmo alterar o ambiente em condições de medidas muito rigorosas. Logo, o circuito de condicionamento de sinal que alimenta o RTD deve permitir manter a corrente suficientemente baixa de modo a minimizar o auto-aquecimento ^[24].

Geralmente, do mesmo modo em que são fornecidos os coeficientes térmicos, é também fornecida uma constante de dissipação (W/°C) nas especificações do RTD. Este número indica a potência necessária para elevar a temperatura do sensor de 1 °C, geralmente no ar (e sem agitação) e em banho de óleo (com agitação). Isto é devido à diferença na capacidade do meio para transportar o calor para longe do sensor.

Vejamos então o efeito do auto-aquecimento. A energia dissipada, em Watt, no sensor é dada por:

$$P = \frac{V^2}{R}$$

Equação 26

em que V é a tensão gerada aos terminais do RTD e R é a resistência do RTD.

Um vez conhecida a energia dissipada pelo sensor, o aumento da temperatura por auto-aquecimento pode ser determinado a partir da constante de dissipação através de:

$$\Delta T = \frac{P}{P_D}$$

¹⁴ Efeito de Joule – Lei física que expressa a relação entre o calor gerado e a corrente elétrica que percorre um condutor em determinado tempo.

em que P é a potência dissipada pelo sensor e P_D é a constante de dissipação do sensor especificada pelo fabricante.

Esta explicação mostra a importância de incluir efeitos de dissipação em sensores de temperatura resistivos. De acordo com manuais de Instrumentação Eletrônica e de Controlo de Processos, a resposta correta envolve circuitos que sejam capazes de reduzir a corrente do RTD a valores $\leq 0,1$ °C de auto-aquecimento [24]. No entanto, apesar de ser muito importante esta consideração, usualmente, não é levada em conta em processos que envolvam ensaios ou calibrações de termómetros a nível industrial, como uma fonte de erro, dado que a instrumentação utilizada já permite a eliminação da potência dissipada pelo sensor.

4.3.4. RESUMO DAS CARACTERÍSTICAS MAIS COMUNS

Sensibilidade – Como já vimos anteriormente, a partir dos valores típicos da variação linear da resistência com a temperatura pode fazer-se uma estimativa da sensibilidade do RTD. Para a platina, este número é tipicamente da ordem dos $0,004/^\circ\text{C}$, enquanto que para o níquel um valor típico é $0,005/^\circ\text{C}$. Assim, por exemplo, com a platina para um RTD de $100\ \Omega$ se a temperatura variar $1\ ^\circ\text{C}$ esperar-se-á uma variação de apenas $0,4\ \Omega$ [19].

Tempo de resposta – Em geral, os RTDs têm um tempo de resposta de 0,5 a 5 segundos. A “lentidão” da resposta é devida principalmente à demora da condutividade térmica até o sensor ficar em equilíbrio térmico com o ambiente onde está inserido. Geralmente, as constantes de tempo são especificadas para uma condição “no ar” (ou equivalente) ou “num banho de óleo” (ou equivalente). No primeiro caso há mau contacto térmico e portanto, resposta lenta, e no último, bom contacto térmico, e resposta rápida [19] [20].

Faixa de temperatura, exatidão e tolerância – Dependendo da construção do RTD, as faixas de temperatura podem variar. Padrões internacionais de platina com 99,999% de pureza aguenta temperaturas desde cerca -250 a $1000\ ^\circ\text{C}$. No entanto, padrões de trabalho encapsulados numa bainha, ou sobre a forma de *thin-film*, esta faixa fica limitada até os $420\ ^\circ\text{C}$, porque outros materiais envolvidos na sua construção, limitam a faixa de temperatura da platina.

Utilização acima dos 420 °C: para que isto seja possível, necessário que os invólucros protetores consigam de facto suportar tais temperaturas sem iniciar um processo de contaminação no próprio sensor para evitar desvios e não-repetibilidade.

Tabela 7 Tolerâncias de fabrico (ITS-90)

Temperatura (°C)	Classe B (°C)	Classe A (°C)	1/3 DIN (°C)	1/5 DIN (°C)	1/10 DIN (°C)
-200	±1,3	±0,55	±0,44	±0,26	±0,13
-100	±0,8	±0,35	±0,27	±0,16	±0,08
0	±0,3	±0,15	±0,10	±0,06	±0,03
100	±0,8	±0,35	±0,27	±0,16	±0,08
200	±1,3	±0,55	±0,44	±0,26	±0,13
300	±1,8	±0,75	±0,60	±0,36	-
400	±2,3	±0,95	±0,77	-	-
500	±2,8	±1,15	-	-	-
600	±3,3	±1,35	-	-	-
650	±3,6	±1,45	-	-	-
700	±3,8	-	-	-	-
800	±4,3	-	-	-	-
850	±4,6	-	-	-	-

Nestas tolerâncias (Tabela 7) não estão incluídos erros que possam resultar da ligação ao equipamento de medição.

Estabilidade e deriva temporal – A estabilidade depende do seu ambiente de trabalho. Teoricamente, quanto mais altas as temperaturas, maior a rapidez com que ocorrem desvios indesejáveis e contaminações. Abaixo dos 420 °C, os desvios são insignificantes, porém acima, os mesmos tornam-se um problema, podendo causar erros de alguns graus ao longo de 1 ano. Além disso, choques mecânicos, vibrações e inadequada utilização também mudam as características do sensor. Também a humidade pode introduzir erros, uma vez que a água é condutora, altera a resistividade do RTD. Deste modo é importante que em casos mais extremos a parte ativa do sensor esteja isolada elétrica e mecanicamente. De modo a controlar a degradação do sensor ao longo do tempo (deriva temporal) é necessário que seja executada a calibração, em pelo menos uma vez por ano ^{[19] [20]}.

4.3.5. OUTROS SENSORES IMPORTANTES

Apesar das termorresistências de platina serem as mais utilizadas na indústria em ensaios e calibração, não pode-mos esquecer também de outros sensores importantes.

Termístores – Os termístores são produzidos com óxidos semicondutores e podem ter um coeficiente de temperatura positivo (PTC) ou negativo (NTC). Estes sensores têm uma sensibilidade mais elevada do que as RTDs o que permite que detetem variações ínfimas de temperatura, no entanto, não são tão estáveis e têm uma saída não linear. São utilizados na indústria de refrigeração e não só.

Termopares – O princípio de funcionamento dos sensores termoelétricos (termopares) baseia-se no Efeito de Seebeck¹⁵. A junção de dois materiais metálicos diferentes cria uma tensão proporcional à diferença de temperatura entre os terminais e a junção. A esta tensão dá-se o nome de tensão de Seebeck. Todos os pares metálicos dissimilares apresentam este efeito, porém somente alguns deles produzem uma tensão de Seebeck considerável.

Tabela 8 Algumas características do tipo de sensores mais utilizados

Propriedade	RTD	Termístor	Termopar
Elemento ativo	Platina	Semicondutor	Junção de 2 metais diferentes
Parâmetros de variação	Resistência	Resistência	Tensão
Faixas de temperatura (habitualmente mais utilizadas)	-200 a 500 °C	-40 a 260 °C	-270 a 1750 °C
Sensibilidade	Boa	Não tão boa como nos RTDs e termopares	Boa
Exatidão	Boa em praticamente toda a gama de operação	Boa, mas limitada a elevadas temperaturas	Não tão boa como nos RTDs e termístores
Linearidade	Excelente	Não tão boa (logarítmica)	Moderada
Tempo de resposta	Bom	Bom	Bom
Estabilidade	Excelente	Moderada	Má
Suscetibilidade a ruído	Baixa	Baixa	Alta
Degradação com o tempo (deriva)	Baixa	Moderada	Mais acentuada que nos RTDs e termístores
Custo	Moderado/Alto	Baixo/moderado	Moderado

¹⁵ Efeito de Seebeck – Produção de uma diferença de potencial (tensão elétrica) entre duas junções de condutores (ou semicondutores) de materiais diferentes quando elas estão a diferentes temperaturas (força eletromotriz térmica).

4.4. CÂMARAS TÉRMICAS

As Câmaras Térmicas são dispositivos que têm a capacidade de simular e controlar a temperatura. Neste documento, utiliza-se o termo Câmara Térmica para caracterizar de uma forma genérica qualquer tipo de equipamento termorregulado, ou seja, que permita obter e controlar temperatura, somente, no seu volume interior ^[25].

A simulação de condições ambientais é feita por câmaras climáticas, ou seja, para além de simularem temperatura, simulam também humidade (e podem também simular outras grandezas, como por exemplo a concentração de O₂ e CO₂). No entanto, medições de humidade e de outras grandezas em câmaras térmicas (a não ser apenas como um dado de carácter indicativo) é um âmbito que o Laboratório da Frilabo, para já ainda, não pensa em acreditar, mas como não deixam de ser câmaras térmicas também e importantes em diversas aplicações, irão ser abordadas de uma forma também muito genérica.

Não é importante apresentar em pormenor o funcionamento, a eletrónica ou a tecnologia de uma câmara térmica, mas avaliar as características metrológicas das mesmas, focando-se essencialmente na criação de métodos que tornem possível “mapear” a temperatura no seu interior e estimar a sua incerteza de medição. Contudo, são enumerados alguns tipos de câmaras térmicas, e uma explicação sucinta e básica do seu tipo de funcionamento.

Câmaras térmicas (e climáticas) são utilizadas em diversos setores industriais (automotivo, químico, farmacêutico, alimentar, aeroespacial, eletrónico, etc.) e instituições de pesquisa/investigação (universidades, laboratórios e afins). Por sua vez, nestes equipamentos também são ensaiados e testados diversos tipos de produtos, como por exemplo embalagens, componentes eletrónicos e mecânicos, produtos alimentares, automóveis, produtos farmacêuticos, bactérias, entre outros.

4.4.1. FUNCIONAMENTO DAS CÂMARAS TÉRMICAS

A relação entre a temperatura no interior da câmara e a temperatura ambiente, as câmaras vêm equipadas com sistemas de aquecimento e/ou de refrigeração. Quando se pretende obter temperaturas superiores à temperatura ambiente, as câmaras possuem sistemas de aquecimento, quase sempre resistências elétricas. Para obter temperaturas próximas da temperatura ambiente é necessário combinar sistemas de aquecimento com sistemas de

refrigeração. Finalmente, quando as temperaturas desejadas são inferiores à temperatura ambiente as câmaras necessitam exclusivamente de um sistema de refrigeração.

Seja qual for a câmara térmica, todas têm os seguintes componentes comuns: selecionador de temperatura (regulador de *setpoint*), sensor(es) de temperatura, termostato (ou sistema eletrónico de função similar) e paredes duplas com uma espessa camada isoladora (para proteger da temperatura ambiente). Muitas delas dispõem ainda de um indicador de temperatura de forma a controlar possíveis desvios relativamente ao valor de temperatura selecionado. Nas câmaras mais antigas, a temperatura do interior é indicada por um termómetro de mercúrio. Atualmente, a grande maioria das câmaras possuem indicadores digitais (termopares ou termorresistências de platina).

O sistema de controlo mais frequente é do tipo realimentação (*feed-back*) cujo diagrama de fluxo consta na Figura 15.

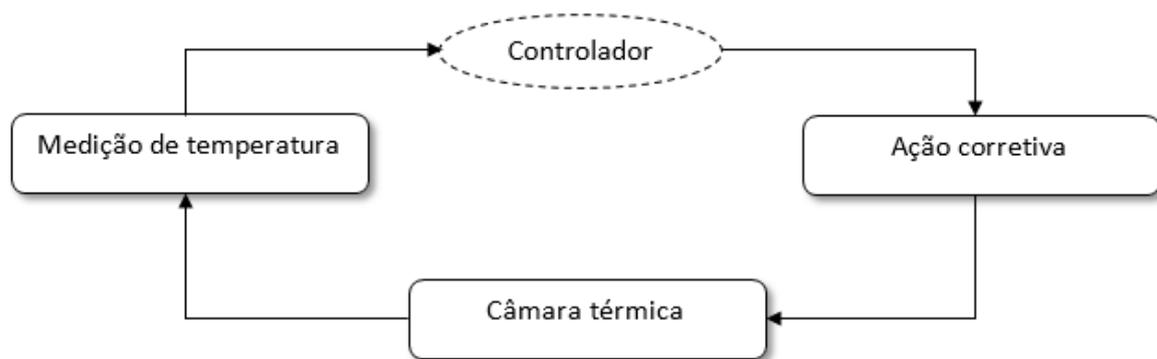


Figura 15 Esquema genérico do controlo da temperatura por *feed-back*

No esquema da Figura 15 o controlador está condicionado por uma temperatura pré estabelecida (*setpoint*) e o tipo de atuação depende da relação entre a temperatura medida pelo sensor e a temperatura selecionada.

O esquema da Figura 16 exemplifica o algoritmo de funcionamento do controlador de uma câmara térmica, com um *setpoint* de 100 °C.

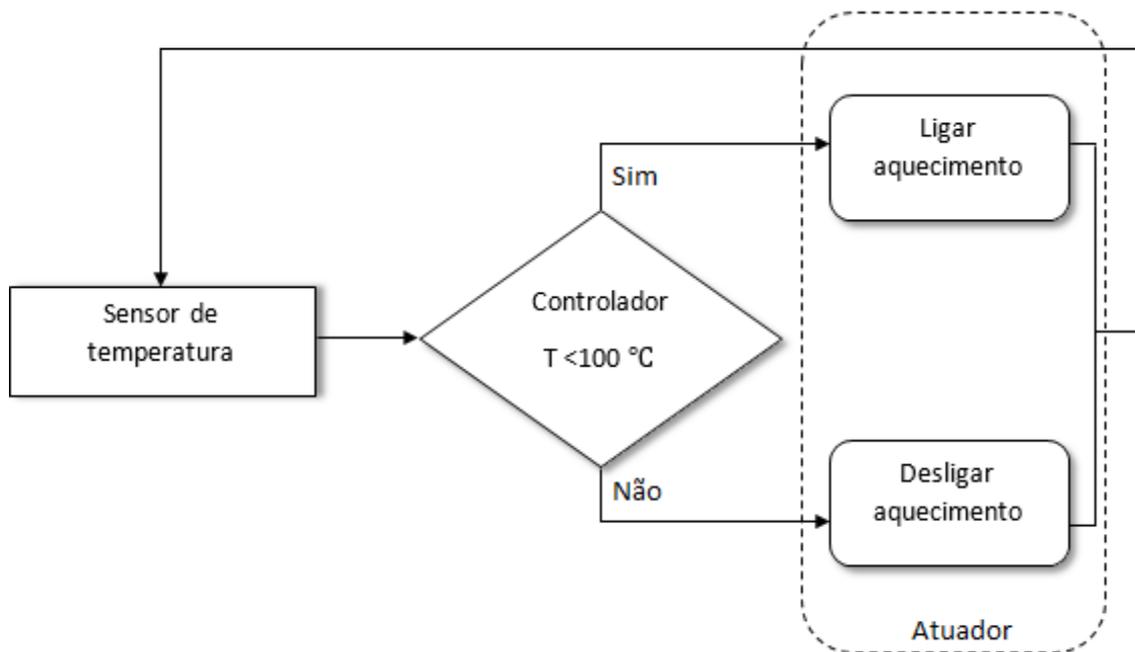


Figura 16 Esquema genérico de atuação de um controlador de temperatura de uma câmara térmica (aquecimento)

A câmara térmica a que se refere o esquema da Figura 16, pode ser, por exemplo, uma estufa.

Nas câmaras que combinam os sistemas de aquecimento e de refrigeração, o controlador utiliza um esquema de decisão mais complexo.

4.4.2. TIPOS DE CÂMARAS TÉRMICAS

De seguida é dada uma breve explicação sobre cada tipo de câmara térmicas, entre as quais, a maioria delas foram ensaiadas no âmbito deste projeto.

4.4.2.1. Câmaras de refrigeração

O funcionamento deste tipo de câmara é controlado de forma genérica por um sistema evaporador/compressor/condensador. Desta categoria fazem parte os **frigoríficos**, os **congeladores** (ou arcas congeladoras) e **ultra-congeladores** (ou arcas ultra-congeladoras).



Figura 17 Da esquerda para a direita – frigorífico; congelador; ultra-congelador horizontal (cortesia Frilabo)

A temperatura a que se evapora um líquido (ou se condensa um vapor) depende da pressão. Utilizando um fluido adequado, este evapora-se a uma temperatura baixa no evaporador de baixa pressão (retirando calor do meio) e condensa-se a uma temperatura mais alta num condensador de alta pressão (libertando calor). Durante o funcionamento existem períodos de tempo de descongelação, cuja periodicidade e duração variam de equipamento para equipamento e durante os quais a temperatura sobe, descendo depois para um valor ligeiramente inferior ao seleccionado. Após estes períodos, a temperatura da câmara retorna aos valores de funcionamento pretendidos ^[25]. Geralmente, e como é de esperar, o período de descongelação é muito maior nos frigoríficos que nos congeladores e ultra-congeladores. Dependendo da aplicação, existem temperaturas normalmente utilizadas nestes equipamentos. Nos frigoríficos a temperatura mais utilizada é de 4 °C, temperatura que permite o armazenamento/conservação de produtos a curto prazo (alguns dias), como o frigorífico doméstico. Por sua vez, as temperaturas mais utilizadas nos congeladores variam entre os -20 e -40 °C, para conservar e armazenar produtos a médio prazo (alguns meses). Já os ultra-congeladores conseguem conservar os produtos a um longo prazo (alguns anos ou, hipoteticamente infinito), isto porque consegue operar a temperaturas compreendidas entre -80 e -196 °C.

Este tipo de câmara térmica tem aplicações em diversas áreas: os frigoríficos são muito utilizados na indústria farmacêutica na conservação de fármacos, na indústria biomédica e

em bancos de sangue; os congeladores e ultra-congeladores têm aplicação na preservação de vacinas, plasma sanguíneo e proteção de amostras de teste e espécimes.

4.4.2.2. Câmaras de aquecimento

As câmaras mais conhecidas nesta categoria são as **estufas**, as **incubadoras** e as **muflas** (ou fornos). As estufas permitem a obtenção de temperaturas entre a temperatura ambiente e ± 300 °C podendo possuir um sistema de aquecimento por convecção natural (ou gravitacional) ou por circulação forçada de ar. Estes equipamentos possuem normalmente um orifício que permite o arejamento, ou seja, trocas gasosas com o exterior.

No aquecimento por convecção natural usado nas estufas, o ar é aquecido na zona inferior da câmara, dando origem a correntes de convecção ascendentes. Este aquecimento apresenta oscilações de temperatura, tanto mais acentuadas quanto maior for a carga no interior da estufa. Existem estufas com uma câmara de pré-aquecimento em que o ar fresco é aquecido à entrada, o que faz com que aquelas oscilações não sejam tão acentuadas.

As estufas que utilizam circulação de ar forçado conseguem obter a temperatura desejada de forma mais rápida e homogênea. Neste género de estufas o ar fresco é aquecido e misturado com o ar quente por ação de um ventilador colocado na parte inferior ou superior da câmara, circulando então em fluxo horizontal através das paredes perfuradas.



Figura 18 Estufa (cortesia Frilabo)

Estufas como a da imagem na Figura 18 servem sobretudo para a secagem de pequenas amostras e partículas finas como também para esterilização de equipamento biomédico ¹⁶ por calor seco. Estufas idênticas, mas de maior volume desempenham um papel fundamental nas urgências dos hospitais no aquecimento do soro e na secagem das batas para os pacientes não sentirem a diferença de temperatura.

Quanto às incubadoras, as mais universais são a incubadora *standard* e a incubadora multigás como se pode ver nas imagens da Figura 19 que para além do aquecimento possuem controlo de O₂ e CO₂. Podem ser utilizadas numa gama de temperatura compreendida entre a temperatura ambiente, ou ligeiramente superior, e os 100 °C, no entanto a temperatura de trabalho mais conhecida é de 37 °C.



Figura 19 Incubadora *standard* (à esquerda) e incubadora multigás (à direita) (cortesia Frilabo)

A incubadora *standard* é utilizada em muito áreas, especialmente em laboratórios de biologia, microbiologia sobretudo para desenvolvimento de fungos, cultura de bactérias e

¹⁶ Esterilização – Ato de esterilizar, de tornar estéril.

aquecimento de plantas *in vitro*, enquanto as incubadoras multigás são mais vocacionadas para a cultura de células em aplicabilidades mais críticas e complexas (enzimas, por exemplo).

Outro caso conhecido das incubadoras multigás são as incubadoras neonatal, muito utilizada nas maternidades em casos de parto prematuro como se pode ver na Figura 20.



Figura 20 Incubadora neonatal [26]

Estas câmaras proporcionam um controlo muito rigoroso da temperatura e da concentração dos gases. Uma temperatura de 37 °C com 5% de CO₂ e 6% de O₂ satisfazem as condições ideais para que um bebé prematuro possa continuar a viver (condições semelhantes à do útero humano).

As muflas (ou fornos), imagem da Figura 21, utilizam-se quando o aquecimento tem de ser mais acentuado. É um tipo de câmara térmica utilizada em laboratórios de química para

calcinação¹⁷ de substâncias. As muflas são câmaras metálicas com revestimento interno isolante e refratário (geralmente cerâmica) que permite trabalhar numa faixa de temperatura entre 300 e 1500 °C, ideal para aplicações onde haja a presença de material corrosivo.



Figura 21 Mufla ^[27]

4.4.2.3. Câmaras de autoclavagem

As câmaras designadas por **autoclaves** utilizam o princípio de esterilização por calor húmido. É uma câmara com aplicações que se revelam das mais importantes para os dias atuais. A sua utilização vem desde o século XIX, na esterilização de artigos de saúde e alimentos, como o exemplo mostrado na imagem da Figura 22.

¹⁷ Calcinação – Reação química de decomposição térmica na qual envolve transformações com a remoção de gás.

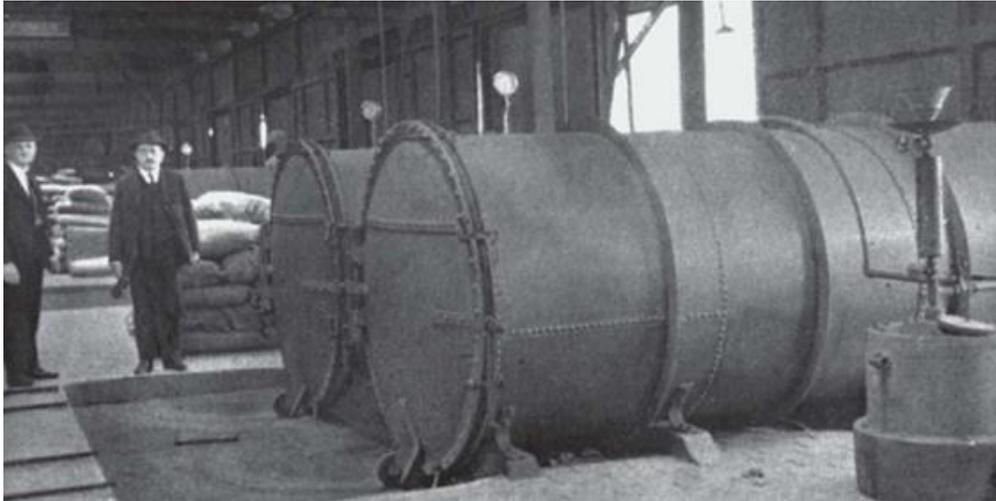


Figura 22 Autoclaves usadas no século XIX para esterilização de sacas de transporte de café [28]

A mais famosa autoclave utilizada hoje em dia, tem o mesmo princípio de funcionamento que a autoclave do século XIX, inventada por Charles Chamberland (1851-1908). Neste tipo de câmara térmica, uma fonte de calor (geralmente uma resistência), colocada na sua base estanque, gera a energia necessária para vaporizar a água que é introduzida no fundo do seu interior e, à medida que o vapor vai sendo gerado, a mistura ar-vapor que surge vai sendo retirada por uma válvula mecânica para o exterior. A expulsão desta mistura de ar-vapor vai permitir que se obtenha o máximo de vapor saturado a uma dada temperatura e pressão. A partir deste ponto inicia-se a contagem de tempo de exposição e, ao término deste, descarrega-se o vapor da câmara e retira-se o material.



Figura 23 Autoclave mais antiga, mas não desusada (à esquerda); autoclave mais recente com manípulo projetado para permitir a abertura e fecho da tampa com uma só mão (à direita) (cortesia Frilabo)

As autoclaves da Figura 23 são equipamentos muito utilizados em processos industriais e no processamento de artigos médico-hospitalares. A temperatura do processo a vapor varia conforme os materiais a serem esterilizados, situando-se entre 121° e 134 °C. A pressão para esterilização é de cerca de 1 atmosfera (aproximadamente 1 bar) para 121°C.

4.4.2.4. Câmaras climáticas

Assim como nas autoclaves e incubadoras multigás, nas câmaras climáticas o laboratório da Frilabo só pode efetuar medidas acreditadas apenas de temperatura, não estando habilitado para medição de outras grandezas. As câmaras climáticas permitem o controlo e a reprodução de uma grande variedade de padrões de temperatura, humidade relativa, concentração de O₂ e CO₂ e ainda iluminação.

A sua principal função é criar ambientes ideais para várias aplicações como o crescimento de plantas, cultura de células e tecidos vivos, cultivo de insetos, etc. Servem também para incubação, testes a componentes eletrónicos e a alimentos.

A título de exemplo, na área alimentar, uma aplicação conhecida desta câmara térmica é a cura dos queijos, onde a câmara opera a uma temperatura entre 9 e 16 °C com humidade relativa de 100% HR.

4.4.2.5. Banhos térmicos

Um banho térmico é um sistema cuja capacidade calorífica e refrigeradora é tão grande que quando está em contacto com outros sistemas a sua temperatura permanece constante. Ou seja, é a câmara térmica ideal para calibração de termómetros, desde pontos de temperaturas muito baixas a muito altas.

5. PROCESSO DE ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS – NP EN ISO/IEC 17025

A Acreditação consiste no reconhecimento formal, por parte de um organismo autorizado, da competência técnica de uma organização para executar determinadas tarefas, tais como calibrações em laboratórios de calibração, ensaios em laboratórios de ensaios, e também nos organismos de certificação, verificação e inspeção. A Acreditação diferencia-se da

Certificação¹⁸ por exigir, para além de um sistema da qualidade, a competência técnica necessária para garantir confiança nos resultados e produtos das atividades acreditadas. No caso dos laboratórios, para que estes sejam acreditados terão de cumprir todos os requisitos da Norma NP EN ISO/IEC 17025, para além de outras especificações e guias técnicos.

No texto seguinte está apresentado um resumo de como um organismo é acreditado e quais os principais pontos da norma NP EN ISO/IEC 17025 que o laboratório da Frilabo tem de satisfazer para demonstrar que é capaz de reproduzir resultados tecnicamente válidos.

5.1. ORGANISMO NACIONAL DE ACREDITAÇÃO

A função de Organismo Nacional de Acreditação foi exercida pelo Instituto Português da Qualidade (IPQ) desde a sua criação, em 1986, até que, em 31 de Maio de 2004, com a publicação do Decreto-Lei 125/2004, é criado o IPAC, ao qual foi atribuída, em exclusivo, a acreditação de laboratórios de calibração e ensaio.

O IPAC é o organismo nacional de acreditação e tem como principal objetivo o cumprimento de critérios internacionais, nomeadamente definidos na norma ISO/IEC 17011. As suas funções consistem em reconhecer a competência técnica das entidades que efetuam calibrações, ensaios, verificações, inspeções e certificações, de acordo com os referenciais internacionais.

O sistema de acreditação operado pelo IPAC enquadra-se no Subsistema da Qualificação do Sistema Português da Qualidade (SPQ) constituindo-se como o topo e o regulador dos processos e agentes de avaliação da conformidade. O acima referido sistema é aberto, segundo um princípio equitativo e não-discriminatório, a qualquer entidade que cumpra os critérios de acreditação estabelecidos.

¹⁸ Certificação – Procedimento pelo qual um organismo autorizado reconhece que uma organização gere um sistema de gestão da qualidade conforme boas práticas de gestão e com os princípios de gestão da qualidade. A Frilabo é uma empresa certificada pela conhecida norma NP EN ISO 9001.

5.2. RECONHECIMENTO DE UMA ENTIDADE ACREDITADA

O processo de acreditação é regido por normas internacionais, de modo a permitir a existência de Acordos de Reconhecimento Internacionais e o cumprimento do Regulamento (CE) nº 765/2008, descrito no Regulamento Geral de Acreditação (DRC001).

Este processo começa pela apresentação de uma candidatura pela entidade interessada, devendo para tal preencher e enviar ao IPAC os formulários correspondentes à atividade técnica que pretende desempenhar. No caso das calibrações, o formulário será o DIC005, e para os ensaios o DIC006, como refere o Procedimento para Acreditação de Laboratórios (DRC005). Nestes documentos terão de constar os equipamentos utilizados, as gamas de medição, as melhores incertezas e os procedimentos internos desenvolvidos. É de extrema importância que antes de submeter estes formulários seja efetuada uma avaliação interna para corrigir supostas não-conformidades que possam vir a ser detetadas no processo de avaliação. Todos os documentos acima referidos foram consultados no portal do IPAC no separador “Documentos”, onde estão disponibilizados, para iniciar o processo de acreditação do Laboratório de Metrologia da Frilabo.

A candidatura é analisada pelo IPAC para verificar se está completa e dar início ao processo. Durante a análise, o IPAC nomeia os Auditores ou Equipa Avaliadora (engenheiros competentes na área), a qual estuda a documentação enviada pelo laboratório e procede à avaliação presencial no local da entidade que pretende ser acreditada (auditoria¹⁹). Após a avaliação, o IPAC toma a decisão, que sendo favorável, irá desencadear o ciclo anual seguinte. Caso contrário é emitido um relatório onde são identificadas as deficiências que devem ser corrigidas para demonstrar o cumprimento das normas de acreditação.

Todo este processo é descrito num fluxograma simplificado na Figura 24.

¹⁹ Auditoria – Auditoria é uma verificação da adequação e da conformidade de um sistema de gestão da qualidade quanto às normas de referência e aos documentos internos. Por isso, são feitas periodicamente para verificar se as operações do laboratório continuam a atender os requisitos do sistema de gestão e também para verificar e registar a implementação e a eficácia das ações corretivas. O gestor da qualidade é responsável por planear e organizar essas auditorias.

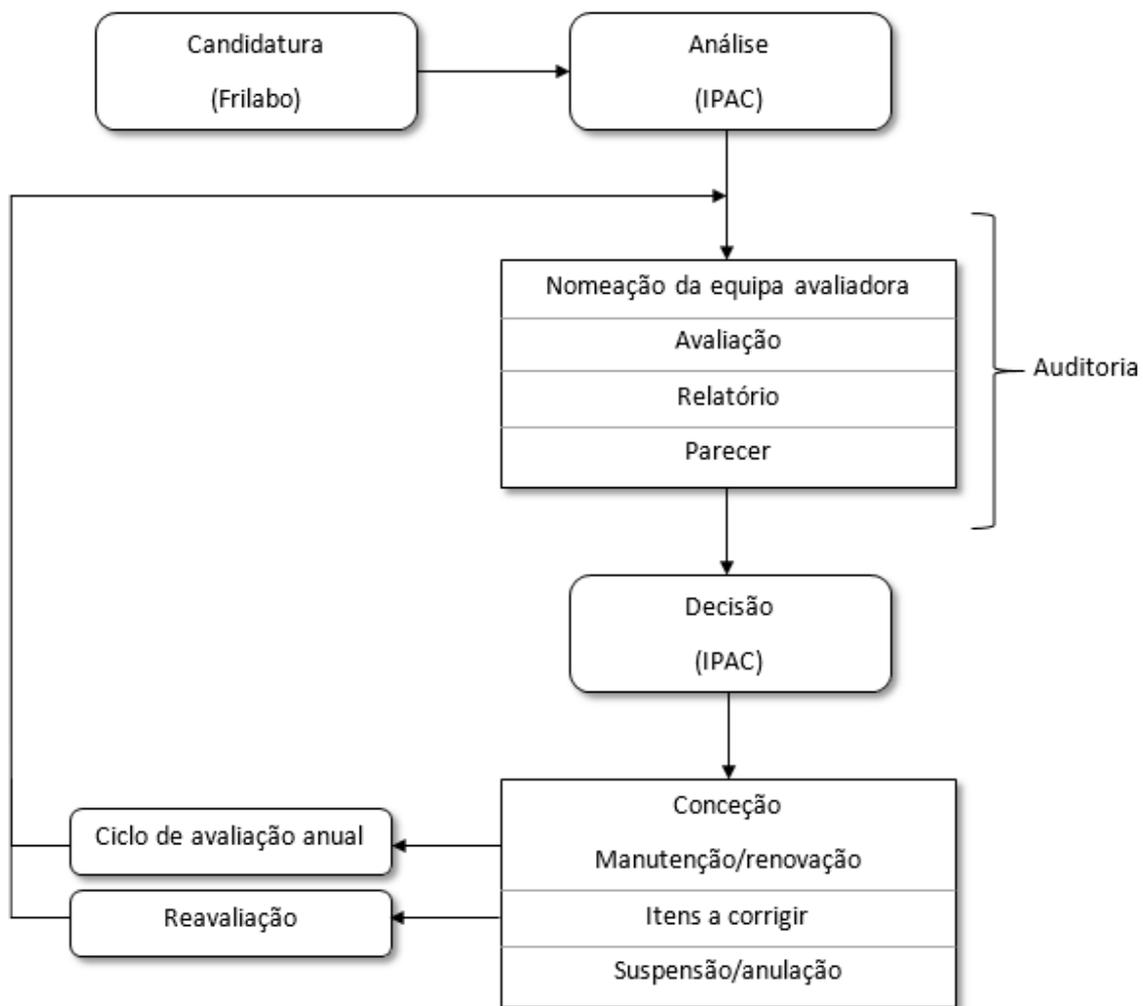


Figura 24 Resumo do processo de acreditação (DRC001)

Para permitir identificar uma Entidade Acreditada o IPAC emite um Certificado de Acreditação com um Anexo Técnico em que descreve as atividades acreditadas. Cada Certificado de Acreditação tem um número de registo inequívoco, que é repetido no correspondente símbolo de acreditação. Este símbolo deve estar sempre presente em relatórios de ensaio e certificados de calibração como se pode ver na Figura 25.



Figura 25 Símbolo IPAC

Se o âmbito da acreditação for calibração, o número do certificado terá de ser iniciado com a letra “M”, se for ensaio, o número do relatório terá de ser iniciado com a letra “L”.

Dado que a acreditação é específica (e não generalista como a certificação do sistema de gestão) para dar mais confiança no desempenho específico de cada atividade, o *site* do IPAC disponibiliza o Anexo Técnico. Este anexo descreve os laboratórios em termos de competência técnica, ou seja, define quais os ensaios, calibrações, exames, certificações e inspeções que são abrangidos. Os anexos técnicos relativos aos laboratórios de ensaios a câmaras térmicas encontram-se no separador “Equipamentos e instalações para controlo ambiental /climático” e os de calibração de termómetros industriais no separador “Temperatura e humidade”. Estes anexos foram consultados no *site* oficial do IPAC para poder preparar a acreditação do Laboratório de Metrologia da Frilabo.

Uma Entidade Acreditada é reconhecida através da Bandeira que se pode ver na Figura 26, cujas condições de uso estão descritas no Regulamento DRC002.



Figura 26 Bandeira IPAC

A Bandeira da Entidade Acreditada não discrimina quais as atividades que estão abrangidas pela acreditação, o que só pode ser conseguido consultando o Anexo Técnico em vigor ou o Diretório Eletrónico disponibilizado pelo IPAC.

5.3. NORMA NP EN ISO/IEC 17025

A norma NP EN ISO/IEC 17025 regulamenta a acreditação de laboratórios de ensaios e de calibração e auxilia no desenvolvimento do seu sistema de gestão para qualidade, operações técnicas e administrativas. Um laboratório regido por esta norma tem portanto os objetivos mencionados no esquema da Figura 27.

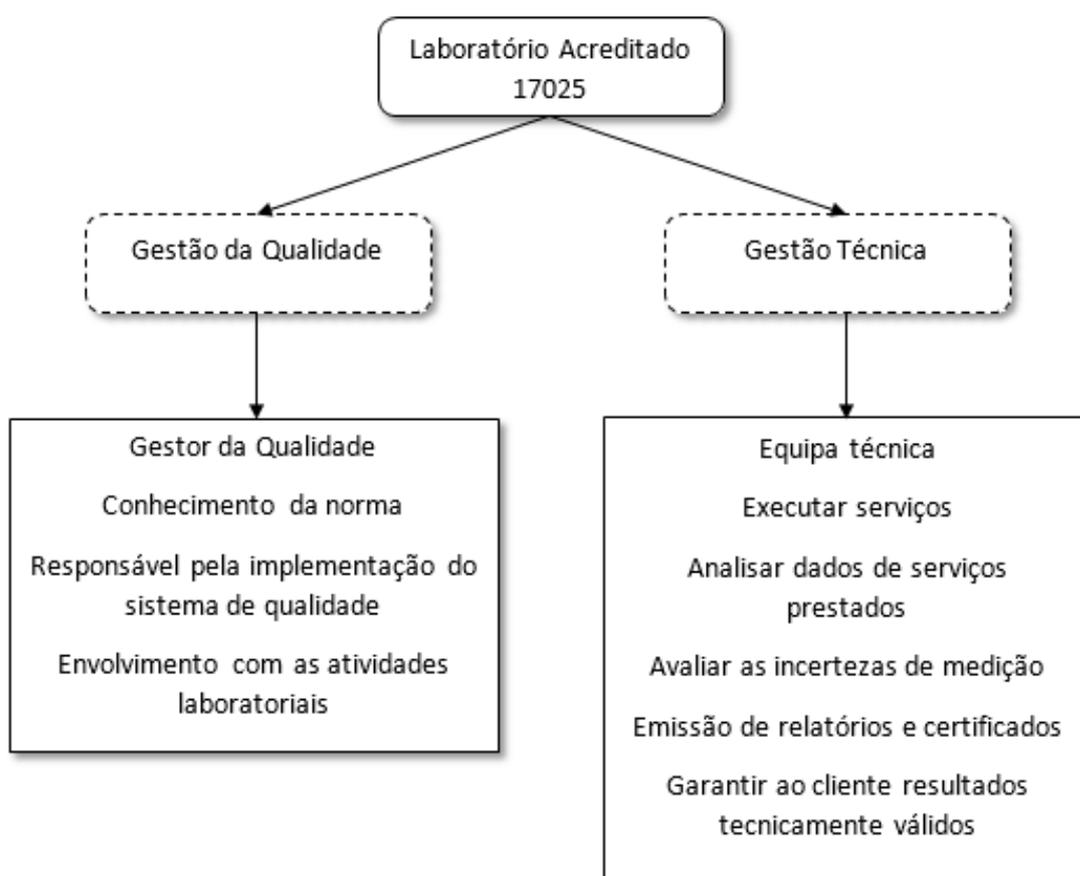


Figura 27 Aspetos da gestão de qualidade e técnica de um laboratório acreditado

Os requisitos de gestão da qualidade da norma NP EN ISO 9001 estão assegurados porque a empresa é certificada. Assim no texto seguinte focam-se principalmente os pontos correspondentes aos requisitos técnicos desta norma que devem ser cumprir para a obter a

acreditação, ou seja, faz-se um resumo do capítulo 5 da presente norma “Requisitos Técnicos”.

Há muitos fatores que determinam a exatidão e fiabilidade dos ensaios e/ou calibrações realizadas por um laboratório. A competência é a palavra-chave da Acreditação, podendo-se manifestar em vários aspetos, daí que, tudo aquilo que um laboratório de ensaio/calibração precisa de fazer/executar/cumprir em termos técnicos e experimentais para ser acreditado, está mencionado nos pontos seguintes.

5.3.1. PESSOAL

Textualmente, segundo a norma, “O pessoal que desempenhe tarefas específicas deve ser qualificado, com base em escolaridade, formação e experiência apropriadas e/ou competência demonstrada, consoante os casos.” Pode concluir-se que para obter bons resultados nos ensaios e calibrações, é necessário assegurar a competência de todos os membros integrantes do laboratório, sendo que é função do responsável do laboratório providenciar formação contínua aos mesmos.

Para um laboratório implementar a norma, deve dominar a metrologia, ou seja, a ciência da medição, pois este é o requisito mais importante e a razão da existência da norma.

Onde há calibrações e ensaios realizam-se medições, e não há medição sem incerteza. Caso o laboratório possua uma equipa sem conhecimento metrológico, a competência fica comprometida, gerando resultados imprecisos, logo não confiáveis.

A norma exige um Gestor da Qualidade, conhecedor da norma e responsável pela implantação do sistema da qualidade que não só seja entendedor de requisitos de gestão, mas que se envolva com as atividades laboratoriais. Também exige um Responsável de Laboratório (gestor técnico ou responsável técnico) com domínio metrológico, capaz de gerir a execução dos serviços, da análise dos dados de serviços prestados, as avaliações de incertezas de medição, a emissão dos certificados de calibração e relatórios de ensaio e de todos os outros processos importantes que garantam ao cliente resultados válidos tecnicamente.

O pessoal do laboratório deve ter uma boa relação com os clientes, nomeadamente na comunicação/orientação dos assuntos técnicos e a interpretação dos resultados. O

responsável pelo contacto com os clientes deverá ter a capacidade de esclarecer as dúvidas dos clientes.

5.3.2. INSTALAÇÕES E CONDIÇÕES AMBIENTAIS

A norma diz “O laboratório deve garantir que as condições ambientais não invalidem os resultados ou não afetem negativamente a qualidade exigida de qualquer medição.” As instalações do laboratório para ensaio ou calibração não se limitam a fontes de energia, iluminação e condições ambientais. Deve ser dada atenção especial a poeiras, níveis sonoros, vibrações, alimentações elétricas, mediante as atividades em questão. A monitorização, registo e controlo da temperatura e da humidade relativa são os aspetos mais importantes deste requisito.

5.3.3. MÉTODOS DE ENSAIO E CALIBRAÇÃO E SUA VALIDAÇÃO

Segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025, “O laboratório deve utilizar métodos e procedimentos adequados para a realização de todos os ensaios e/ou calibrações dentro do seu âmbito da atividade.” Sendo assim, com o objetivo de confirmar que os métodos são apropriados para o uso pretendido, o laboratório deve validá-los. Após a validação deve-se registar os resultados obtidos incluindo a incerteza, o procedimento utilizado e uma declaração de que o método é ou não adequado para o uso pretendido. A validação deve atender às necessidades de uma determinada aplicação.

A validação é sempre um equilíbrio entre custos, riscos e possibilidades técnicas.

Para efetuar a validação do método pode ser necessário e conveniente realizar alguns ou todos os estudos abaixo indicados. Em todos estes estudos a terminologia a usar pelo laboratório deve ser coerente com o VIM.

A validação indireta é feita pondo em evidência as suas características: estudo da representatividade do método, ou seja, mostrar que as características correspondem ao objetivo do ensaio/calibração; estudo dos princípios teóricos do método para evidenciar a sua base científica; estudos de interferências e fontes de erro para delinear a sua aplicabilidade e dominar a sua execução; estudos de otimização das condições de operação e/ou robustez do método para permitir uma otimização e harmonização da sua execução; estudo dos parâmetros característicos do método para conhecer a qualidade

dos seus resultados (por exemplo: campo de aplicação, exatidão, repetibilidade, precisão intermédia, reprodutibilidade, limites de deteção e quantificação, incerteza, etc.).

A validação direta por comparação com referências aceites nacional ou internacionalmente, é feita por: comparação com métodos normalizados ou de referência; comparação com padrões ou materiais de referência certificados; comparações interlaboratoriais.

Qualquer laboratório de calibração ou de ensaio deve possuir um procedimento para fazer **a estimativa da incerteza** de todas as medições. Os princípios, a metodologia e a terminologia a seguir pelo laboratório para o cálculo de incertezas em calibrações devem estar de acordo com a explicação dada no Capítulo 3, em conformidade com os documentos EA-4/02 (para a incerteza em calibração) e EA-4/16 (para incerteza em ensaio).

A **Melhor Capacidade de Medição (MCM)** é a estimativa da Melhor Incerteza e tem como objetivo harmonizar a apresentação do seu valor em documentos. Este cálculo é efetuado tendo em conta o histórico das medições, e por sua vez, o histórico das incertezas.

Segundo o documento DRC005, a melhor incerteza deve apresentar-se em 4 modalidades:

- Definição por cada valor nominal (usado por exemplo no caso de valores discretos);
- Definição por intervalos de medição (deve ser atribuída a Melhor Incerteza para cada intervalo)
- Definição de modo analítico (a Melhor Incerteza deve ser apresentada como uma função do valor nominal (percentagem ou outra fração, ou equação));
- Definição por modo indexado (a Melhor Incerteza deve ser indexada a uma característica associada a cada valor nominal, como por exemplo o respetivo erro máximo admissível da classe OIML).

A apresentação do seu valor deve seguir as metodologias internacionais, ou seja, no máximo com dois algarismos significativos.

5.3.4. EQUIPAMENTO E CONTROLO DE DADOS

Segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025, “O equipamento e o *software* utilizados para ensaio, calibração e amostragem devem poder atingir a exatidão requerida e cumprir com as especificações relevantes para os ensaios e/ou calibrações em questão”.

“Antes de ser posto ao serviço, o equipamento deve ser calibrado ou verificado, de modo a demonstrar que cumpre os requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes.”

Quanto ao controlo dos dados, este deve de ser feito de maneira sistemática, ou seja, cálculos e transferências de dados devem ser submetidos a verificações apropriadas.

Quando forem utilizados computadores ou equipamentos automatizados para aquisição de dados, o laboratório deve assegurar que o respetivo *software* seja apropriado para o uso e tenha proteção de dados, garantindo a integridade e confidencialidade na introdução, recolha, armazenamento, transmissão e processamento dos dados.

5.3.5. RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES

É imprescindível que o laboratório estabeleça um programa e procedimento para a calibração dos seus equipamentos, pois todo o equipamento utilizado em ensaios ou calibrações, incluindo os equipamentos para medições auxiliares, que tenha efeito significativo sobre a exatidão ou validade do resultado do ensaio, calibração ou amostragem, deve ser calibrado antes de entrar em serviço.

Assim, o programa de calibração do equipamento deve ser projetado e operado de forma a assegurar que as calibrações e medições feitas pelo laboratório sejam rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI).

Os laboratórios de ensaio e/ou calibração acreditados, dispõem de mecanismos próprios do Sistema de Gestão que lhes permitem evidenciar a sua competência e qualidade, sendo o processo de auditoria um dos mais eficazes. Contudo, outros processos são igualmente válidos e com impacto na validação da atividade desenvolvida, como por exemplo a participação em **Ensaio de Aptidão (EAp)** organizados por entidades independentes.

Esta ferramenta de gestão é eficaz quer para promover a validação de métodos, quer na detecção de erros sistemáticos, constituindo uma garantia de confiança e responsabilidade.

Um Ensaio de Aptidão ocorre quando é realizada a execução e avaliação dos itens do ensaio e/ou calibração em questão, ou itens semelhantes (objetos e materiais) desde que envolvam, no mínimo, dois laboratórios diferentes e em condições pré determinadas.

A participação em ensaios de aptidão (desde que existam) é obrigatória. Se não houver uma data disponível por parte dos organizadores, o laboratório pode submeter a candidatura à acreditação sem satisfazer este item. No entanto, se houver data disponível e se os laboratórios que disponibilizam o conjunto de serviços na área de Ensaios de Aptidão detetarem a não comparência ou desistência por parte dos laboratórios candidatos, é emitida uma declaração de não participação, implicando a não concessão da acreditação, pelo menos nesse ano.

Qualquer laboratório que participe num ensaio de aptidão pode usufruir das seguintes vantagens:

- Avaliação do desempenho do laboratório;
- Demonstração da competência técnica perante terceiros;
- Reforço da autoconfiança no processo de aprendizagem;
- Estabelecimento de confiança recíproca entre laboratórios congéneres;
- Exclusão de erros sistemáticos, não detetáveis por outros métodos;
- Validação de métodos;
- Implementação de ações corretivas e preventivas após análise dos resultados obtidos;
- Obtenção do reconhecimento dos resultados do ensaio, tanto a nível nacional como internacional.

5.3.6. AMOSTRAGEM

“O laboratório deve ter um plano de amostragem e procedimentos para realizar amostragens de substâncias, materiais ou produtos para posterior ensaio ou calibração.”

5.3.7. MANUSEAMENTO DE ITENS A ENSAIAR OU A CALIBRAR

Para manuseio de itens (unidades) de ensaio e calibração, o laboratório deve possuir procedimentos que assegurem a integridade do item, instruções para manuseio e um sistema de identificação para evitar que sejam confundidos. Ao receber o item de ensaio ou calibração devem ser registadas as anormalidades ou desvios das condições normais.

5.3.8. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Segundo a NP EN ISO/IEC 17025, os resultados de cada ensaio, calibração ou séries de ensaios ou calibrações realizados pelo laboratório devem ser apresentados com clareza, objetividade, sem ambiguidade e de acordo com quaisquer instruções específicas nos métodos de ensaio ou calibração. Os resultados devem constar num relatório de ensaio ou num certificado de calibração, no qual deve estar contido toda a informação solicitada pelo cliente e necessária à interpretação do ensaio ou calibração, além de conter toda informação requerida pelo método utilizado.

6. LABORATÓRIO DE METROLOGIA DA FRILABO – PREPARAÇÃO DA ACREDITAÇÃO DO ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos das medições nos ensaios às câmaras térmicas, bem como os procedimentos desenvolvidos e a descrição da instrumentação que foi necessária. É também objetivo deste capítulo integrar conceitos básicos ligados ao ensaio de câmaras térmicas, como seja uniformidade e estabilidade térmica, que não estejam presentes em pontos anteriores.

Deste capítulo, constam os Anexos A, B e C, relativos aos procedimentos de medição e de cálculo de incerteza desenvolvidos, os Anexos F e G, onde se encontram os modelos de relatório de ensaios desenvolvidos, o Anexo I onde estão todas as imagens relativas à disposição dos termómetros no interior das câmaras, bem como os gráficos das temperaturas, o Anexo J, que diz respeito a um exemplo das folhas de cálculo desenvolvidas para tratamento de dados e cálculo de incertezas, o Anexo L, onde se pode consultar informação relativa ao Ensaio de Aptidão que foi realizado e finalmente o Anexo M que mostra a folha de cálculo desenvolvida para gestão de clientes/equipamentos e numeração automática de relatórios de ensaio emitidos.

O texto seguinte explica com detalhe a forma como se chegou à elaboração dos procedimentos em anexo. Primeiro é descrito o equipamento e o *software* utilizados, depois a metodologia da execução dos ensaios e cálculo da sua incerteza, de seguida a apresentação dos resultados obtidos e finalmente o ensaio de aptidão que constitui um requisito da norma NP EN ISO/IEC 17025 para a acreditação de ensaios a câmaras térmicas.

6.1. EQUIPAMENTO E *SOFTWARE* UTILIZADOS

Para medição da temperatura no interior das câmaras térmicas foi utilizado um conjunto 10 sensores de resistência de platina de 100 Ω , Classe A, conectados por 4 fios a um multímetro com módulo externo de 20 canais e indicador digital de temperatura com resolução de 0,01 $^{\circ}\text{C}$.

Os sensores foram calibrados separadamente do multímetro, no Laboratório de Temperaturas e Humidade do Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica (CATIM), nos pontos de temperatura -95, 0 e 140 $^{\circ}\text{C}$. O multímetro foi calibrado no *National Voluntary Laboratory Accreditation Program* (NVLAB) do *National Institute of Standards and Technology* (NIST) nos mesmos pontos de temperatura de calibração dos sensores. Os certificados de calibração do multímetro e dos sensores são válidos até Julho de 2016.

As características mais importantes dos sensores, do multímetro e respetivas incertezas de calibração estão apresentadas na Tabela 9.

Tabela 9 Características mais importantes dos equipamentos utilizados no ensaio às câmaras térmicas

Equipamento	Marca e modelo	Gama	Resolução	Exatidão e incerteza na gama de trabalho		
				Faixa	Exatidão	Incerteza
Pt100 (sensores)	Omega HSRTD 100	-60 a 260 °C	-	-95 ≤ T < 0 °C	± 0,015 °C	± 0,015 °C
				T = 0 °C	± 0,012 °C	± 0,010 °C
				0 > T ≥ 140 °C	± 0,018 °C	± 0,015 °C
Multímetro (unidade de leitura/indicador)	Fluke 2638A Hydra Series III	-200 a 200 °C	0,01 °C	-95 ≤ T < 0 °C	± 0,016 °C	± 0,050 °C
				T = 0 °C	± 0,016 °C	± 0,050 °C
				0 > T ≥ 140 °C	± 0,016 °C	± 0,048 °C

Os equipamentos utilizados estão apresentados na Figura 28.



Figura 28 Um dos 10 sensores Pt100 com ligação a 4 fios da Omega e multímetro da Fluke (cortesia Frilabo)

Os sensores juntamente com o multímetro satisfazem as condições de um termómetro, como referido em 2.2.2 do Estado de Arte. A Tabela 10 apresenta a incerteza e exatidão do conjunto em diferentes faixas de temperatura, obtidas pelo somatório das incertezas e exatidões dos dois elementos.

Tabela 10 Resumo das incertezas e exatidões dos termómetros usados nos ensaios

Faixa	Termómetros (sensores + multímetro)	
	Exatidão total	Incerteza total
$-95 \leq T < 0 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,031 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,065 \text{ } ^\circ\text{C}$
$T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,028 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,060 \text{ } ^\circ\text{C}$
$0 < T \leq 140 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,034 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\pm 0,063 \text{ } ^\circ\text{C}$

A incerteza e exatidão do conjunto constituem uma das componentes de incerteza-padrão para o cálculo da incerteza expandida das medições nos ensaios.

O registo das medições bem como a monitorização da evolução da temperatura em tempo real é feita no *software* comercial Fluke DAQ 6.0, que permite também a exportação de dados para posterior manipulação como se pode ver na Figura 29, pela tela de monitorização do referido software.

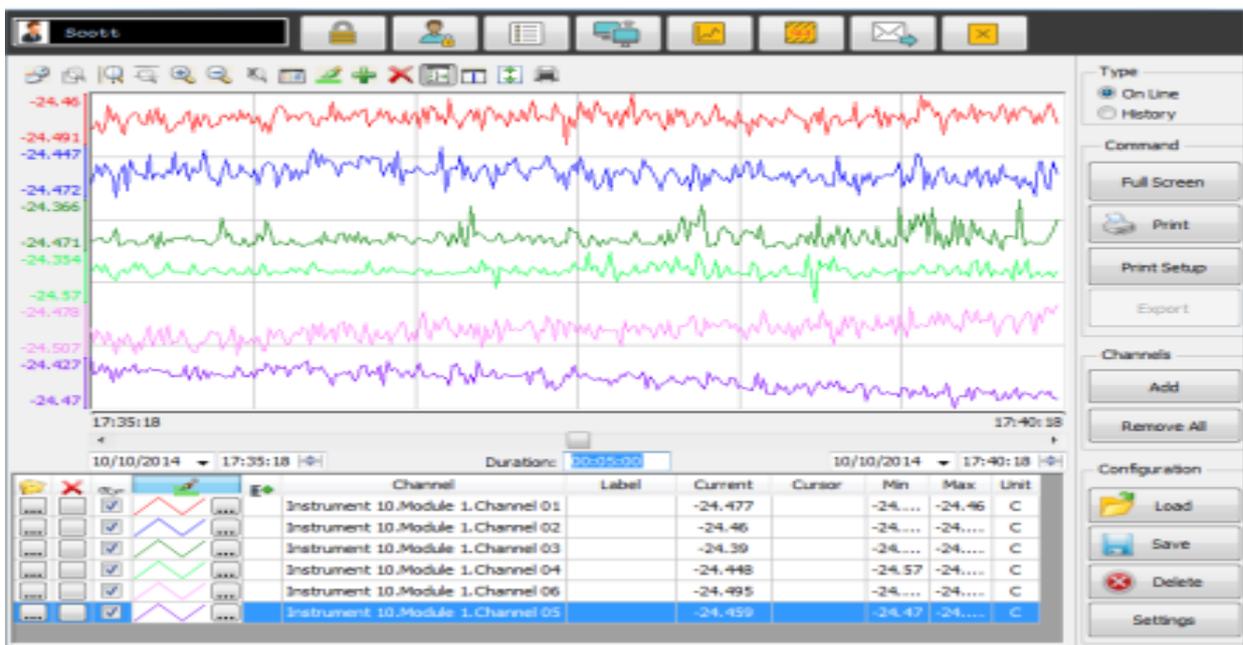


Figura 29 Aspeto da tela de monitorização do Fluke DAQ 6.0 (cortesia Frilabo)

Durante a execução do trabalho no laboratório da Frilabo, por motivos técnicos e de rentabilização, verificou-se que seria necessário a utilização de mais sensores na medição da temperatura no interior das autoclaves. O facto de as autoclaves terem uma câmara estanque, torna impossível o acondicionamento da cablagem dos sensores Pt100, pelo que se optou

pela utilização de cinco *data loggers*²⁰ com sensores Pt100 de Classe A, representados na Figura 30.



Figura 30 *Data logger* com Pt100 MadgeTech e respectivo interface (cortesia Frilabo)

Os 5 *data loggers* foram calibrados no Laboratório de Temperaturas e Humidade do CATIM para as temperaturas 30, 100 e 140 °C. As suas características mais importantes e incertezas de calibração são apresentadas na Tabela 11.

Tabela 11 Características mais importantes dos equipamentos utilizados no ensaio das autoclaves

Equipamento	Marca e modelo	Gama	Resolução	Exatidão da gama de trabalho	
				Faixa	Exatidão
<i>Data loggers</i>	MadgeTech Hi Temp 140	-200 a 260 °C	0,01 °C	-40 ≤ T ≤ 20,01 °C	± 0,4 °C
				-20 ≤ T ≤ 19,99 °C	± 0,3 °C
				20 ≤ T ≤ 140 °C	± 0,1 °C

Na Tabela 12 estão apresentada as incertezas de calibração dos 5 *data loggers*.

²⁰ *Data logger* – *Data loggers* de temperatura ou registadores de temperatura, (são a mesma coisa), é um equipamento capaz de armazenar leituras de outros instrumentos de medição desde que estes transmitam a informação de alguma forma (analógica ou digital). Alguns modelos de *data loggers*, possuem sensores internos, capazes de efetuar a medição e gravar na memória. Os dados adquiridos são normalmente visualizados posteriormente com a utilização do mesmo integrado num computador, utilizando um *software* de transferência específico. Normalmente, pode-se utilizar a maior parte dos sensores industriais disponíveis no mercado (termopares, termorresistências ou termístores).

Tabela 12 Incertezas da calibração dos data loggers

Faixa	Data logger 1	Data logger 2	Data logger 3	Data logger 4	Data logger 5
$0 \leq T \leq 30 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$
$30 \leq T \leq 100 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,089 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,089 \text{ }^{\circ}\text{C}$
$100 \leq T \leq 140 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,089 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,088 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,089 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,091 \text{ }^{\circ}\text{C}$

A interface de transferência de dados, permite transferir os dados para o *software* MadgeTech 4 cuja tela apresenta o gráfico da evolução da temperatura como o exemplo da Figura 31 e também permite exportá-los para posterior manipulação.

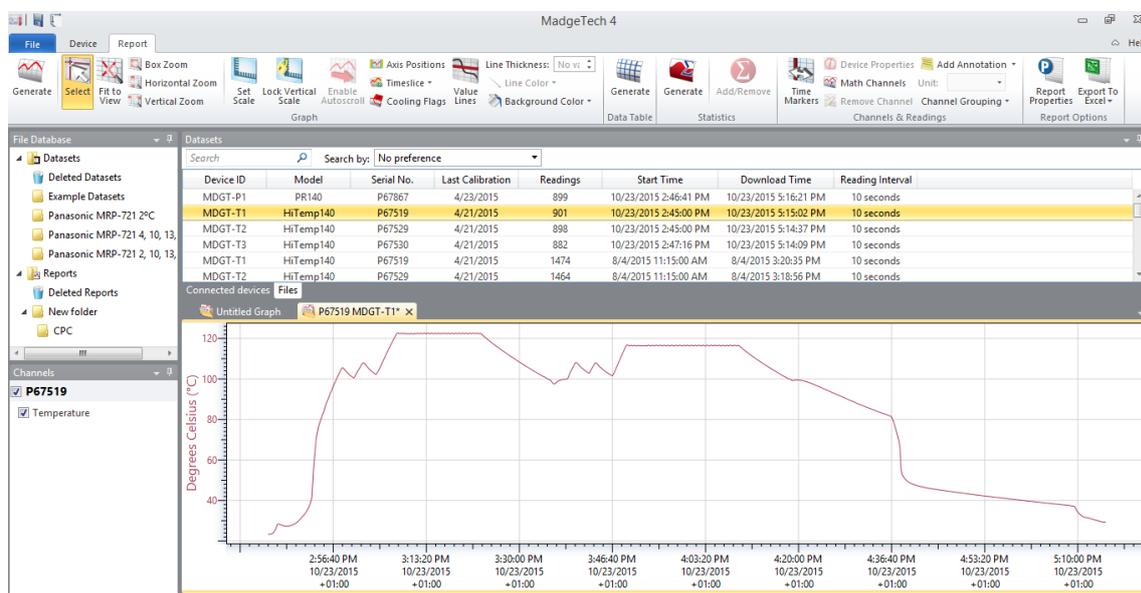


Figura 31 Aspeto da tela do MadgeTech 4 (cortesia Frilabo)

Finalmente, para se efetuar todos os cálculos, tratamento de dados e emissão de relatórios de ensaio foi utilizado o Microsoft Office Excel.

6.2. PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O ENSAIO A CÂMARAS TÉRMICAS

O procedimento desenvolvido foi estabelecido para o ensaio de câmaras térmicas na gama de temperatura -95 °C a $+140\text{ °C}$ ²¹, e possa ser aplicado à grande maioria das câmaras térmicas. O procedimento foca-se essencialmente no estudo da estabilidade e uniformidade de câmaras térmicas.

Além da experiência e conhecimentos académicos do autor, as principais referências utilizadas na elaboração deste procedimento foram as seguintes:

- Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);
- NP EN ISO/IEC 17025;
- Guia 19 – Câmaras Térmicas (RELACRE);
- OGC001 – Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025.

A descrição dos pontos seguintes apresentam-se sob a seguinte sequência: instrumentos de medição para a realização do ensaio; *software* e programas informáticos de suporte para a visualização e tratamento de dados; símbolos, abreviaturas e definições teóricas importantes; aspetos a ter conta nos ensaios, como por exemplo o estado de conservação do equipamento a ensaiar, o registo das condições ambientais, entre outros; o ensaio térmico (todos os passos desde a escolha dos patamares a ensaiar ao registo de leituras); cálculos relativos ao ensaio (temperaturas médias, estabilidade e uniformidade térmica, entre outros); informação obrigatória que deve constar nos relatórios de ensaio; diagrama de fluxo que descreve o procedimento de uma forma resumida e por fim algumas imagens reais alusivas ao ensaio.

²¹ No futuro, o objetivo é calibrar internamente os termómetros utilizados nos ensaios, e por isso a calibração só vai ser efetuada nesta gama de temperatura, pois é a temperatura mínima e máxima que se consegue atingir no meio térmico onde se efetuam as calibrações.

6.2.1. INSTRUMENTAÇÃO

Unidade de leitura *Fluke 2638A Hydra Series III Data Acquisition* ou equivalente (indicador de temperatura);

Sensores de temperatura Pt100;

Termómetros sem fios/*data loggers* Pt 100 MadgetTech Hi Temp 140 (autoclaves);

Sensor de pressão apenas para dado indicativo (autoclaves).

Termo-higrómetro para medições das condições ambientais.

6.2.2. PROGRAMAS INFORMÁTICOS/SOFTWARE DE SUPORTE

Software comercial adotado pelo laboratório Fluke DAQ 6.0 (programação das leituras e registo de temperatura);

Software comercial adotado pelo laboratório MadgeTech 4 (programação das leituras e registo de temperatura) (autoclaves);

Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

6.2.3. DEFINIÇÕES IMPORTANTES

Temperatura de controlo (*setpoint*) – Valor configurado no sistema de controlo da câmara térmica com a finalidade de obter a temperatura desejada.

Ponto de medição – Posição espacial no interior da câmara onde o termómetro está disposto para o ensaio. Um local de medição é, assim, um pequeno volume, o qual é definido pelas dimensões do termómetro e a sua precisão de posicionamento. Se as medições são realizadas em apenas num local, o resultado do ensaio é válido apenas para este local. A extrapolação para um volume maior não é admissível.

Volume útil de trabalho – É a parte do volume total da câmara que é abrangida pelos pontos de localização dos termómetros usados para o ensaio, de acordo com a sua disposição.

“Passa muros” – Local no interior da câmara por onde passam os fios dos termómetros sem interferirem no volume útil de trabalho.

Uniformidade térmica – Aptidão para manter a mesma temperatura nos vários pontos espaciais da câmara.

Estabilidade térmica – Aptidão para manter, ao longo do tempo, a mesma temperatura.

6.2.4. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

K – Kelvin, **°C** – Grau Celsius, **T** – Temperatura, **n** – Numero de medições ou leituras de cada ponto em estudo, **T_{tx}**– Temperatura no termómetro *x*, **T_{tc}**– Temperatura no termómetro da câmara, **ΔT_E** – Estabilidade térmica e **ΔT_U** – Uniformidade térmica.

6.2.5. RECOMENDAÇÕES, CONDIÇÕES AMBIENTAIS E INSTALAÇÕES

Ao iniciar o ensaio da câmara térmica, deve definir-se quais as condições em que será realizado, tendo em conta aspetos relacionados com a câmara, os equipamentos utilizados e as condições ambientais.

Quanto à câmara deve verificar-se o seu tipo, estado de conservação, se o ensaio é realizado com carga ou vazia, qual a ventilação e o arejamento.

Quanto às condições ambientais do local de ensaio (externas à câmara) deve observar-se a temperatura e humidade relativa. Recomenda-se que a temperatura ambiente permaneça a (23 ± 2) °C e a humidade relativa abaixo dos 80% HR.

Quanto aos termómetros é importante identificar a sua disposição nos equipamentos.

6.2.6. ENSAIO TÉRMICO À MAIORIA DAS CÂMARAS TÉRMICAS

a) Escolha dos patamares a ensaiar: Os patamares de temperatura em que a câmara deve ser ensaiada ficam a critério do cliente.

b) Preparação: Independentemente de a câmara estar carregada ou vazia, a disposição dos termómetros na câmara térmica deve ser feita de forma a otimizar o estudo da variação espacial da temperatura. A Figura 32 sugere o exemplo de disposição mais usual que é a configuração tetraédrica, sendo o número e o posicionamento dos termómetros em cada patamar poder ser acordado entre o cliente e o laboratório. Os termómetros devem ser colocados a uma certa distância das paredes e/ou prateleiras, para que o sensor não contacte

com superfícies condutoras (cerca de 1/10 da dimensão do comprimento, largura e altura da câmara).

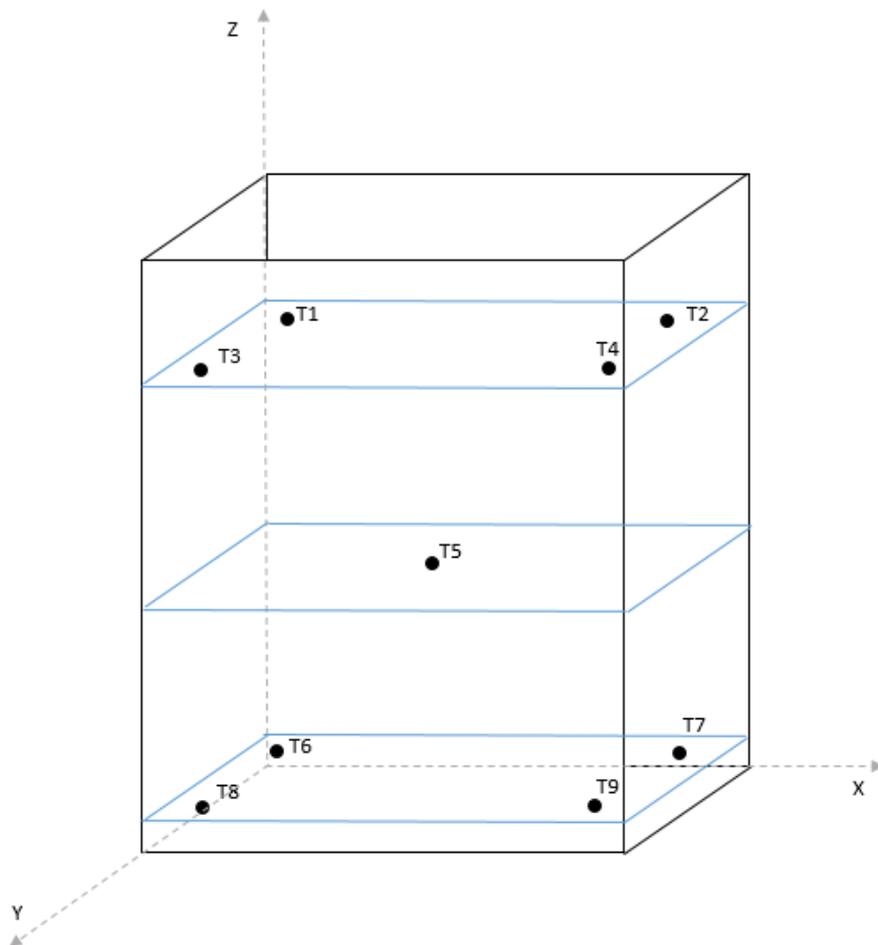


Figura 32 Esquema da configuração tetraédrica (a mais usual)

c) Execução: Após a preparação, ajustar a temperatura para o patamar desejado através do regulador da câmara térmica. Depois de selecionada a temperatura desejada, aguardar a estabilização da temperatura no interior da câmara e dos equipamentos para dar início às medições. A estabilização é caracterizada por oscilações de amplitude de temperatura constantes, e podem ser visualizadas no indicador de temperatura ou no *software* de monitorização. A Figura 33 mostra um exemplo em que a zona A ainda não atingiu a estabilização, a zona B atingiu a estabilização e a zona C onde se devem iniciar as medições.

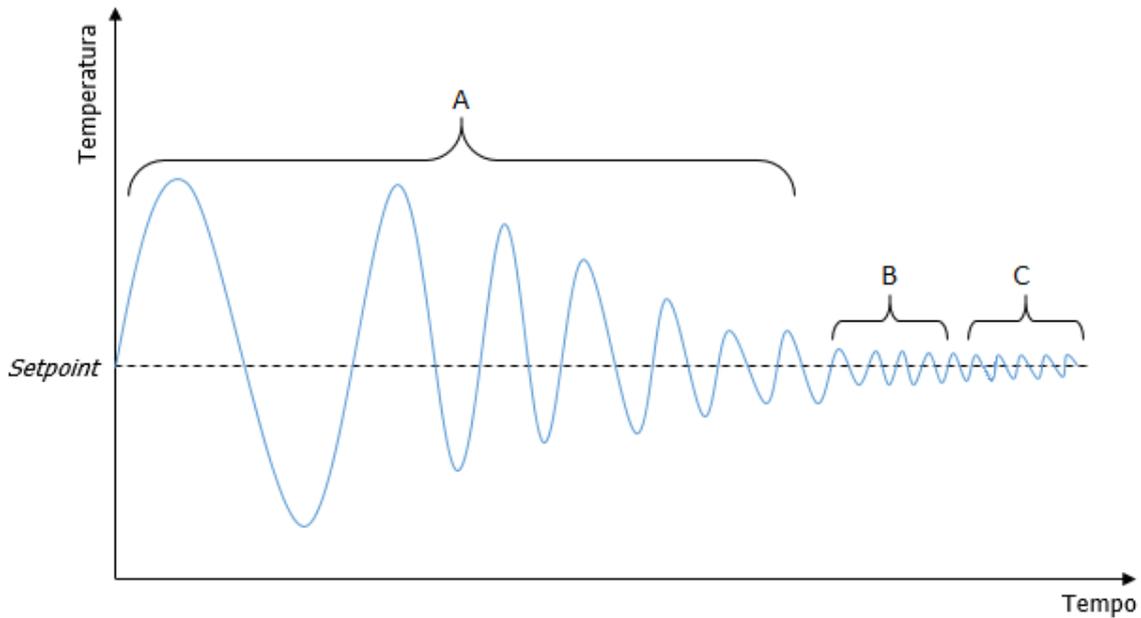


Figura 33 Estabilização da temperatura no interior de uma câmara térmica

d) Aquisição de dados: A sequência de medição deve ser feita de acordo com os seguintes passos:

- 1- Iniciar a medição após se verificar a estabilização;
- 2- Programar um varrimento que permita ler e registar os valores de temperatura de todos os termómetros colocados na câmara em cada 10 segundos (para câmaras mais estáveis, varrimentos de minuto a minuto são válidos);
- 3- Durante o varrimento, anotar a temperatura máxima e mínima do indicador da câmara térmica, caso exista;
- 4- Repetir os passos acima para todos os patamares pretendidos.

Refira-se que a duração de cada varrimento é dependente do tipo de comportamento da câmara térmica a ensaiar, do modo que este só é definido na altura do ensaio.

6.2.7. ENSAIO TÉRMICO ÀS AUTOCLAVES

a) Escolha dos patamares a ensaiar: Os patamares de temperatura em que a autoclave deve ser ensaiada fica a critério do cliente.

b) Inicialização dos termômetros: Os termômetros têm de ser programados no *software* antes de serem dispostos dentro da autoclave.

c) Preparação: Assim como na maioria das câmaras térmicas, a disposição dos termômetros na autoclave deve ser feita de forma a otimizar o estudo da variação espacial da temperatura, quer a autoclave esteja vazia ou carregada. A Figura 34 sugere um exemplo de disposição. No entanto o número e o posicionamento dos termômetros pode ser acordado entre o cliente e o laboratório. Os termômetros devem ser colocados a uma certa distância das paredes, prateleiras e/ou cestos de forma a que não contacte com superfícies condutoras (cerca de 1/10 da dimensão do diâmetro e altura da autoclave, partindo do princípio que o interior da mesma é cilíndrico).

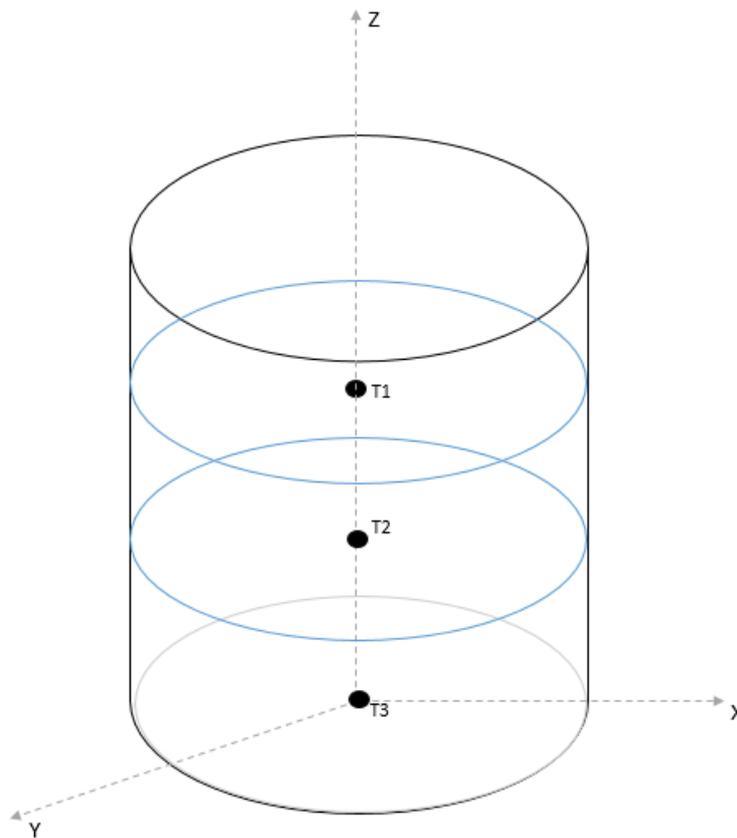


Figura 34 Esquema da disposição dos sensores no interior da autoclave

c) Execução e aquisição de dados: Após a preparação, ajustar a temperatura para o patamar desejado através do regulador da autoclave. Assim que a autoclave atinja a temperatura selecionada, começa o ciclo de esterilização.

- 1- Dependendo do período do ciclo de esterilização (geralmente 20 ou 30 minutos) deve-se aguardar que este ciclo seja completo. Durante esse período, anotar a temperatura máxima e mínima do indicador da autoclave, caso exista;
- 2- Após terminar o ciclo de esterilização, deve-se aguardar que a autoclave reúna as condições necessárias (esperar a diminuição da elevada pressão dentro da autoclave antes de abrir a tampa) para que os termómetros possam ser retirados do seu interior.
- 3- Uma vez retirados os termómetros, os seus dados devem ser descarregados, novamente através do *software*.
- 4- Para posteriores cálculos, os dados relevantes para estes ensaios referem-se ao período da esterilização:

Atingido o período de esterilização (início de ciclo de medições) na zona A, todas restantes zonas possuem dados não relevantes para o ensaio (Figura 35).

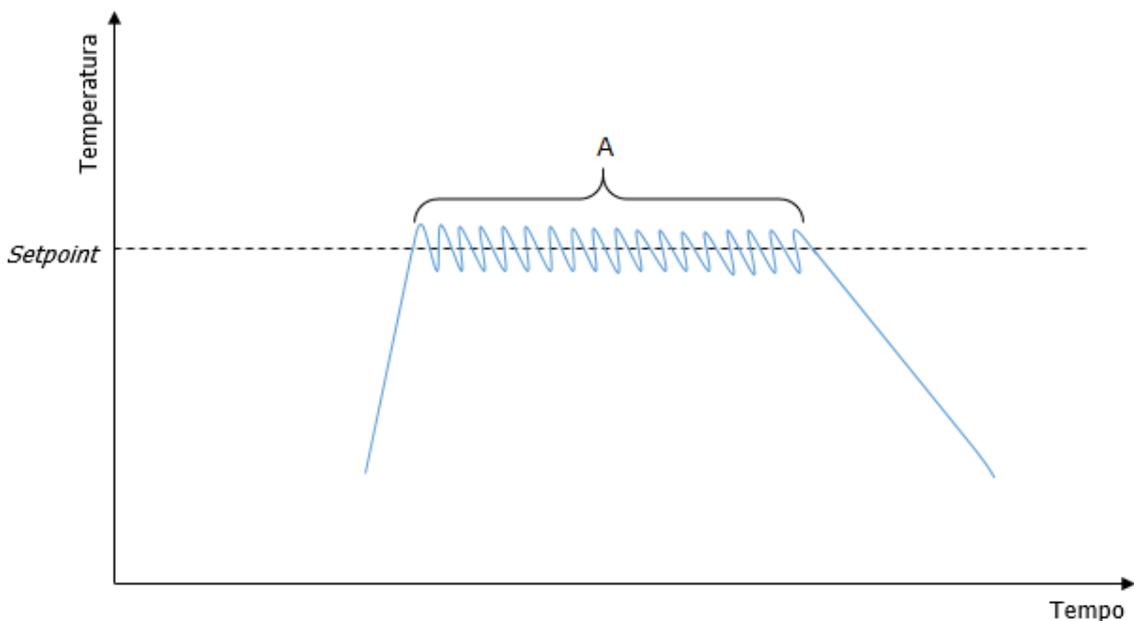


Figura 35 Ciclo de esterilização no interior de uma autoclave

6.2.8. CÁLCULOS E RESULTADOS

a) **Temperatura média de cada termómetro:** A média aritmética das n leituras de temperatura efetuadas para cada ponto de localização estudado, é dada por:

$$\overline{T_{tx}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tx_i}$$

Equação 28

b) Temperatura média do termómetro da câmara: A média aritmética das n leituras lidas no indicador da câmara para cada ponto de localização estudado, é dada por:

$$\overline{T_{tc}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_i$$

Equação 29

c) Estabilidade térmica: A estabilidade térmica para cada ponto em estudo é dada pela dispersão de leituras das temperaturas registadas em cada sensor de medição S_x nos pontos de localização em estudo, após estabilização:

$$\Delta T_E = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{tx_i} - \overline{T_{tx}})^2}{n - 1}}$$

Equação 30

d) Uniformidade Térmica: A uniformidade térmica da câmara (na sua totalidade ou no volume de trabalho ensaio) é dada pela maior diferença de temperatura entre os valores médios, depois da estabilização da temperatura, em qualquer instante, entre dois pontos separados no espaço de trabalho. Por outras palavras, é dada pela diferença entre o valor médio mais alto e o valor médio mais baixo do conjunto dos termómetros usados:

$$\Delta T_U = \text{Max}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}}) - \text{Min}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}})$$

Equação 31

e) Erro: O erro é determinado pela diferença entre as temperaturas médias dos termómetros de medição e do sensor de monitorização, para cada posição:

$$\text{Erro} = \overline{T_{tc}} - \overline{T_{tx}}$$

Equação 32

f) Incerteza da medição: A incerteza dos resultados do ensaio depende da dispersão de leituras dos termómetros, da exatidão dos termómetros, da incerteza de calibração dos termómetros e da resolução de indicação do termómetro da câmara.

O cálculo de incertezas é determinado com base no procedimento que será descrito a seguir em 6.3, o qual estabelece a metodologia para o cálculo da incerteza expandida de medição para cada ponto espacial na câmara.

6.2.9. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS NO RELATÓRIO DE ENSAIO

No relatório de ensaio, que consta no Anexo G, emitido pelo laboratório deve constar a seguinte informação:

- Identificação inequívoca do relatório de ensaio com indicação do número total de páginas;
- Identificação inequívoca do equipamento sujeito ao ensaio;
- Data e local em que se efetuou o ensaio;
- Condições de funcionamento da câmara térmica durante o ensaio (temperatura selecionada, ventilação, carga, etc.);
- Identificação da localização de cada termómetro na câmara;
- Identificação do procedimento ou método utilizado;
- Identificação do equipamento usado nas medições de temperatura e sua rastreabilidade;
- Condições ambientais do local de ensaio;
- Medições e resultados relevantes do ensaio (Temperaturas médias, máximas e mínimas, estabilidade, uniformidade, erro e incerteza expandida);
- Data de emissão do relatório do ensaio;
- Nome e função das pessoas que efetuam o ensaio e validam o relatório.

6.2.10. FLUXOGRAMA E IMAGENS DA REALIZAÇÃO DO ENSAIO

A Figura 36 apresenta o fluxograma que descreve o procedimento do ensaio a câmaras térmicas. Imagens que demonstram a disposição dos sensores no ensaio a câmaras térmicas (frigorífico e uma autoclave) estão apresentadas na Figura 37.

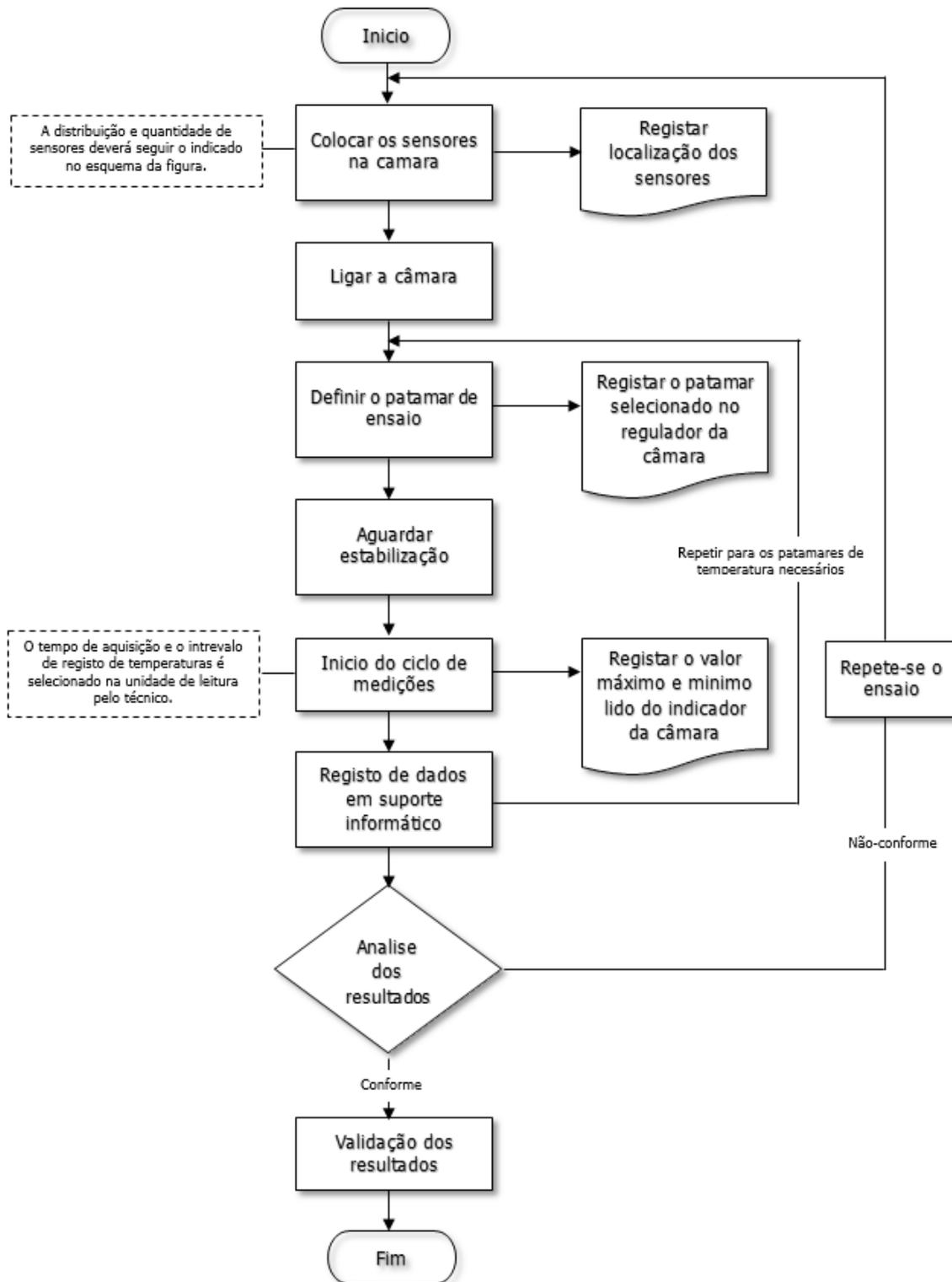


Figura 36 Fluxograma da realização do ensaio

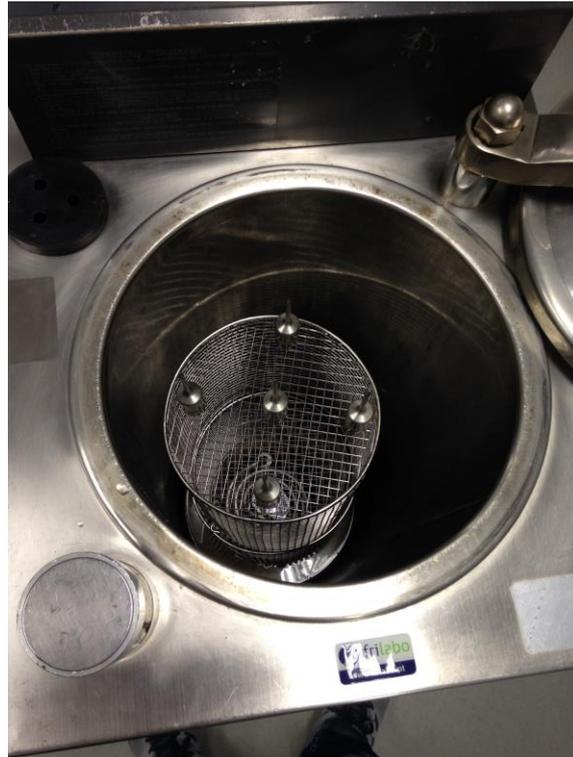


Figura 37 Imagens da realização de um ensaio – frigorífico (em cima) e autoclave (em baixo) (cortesia Frilabo)

6.3. PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DE INCERTEZAS DE ENSAIO

O procedimento desenvolvido define a metodologia de cálculo para determinar a incerteza nas medições de temperatura em ensaios na maioria das câmaras térmicas, incluindo as autoclaves.

Além da experiência e conhecimentos acadêmicos do autor, as principais referências utilizadas na elaboração deste procedimento de cálculo de incertezas foram as seguintes:

- Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);
- NP EN ISO/IEC 17025;
- OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC);
- DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC);
- Guide to Expression of Uncertainty in Measurement (GUM);
- Expression of the Uncertainty in Quantitative Testing (EA 4/16).

6.3.1 PROGRAMAS INFORMÁTICOS/*SOFTWARE* DE SUPORTE

Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

6.3.2. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

u – Incerteza-padrão, U – Incerteza expandida, c_i – Coeficiente de sensibilidade, k – Fator de expansão, n – Número de leituras, GL – Graus de liberdade, ν_{eff} – Graus de liberdade efetivos, s – Desvio-padrão e °C – Grau Celsius.

6.3.3. COMPONENTES DE INCERTEZA

A **incerteza-padrão associada à dispersão de leituras (repetibilidade)** está relacionada com o desvio-padrão, s , da média das medições, n . É uma incerteza do Tipo A e pode ser estimada segundo a equação 33, assumindo uma distribuição de probabilidades normal, com $n - 1$ graus de liberdade.

$$u_{\text{repetibilidade}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 33

A **incerteza-padrão associada à exatidão** está relacionada com a aptidão dos termómetros para dar indicações próximas do valor verdadeiro. É uma incerteza do Tipo B e pode ser estimada segundo a equação 34, assumindo uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{\text{exatidão}} = \frac{\text{Exatidão}}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 34

A **incerteza-padrão associada à calibração** está relacionada com o valor da incerteza expandida proveniente do certificado de calibração de cada termómetro. É uma incerteza do Tipo B e pode ser estimada segundo a equação 35, assumindo uma distribuição de probabilidades normal, com 50 graus de liberdade. A incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do sensor, $U_{\text{termómetro}}$, é retirada diretamente do certificado e dividida pelo fator de cobertura, k .

$$u_{\text{termómetro}} = \frac{U_{\text{termómetro}}}{k} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 35

A **incerteza-padrão associada à indicação da câmara (exatidão)** está relacionada com a resolução, R , do mostrador digital da câmara. É uma incerteza do Tipo B e pode ser estimada segundo a equação 36, assumindo uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{\text{resolução}} = \frac{R}{\sqrt{12}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 36

Depois de identificadas todas as fontes de incerteza-padrão relevantes, faz-se o **balanço das fontes de incerteza** que se determina pela **incerteza-padrão combinada**, u , que é dada pela raiz quadrada do somatório de todas as contribuições multiplicadas pelo seu coeficiente de sensibilidade ao quadrado através da equação 37.

$$u = \sqrt{c_i^2 \cdot u_{repetibilidade}^2 + c_i^2 \cdot u_{exatidão}^2 + c_i^2 \cdot u_{termómetro}^2 + c_i^2 \cdot u_{resolução}^2}$$

Equação 37

A **incerteza expandida** é calculada pela metodologia explicada no Capítulo 3, e é apresentada na última linha da Tabela 13, a qual mostra o balanço de incertezas de um termómetro. De acordo com o documento EA 4/16, a incerteza expandida está expressa pela incerteza-padrão multiplicada pelo fator de expansão $k = k'$, o qual para uma distribuição-t com $v_{eff} = v'_{eff}$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de expansão de aproximadamente 95%.

Tabela 13 Balanço de incerteza de um termómetro

i	Fonte	Estimativa	Tipo	Divisor	u_i	c_i	$u_i(y)^2$	GL
1	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{Estimativa}{Divisor}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	$n - 1$
2	Exatidão	Exatidão do termómetro	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{Estimativa}{Divisor}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
3	Calibração	Certificado de calibração	B-N	k	$\frac{Estimativa}{Divisor}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	50
4	Indicação	Resolução da indicação da câmara	B-R	$\sqrt{12}$	$\frac{Estimativa}{Divisor}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
Quadrado da contribuição para a incerteza padrão $u(y)^2$							$\sum_{i=1}^n u_i(y)^2$	
Contribuição para a incerteza padrão $u(y)$							$\sqrt{\sum_{i=1}^n u_i(y)^2}$	
Graus de liberdade efetivos V_{eff}							$\frac{u_y^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4 y}{GL}}$	
Fator de expansão k							k'	
Incerteza expandida U							$\pm [u(y) \times k] \text{ eC}$	

6.3.4. FLUXOGRAMA DAS INCERTEZAS

A Figura 38 apresenta o diagrama de fluxo correspondente ao resumo da metodologia para o cálculo de incertezas acima referidas no ensaio de câmaras térmicas.

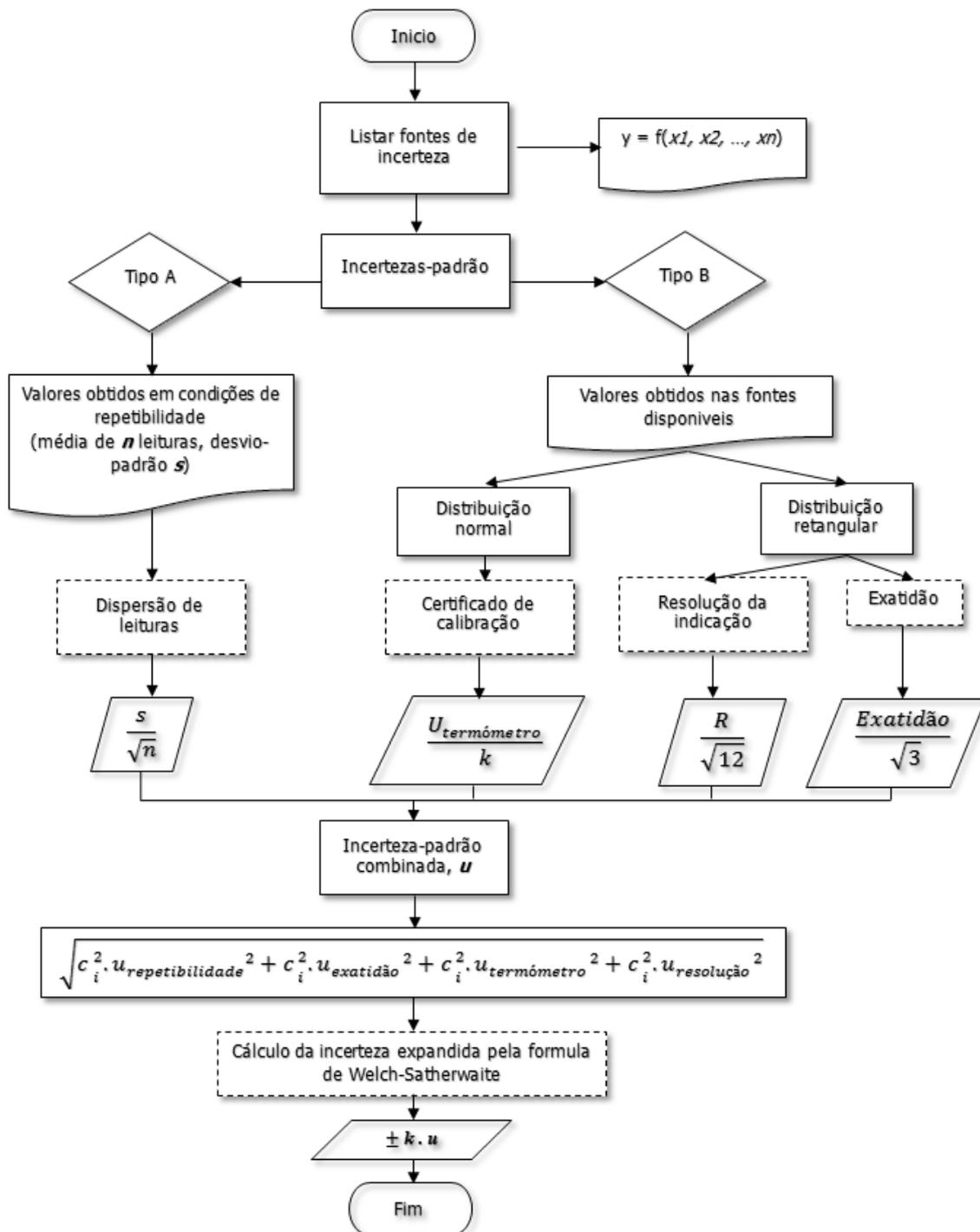


Figura 38 Fluxograma do cálculo de incertezas nos ensaios

6.4. RESULTADOS

Os resultados apresentados neste capítulo, foram obtidos nas medições de temperatura nos ensaios a câmaras térmicas realizados no Laboratório de Metrologia da Frilabo. As medições e o tratamento de dados seguiram os procedimentos de ensaio desenvolvidos.

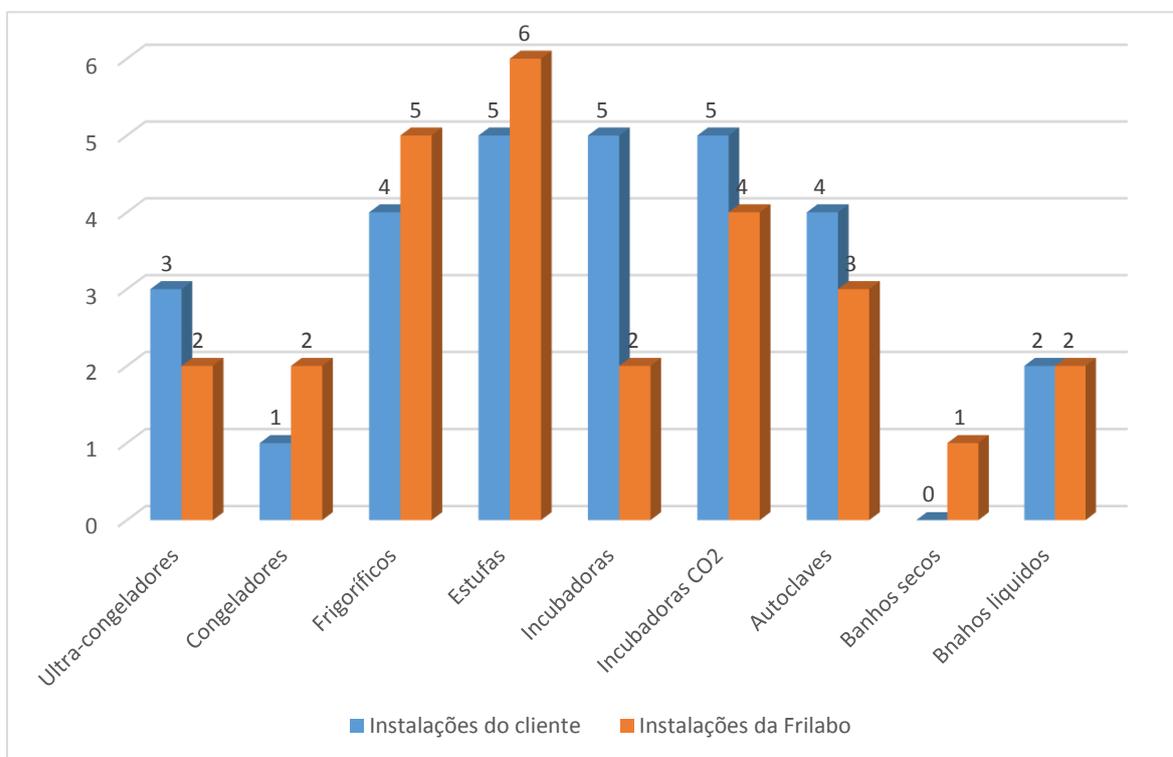


Figura 39 Câmaras térmicas ensaiadas nas instalações da Frilabo e nas instalações dos clientes

Apesar de terem sido efetuados ensaios a um grande número de câmaras térmicas como se vê na Figura 39, escolheu-se apenas uma câmara de cada tipo para efeitos de Acreditação, tendo em consideração boas práticas de laboratório, como por exemplo procurar a otimização da estabilidade e uniformidade térmica.

Os pontos de medição de temperatura no interior da câmara foram para a maioria dos ensaios, um no início da gama de temperatura, outro no meio (ou sensivelmente a meio), outro no fim e um ponto extra. Este ponto extra poderá ser numa temperatura específica que corresponda a uma temperatura de trabalho da câmara em questão. A recolha de dados foi sempre efetuada em condições ambientais favoráveis à medição.

A melhor capacidade de medição (MCM) ou melhor balanço da melhor incerteza (BMI) é obtida a partir das incertezas mais baixas registadas pelos termómetros em cada ponto de temperatura, as quais, nas tabelas de resultados aparecem em células pintadas a verde. Quando as incertezas mais baixas são iguais, considera-se a que apresenta melhor estabilidade térmica ou seja menor dispersão de leituras.

No texto seguinte surgem várias tabelas de resultados que se apresentam para cada tipo de câmara térmica. Estas tabelas contém os seguintes valores: patamares de temperatura (regulados na câmara); temperatura média (**T**), máxima mínima observadas no indicador na câmara; temperatura média (**Tri**), máxima e mínima registada pelos termómetros; erro e incerteza de medição; estabilidade e uniformidade térmica.

Para elaborar cada tabela apresentada, consta no Anexo I a seguinte informação: o gráfico de temperatura dos termómetros para cada patamar e a disposição dos referidos termómetros no interior da câmara.

No Anexo G está apresentado o exemplo do modelo de relatório de ensaio, o qual contém o gráfico de monitorização ou perfil das temperaturas, a imagem da disposição dos termómetros no interior da câmara, a tabela de resultados e ainda outros resultados relevantes de acordo com o procedimento.

As tabelas que se apresentam no texto seguinte tiveram por base os cálculos das folhas Excel desenvolvidas pelo autor, que constam do Anexo J e que são:

Tabela 14- Arca ultra-congeladora MCM – dados obtidos na gama de -95 a -40 °C

Tabela 15- Arca congeladora MCM – dados obtidos na gama de -40 a 0 °C

Tabela 16- Frigorífico MCM – dados obtidos na gama de 1 a 14 °C

Tabela 17- Estufa MCM – dados obtidos na gama de 4 a 140 °C

Tabela 18- Incubadora MCM – dados obtidos na gama de 4 a 37 °C

Tabela 19- Incubadora CO₂ MCM – dados obtidos no ponto de 37 °C

Tabela 20- Autoclave MCM – dados obtidos na gama de 50 a 135 °C

Tabela 21- Banho sêco MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C

Tabela 22- Banho líquido MCM – dados obtidos na gama de 1 a 50 °C

Tabela 14 Arca ultra-congeladora MCM – dados obtidos na gama de -95 a -40 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
-95,0	-91,5	-98,0	T1	-94,8	-94,85	-93,00	-97,00	0,44	0,1	1,16	3,97
			T2	-94,8	-92,88	-91,00	-95,40	0,45	-1,9	1,18	
			T3	-94,8	-96,85	-95,00	-98,70	0,42	2,1	1,09	
-80,0	-77,0	-83,0	T1	-80,0	-79,82	-78,00	-82,00	0,44	-0,2	1,16	4,01
			T2	-80,0	-77,83	-76,00	-79,80	0,43	-2,2	1,13	
			T3	-80,0	-81,84	-80,00	-83,53	0,42	1,8	1,09	
-70,0	-66,0	-73,5	T1	-69,8	-69,90	-68,00	-72,00	0,44	0,1	1,16	3,99
			T2	-69,8	-67,85	-66,00	-69,80	0,43	-2,0	1,13	
			T3	-69,8	-71,84	-70,00	-73,60	0,43	2,0	1,12	
-40,0	-36,7	-44,4	T1	-40,6	-40,00	-38,00	-42,00	0,44	-0,6	1,16	4,19
			T2	-40,6	-37,79	-36,00	-39,99	0,48	-2,8	1,26	
			T3	-40,6	-41,98	-40,00	-43,90	0,43	1,4	1,13	

Tabela 15 Arca congeladora MCM – dados obtidos na gama de -40 a 0 °C

Leituras na câmara					Cálculos						
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
-40,0	-38,0	-44,0	T1	-41,0	-38,95	-38,46	-39,28	0,12	-2,1	0,20	5,00
			T2	-41,0	-42,22	-41,82	-42,65	0,13	1,2	0,26	
			T3	-41,0	-43,38	-42,82	-44,14	0,18	2,4	0,42	
			T4	-41,0	-43,95	-43,59	-44,29	0,12	3,0	0,21	
			T5	-41,0	-42,70	-42,2	-43,29	0,15	2,0	0,31	
-30,0	-28,0	-34,0	T1	-31,0	-27,93	-27,46	-28,18	0,12	-3,1	0,19	5,01
			T2	-31,0	-31,21	-30,84	-31,69	0,13	0,2	0,25	
			T3	-31,0	-32,37	-31,80	-33,14	0,18	1,4	0,43	
			T4	-31,0	-32,94	-32,49	-33,19	0,12	1,9	0,19	
			T5	-31,0	-31,66	-31,17	-32,18	0,15	0,7	0,32	
-20,0	-18,0	-25,0	T1	-21,5	-18,96	-18,50	-19,33	0,12	-2,5	0,20	5,01
			T2	-21,5	-22,25	-21,84	-22,69	0,13	0,8	0,25	
			T3	-21,5	-23,41	-22,80	-24,14	0,18	2,0	0,42	
			T4	-21,5	-23,97	-23,61	-24,38	0,12	2,5	0,22	
			T5	-21,5	-22,70	-22,20	-23,35	0,15	1,2	0,31	
0,0	-1,0	-2,0	T1	-1,5	-1,33	-0,94	-1,91	0,14	-0,2	0,28	0,63
			T2	-1,5	-1,21	-0,70	-1,86	0,15	-0,3	0,32	
			T3	-1,5	-0,86	-0,32	-1,51	0,15	-0,6	0,33	
			T4	-1,5	-1,49	-1,00	-2,10	0,14	0,0	0,31	
			T5	-1,5	-1,23	-0,66	-1,91	0,15	-0,3	0,34	

Tabela 16 Frigorífico MCM – dados obtidos na gama de 1 a 14 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
1,0	4,0	0,0	T1	2,0	1,35	3,05	-0,09	0,16	0,7	1,00	2,34
			T2	2,0	2,26	3,23	1,30	0,12	-0,3	0,59	
			T3	2,0	0,83	2,31	-0,57	0,15	1,2	0,91	
			T4	2,0	2,03	3,11	0,91	0,13	0,0	0,68	
			T5	2,0	1,99	2,88	1,01	0,12	0,0	0,61	
			T6	2,0	3,17	4,03	2,23	0,12	-1,2	0,58	
			T7	2,0	2,51	3,20	1,65	0,11	-0,5	0,49	
			T8	2,0	2,16	3,11	1,12	0,13	-0,2	0,65	
			T9	2,0	2,60	3,36	1,65	0,12	-0,6	0,56	
5,0	6,0	3,0	T1	4,5	4,48	6,16	2,69	0,17	0,0	0,98	2,22
			T2	4,5	5,29	6,32	4,27	0,13	-0,8	0,56	
			T3	4,5	3,96	5,45	2,35	0,16	0,5	0,87	
			T4	4,5	5,07	6,13	3,82	0,13	-0,6	0,63	
			T5	4,5	5,17	5,96	4,16	0,12	-0,7	0,50	
			T6	4,5	6,18	6,96	5,07	0,12	-1,7	0,53	
			T7	4,5	5,62	6,24	4,69	0,11	-1,1	0,43	
			T8	4,5	5,19	6,10	4,00	0,13	-0,7	0,61	
			T9	4,5	5,68	6,32	4,63	0,12	-1,2	0,50	
8,0	12,5	4,8	T1	8,7	7,58	9,45	5,65	0,19	1,1	1,18	2,00
			T2	8,7	8,24	9,58	6,90	0,15	0,4	0,79	
			T3	8,7	7,04	8,65	5,42	0,17	1,6	1,00	

			T4	8,7	8,01	9,31	6,63	0,15	0,6	0,80	
			T5	8,7	8,35	9,20	7,54	0,12	0,3	0,50	
			T6	8,7	9,04	9,92	8,12	0,13	-0,4	0,58	
			T7	8,7	8,67	9,34	7,84	0,11	0,0	0,45	
			T8	8,7	8,11	9,13	6,96	0,14	0,5	0,69	
			T9	8,7	8,69	9,45	7,77	0,12	0,0	0,53	
14,0	16,0	12,0	T1	10,0	14,04	15,90	12,38	0,19	0,0	1,08	1,62
			T2	10,0	14,48	16,04	13,27	0,16	-0,5	0,84	
			T3	10,0	13,45	15,04	11,93	0,17	0,6	0,92	
			T4	10,0	14,23	15,69	13,02	0,15	-0,2	0,79	
			T5	10,0	14,42	15,48	13,65	0,12	-0,4	0,53	
			T6	10,0	15,07	15,91	14,27	0,12	-1,1	0,49	
			T7	10,0	14,55	15,29	13,90	0,11	-0,6	0,39	
			T8	10,0	14,27	15,28	13,31	0,13	-0,3	0,58	
			T9	10,0	14,73	15,45	14,02	0,11	-0,7	0,42	

Tabela 17 Estufa MCM – dados obtidos na gama de 4 a 140 °C

Leituras na câmara					Cálculos						
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
4,0	6,0	3,0	T1	4,5	5,07	6,13	4,28	0,12	-0,6	0,55	1,12
			T2	4,5	4,28	5,85	3,06	0,15	0,2	0,79	
			T3	4,5	4,54	5,96	3,45	0,14	0,0	0,71	
			T4	4,5	4,38	5,90	3,17	0,15	0,1	0,77	
			T5	4,5	3,95	5,93	2,17	0,18	0,6	1,06	
25,0	25,5	24,5	T1	25,0	24,67	24,69	24,65	0,10	0,3	0,01	0,30
			T2	25,0	24,59	24,60	24,57	0,10	0,4	0,01	
			T3	25,0	24,45	24,47	24,43	0,10	0,6	0,01	
			T4	25,0	24,37	24,39	24,35	0,10	0,6	0,01	
			T5	25,0	24,38	24,42	24,34	0,10	0,6	0,03	
72,0	73,0	71,5	T1	72,3	71,33	71,36	71,29	0,09	1,0	0,02	0,66
			T2	72,3	71,42	71,46	71,37	0,09	0,9	0,02	
			T3	72,3	71,49	71,53	71,43	0,09	0,8	0,03	
			T4	72,3	71,99	72,06	71,92	0,09	0,3	0,03	
			T5	72,3	71,70	71,74	71,64	0,09	0,6	0,03	
140,0	143,0	142,0	T1	141,0	141,33	141,36	141,29	0,09	-0,3	0,02	0,66
			T2	141,0	141,42	141,46	141,37	0,09	-0,4	0,02	
			T3	141,0	141,49	141,53	141,43	0,09	-0,5	0,02	
			T4	141,0	141,99	142,06	141,92	0,09	-1,0	0,03	
			T5	141,0	141,70	141,74	141,64	0,09	-0,7	0,02	

Tabela 18 Incubadora MCM – dados obtidos na gama de 4 a 37 °C

Leituras na câmara					Cálculos						
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
4,0	4,0	4,5	T1	4,0	3,66	4,01	3,33	0,10	0,3	0,22	0,70
			T2	4,0	3,09	3,69	2,50	0,11	0,9	0,39	
			T3	4,0	3,47	3,93	3,05	0,10	0,5	0,29	
			T4	4,0	3,53	3,93	3,16	0,10	0,5	0,25	
			T5	4,0	3,79	4,11	3,51	0,10	0,2	0,20	
20,0	21,0	19,0	T1	20,0	20,03	20,42	19,49	0,10	0,0	0,27	0,28
			T2	20,0	19,82	20,35	18,97	0,11	0,2	0,43	
			T3	20,0	19,87	20,34	19,21	0,10	0,1	0,35	
			T4	20,0	19,92	20,36	19,28	0,10	0,1	0,33	
			T5	20,0	20,10	20,45	19,63	0,10	-0,1	0,24	
25,0	25,0	25,0	T1	25,0	25,29	25,29	25,29	0,09	-0,3	0,00	0,1
			T2	25,0	25,31	25,31	25,31	0,09	-0,3	0,00	
			T3	25,0	25,21	25,21	25,21	0,09	-0,2	0,00	
			T4	25,0	25,25	25,25	25,25	0,09	-0,3	0,00	
			T5	25,0	25,30	25,30	25,30	0,09	-0,3	0,00	
37,0	37,0	37,0	T1	37,0	37,18	37,20	37,17	0,09	-0,2	0,01	0,30
			T2	37,0	37,25	37,27	37,24	0,09	-0,3	0,01	
			T3	37,0	37,41	37,42	37,40	0,09	-0,4	0,01	
			T4	37,0	37,42	37,43	37,40	0,09	-0,4	0,01	
			T5	37,0	37,48	37,50	37,46	0,09	-0,5	0,01	

Tabela 19 Incubadora CO₂ MCM – dados obtidos no ponto de 37 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
37,0	37,0	36,0	T1	36,5	37,16	37,18	37,15	0,09	-0,7	0,01	0,41
			T2	36,5	37,07	37,09	37,05	0,09	-0,6	0,01	
			T3	36,5	37,18	37,21	37,15	0,09	-0,7	0,01	
			T4	36,5	36,97	36,99	36,95	0,09	-0,5	0,01	
			T5	36,5	36,89	36,91	36,87	0,09	-0,4	0,01	
			T6	36,5	36,90	36,94	36,87	0,09	-0,4	0,01	
			T7	36,5	36,79	36,80	36,78	0,09	-0,3	0,01	
			T8	36,5	36,77	36,80	36,75	0,09	-0,3	0,01	

Tabela 20 Autoclave MCM – dados obtidos na gama de 50 a 135 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
50	55	50	T1	53	53,53	59,77	47,25	0,64	-1	3,67	2,85
			T2	53	53,65	59,87	47,80	0,63	-1	3,54	
			T3	53	56,38	63,55	49,04	0,64	-4	4,05	
115	115	115	T1	115	116,52	116,71	116,32	0,60	-2	0,10	0,04
			T2	115	116,56	116,69	116,41	0,60	-2	0,08	
			T3	115	116,56	116,70	116,40	0,60	-2	0,08	
121	121	121	T1	121	122,32	122,95	122,04	0,60	-1	0,14	0,00
			T2	121	122,32	122,89	122,09	0,60	-1	0,12	
			T3	121	122,32	122,90	122,08	0,60	-1	0,12	
125	125	125	T1	125	126,44	126,71	126,27	0,60	-1	0,10	0,02
			T2	125	126,46	126,67	126,32	0,60	-1	0,08	
			T3	125	126,45	126,68	126,30	0,60	-1	0,08	
134	134	134	T1	134	135,46	135,78	134,86	0,60	-1	0,13	0,01
			T2	134	135,47	135,73	134,62	0,60	-1	0,12	
			T3	134	135,47	135,76	134,70	0,60	-1	0,12	
135	135	135	T1	135	136,56	136,78	136,38	0,60	-2	0,10	0,03
			T2	135	136,59	136,75	136,41	0,60	-2	0,09	
			T3	135	136,58	136,74	136,43	0,60	-2	0,09	

Tabela 21 Banho seco MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
-95,00	-95,00	-95,00	T1	-95,00	-94,99	-94,99	-95,00	0,07	-0,01	0,00	0,01
			T2	-95,00	-95,00	-94,99	-95,00	0,07	0,00	0,00	
			T3	-95,00	-94,99	-94,99	-95,00	0,07	-0,01	0,00	
			T4	-95,00	-95,00	-94,99	-95,00	0,07	0,00	0,00	
			T5	-95,00	-94,99	-94,99	-95,00	0,07	-0,01	0,00	
			T6	-95,00	-95,00	-95,00	-95,01	0,07	0,00	0,00	
0,00	0,00	-0,01	T1	0,00	-0,04	-0,03	-0,04	0,08	0,04	0,00	0,04
			T2	0,00	-0,04	-0,03	-0,04	0,08	0,04	0,00	
			T3	0,00	-0,03	-0,02	-0,03	0,08	0,03	0,00	
			T4	0,00	-0,02	-0,02	-0,03	0,08	0,02	0,00	
			T5	0,00	-0,06	-0,05	-0,06	0,08	0,06	0,00	
			T6	0,00	-0,04	-0,04	-0,05	0,08	0,04	0,00	
23,00	23,00	23,00	T1	23,00	23,01	23,02	23,01	0,07	-0,01	0,00	0,03
			T2	23,00	23,02	23,02	23,01	0,07	-0,02	0,00	
			T3	23,00	23,01	23,01	23,00	0,07	-0,01	0,00	
			T4	23,00	23,02	23,03	23,02	0,07	-0,02	0,00	
			T5	23,00	23,04	23,04	23,03	0,07	-0,04	0,00	
			T6	23,00	23,03	23,04	23,03	0,07	-0,03	0,00	
140,00	140,00	140,00	T1	140,00	139,98	139,99	139,98	0,07	0,02	0,00	0,02
			T2	140,00	139,99	140,00	139,98	0,07	0,01	0,00	
			T3	140,00	139,99	139,99	139,99	0,07	0,01	0,00	

			T4	140,00	139,99	139,99	139,98	0,07	0,01	0,00	
			T5	140,00	139,99	140,00	139,99	0,07	0,01	0,00	
			T6	140,00	140,00	140,01	140,00	0,07	0,00	0,00	

Tabela 22 Banho líquido MCM – dados obtidos na gama de 1 a 50 °C

Leituras na câmara				Cálculos							
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Termómetro	T (°C)	T _{ri} (°C)			Incerteza (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
1,0	1,5	1,0	T1	1,3	1,20	1,26	1,13	0,09	0,1	0,03	0,09
			T2	1,3	1,24	1,29	1,18	0,09	0,1	0,03	
			T3	1,3	1,15	1,17	1,10	0,09	0,2	0,02	
25,0	25,0	24,0	T1	24,5	25,21	25,27	25,13	0,09	-0,7	0,03	0,13
			T2	24,5	25,24	25,29	25,18	0,09	-0,7	0,03	
			T3	24,5	25,34	25,37	25,30	0,09	-0,8	0,02	
44,0	44,5	42,5	T1	43,0	43,95	43,98	43,87	0,09	-1,0	0,02	0,03
			T2	43,0	43,94	43,97	43,89	0,09	-0,9	0,02	
			T3	43,0	43,92	43,96	43,87	0,09	-0,9	0,02	
50,0	51,0	50,0	T1	50,5	49,95	49,98	49,92	0,09	0,5	0,01	0,03
			T2	50,5	49,94	49,97	49,90	0,09	0,6	0,01	
			T3	50,5	49,92	49,94	49,87	0,09	0,6	0,02	

6.5. ESTIMATIVA DA MELHOR INCERTEZA DE MEDIÇÃO (MCM)

Estimar a melhor incerteza, nem sempre implica apresentar a incerteza mais baixa. O objetivo da apresentação da MCM, como já foi dito, é harmonizar a apresentação do seu valor em documentos.

No caso de uma câmara onde se verifica a incerteza mais baixa igual para toda a gama, a MCM vai ser expressa em termos de valor nominal nessa gama, tornando assim o processo mais fácil.

Nos casos das câmaras onde não se verificou que o valor de incerteza mais baixa era igual para toda a gama de temperaturas, o seu valor foi obtido analiticamente, através de procedimentos de majoração, uma vez que diferem apenas em 0,02 ou 0,03 da unidade.

Existe ainda casos que implicam dividir as gamas de temperatura ensaiadas em diferentes intervalos (como aconteceu para as arcas ultra-congeladoras, autoclaves e banhos secos)

Os gráficos que se apresentam nas figuras do texto seguinte são:

Figura 40- Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-95 \leq T \leq -70$ °C)

Figura 41- Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-70 < T \leq -40$ °C)

Figura 42- Estimativa da melhor incerteza – arcas congeladoras ($-40 \leq T \leq 0$ °C)

Figura 43- Estimativa da melhor incerteza – frigoríficos ($2 \leq T \leq 14$ °C)

Figura 44- Estimativa da melhor incerteza – estufas ($4 \leq T \leq 140$ °C)

Figura 45 Estimativa da melhor incerteza – incubadoras ($4 \leq T \leq 37$ °C)

Figura 46- Estimativa da melhor incerteza – incubadoras CO₂ (T=37 °C)

Figura 47- Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($50 \leq T \leq 115$ °C)

Figura 48- Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($115 < T \leq 135$ °C)

Figura 49- Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($-95 \leq T \leq 0$ °C)

Figura 50- Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($0 < T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)

Figura 51- Estimativa da melhor incerteza – banhos líquidos ($1 \leq T \leq 50 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.1. MCM PARA ARCAS ULTRA- CONGELADORAS

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T \leq -70$ °C

MCM: $\pm (0,04\%T + 0,483)$ °C

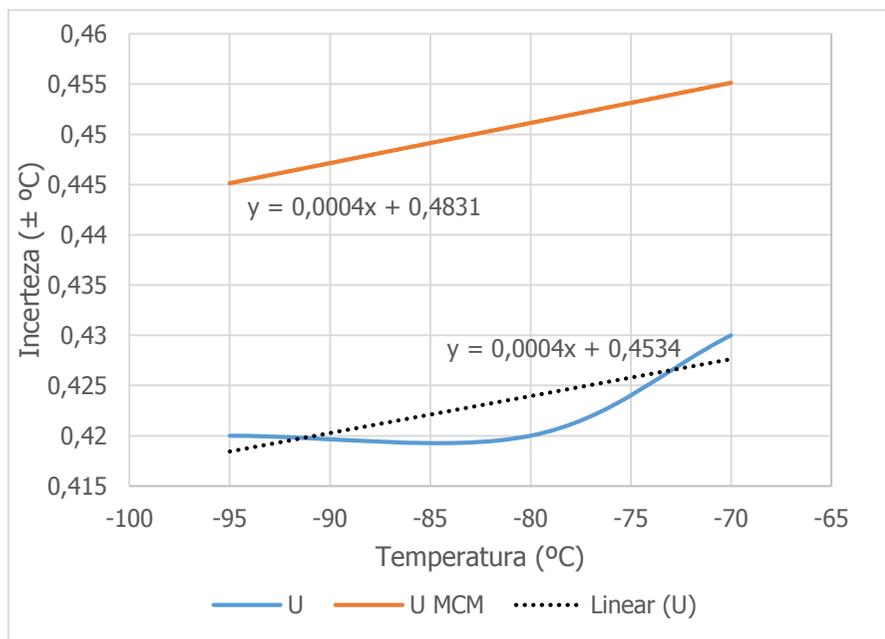


Figura 40 Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-95 \leq T \leq -70$ °C)

Intervalo ou valor de temperatura: $-70 < T \leq -40$ °C

MCM: $\pm (-0,03\%T + 0,435)$ °C

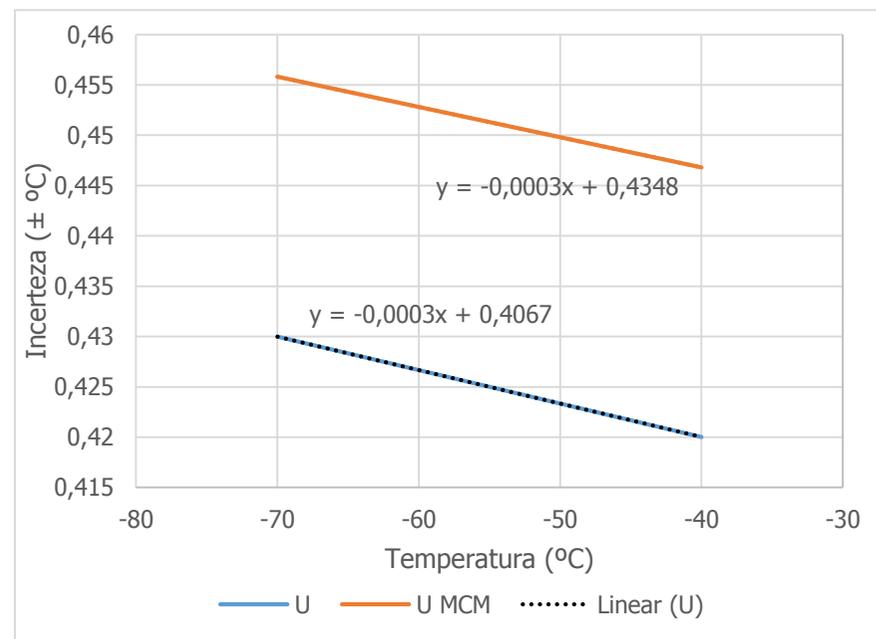


Figura 41 Estimativa da melhor incerteza – arcas ultra-congeladoras ($-70 < T \leq -40$ °C)

6.5.2. MCM PARA ARCAS CONGELADORAS

Intervalo ou valor de temperatura: $-40 \leq T \leq 0 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (0,05\%T + 0,145) \text{ }^\circ\text{C}$

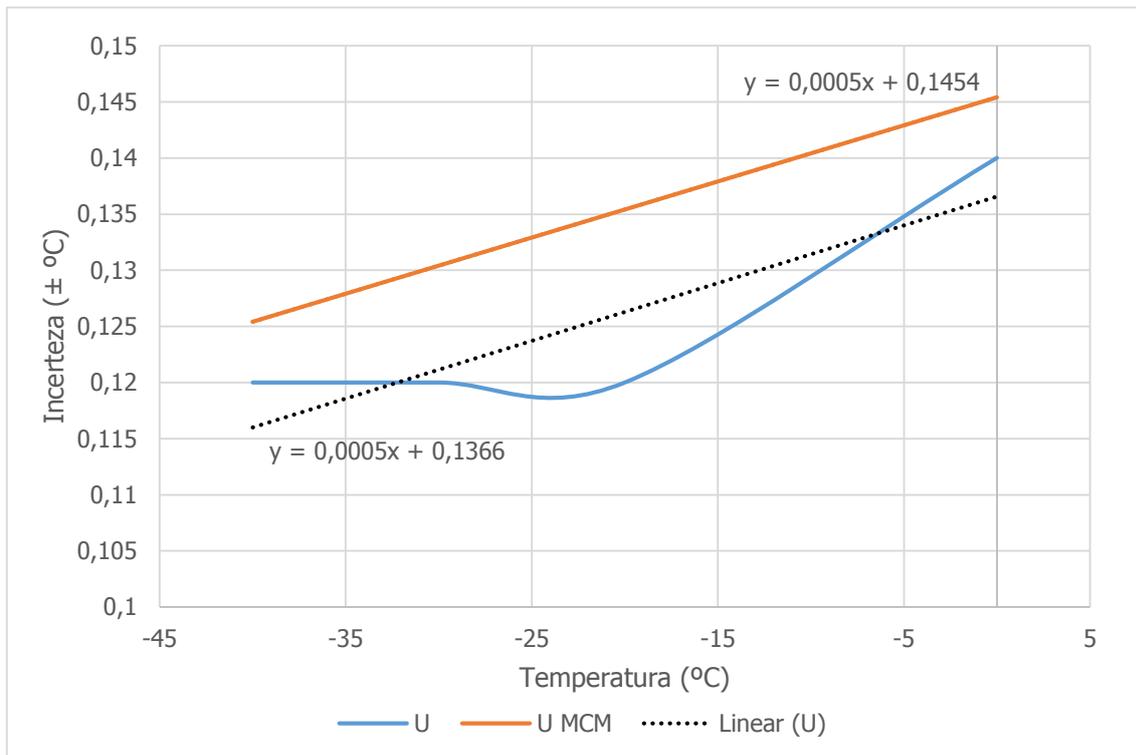


Figura 42 Estimativa da melhor incerteza – arcos congeladoras ($-40 \leq T \leq 0 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.3. MCM PARA FRIGORÍFICOS

Intervalo ou valor de temperatura: $2 \leq T \leq 14 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm 0,11 \text{ }^\circ\text{C}$

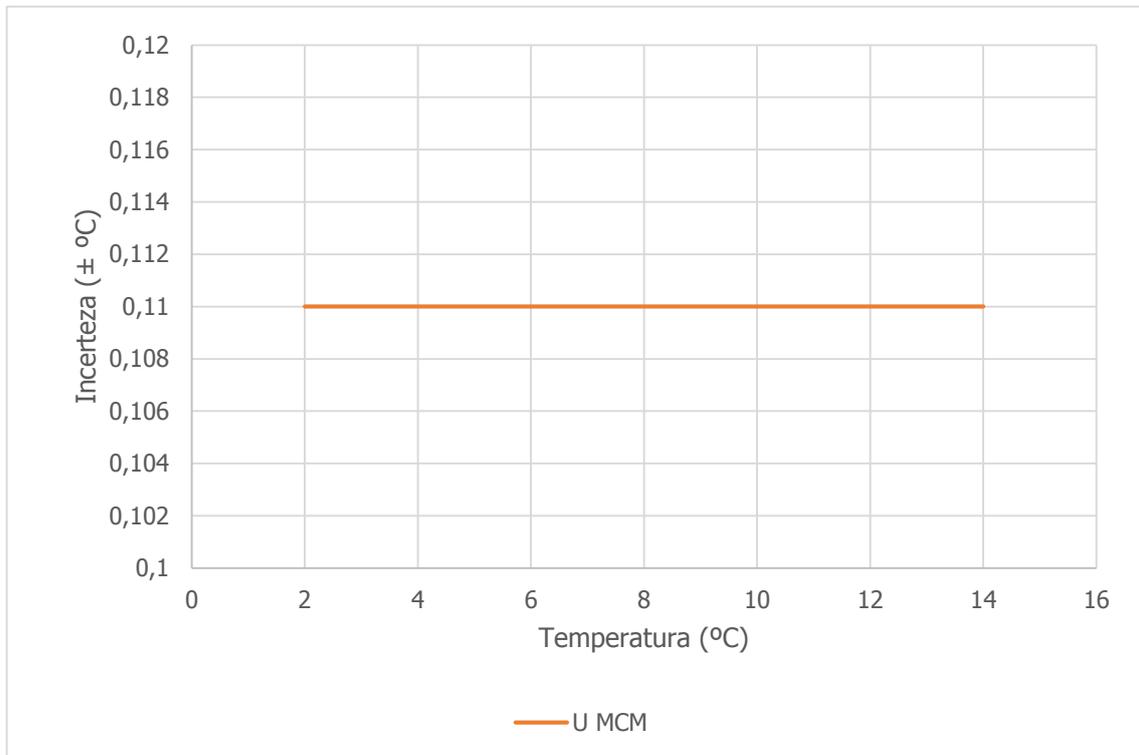


Figura 43 Estimativa da melhor incerteza – frigoríficos ($2 \leq T \leq 14 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.4. MCM PARA ESTUFAS

Intervalo ou valor de temperatura: $4 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (-0,01\%T + 0,116) \text{ }^\circ\text{C}$

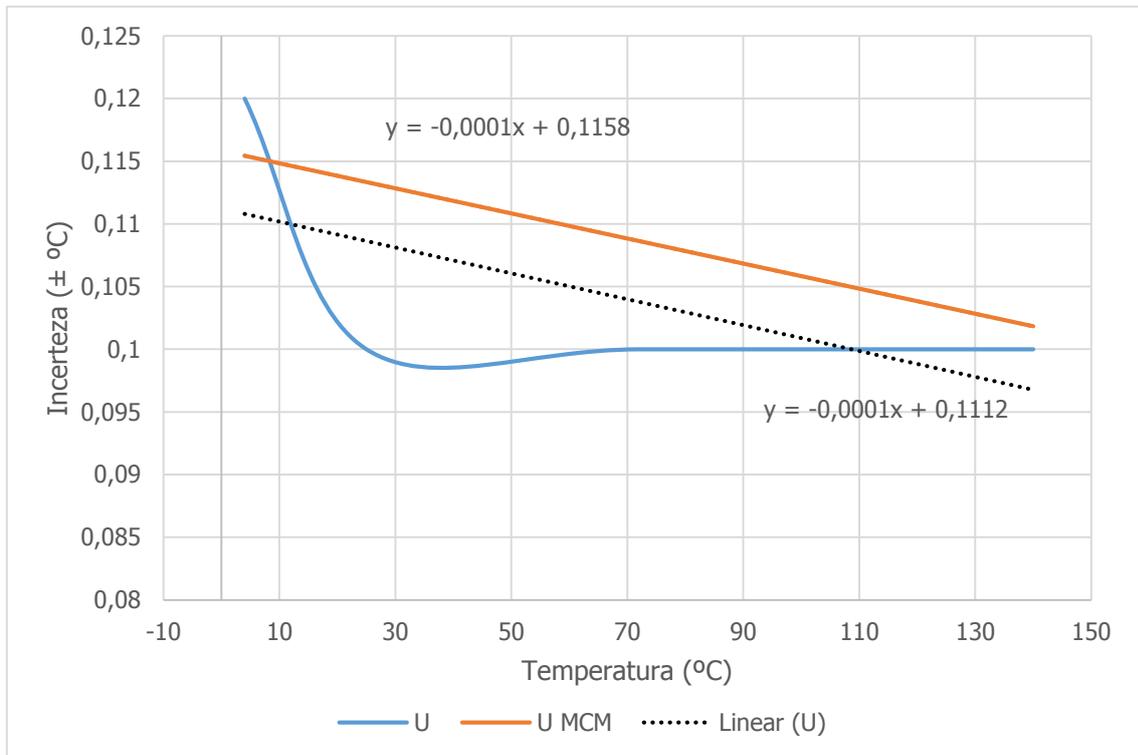


Figura 44 Estimativa da melhor incerteza – estufas ($4 \leq T \leq 140 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.5. MCM PARA INCUBADORAS

Intervalo ou valor de temperatura: $4 \leq T \leq 37 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (-0,03\%T + 0,108) \text{ }^\circ\text{C}$

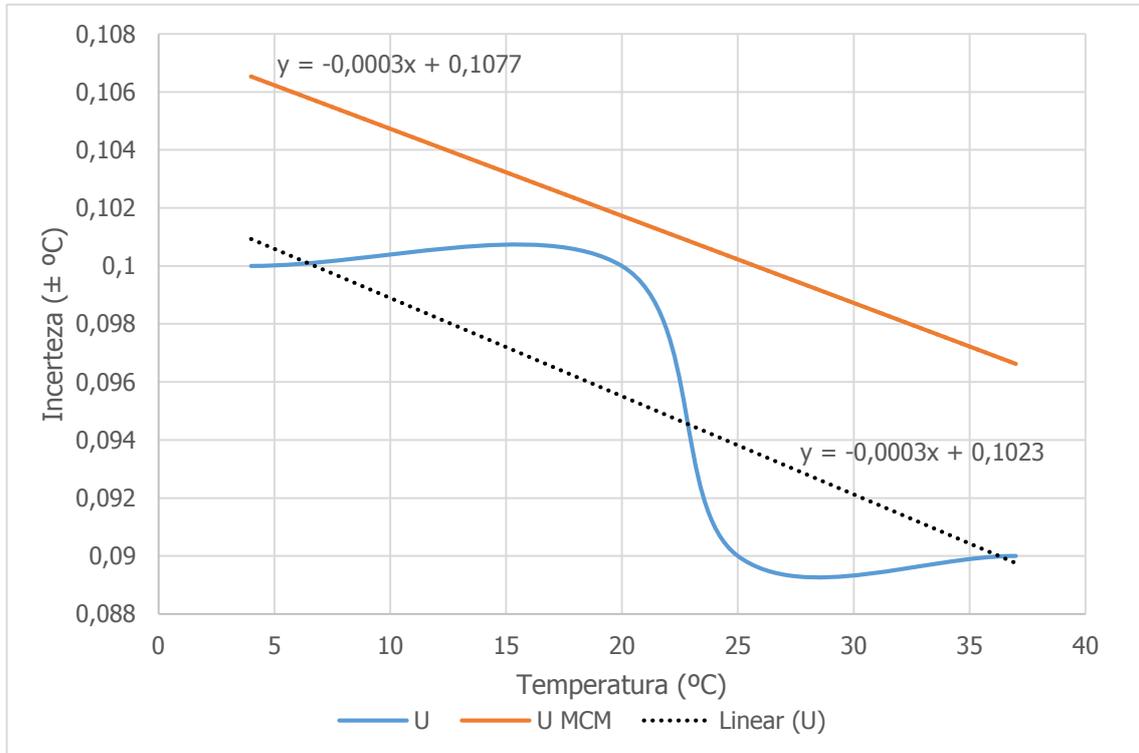


Figura 45 Estimativa da melhor incerteza – incubadoras ($4 \leq T \leq 37 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.6. MCM PARA INCUBADORAS CO₂

Intervalo ou valor de temperatura: $T = 37\text{ °C}$

MCM: $\pm 0,09\text{ °C}$

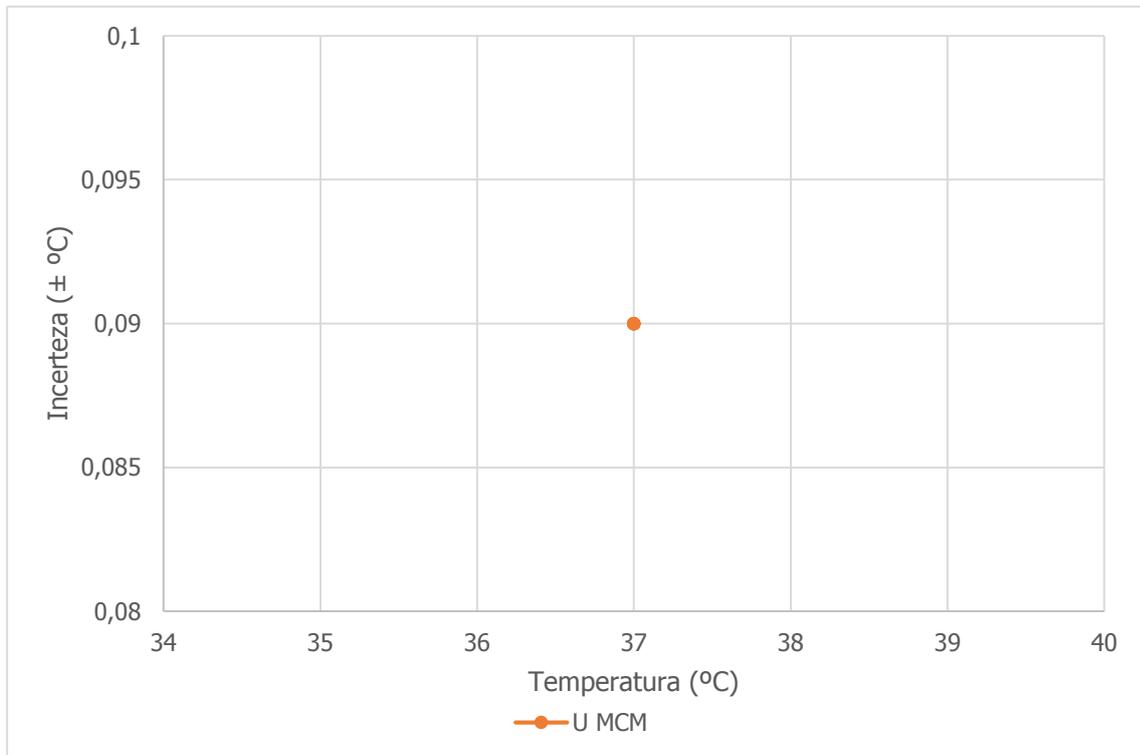


Figura 46 Estimativa da melhor incerteza – incubadoras CO₂ ($T = 37\text{ °C}$)

6.5.7. MCM PARA AUTOCLAVES

Intervalo ou valor de temperatura: $50 \leq T \leq 115 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (0,02\%T + 0,615) \text{ }^\circ\text{C}$

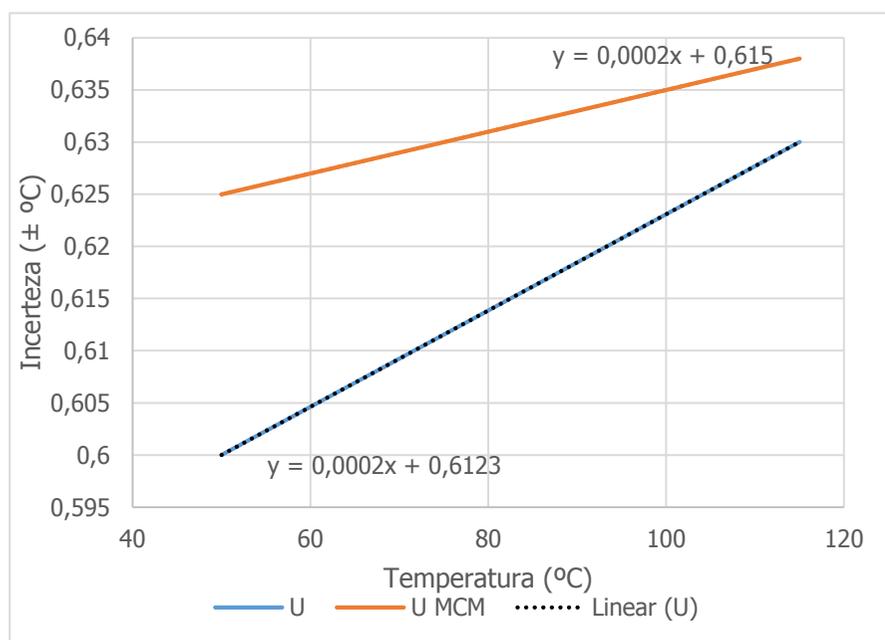


Figura 47 Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($50 \leq T \leq 115 \text{ }^\circ\text{C}$)

Intervalo ou valor de temperatura: $115 < T \leq 135 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm 0,60 \text{ }^\circ\text{C}$

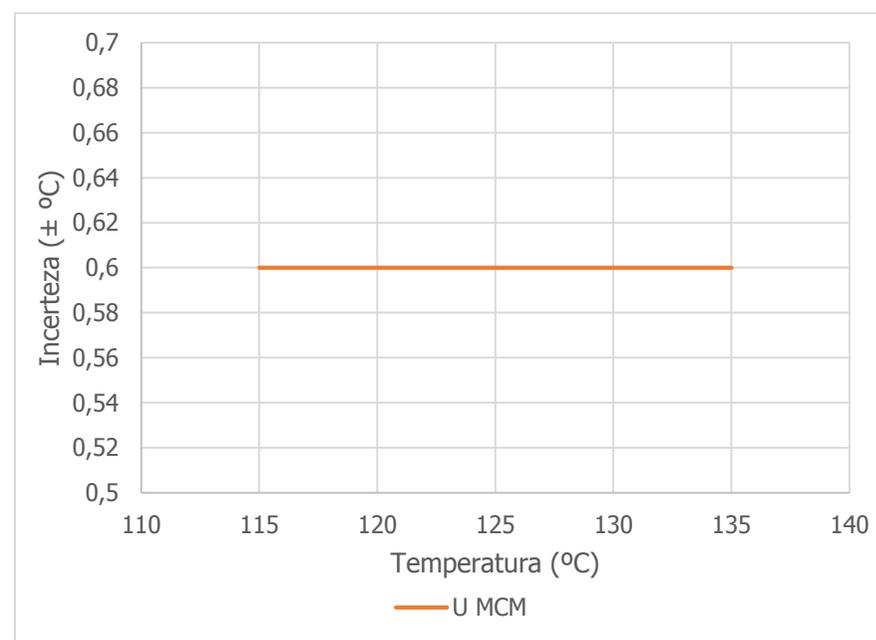


Figura 48 Estimativa da melhor incerteza – autoclaves ($115 < T \leq 135 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.8. MCM PARA BANHOS SECOS

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T \leq 0 \text{ } ^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (0,01\%T + 0,085) \text{ } ^\circ\text{C}$

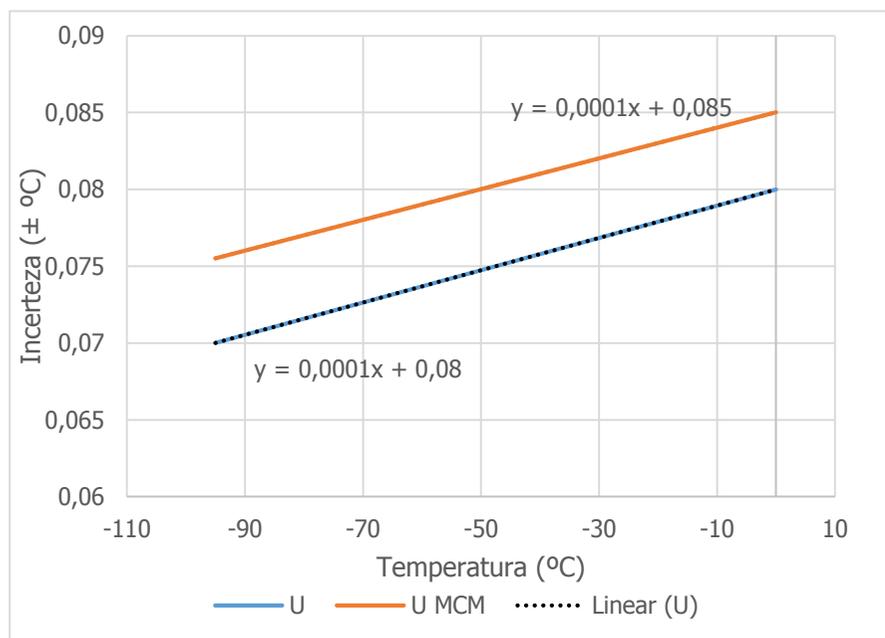


Figura 49 Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($-95 \leq T \leq 0 \text{ } ^\circ\text{C}$)

Intervalo ou valor de temperatura: $0 < T \leq 140 \text{ } ^\circ\text{C}$

MCM: $\pm (-0,005\%T + 0,079) \text{ } ^\circ\text{C}$

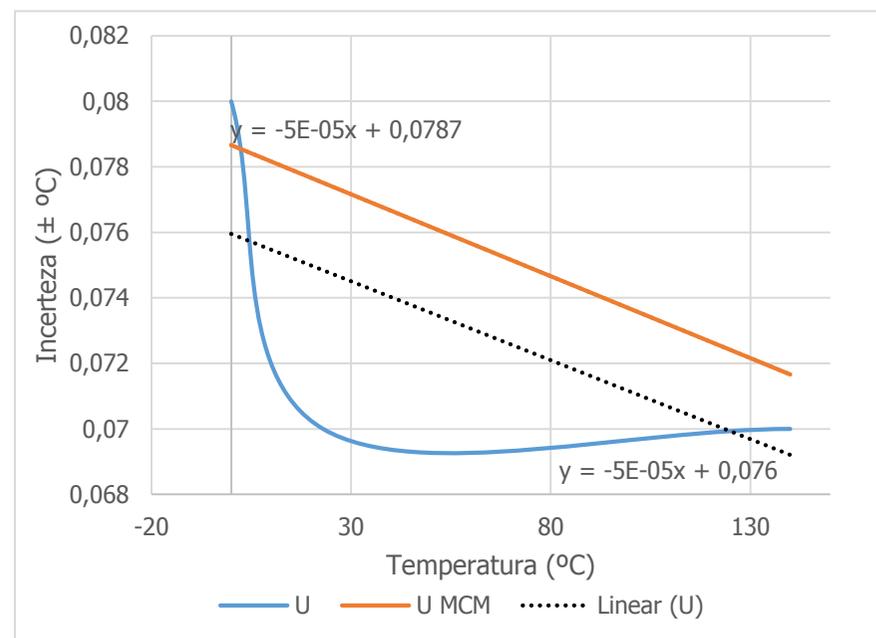


Figura 50 Estimativa da melhor incerteza – banhos secos ($0 < T \leq 140 \text{ } ^\circ\text{C}$)

6.5.9. MCM PARA BANHOS LÍQUIDOS

Intervalo ou valor de temperatura: $1 \leq T \leq 50 \text{ }^\circ\text{C}$

MCM: $\pm 0,09 \text{ }^\circ\text{C}$

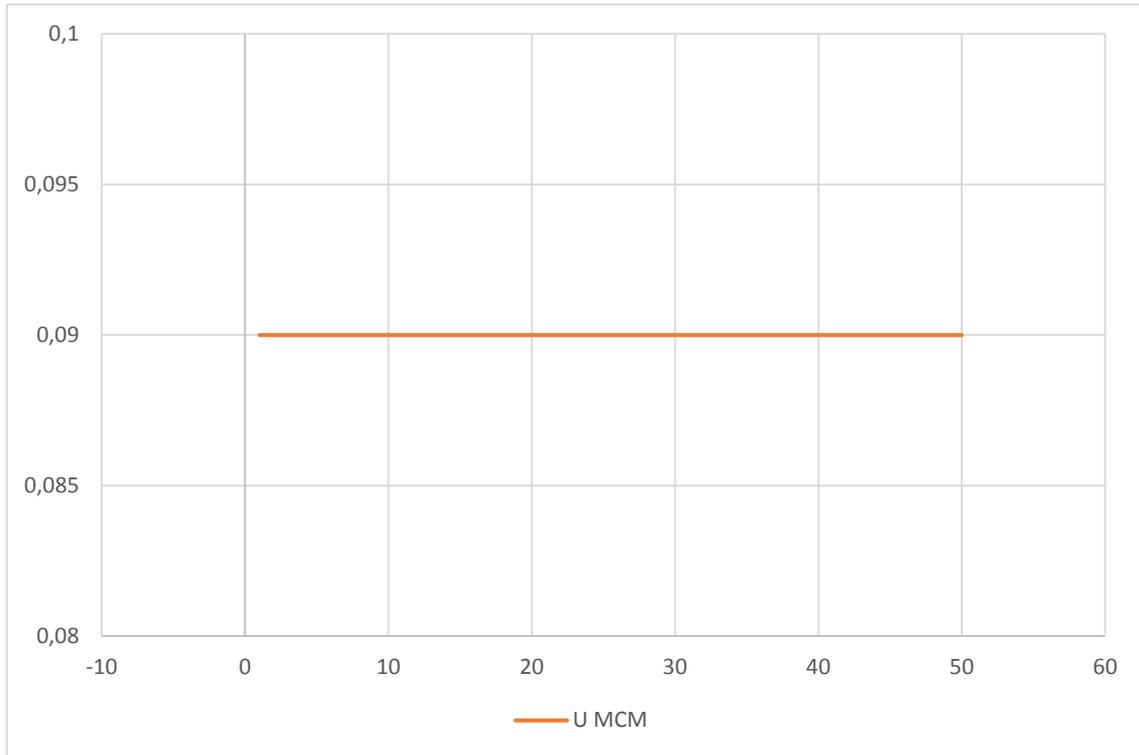


Figura 51 Estimativa da melhor incerteza – banhos líquidos ($1 \leq T \leq 50 \text{ }^\circ\text{C}$)

6.5.10. RESUMO DAS MCMs PARA O ENSAIO ÀS CÂMARAS TÉRMICAS (ANEXO TÉCNICO IPAC)

A Tabela 23 apresenta o resumo de todas as MCM calculadas para os diferentes tipos de câmaras térmicas.

Tabela 23 Resultado Final – MCM para o âmbito da acreditação do ensaio a câmaras térmicas (Anexo Técnico IPAC)

Tipo de câmara térmica	Intervalo ou valor de temperatura	Melhor incerteza
Arcas ultra-congeladoras	$-95 \leq T \leq -70 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (0,04\%T + 0,483) \text{ }^{\circ}\text{C}$
	$-70 < T \leq -40 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (-0,03\%T + 0,435) \text{ }^{\circ}\text{C}$
Arcas congeladoras	$-40 \leq T \leq 0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (0,05\%T + 0,145) \text{ }^{\circ}\text{C}$
Frigoríficos	$1 \leq T \leq 14 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,11 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Estufas	$4 \leq T \leq 140 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (-0,01\%T + 0,116) \text{ }^{\circ}\text{C}$
Incubadoras	$4 \leq T \leq 37 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (-0,03\%T + 0,108) \text{ }^{\circ}\text{C}$
Incubadoras CO ₂	$T = 37 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,09 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Autoclaves	$50 \leq T \leq 115 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (0,02\%T + 0,615) \text{ }^{\circ}\text{C}$
	$115 < T \leq 135 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,60 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Banhos secos	$-95 \leq T \leq 0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (0,01\%T + 0,085) \text{ }^{\circ}\text{C}$
	$0 < T \leq 140 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm (-0,005\%T + 0,079) \text{ }^{\circ}\text{C}$
Banhos líquidos	$1 \leq T \leq 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,09 \text{ }^{\circ}\text{C}$

6.6. ENSAIO DE APTIDÃO

Um dos requisitos da NP EN IEC/ISO 17025, para a acreditação de laboratórios, é a necessidade de realizar um ensaio de aptidão no INTA (Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial). Para cumprir este requisito, o Laboratório de Metrologia da Frilabo participou num ensaio realizado em Madrid (Espanha) em que participaram vários laboratórios (acreditados e não acreditados), sendo a Frilabo o único laboratório nacional presente.

O INTA disponibiliza um conjunto de serviços na área de Ensaios de Aptidão (EAp) de acordo com metodologias internacionalmente aceites no seio da ISO e da ILAC com o objetivo de apoiar os laboratórios de Ensaio e Calibração nos projetos onde a melhoria contínua, a produtividade e a capacidade são fatores determinantes de sucesso.

Neste ensaio foram recolhidas as instruções necessárias para a realização de uma intercomparação de medidas na área das temperaturas (temperaturas em meios isotérmicos).

A avaliação individual da *performance* de cada laboratório participante foi realizada mediante a obtenção do valor de “Figura de Mérito”, por outras palavras, o Erro Normalizado (En), que está definido no ponto 6.6.5. Este valor é obtido através da comparação dos resultados obtidos pelos diferentes laboratórios com os valores de referência, ou seja, os resultados do laboratório INTA.

6.6.1. EQUIPAMENTO PADRÃO ENSAIADO E MEDIÇÕES

A câmara térmica de referência utilizada para fazer as medições foi uma autoclave fornecida pelo INTA. Este equipamento é única e exclusivamente usado para ensaios de intercomparação, sendo que não dispõe de um indicador digital com a temperatura, estando sempre pré-programada para trabalhar no patamar de 121 °C e 134 °C.

Os restantes padrões e equipamentos de trabalho utilizados na medição foram os *data loggers*, um medidor de pressão P1 (apenas como dado indicativo), medidores de temperatura (T1, T2, T3, T4 e T5) da Frilabo, o *software* Madgetech para exportação dos dados e o Excel para fazer os cálculos.

O equipamento padrão foi ensaiado de acordo com a Figura 52.

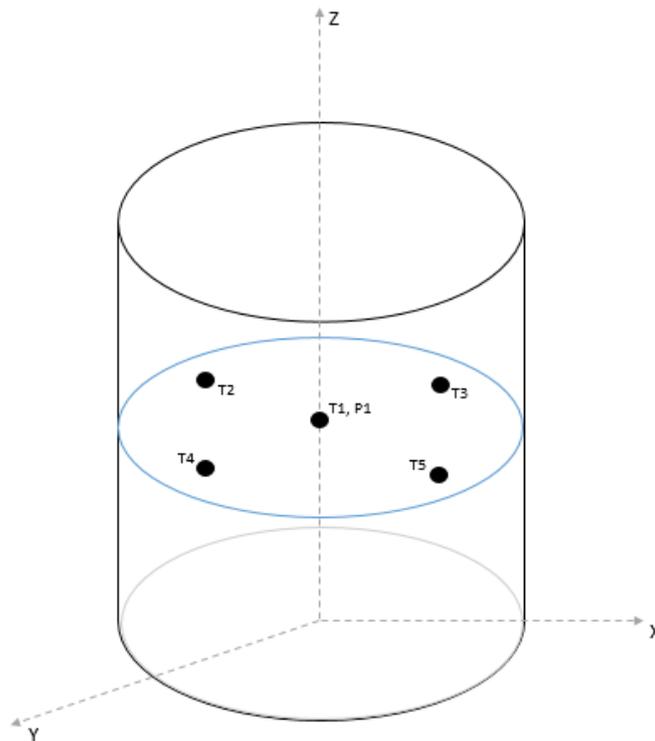


Figura 52 Disposição dos sensores no ensaio interlaboratorial

Por motivos de confidencialidade, as informações sobre a marca, modelo, número de série, fotografia real da câmara e outras são ocultadas. Informa-se apenas que a câmara tem as dimensões internas 260 mm x 245 mm, respectivamente de altura e diâmetro e dispõe de um passa-muros, por onde é possível fazer o acondicionamento da cablagem sem interferir na medição. Como utilizamos os *data loggers* não foi preciso usar os passa-muros.

As medições realizadas no ensaio de aptidão, cumprem os requisitos do regulamento proposto pelo INTA referente aos ensaios de intercomparação. Este regulamento diz que o ensaio deve levar a cabo os procedimentos utilizados habitualmente pelos laboratórios para as medições de temperatura, a incerteza dos resultados deve corresponder a um nível de confiança de 95,45% (que para um número infinito de graus de liberdade corresponde a um fator de cobertura de $k=2$), a estimação da incerteza deve seguir os procedimentos de cálculo de incertezas habitualmente usados pelos laboratórios e os equipamentos de medição devem ser rastreados a padrões nacionais reconhecidos.

O regulamento consiste na realização de 3 tipos de ensaio: estudo da Estabilidade, da Uniformidade e do Erro de Indicação num ciclo completo de esterilização com e sem carga.

Pode dizer-se que o INTA vê este ensaio como uma calibração mais do que propriamente um ensaio.

Outros dados, como as condições de ensaio (temperatura ambiente e HR), pressão no interior na câmara, correlações existentes entre a pressão e temperatura foram também fornecidos à avaliação mas apenas a título indicativo.

6.6.2. METODOLOGIA IMPLEMENTADA

No texto seguinte está apresentado o procedimento que o INTA segue nos ensaios de câmaras térmicas. Na **caracterização da autoclave sem carga** consideram-se 3 ciclos de duração de 20 minutos, sendo que para a análise dos resultados só conta o último ciclo. A temperatura de *setpoint* é 121 °C. Na **caracterização da autoclave com carga** consideram-se 2 ciclos de duração de 36 minutos, sendo que para a análise dos resultados só conta o último ciclo. A temperatura de *setpoint* é 121 °C.

A carga é um copo de vidro com 500 ml de água destilada, sendo um dos termómetros colocado lá dentro.

No estudo de **Estabilidade**, considera-se a estabilidade correspondente ao termómetro T_x e tem de ser apresentada o com maior valor de dispersão de leituras (desvio padrão) segundo a equação 38.

$$\Delta T_E = \text{Máx} \left\{ \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{tx_i} - \overline{T_{tx}})^2}{n - 1}} \right\}$$

Equação 38

A incerteza correspondente ao estudo de Estabilidade é a incerteza expandida que acompanha o valor de estabilidade e é calculada através das seguintes fontes de incerteza-padrão:

- Exatidão do termómetro com maior desvio-padrão: $u_{\text{exatidão}} = \frac{\text{Exatidão}}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Calibração do termómetro com maior desvio-padrão: $u_{\text{termómetro}} = \frac{U_{\text{termómetro}}}{k} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Estabilidade (desvio-padrão máximo dos termómetros): $u_{\text{estabilidade}} = \frac{\Delta T_E}{\sqrt{n}} \text{ } ^\circ\text{C}$

No estudo de **Uniformidade**, a uniformidade a ser apresentada corresponde à diferença entre o valor médio mais alto e o valor médio mais baixo do conjunto dos termómetros usados, de acordo com a equação 39.

$$\Delta T_U = \text{Max}(\overline{T}_{t1}, \overline{T}_{t2}, \dots, \overline{T}_{tx}) - \text{Min}(\overline{T}_{t1}, \overline{T}_{t2}, \dots, \overline{T}_{tx})$$

Equação 39

A incerteza correspondente ao estudo de Uniformidade, é a incerteza expandida que acompanha o valor de uniformidade e é calculada através das seguintes fontes de incerteza-padrão:

- Exatidão do termómetro com maior desvio-padrão: $u_{\text{exatidão}} = \frac{\text{Exatidão}}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Calibração do termómetro com maior desvio-padrão: $u_{\text{termómetro}} = \frac{U_{\text{termómetro}}}{k} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Uniformidade: $u_{\text{uniformidade}} = \frac{\Delta T_U}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$

No estudo do **Erro de Indicação**, o erro é determinado pela diferença entre as temperaturas médias dos termómetros de medição e do termómetro da câmara, para cada posição de acordo com a equação 40.

$$\text{Erro} = 121 \text{ } ^\circ\text{C} - \overline{T}_{tx}$$

Equação 40

A incerteza correspondente ao estudo de Erro de Indicação é a incerteza expandida que acompanha o valor de Erro de Indicação e é calculada através das seguintes fontes de incerteza-padrão:

- Exatidão do termómetros com maior desvio-padrão: $u_{\text{exatidão}} = \frac{\text{Exatidão}}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Calibração do termómetros com maior desvio-padrão: $u_{\text{termómetro}} = \frac{U_{\text{termómetro}}}{k} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Estabilidade (desvio-padrão máximo dos termómetros): $u_{\text{estabilidade}} = \frac{\Delta T_E}{\sqrt{n}} \text{ } ^\circ\text{C}$

- Uniformidade: $u_{uniformidade} = \frac{\Delta T_U}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Erro de Indicação: $u_{erro} = \frac{|Erro|}{\sqrt{12}} \text{ } ^\circ\text{C}$

O cálculo da incerteza expandida segue a metodologia explicada no Capítulo 3 e é apresentada de acordo com o documento EA 4/16.

6.6.5. AVALIAÇÃO DO LABORATÓRIO FRILABO

O INTA utiliza um método de análise estatística do cálculo do Rendimento ou Erro Normalizado (En) segundo a equação 41 onde x_{Lab} o valor obtido em cada estudo pelo laboratório participante; x_{VR} o valor obtido em cada estudo determinado pelo laboratório de referência; $U(x_{Lab})$ o valor da incerteza expandida associado a cada tipo de estudo calculado pelo laboratório participante; $U^2(x_{VR})$ o valor da incerteza expandida associado a cada tipo de estudo calculado pelo laboratório de referência.

$$En = \frac{|x_{Lab} - x_{VR}|}{\sqrt{U^2(x_{Lab}) + U^2(x_{VR})}}$$

Equação 41

O valor deste erro permite fazer a avaliação da *performance* de cada laboratório sendo calculado para cada ciclo (com e sem carga) e para cada tipo de estudo (estabilidade, uniformidade e erro de indicação).

O cálculo é efetuado conforme a **Norma ISO 13528** (*Statistical methods for use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons*) e avalia a *performance* dos laboratórios segundo os indicadores que constam na Tabela 24.

Tabela 24 Indicadores de Erros Normalizados

$En > 1$	$0,5 < En \leq 1$	$En \leq 0,5$
Inaceitável	Aceitável	Excelente

Os indicadores que excedam a unidade, são automaticamente rejeitados, obrigando o laboratório a fazer a repetição do ensaio de aptidão. Erros Normalizados compreendidos

entre 0,5 e 1 podem advertir o laboratório participante de possíveis inconsistências nos procedimentos de medida, mas, no entanto, são plenamente aceitáveis. O melhor caso possível acontece quando o valor de Erro Normalizado é igual ou inferior a 0,5, sendo que neste caso a performance do laboratório participante é considerada como “Excelente”.

A Figura de Mérito para a Frilabo nos estudos de Estabilidade, Uniformidade e Erro de Indicação na medição em ciclo vazio constam da Tabela 25.

Tabela 25 Performance do laboratório para ciclo em vazio

	Estabilidade	Uniformidade	Erro de Indicação
En	0,70	0,01	0,02
Avaliação	Aceitável	Excelente	Excelente

A Figura de Mérito da Frilabo nos estudos de Estabilidade, Uniformidade e Erro de Indicação na medição em ciclo com carga constam da tabela 26.

Tabela 26 Performance do laboratório para o ciclo em carga

	Estabilidade	Uniformidade	Erro de Indicação
En	0,45	0,02	0,00
Avaliação	Excelente	Excelente	Excelente

Os resultados emitidos pelo laboratório de referência estão no Anexo L (onde a Frilabo tem a designação de LAB 13), podendo os mesmos ser comparados com os dados dos outros laboratórios participantes, pelo que devem ser confidenciais.

7. LABORATÓRIO FRILABO – PREPARAÇÃO DA ACREDITAÇÃO DA CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos no laboratório da Frilabo, para a calibração de termômetros industriais, bem como os procedimentos desenvolvidos e a descrição da instrumentação necessária. O sensor padrão juntamente com o multímetro padrão resultam no termómetro padrão.

Deste capítulo, constam os Anexos D e E, relativos aos procedimentos de calibração e de cálculo de incerteza desenvolvidos, o Anexo H, onde se encontra o modelo de certificado de calibração desenvolvido, o Anexo K, respeitante a um exemplo das folhas de cálculo desenvolvidas para tratamento de dados e cálculo de incertezas em calibrações, e finalmente o Anexo M que mostra a folha de cálculo desenvolvida para gestão de clientes/equipamentos e numeração automática de certificados de calibração emitidos.

O texto seguinte explica com detalhe a forma como se chegou à elaboração dos procedimentos em anexo. Primeiro é descrito as características mais importantes do equipamento e o *software* utilizados, depois a metodologia da execução das calibrações e cálculo da sua incerteza, de seguida a apresentação dos resultados obtidos. Ao contrário do que se verificou no ensaio às câmaras térmicas, não foi possível fazer o ensaio de aptidão no âmbito das calibrações por falta de agendamento.

Assim como nos ensaios às câmaras térmicas, o texto seguinte evidencia o que é importante para satisfazer os requisitos técnicos da NP EN ISO/IEC 17025 que foram apresentados em 5.3.

7.1. EQUIPAMENTO E *SOFTWARE* UTILIZADOS

Para medição da temperatura na calibração dos termómetros foi utilizado um sensor padrão de referência, de resistência de platina de 25,5 Ω de Classe A conectado por 4 fios a um multímetro de referência que tem um sistema de aquisição de dados com 20 canais e indicador digital de temperatura à milésima de grau de resolução máxima.

É necessário fazer a simulação de um meio térmico que permita criar condições ideais na calibração. Para isso utilizou-se um banho seco (ou poço seco) capaz de simular com elevada exatidão temperaturas desde os -95 aos 140 °C.

O sensor, o multímetro e o banho foram calibrados separadamente no NVLAB (*National Voluntary Laboratory Accreditation Program*) do NIST, sendo as respetivas calibrações válidas até Julho de 2016.

As calibrações realizadas, revelaram os resultados de incerteza que estão apresentadas nas Tabelas 27, 28 e 29. Nestas tabelas também constam características do equipamento.

Tabela 27 Características mais importantes do sensor padrão

Equipamento	Marca e modelo	Gama	Resolução	Exatidão na gama de trabalho	
				Temperatura	Exatidão
Sensor Pt25,5	Fluke Calibration Secondary SPRT	-200 a 661 °C	-	-200 °C	±0,006 °C
				0 °C	±0,006 °C
				420 °C	±0,015 °C
				661 °C	±0,022 °C
Pontos de calibração				Incerteza	
-197 °C				±0,006 °C	
-80 °C				±0,006 °C	
-39 °C				±0,006 °C	
0,01 °C				±0,004 °C	
157 °C				±0,006 °C	
232 °C				±0,007 °C	
420 °C				±0,009 °C	
660 °C				±0,014 °C	

Tabela 28 Características mais importantes do multímetro padrão

Equipamento	Marca e modelo	Gama	Resolução	Exatidão na gama de trabalho	
				Temperatura	Exatidão
Multímetro	Fluke Calibration 1586A Super DAQ	-200 a 1200 °C	0,001 °C	-200 °C	±0,002 °C
				0 °C	±0,005 °C
				300 °C	±0,012 °C
				600 °C	±0,020 °C
Pontos de calibração				Incerteza	
-95 a 140 °C				±0,06 °C	

Tabela 29 Características mais importantes do banho seco

Equipamento	Marca e modelo	Gama	Resolução	Estabilidade e Uniformidade na gama de trabalho		
				Temperatura	Estab.	Unif.
Banho sêco	Fluke Calibration 9190A Metrology Well	-95 a 140 °C	0,01 °C	-95 °C	±0,012 °C	±0,04 °C
				0 °C	±0,001 °C	±0,04 °C
				140 °C	±0,002 °C	±0,04 °C

Os equipamentos acima referidos estão apresentados na Figura 53.

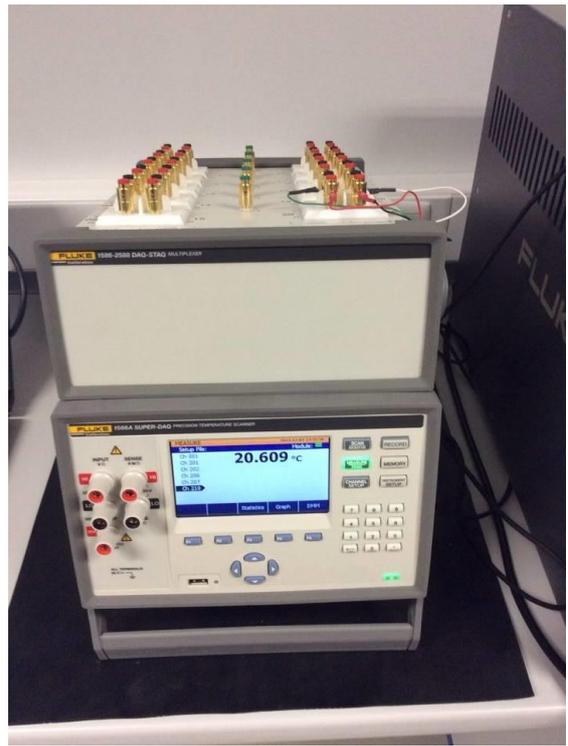


Figura 53 Sensor padrão (em cima à esquerda), sensor padrão (em cima à direita) e banho seco (em baixo a meio) (cortesia Frilabo)

Como os equipamentos foram calibrados separadamente, em diferentes pontos de temperatura, estabeleceram-se os valores de exatidão e de incerteza para os pontos de temperatura apresentados nas Tabelas 30 e 31, através de um estudo de intra e extrapolação.

Tabela 30 Exatidão e incerteza do termómetro padrão

Pontos	Exatidão			Incerteza		
	Pt25,5	Multímetro	Conjunto	Pt25,5	Multímetro	Conjunto
-95 °C	±0,006 °C	±0,004 °C	±0,010 °C	±0,006 °C	±0,06 °C	±0,066 °C
-50 °C	±0,006 °C	±0,045 °C	±0,051 °C	±0,006 °C	±0,06 °C	±0,066 °C
0 °C	±0,006 °C	±0,005 °C	±0,011 °C	±0,004 °C	±0,06 °C	±0,064 °C
50 °C	±0,008 °C	±0,007 °C	±0,015 °C	±0,005 °C	±0,06 °C	±0,065 °C
100 °C	±0,009 °C	±0,008 °C	±0,017 °C	±0,006 °C	±0,06 °C	±0,066 °C
140 °C	±0,010 °C	±0,009 °C	±0,019 °C	±0,006 °C	±0,06 °C	±0,066 °C

Tabela 31 Estabilidade e uniformidade da calibração do banho seco

Pontos	Estabilidade	Uniformidade
-95 °C	±0,012 °C	±0,04 °C
-50 °C	±0,007 °C	
0 °C	±0,001 °C	
50 °C	±0,002 °C	
100 °C	±0,002 °C	
140 °C	±0,002 °C	

Todos os cálculos, tratamento de dados e emissão de certificados de calibração foram realizados no Microsoft Office Excel. Para medição de condições ambientais (humidade relativa e temperatura ambiente) foi utilizado o termo-higrómetro do Laboratório de Metrologia da Frilabo.

7.2. PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA A CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS INDUSTRIAIS

O procedimento desenvolvido é estabelecido apenas para a calibração de termómetros (sensor + indicador) na gama de temperatura -95 °C a +140 °C e pode ser aplicado diretamente à maioria dos termómetros industriais. No âmbito deste procedimento, foca-se essencialmente a calibração por comparação com termómetro padrão. O procedimento não é válido para calibração de sensores de temperaturas e indicadores de temperaturas separadamente.

Além da experiência e conhecimento acadêmicos do autor, as principais referências utilizadas na elaboração deste procedimento foram as seguintes:

- Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);
- NP EN ISO/IEC 17025 ;
- OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC);
- DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC);
- IT01 – Instrução de trabalho de receção de equipamentos (Frilabo).

De seguida é então apresentado o procedimento de calibração, bem como todas as considerações a ter durante as medições.

Recomenda-se que a temperatura ambiente permaneça a (23 ± 2) °C e a humidade relativa abaixo dos 80% HR. Quanto ao equipamento recomenda-se que se deva manter um espaçamento mínimo entre os equipamentos do laboratório de modo a garantir que não haja mútua interferência térmica.

A simbologia e abreviaturas são: **K** (Kelvin), °C (Grau Celsius), **T** (Temperatura), **T_{tp}** (Temperatura no termómetro padrão) e **T_{tc}** (Temperatura no termómetro a ser calibrado).

Nas calibrações, a instrumentação utilizada foi a seguinte: unidade de leitura *Fluke 1586A DAQ STAQ* (indicador de temperatura padrão), sensor de temperatura Pt 25,5 *Fluke Secondary SPRT*, Termo-higrómetro para medições das condições ambientais.

O programa informático/*software* de suporte foi o Microsoft Office Excel.

Os patamares em que o termómetro deve ser calibrado fica a critério do cliente, ou com base nos critérios estabelecidos pelo laboratório (no mínimo, 3 pontos de temperatura).

A Figura 54 apresenta o esquema da calibração de um termómetro por comparação a um termómetro padrão.

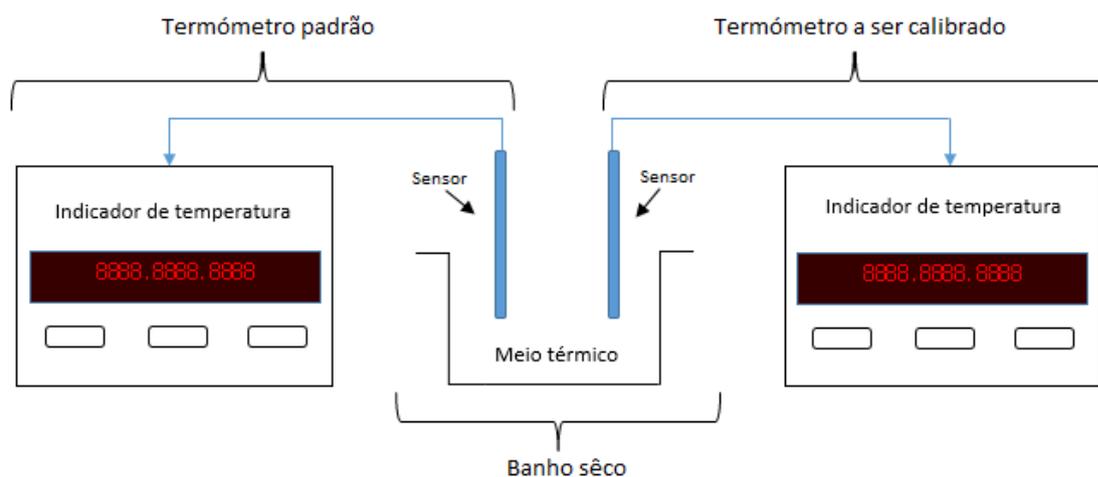


Figura 54 Exemplo de esquema da calibração de um termómetro por comparação a um termómetro padrão

O sensor do termómetro em calibração e o sensor do termómetro padrão devem ser imersos no meio térmico, à máxima profundidade possível. Caso exista, deve-se verificar a profundidade de imersão adequada para o sensor do termómetro a ser calibrado segundo recomendações do fabricante. A colocação e a retirada dos sensores no meio térmico devem ser feitas com cuidado para evitar danificações nos mesmos.

Após imersão dos sensores, ajustar a temperatura do padrão para o patamar desejado através do regulador do meio térmico. Depois de selecionada a temperatura desejada, aguardar que um sinal sonoro indique a estabilização (cerca de 15 minutos). Por uma questão de boas práticas do laboratório, a seguir à estabilização do meio térmico, aguarda-se mais 15 minutos para uma melhor estabilização, fazendo um período de estabilização total de **30 minutos**.

A sequência de medição deve ser feita conforme os seguintes passos:

- 1– Iniciar a medição quando o meio térmico e os instrumentos a calibrar estiverem estabilizados (30 minutos);
- 2– Medir e anotar a temperatura indicada no termómetro padrão;
- 3– Medir e anotar a temperatura indicada no termómetro em calibração;
- 4– Repetir os passos 2) e 3) 10 vezes, num intervalo de 10 segundos.

Cálculos e resultados

A **temperatura média** do termómetro a ser calibrado é a média aritmética das n leituras de temperatura efetuadas, para o termómetro em calibração, segundo a equação 42.

$$\overline{T}_{tc} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tc_i} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 42

A **temperatura média** do termómetro padrão é a média aritmética das n leituras lidas no termómetro padrão, é dada pela equação 43.

$$\overline{T}_{tp} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tp_i} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 43

O **erro** é determinado pela diferença entre as temperaturas médias do termómetro em calibração e do termómetro padrão segundo a equação 44.

$$\mathbf{Erro} = \overline{T}_{tc} - \overline{T}_{tp} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 44

A **incerteza dos resultados da calibração** depende da:

- Dispersão de leituras do termómetro padrão;
- Exatidão do termómetro padrão;
- Incerteza de calibração do termómetro padrão;
- Dispersão de leituras do termómetro a ser calibrado;
- Resolução de indicação do termómetro a ser calibrado;
- Estabilidade do meio térmico;
- Uniformidade do meio térmico.

O cálculo de incertezas é determinado com base no procedimento que está descrito no ponto 7.1.3, o qual estabelece a metodologia para o cálculo da incerteza expandida de medição para cada ponto de temperatura de calibração.

Apresentação dos resultados no certificado de calibração

Como já referido, no Anexo H consta um exemplo de certificado de calibração proposto pelo autor, no âmbito da acreditação do laboratório da Frilabo. Neste relatório de ensaio deve constar a seguinte informação:

- Identificação inequívoca do número do certificado de calibração com indicação do número total de páginas;
- Identificação inequívoca do equipamento sujeito a calibração;
- Data e local em que se efetuou a calibração;
- Identificação do procedimento ou método utilizado;
- Identificação do equipamento usado nas medições de temperatura e sua rastreabilidade;
- Condições ambientais do local onde é efetuada a calibração;
- Medições e resultados relevantes da calibração (temperaturas médias, erro e incerteza expandida);
- Data de emissão do certificado;
- Nome e função das pessoas que efetuam a calibração e validam o certificado.

Fluxograma e imagem da realização da calibração

Na Figura 55 está representado um fluxograma do procedimento de calibração e na Figura 56 uma imagem ilustrativa.

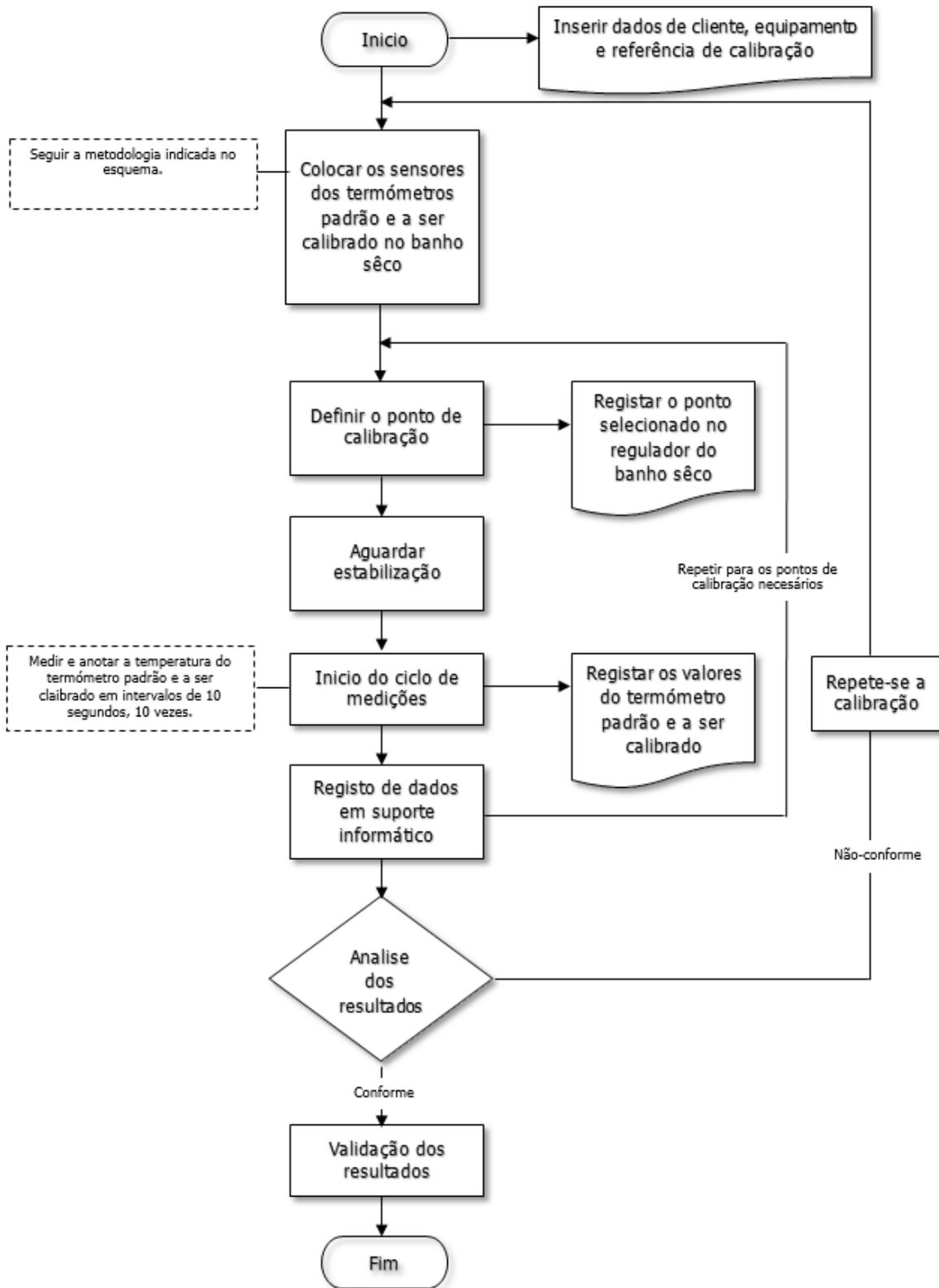


Figura 55 Fluxograma da realização da calibração



Figura 56 Calibração de termómetros industriais – termómetro padrão (à esquerda), meio térmico (no meio) e termómetro em calibração (à direita) (cortesia Frilabo)

7.3. PROCEDIMENTO DESENVOLVIDO PARA O CÁLCULO DE INCERTEZAS DE CALIBRAÇÃO

O procedimento descrito no texto seguinte descreve a metodologia de cálculo para obter a incerteza numa calibração. Para a elaboração deste procedimento, além da experiência e conhecimento académicos do autor, as principais referências foram as seguintes:

- Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);
- NP EN ISO/IEC 17025;
- OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC);
- OGC010 – Avaliação da Incerteza De Medição em Calibração (IPAC)
- DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC);

- *Guide to Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*;
- *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration (EA 4/02)*.

Para efetuar os cálculos pode ser usado o Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

A simbologia e as abreviaturas importantes são as seguintes: u (Incerteza-padrão), U – Incerteza expandida, c_i – Coeficiente de sensibilidade, k – Fator de expansão, n – Número de leituras, GL – Graus de liberdade, ν_{eff} – Graus de liberdade efetivos, s – Desvio-padrão, °C – Grau Celsius, tp – Termómetro padrão, tc – Termómetro ser calibrado e mt – Meio térmico

7.3.1. COMPONENTES DE INCERTEZA

7.3.1.1. Fontes de incerteza-padrão associadas ao termómetro padrão

Incerteza-padrão associada à dispersão de leituras (repetibilidade)

A incerteza-padrão da dispersão de leituras está associada ao desvio-padrão, s , da média das medições, n , que é do Tipo A e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades normal, com $n - 1$ graus de liberdade.

$$u_{repetibilidade\ tp} = \frac{s}{\sqrt{n}} \text{ °C}$$

Equação 45

Incerteza-padrão associada à exatidão

A incerteza-padrão da exatidão está associada à aptidão do termómetro padrão para dar indicações próximas do valor verdadeiro, que é do Tipo B e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{exatidão\ tp} = \frac{Exatidão}{\sqrt{3}} \text{ °C}$$

Equação 46

Incerteza-padrão associada à calibração

A incerteza-padrão da calibração está associada ao valor da incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do termómetro padrão, que é do Tipo B e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades normal, com 50 graus de liberdade. A incerteza expandida proveniente do certificado de calibração do sensor, U_{tp} , é retirada diretamente do certificado e dividida pelo fator de cobertura, k .

$$u_{tp} = \frac{U_{tp}}{k} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 47

7.3.1.2. Fontes de incerteza-padrão associadas ao termómetro a ser calibrado

Incerteza-padrão associada à dispersão de leituras (repetibilidade)

A incerteza-padrão da dispersão de leituras está associada ao desvio-padrão, s , da média das medições, n , que é do Tipo A e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades normal, com $n - 1$ graus de liberdade.

$$u_{\text{repetibilidade } tc} = \frac{s}{\sqrt{n}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 48

Incerteza-padrão associada à indicação (resolução)

A incerteza-padrão da indicação está associada à resolução, R , do mostrador digital do termómetro, que é do Tipo B e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{\text{resolução } tc} = \frac{R}{\sqrt{12}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

Equação 49

7.3.1.3. Fontes de incerteza-padrão associadas ao meio térmico

Incerteza-padrão associada à estabilidade

A incerteza-padrão da estabilidade, ΔT_E , está associada à aptidão do banho seco para manter, ao longo do tempo, a mesma temperatura, que é do Tipo B e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{estabilidade} = \frac{\Delta T_E}{\sqrt{3}} \text{ °C}$$

Equação 50

Incerteza-padrão associada à uniformidade

A incerteza-padrão da uniformidade, ΔT_U , Está associada à aptidão do banho seco para manter a mesma temperatura nos vários pontos espaciais, que é do Tipo B e pode ser estimada segundo a seguinte equação, assumindo-se uma distribuição de probabilidades retangular, com ∞ graus de liberdade.

$$u_{uniformidade} = \frac{\Delta T_U}{\sqrt{3}} \text{ °C}$$

Equação 51

Depois de identificadas todas as fontes de incerteza-padrão relevantes, faz-se o **balanço das fontes de incerteza** que se determina pela **incerteza-padrão combinada**, u , que é dada pela raiz quadrada do somatório de todas as contribuições multiplicadas pelo coeficiente de sensibilidade, ao quadrado:

$$u = \sqrt{c_i^2 \cdot u_{rep. tp}^2 + c_i^2 \cdot u_{exat. tp}^2 + c_i^2 \cdot u_{tp}^2 + c_i^2 \cdot u_{rep. tc}^2 + c_i^2 \cdot u_{res. tc}^2 + c_i^2 \cdot u_{estab. mt}^2 + c_i^2 \cdot u_{unif. mt}^2}$$

Equação 52

O cálculo da **incerteza expandida** segue a metodologia explicada no Capítulo 3, e é apresentada de acordo com o documento EA 4/02 (Tabela 32):

Tabela 32 Balanço de incerteza de calibração de um termómetro

i	Fonte	Estimativa	Tipo	Divisor	u_i	c_i	$u_i(y)^2$	GL
Incertezas-padrão associadas ao termómetro padrão								
1	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	$n - 1$
2	Exatidão	Exatidão do termómetro	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
3	Calibração	Certificado de calibração	B-N	k	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	50
Incertezas-padrão associadas ao termómetro a ser calibrado								
4	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	$n - 1$
5	Indicação	Resolução do mostrador digital	B-R	$\sqrt{12}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
Incertezas-padrão associadas ao meio térmico								
6	Estabilidade	Estabilidade térmica do banho sêco	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
7	Uniformidade	Uniformidade térmica do banho sêco	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \cdot c_i)^2$	∞
Quadrado da contribuição para a incerteza padrão $u(y)^2$							$\sum_{i=1}^n u_i(y)^2$	
Contribuição para a incerteza padrão $u(y)$							$\sqrt{\sum_{i=1}^n u_i(y)^2}$	
Graus de liberdade efetivos v_{eff}							$\frac{u_y^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4}{GL}}$	
Fator de expansão k							k'	
Incerteza expandida U							$\pm [u(y) \times k] \text{ } ^\circ\text{C}$	

A incerteza expandida apresentada estará expressa pela incerteza-padrão multiplicada pelo fator de expansão $k = k'$, o qual para uma distribuição-t com $v_{eff} = v'_{eff}$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de expansão de aproximadamente 95%.

7.3.2. FLUXOGRAMA DO CÁLCULO DAS INCERTEZAS

Na Figura 57 está representado um fluxograma da metodologia usada no cálculo de incertezas no procedimento de calibração.

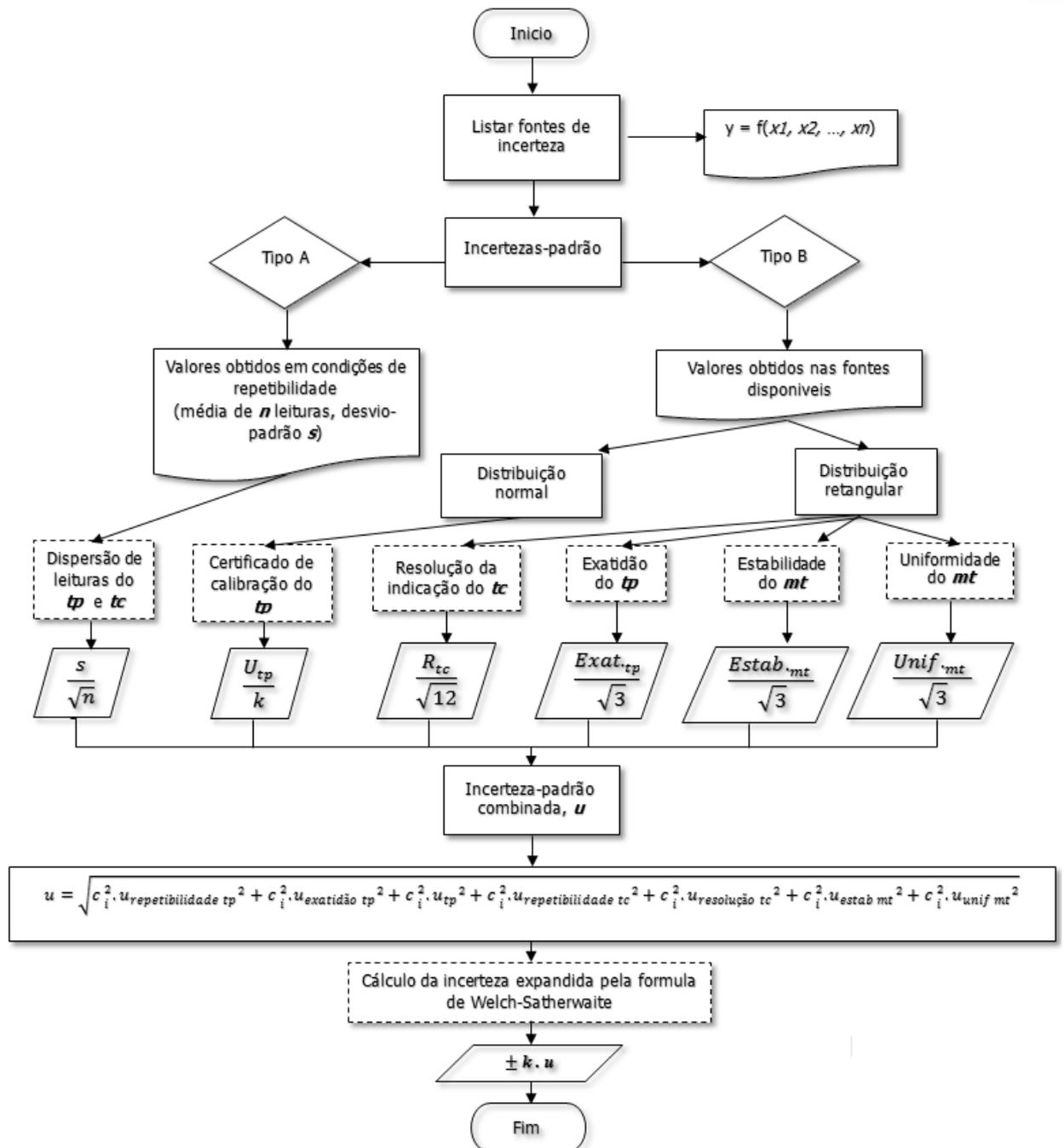


Figura 57 Fluxograma do cálculo de incertezas na calibração de termómetros

7.4. RESULTADOS

Apresentam-se neste capítulo os resultados que foram obtidos nas medições de temperatura nas calibrações de termómetros industriais realizadas no Laboratório de Metrologia da Frilabo. As medições e o tratamento de dados seguiram os procedimentos de calibração desenvolvidos.

Apesar de terem sido efetuadas calibrações a vários termómetros, para efeitos de acreditação foram escolhidos 4 termómetros com 4 resoluções distintas: 1 °C, 0,1 °C, 0,01 °C e 0,001 °C. Termómetros onde se verificaram as incertezas mais baixas para cada tipo de resolução.

Os pontos de calibração escolhidos foram -95, -50, 0, 50, 100 e 140 °C, ou seja, de modo a abranger a gama de trabalho do meio térmico, sendo que a recolha de dados foi sempre efetuada em condições ambientais favoráveis à calibração.

No texto seguinte surgem várias tabelas de resultados que se apresentam para cada tipo de resolução. Estas tabelas contém os seguintes valores: patamares de temperatura (regulados no meio térmico); temperatura média lida no padrão, temperatura média lida no equipamento a ser calibrado; o erro de medição; o fator de expansão estimado (k'); os graus de liberdade efetivos estimados (ν_{eff}) e a incerteza expandida.

No Anexo H está o exemplo do modelo de certificado de calibração que contém a tabela de resultados, além de outros resultados relevantes de acordo com o procedimento.

As tabelas que se apresentam abaixo tiveram por base os cálculos das folhas Excel desenvolvidas pelo autor, que constam do Anexo K, e são:

Tabela 33- Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 1 °C

Tabela 34 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,1 °C

Tabela 35 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,01 °C

Tabela 36 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,001 °C

Tabela 33 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 1 °C

Patamar (°C)	Leitura no padrão (°C)	Leitura no equip. a ser calibrado (°C)	Erro (°C)	k' (°C)	veff' (°C)	Incerteza (°C)
-95	-95,001	-95	0	2,00	296186	±0,58
-50	-50,002	-50	0	2,00	301821	±0,59
0	0,003	0	0	2,00	332936	±0,58
50	50,006	50	0	2,00	323503	±0,58
100	100,011	100	0	2,00	305050	±0,58
140	139,999	140	0	2,00	296404	±0,58

Tabela 34 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,1 °C

Patamar (°C)	Leitura no padrão (°C)	Leitura no equip. a ser calibrado (°C)	Erro (°C)	k' (°C)	veff' (°C)	Incerteza (°C)
-95,0	-95,000	-94,9	0,1	2,01	257	±0,11
-50,0	-50,002	-49,9	0,1	2,01	411	±0,12
0,0	0,003	0,0	0,0	2,01	252	±0,10
50,0	50,004	49,9	-0,1	2,01	255	±0,11
100,0	100,011	100,0	0,0	2,01	279	±0,10
140,0	139,999	140,0	0,0	2,01	277	±0,10

Tabela 35 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,01 °C

Patamar (°C)	Leitura no padrão (°C)	Leitura no equip. a ser calibrado (°C)	Erro (°C)	k' (°C)	veff' (°C)	Incerteza (°C)
-95,00	-95,002	-95,00	0,00	2,02	124	±0,08
-50,00	-50,001	-49,99	0,01	2,01	268	±0,10
0,00	0,003	0,00	0,00	2,02	127	±0,08
50,00	50,004	49,94	-0,06	2,02	125	±0,09
100,00	100,010	99,98	-0,03	2,02	130	±0,08
140,00	139,999	140,01	0,01	2,02	129	±0,08

Tabela 36 Termómetro MCM – dados obtidos na gama de -95 a 140 °C, com resolução de 0,001 °C

Patamar (°C)	Leitura no padrão (°C)	Leitura no equip. a ser calibrado (°C)	Erro (°C)	k' (°C)	veff' (°C)	Incerteza (°C)
-95,000	-95,002	-94,980	0,022	2,02	131	±0,09
-50,000	-50,001	-50,000	0,001	2,01	265	±0,10
0,000	0,003	0,005	0,003	2,02	123	±0,08
50,000	50,000	50,003	0,003	2,02	125	±0,08
100,000	100,011	99,999	-0,011	2,02	125	±0,08
140,000	139,998	140,001	0,002	2,02	127	±0,08

7.5. ESTIMATIVA DA MELHOR INCERTEZA DE MEDIÇÃO (MCM)

O objetivo do cálculo da MCM é harmonizar a apresentação do seu valor em documentos.

Como se pode ver nas imagens do texto seguinte, foi utilizado o mesmo procedimento que no âmbito do ensaio a câmaras térmicas para expressar a melhor capacidade de medição nas calibrações dos termómetros industriais:

Figura 58- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 1 °C ($-95 \leq T \leq 140$ °C)

Figura 59- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,1 °C ($-95 \leq T \leq 140$ °C)

Figura 60- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,01 °C ($-95 \leq T < 0$ °C)

Figura 61- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,01 °C ($0 \leq T \leq 140$ °C)

Figura 62- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,001 °C ($-95 \leq T < 0$ °C)

Figura 63- Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,001 °C ($0 \leq T \leq 140$ °C)

7.5.1. MCM PARA TERMÓMETROS COM RESOLUÇÃO DE 1 °C

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T \leq 140$ °C

MCM: $\pm(-0,002\%T + 0,592)$ °C

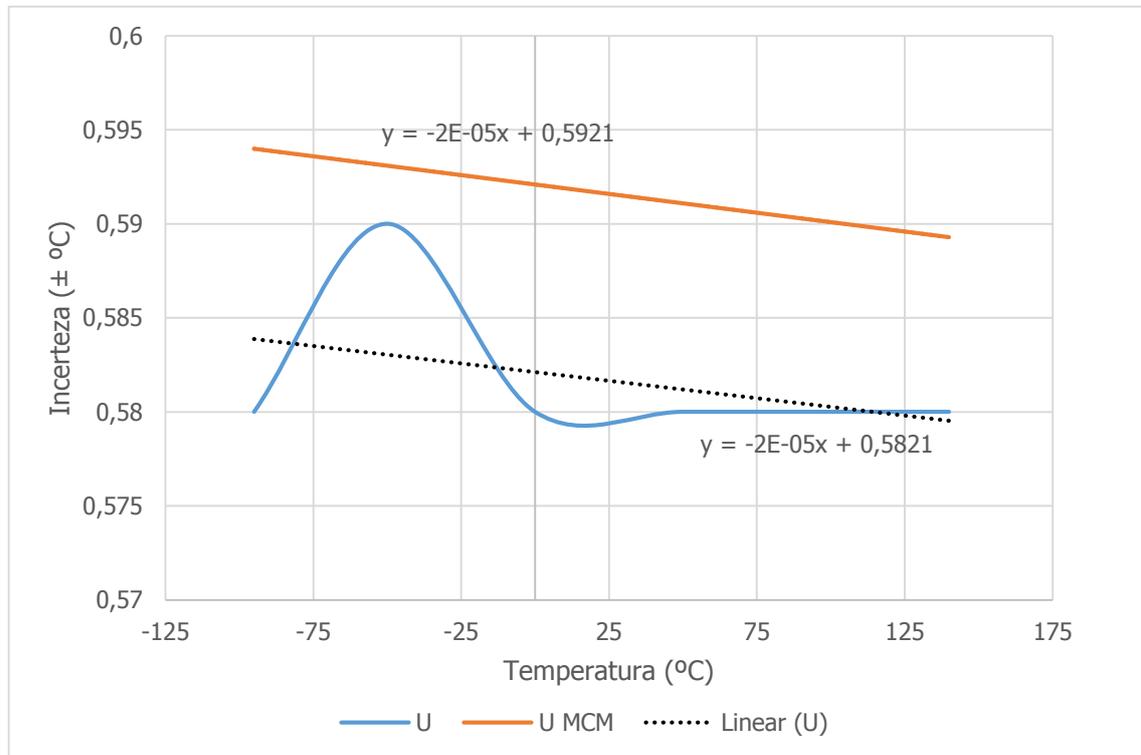


Figura 58 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 1 °C ($-95 \leq T \leq 140$ °C)

7.5.2. MCM PARA TERMÓMETROS COM RESOLUÇÃO DE 0,1 °C

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T \leq 140 \text{ °C}$

MCM: $\pm(-0,006\%T + 0,118) \text{ °C}$

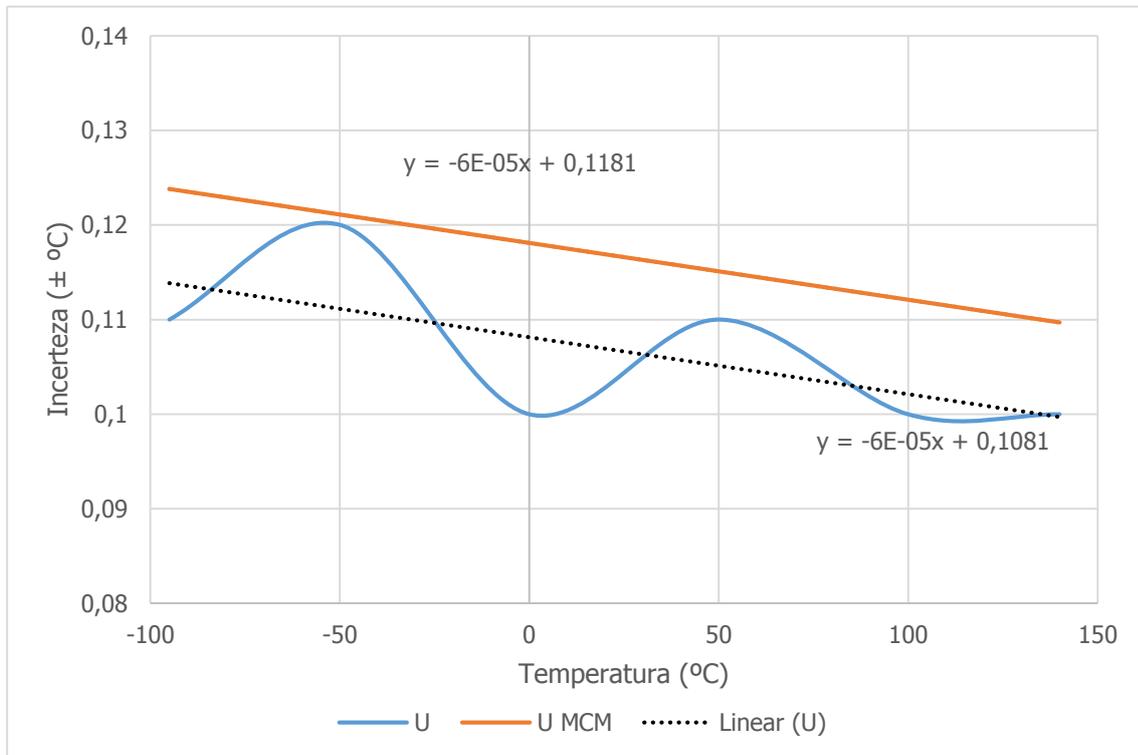


Figura 59 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,1 °C ($-95 \leq T \leq 140 \text{ °C}$)

7.5.3. MCM PARA TERMÓMETROS COM RESOLUÇÃO DE 0,01 °C

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T < 0 \text{ °C}$

MCM: $\pm(-0,002\%T + 0,100) \text{ °C}$

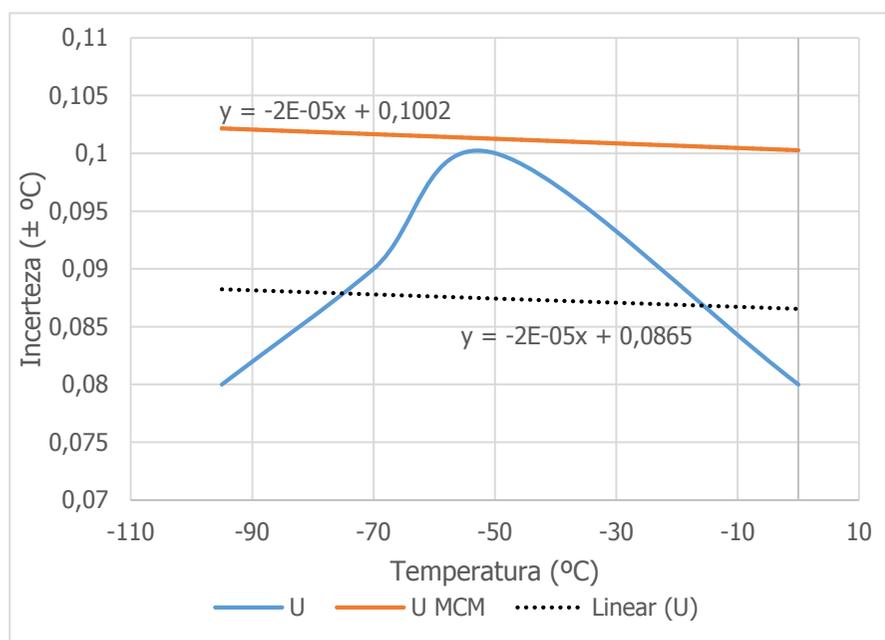


Figura 60 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,01 °C ($-95 \leq T < 0 \text{ °C}$)

Intervalo ou valor de temperatura: $0 \leq T \leq 140 \text{ °C}$

MCM: $\pm(-0,002\%T + 0,091) \text{ °C}$

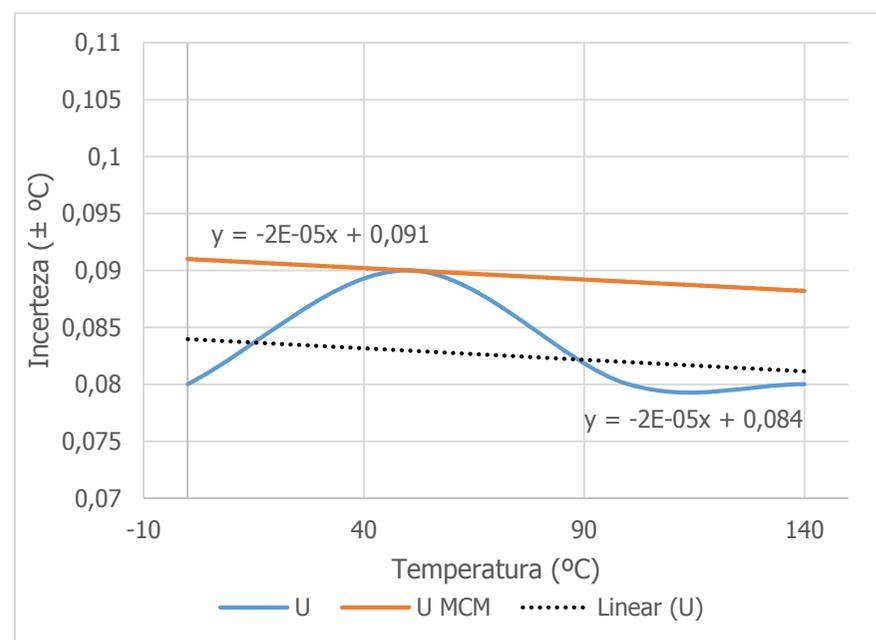


Figura 61 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,01 °C ($0 \leq T \leq 140 \text{ °C}$)

7.5.4. MCM PARA TERMÓMETROS COM RESOLUÇÃO DE 0,001 °C

Intervalo ou valor de temperatura: $-95 \leq T < 0 \text{ °C}$

MCM: $\pm(-0,01\%T + 0,095) \text{ °C}$

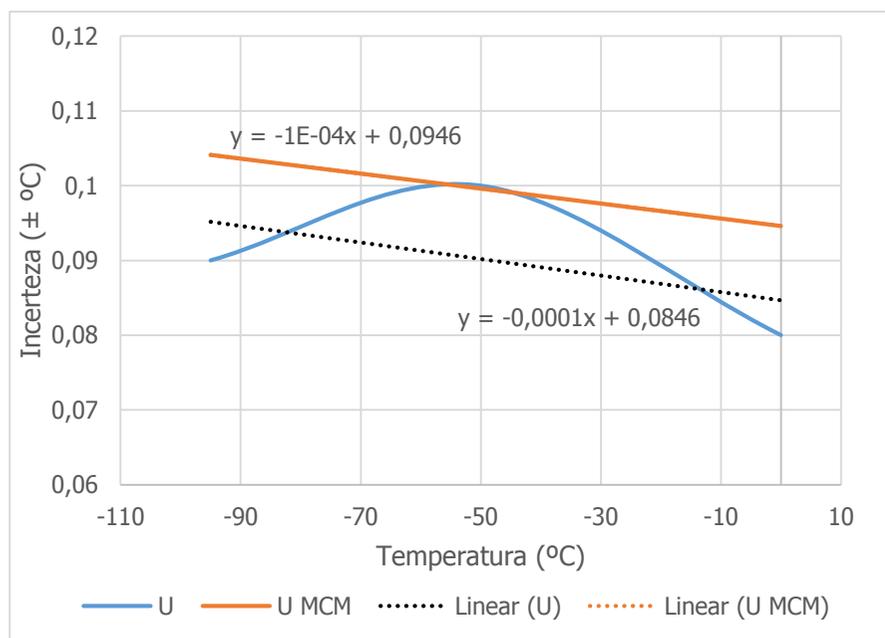


Figura 62 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,001 °C ($-95 \leq T < 0 \text{ °C}$)

Intervalo ou valor de temperatura: $0 \leq T \leq 140 \text{ °C}$

MCM: $\pm 0,08 \text{ °C}$

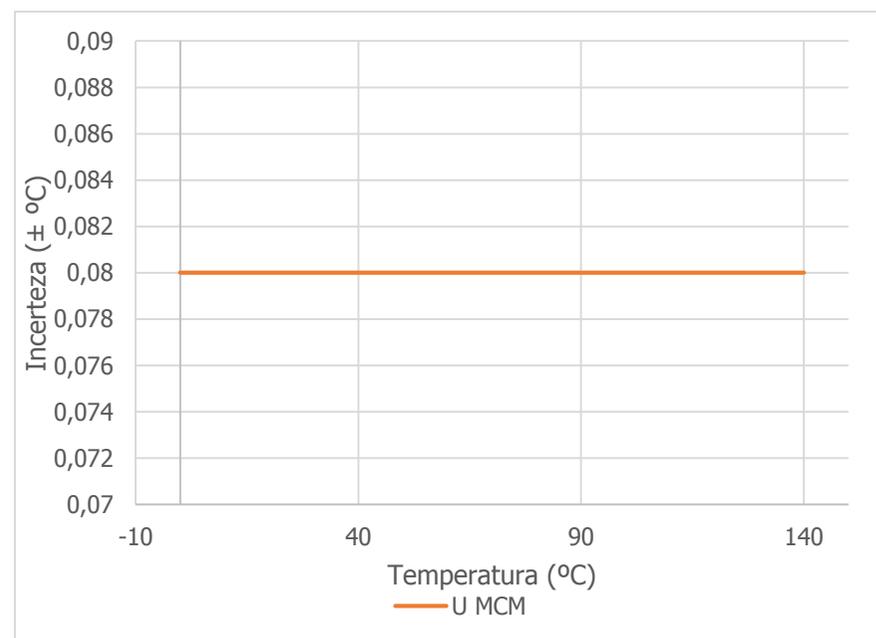


Figura 63 Estimativa da melhor incerteza – resolução de 0,001 °C ($0 \leq T < 140 \text{ °C}$)

7.5.5. RESUMO DAS MCMs PARA A CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS (ANEXO TÉCNICO IPAC)

A Tabela 37 apresenta o resumo de todas as MCM calculadas para os diferentes tipos de resoluções.

Tabela 37 Resultado Final – MCM para o âmbito da calibração de termômetros industriais (Anexo Técnico IPAC)

Resoluções	Intervalo ou valor de temperatura	Melhor incerteza
1 °C	$-95 \leq T \leq 140 \text{ °C}$	$\pm(-0,002\%T + 0,592) \text{ °C}$
0,1 °C		$\pm(-0,006\%T + 0,118) \text{ °C}$
0,01 °C	$-95 \leq T < 0 \text{ °C}$	$\pm(-0,002\%T + 0,100) \text{ °C}$
	$0 \leq T \leq 140 \text{ °C}$	$\pm(-0,002\%T + 0,091) \text{ °C}$
0,001 °C	$-95 \leq T < 0 \text{ °C}$	$\pm(-0,01\%T + 0,095) \text{ °C}$
	$0 \leq T \leq 140 \text{ °C}$	$\pm 0,08 \text{ °C}$

8. CONCLUSÕES E PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Ao longo deste texto foram sendo apresentadas conclusões que permitiram sustentar as opções de desenvolvimento efetuadas ao longo do projeto. Assim, nesta última secção é realizada uma síntese das principais conclusões, consequências e relevância do trabalho realizado e perspetiva dos futuros desenvolvimentos.

8.1. CONCLUSÕES

O trabalho desenvolvido permitiu abordar uma das várias áreas de aplicação da Metrologia, a Temperatura, adquirindo assim uma melhor perceção da sua importância nos dias atuais.

O facto do trabalho ter sido realizado num laboratório de metrologia e também em instalações dos seus clientes, estabeleceu condições de aquisição de conhecimento experimental e profissional relevantes no domínio da metrologia.

As medições e procedimentos efetuados que estarão associados ao estatuto de laboratório acreditado pelo IPAC, segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025:2005, para a prestação de serviços de ensaios a câmaras térmicas e calibração de termómetros industriais foram resultado de pesquisa árdua no domínio da acreditação de laboratórios.

Equipamentos como os termómetros e câmaras térmicas são utilizados em vários segmentos industriais para os mais diversos fins. A necessidade de conhecer tecnicamente estes equipamentos para elaborar corretamente os ensaios a câmaras térmicas e a calibração de termómetros foi uma mais valia ao nível do conhecimento técnico adquirido.

O cálculo da incerteza nas medições efetuadas nestes tipos de equipamentos é de extrema relevância uma vez que acaba por permitir ao usuário conhecer o seu desempenho e as suas características metrológicas, tais como estabilidade, uniformidade, erros de leitura.

Tendo em conta não só as medições realizadas para efeitos da Acreditação, que estão presentes neste documento, mas também as outras medições que se efetuaram ao longo do estágio pode concluir-se o seguinte:

Relativamente ao Ensaio às Câmaras Térmicas

Através da estimativa das fontes de incerteza podemos chegar a conclusões relativas ao comportamento dos equipamentos ensaiados, bem como do comportamento dos padrões de medição utilizados.

Recorrendo ao gráficos de barras de percentagem apresentados nas Figuras 64, 65, 66 e 67, facilmente se identifica o peso que cada fonte de incerteza tem nos diferentes tipos de câmaras térmicas.

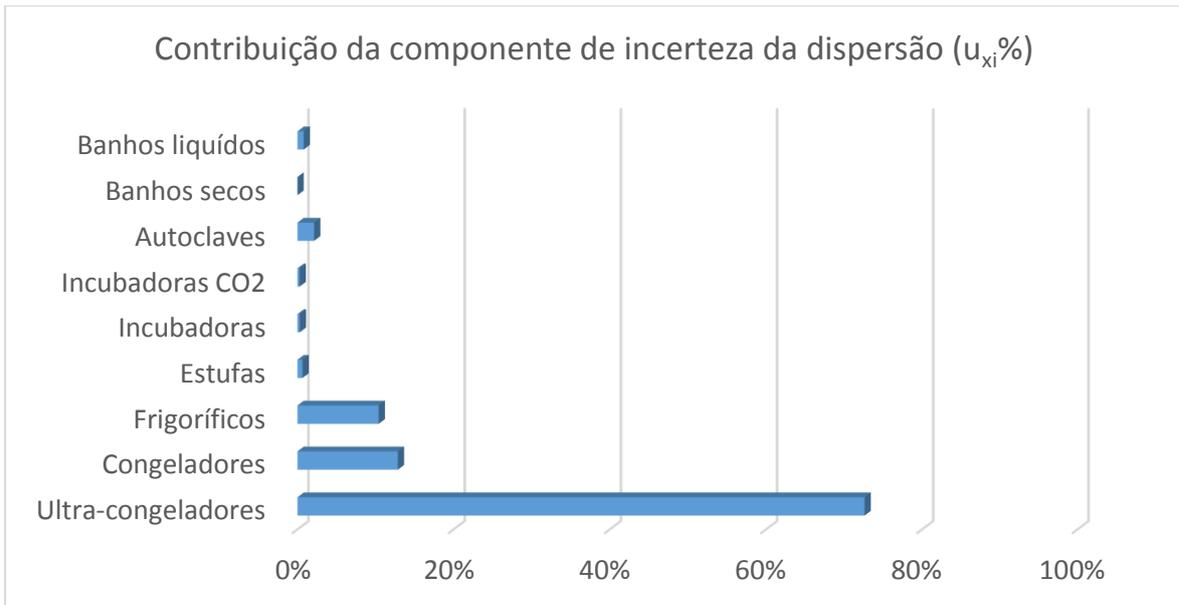


Figura 64 Comparação da contribuição da dispersão de leituras nos diferentes tipos de câmaras térmicas

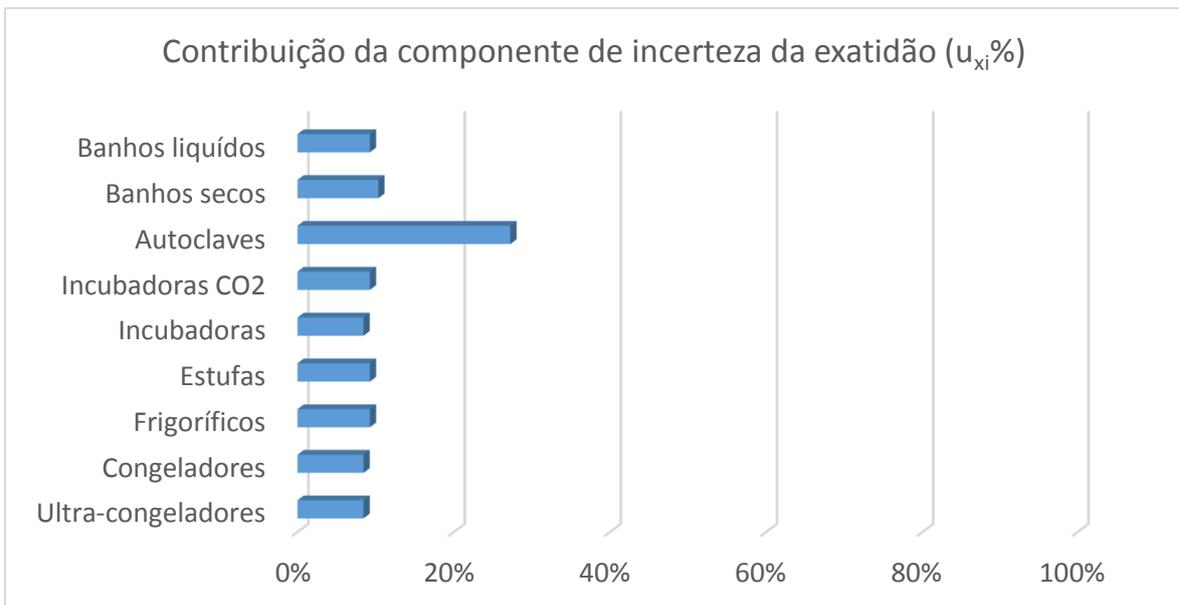


Figura 65 Comparação da contribuição da exatidão dos termómetros nos diferentes tipos de câmaras térmicas

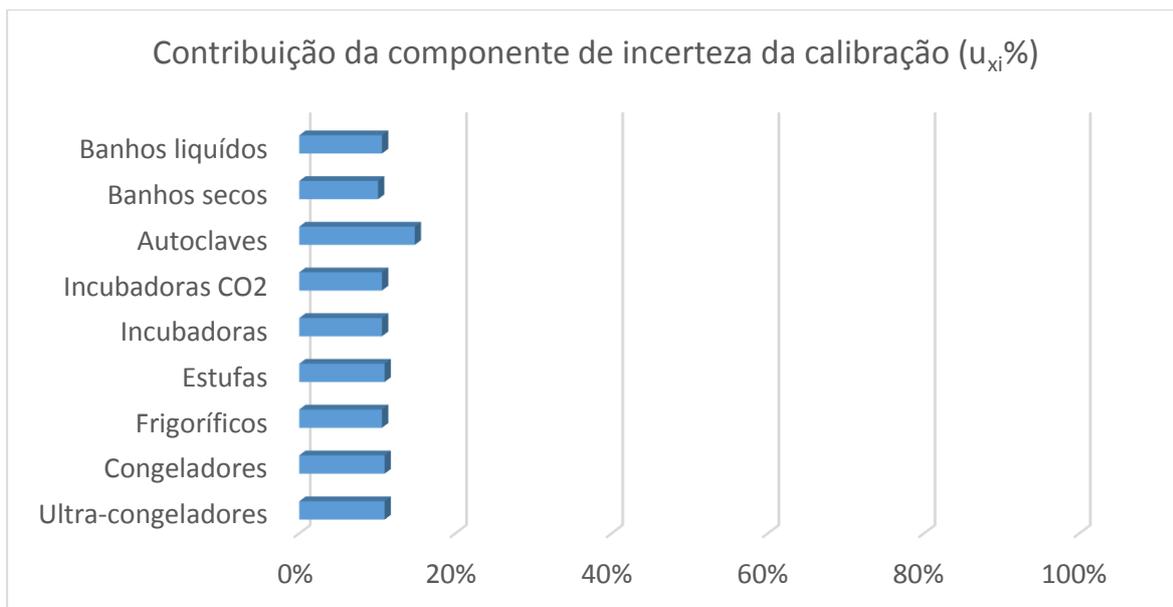


Figura 66 Comparação da contribuição da calibração dos termómetros nos diferentes tipos de câmaras térmicas

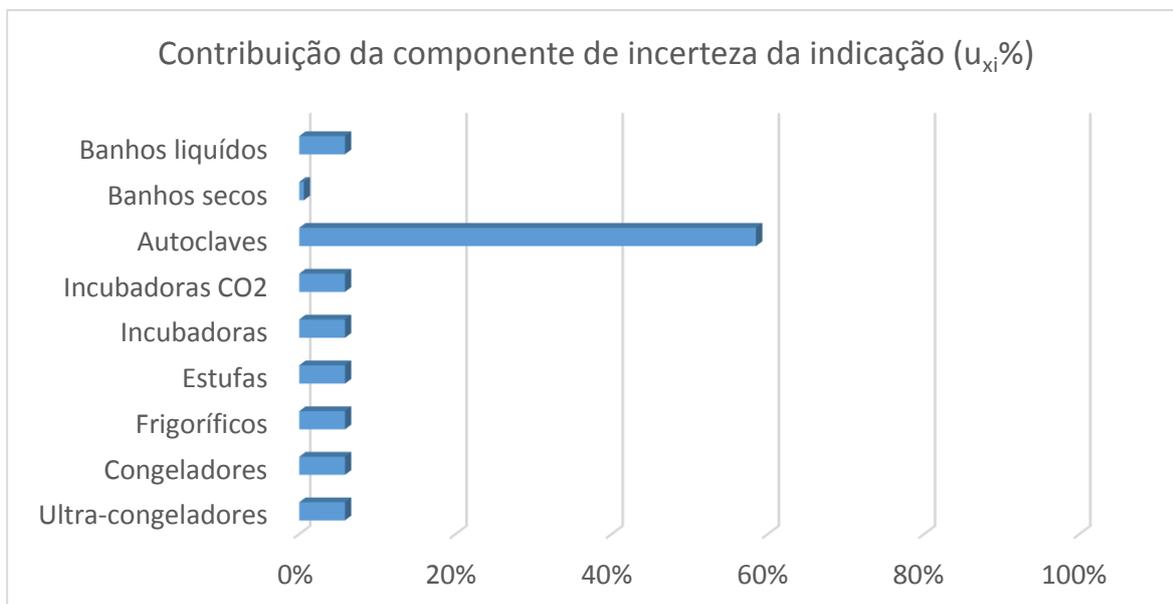


Figura 67 Comparação da contribuição da indicação nos diferentes tipos de câmaras térmicas

No gráfico da Figura 64, observa-se que o parâmetro da dispersão de leituras é a componente com mais peso nas câmaras de refrigeração (ultra-congeladores, congeladores e frigoríficos), ou seja, as câmaras utilizadas são pouco estáveis. Portanto, realizar o processo de

estabilização da temperatura, ainda que sejam câmaras térmicas cujas marcas são reconhecidas no mercado, antes de as ensaiar, é fundamental para se obter incertezas mais baixas.

Ao contrário das câmaras de refrigeração, as câmaras de aquecimento (incubadoras e estufas), como mostra a mesma figura, geralmente são mais estáveis, ou seja, as medições efetuadas no seu interior apresentam baixa dispersão de leituras. Geralmente, estes tipos de câmaras são construídas com nível de controlo eletrónico mais elevado e apresentam também erros de leitura mais baixos.

Ainda na mesma figura observa-se que as autoclaves são câmaras igualmente muito estáveis.

Os banhos térmicos (secos e líquidos) são equipamentos construídos com o mais alto nível de rigor metrológico, daí que uma das suas principais aplicações seja a sua utilização como câmara térmica para calibração de termómetros. Em todos os patamares de ensaio, os banhos apresentaram valores de dispersão de leituras nulos (ou quase nulos) daí que a sua componente de incerteza é quase insignificante para o ensaio. Estes valores provam que os banhos térmicos (em especial os de calibração) são câmaras térmicas que permitem, com um alto nível de exatidão, proporcionar elevada uniformidade e estabilidade térmica.

Na Figura 65, que apresenta o gráfico com a contribuição da componente de incerteza da exatidão, pode observar-se que, os termómetros do tipo *data loggers* que foram utilizados nas autoclaves apresentam menor exatidão e por isso é de esperar que apresentem um maior peso no cálculo da incerteza do que nas restantes câmaras onde foram utilizados termómetros com melhor exatidão de fabricante.

Na Figura 66, a componente de incerteza da calibração contribui com um peso ligeiramente maior nas autoclaves, as quais utilizam os *data loggers*. Isto pode dever-se ao facto da metodologia adotada pela entidade que calibrou os *data loggers* ser diferente da adotada pela entidade que calibrou os termómetros utilizados nas restantes câmaras. Além disto, sabe-se que os termómetros utilizados nas restantes câmaras térmicas apresentam incertezas herdadas do certificado de calibração mais baixas.

Relativamente à Figura 67, repara-se que a componente de incerteza da indicação tem maior peso nas autoclaves. Isto deve-se ao facto das autoclaves que existem no mercado terem um

display digital com resolução à unidade, ou seja, apenas de 1 °C. Nas restantes câmaras existem unidades de leitura que possuem resoluções inferiores (maioritariamente de 0,1 °C).

A análise acima efetuada permite perceber a importância das características dos termómetros utilizados quanto à otimização da incerteza.

Pode dizer-se que a obtenção de incertezas mais baixas ou mais altas depende maioritariamente do comportamento, características e estado de conservação das câmaras térmicas.

Relativamente à Calibração de Termómetros

Recorrendo ao gráficos de barras de percentagem apresentados nas Figuras 68, 69, 70 e 71, 72, 73 e 74 facilmente se identifica o peso que cada fonte de incerteza tem nos termómetros consoante a sua resolução.

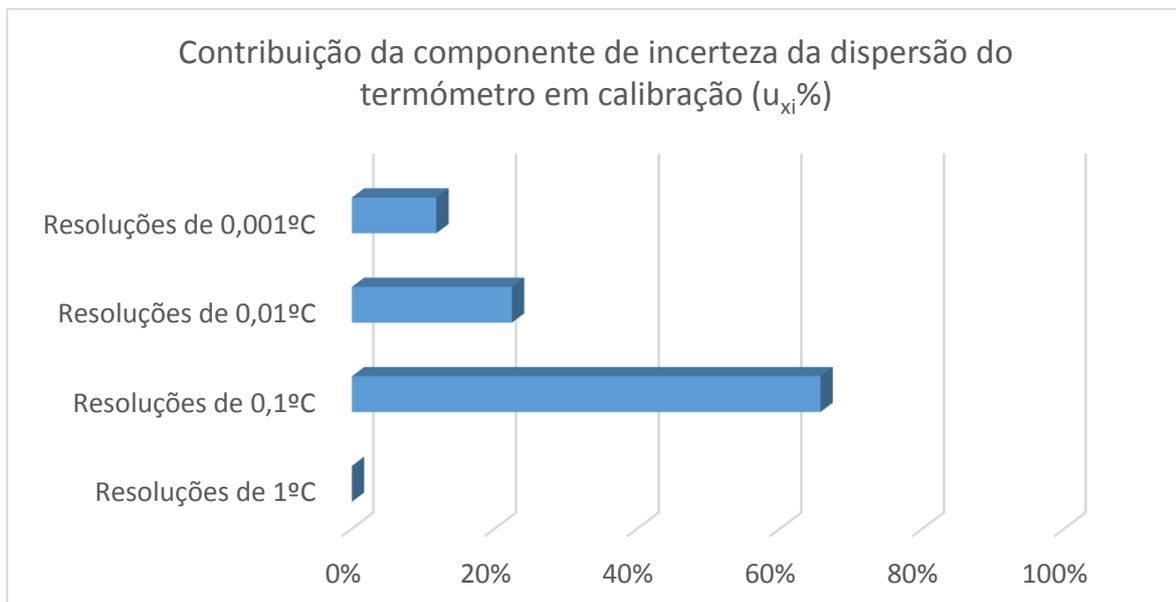


Figura 68 Comparação da contribuição da dispersão de leituras do termómetro em calibração consoante a sua resolução

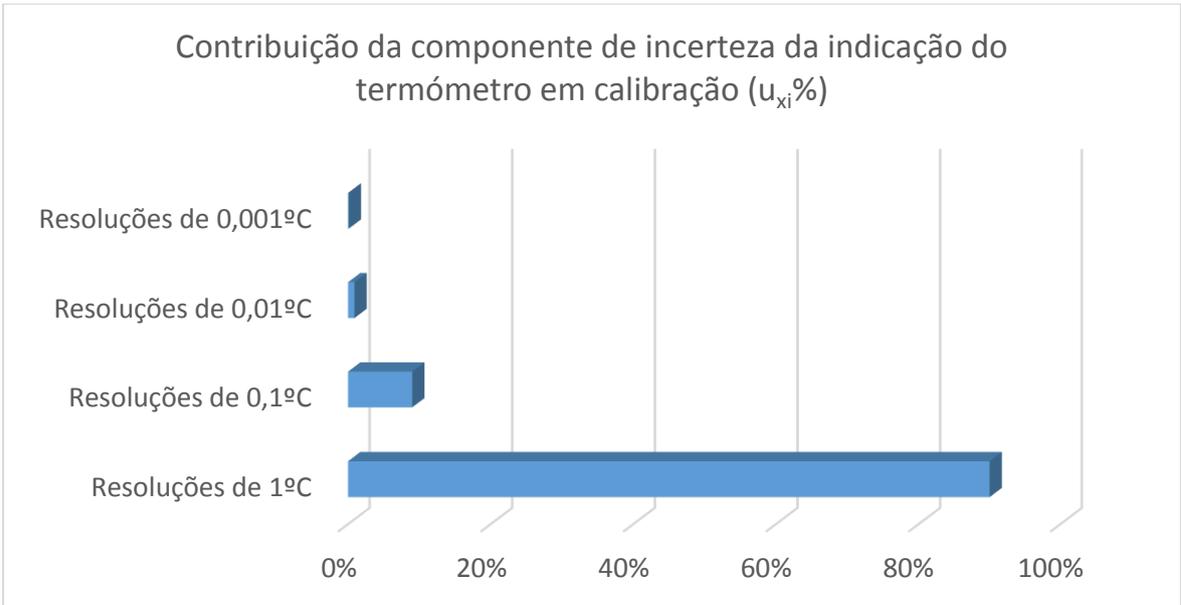


Figura 69 Comparação da contribuição da indicação do termómetro em calibração consoante a sua resolução

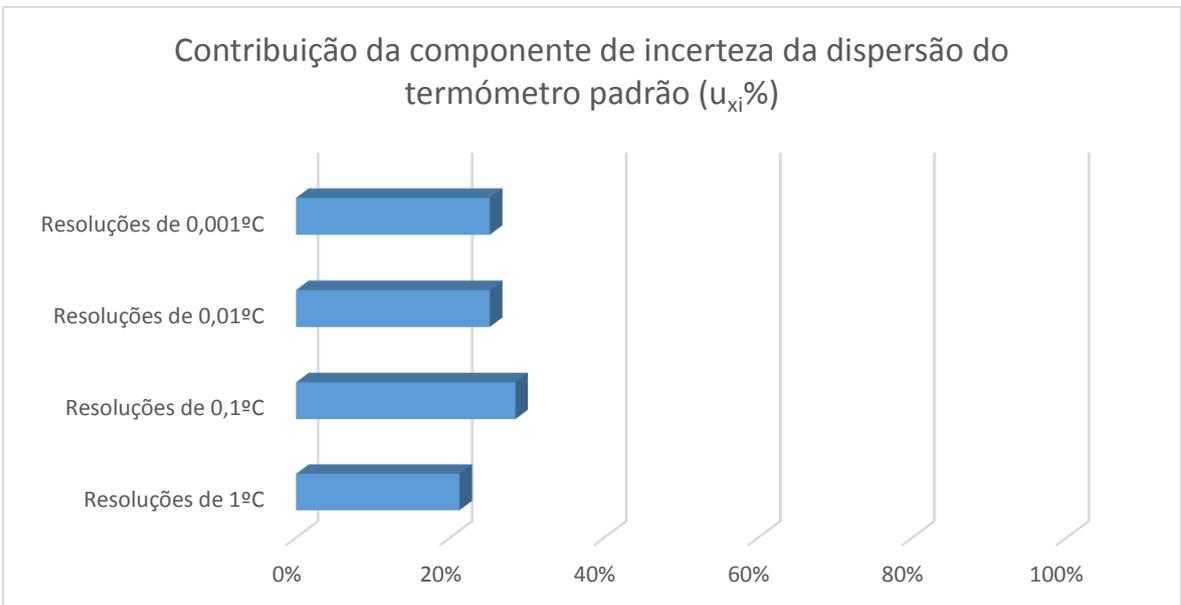


Figura 70 Comparação da contribuição da dispersão de leituras do termómetro padrão consoante a sua resolução

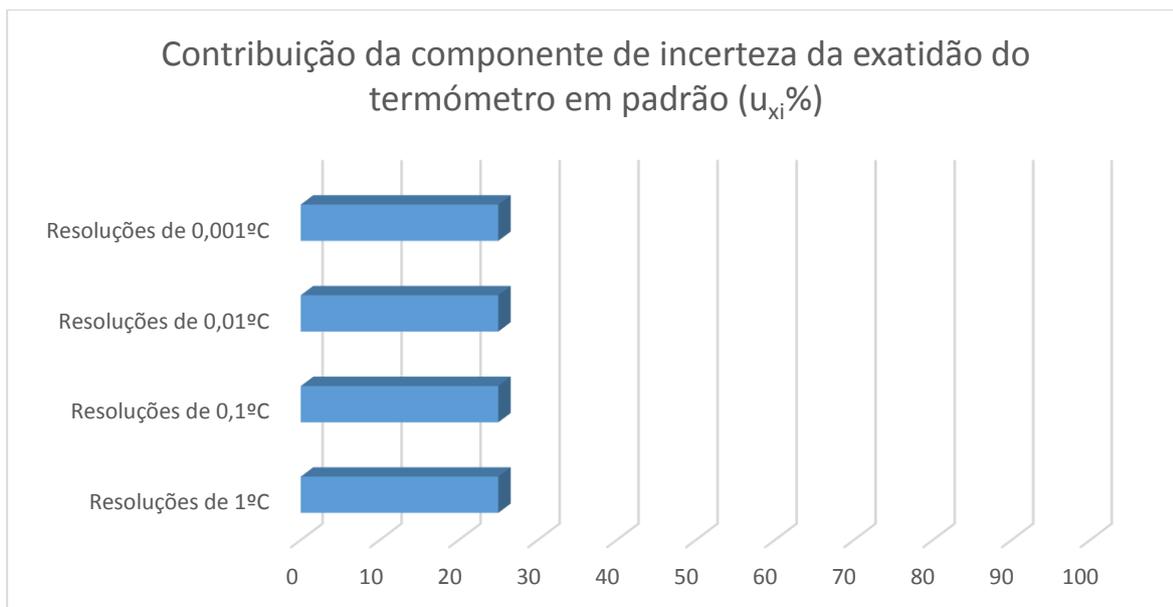


Figura 71 Comparação da contribuição da exatidão do termómetro padrão consoante a sua resolução

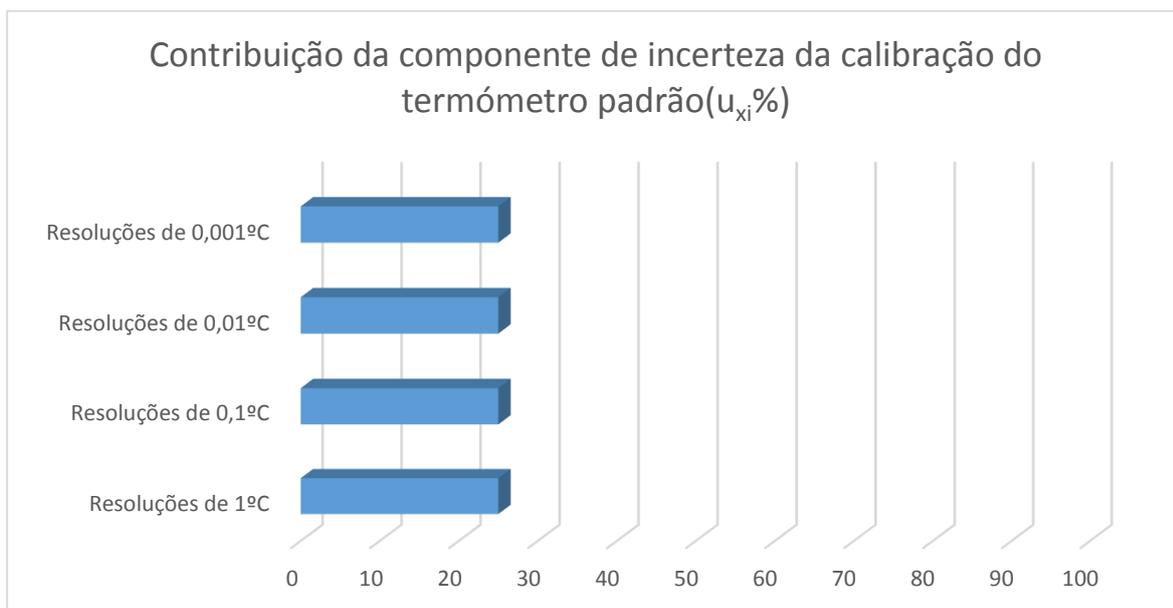


Figura 72 Comparação da contribuição da incerteza de calibração do termómetro padrão consoante a sua resolução

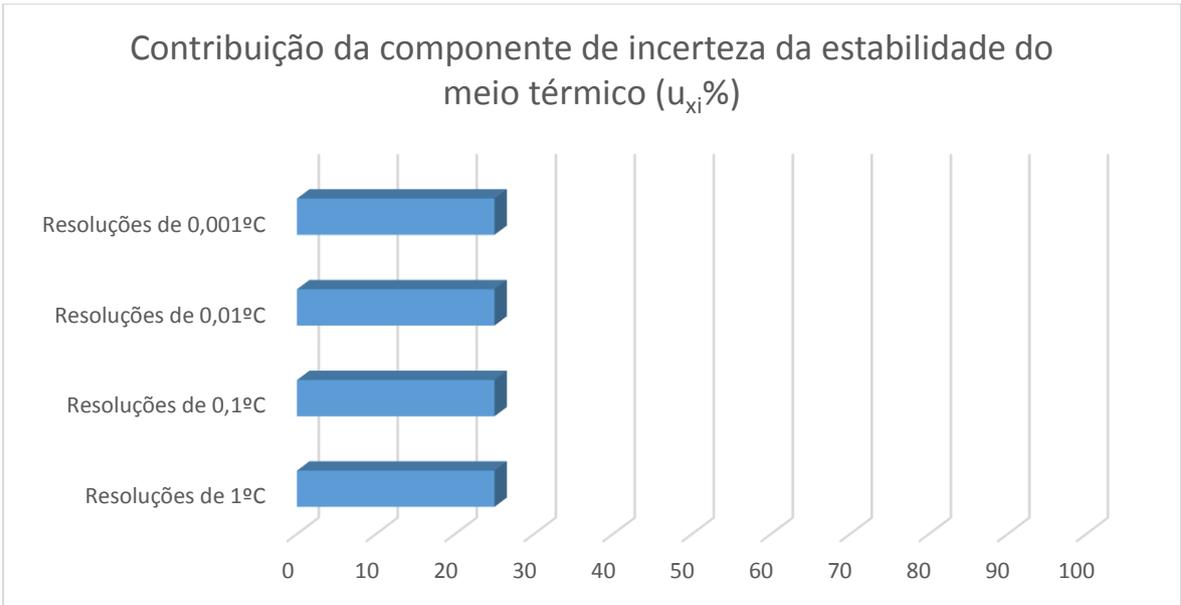


Figura 73 Comparação da contribuição da estabilidade do meio térmico consoante a sua resolução

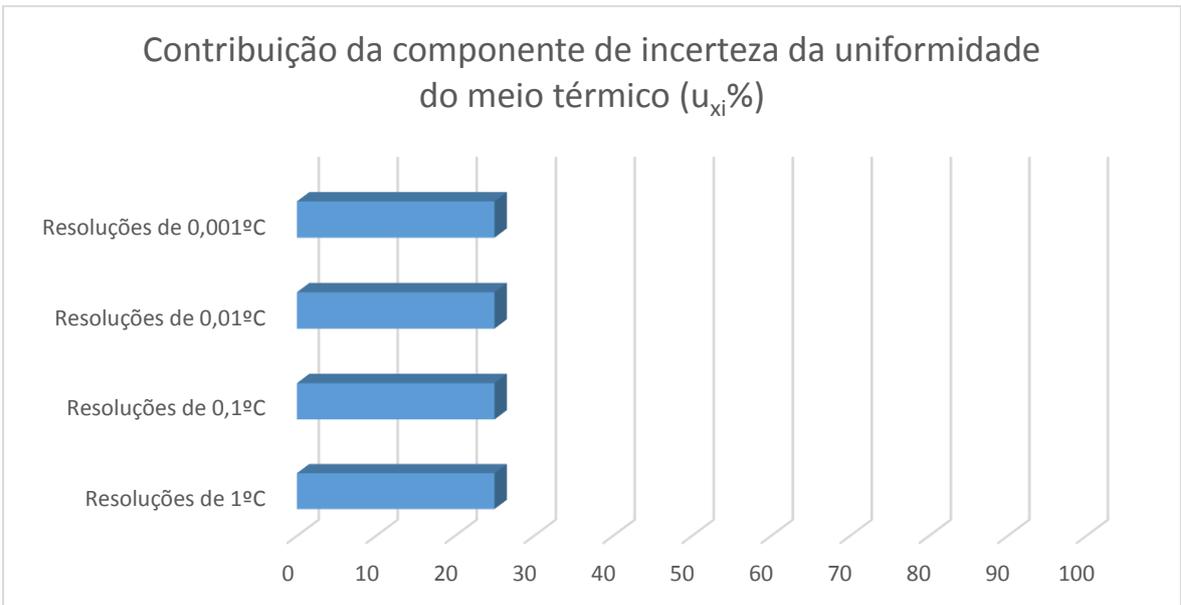


Figura 74 Comparação da contribuição da uniformidade do meio térmico consoante a sua resolução

A maioria das fontes de incerteza na calibração dos termómetros são obtidas pelas características e especificações do fabricante dos equipamentos, que se traduz por uma contribuição com o mesmo peso para o cálculo da incerteza expandida, como é o exemplo

da exatidão de fabricante do termómetro padrão (Figura 71), a incerteza herdada do certificado de calibração do termómetro padrão (Figura 72), a estabilidade (Figura 73) e a uniformidade térmica de fabricante do meio térmico (Figura 74).

Em relação ao gráfico da Figura 68, pode-se dizer que termómetros com resoluções de 1 °C não conseguem detetar as variações da temperatura no meio térmico, pelo que a contribuição da componente de incerteza da dispersão de leituras é nula. Pelo contrário, nos termómetros com resoluções inferiores, o peso da contribuição da dispersão de leituras pode variar consoante as características do termómetro. Nesta figura, os termómetros com resolução de 0,1°C, apresentaram o maior peso na contribuição da componente da dispersão de leituras, no cálculo da incerteza.

Os resultados do gráfico da Figura 69 permitem perceber o porquê de, na estimativa do MCM, ocorrerem as incertezas mais altas nos termómetros com resoluções de 1 °C.

O gráfico da Figura 70, mostra que o peso da contribuição da dispersão de leituras do termómetros padrão, pode variar pelo facto de as calibrações terem sido efetuadas em dias ou condições diferentes. No entanto é importante ressaltar mais uma vez que realizar o processo de estabilização da temperatura no interior do meio térmico (banho seco), é fundamental para se obterem incertezas mais baixas.

Relativamente aos Dados para Efeitos de Acreditação

Pode dizer-se que os resultados dos ensaios a câmaras térmicas e calibrações de termómetros, considerando as melhores incertezas de medição (MCM), são considerados bons e aceitáveis por comparação com outros já conhecidos.

As melhores incertezas nos ensaios e nas calibrações acima referidos, podem ser comparadas com as incertezas de outros laboratórios acreditados em Portugal no Anexo Técnico do IPAC, onde as mesmas estão disponíveis para consulta pública.

Relativamente ao Ensaio de Aptidão, os resultados, em termos de Erro Normalizado (performance do laboratório), podem ser considerados bons quando comparados com resultados de outros laboratórios, como se pode ver no Anexo L.

Contudo, refira-se que tudo o que foi desenvolvido para efeitos de acreditação na empresa, não foi ainda avaliado pelo IPAC.

Relativamente à Acreditação de um Laboratório de Metrologia

Criar e manter um bom sistema de qualidade, aliado a um conjunto de competências técnicas, depende do envolvimento de todos. Tendo em conta a minha experiência, posso dizer que a acreditação de um laboratório é um processo que não é de todo fácil. Diria que a acreditação passa por uma etapa crítica e outra difícil.

Na etapa crítica, estão incluídos os aspetos que podem comprometer a acreditação, como por exemplo a má seleção do ou dos técnicos e equipamentos (equipamento que não seja por exemplo adequado à gama, mal calibrado, etc...) que vão efetuar as medições. Se não for bem feita, vai comprometer todo o processo nos passos seguintes. Deve haver também o envolvimento de todos os intervenientes do laboratório, o gestor da qualidade, o responsável técnico e os técnicos, só assim é que é possível chegar à qualidade pretendida e à melhoria contínua da acreditação do laboratório.

A etapa mais difícil, constitui a pesquisa de documentação necessária e adequada para tomar decisões na elaboração dos procedimentos. É sabido que aos olhos do organismo que concede a acreditação, o que não é evidente não existe. O laboratório tem de mostrar/comprovar através de registos a sua competência. Competência é a palavra chave de uma acreditação, pois ela manifesta-se em várias vertentes incluindo: pessoas, equipamentos, métodos, instalações, etc.

Este estágio foi muito importante para valorização pessoal tendo contribuído para um grande incremento de conhecimentos e aprendizagem técnica para além da oportunidade de contacto pessoal com o mercado de trabalho.

8.2. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

No texto seguinte apresentam-se alguns aspetos que podiam ser considerados em trabalhos futuros a realizar, enquadrados no Laboratório de Metrologia da Frilabo que será acreditado.

No que diz respeito à metodologia do cálculo da incerteza seria interessante utilizar o método de Monte de Carlo e comparar os resultados com o método utilizado (GUM) .

A realização de um estudo comparativo entre as incertezas obtidas pelos métodos implementados e apresentados nesta tese (ensaio a câmaras térmicas e calibração de termômetros) com alguns dos métodos apresentados no Capítulo 2, com o objetivo de fazer a análise/melhoria do método implementado.

Melhoria da folha de cálculo de gestão de clientes e equipamentos que consta no Anexo M, no sentido de fazer a abertura automática do impresso dos relatórios de ensaio e certificado de calibração a serem preenchidos.

Uma vez acreditado o Laboratório de Metrologia da Frilabo para ensaio a câmaras térmicas e calibrações de termômetros, constituiria também um trabalho futuro, a elaboração de um plano de calibração dos padrões de trabalho da empresa e a análise sistemática das incertezas obtidas como indicadores de melhoria da qualidade/excelência do laboratório.

Referências Documentais

- [1] CABRAL, Paulo. – Metrologia Industrial: Uma função de Gestão da Qualidade. Instituto Eletrotécnico Português, 1994.
- [2] Metrologia Legal. Instituto Nacional de Metrologia, <http://www.inmetro.gov.br/metlegal/>, Consultado em Outubro de 2015.
- [3] CABRAL, Paulo. – Erros e Incertezas na Medições, 1st ed.: Instituto Eletrotécnico Português e Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2004.
- [4] SOUSA, Carlos. – A Metrologia em Laboratório Fabril. Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2011.
- [5] *Joint Committee for Guides in Metrology*. – Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados, 2012.
- [6] ALBERTAZZI, Armando; SOUSA. – Fundamentos de Metrologia Científica e Industrial, 1st ed.: Manole, 2008.
- [7] MAGALHÃES, Barbedo; SANTOS, Abel; CUNHA, João. – Introdução à Engenharia Mecânica: Sua Relevância na Sociedade e na Vida Contemporânea, 1st ed.: Publindústria – Edições Técnicas, 2015.
- [8] ALVES, Mário. – ABC da Metrologia Industrial, 2nd ed.: Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2003.
- [9] ANACLETO, Alcinda. – Temperatura e sua Medição, 1st ed.: Faculdade de Ciências da Universidade do Porto, 2007.
- [10] *Joint Committee for Guides in Metrology*. – *Evaluation of Measurement Data: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, 2008.
- [11] RABINOVICH, Semyon. – *Measurements, Errors and Uncertainties: Theory and Practice*, 2nd ed.: Springer, ISBN: 0-387-98835-1, 2008.
- [12] KIMOTHI, Shri Krishna. – *The Uncertainty of Measurements Physical and Chemical Metrology Impact and Analysis*, 2002.

- [13] Instituto Português da Qualidade. – Domínio Metrológico da Temperatura, <http://www1.ipq.pt/PT/Metrologia>, Consultado em Outubro de 2015.
- [14] CENGEL, Yunus; BOLES, Michael. – Termodinâmica, 5th ed.:McGraw Hill, ISBN: 85-86804-66-5.
- [15] *Bureau International des Poids et Mesures*. – SI Base Units, http://www.bipm.org/en/si/base_units/, Consultado em Outubro de 2015.
- [16] NICHOLAS, John. – *Traceable Temperatures*, 1st ed.: John Wiley & Sons, 1995.
- [17] PIRES, D. P. L.; AFONSO, J. C.; CHAVES, F. A. B. – A Termometria nos Séculos XIX e XX, Vol. 28, 2006.
- [18] PINHEIRO, M. Fátima. – Termodinâmica e Física Estatística: Laboratório de Física, Universidade do Porto, 1996.
- [19] JOHNSON, Curtis. – Controlo de Processos: Tecnologia da Instrumentação, 1st ed.: Fundação Calouste Gulbenkian, ISBN 972-31-0494-6, 1990.
- [20] BALBINOT, Alexandre; BRUSAMARELLO, João. – Instrumentação e Fundamentos de Medidas, Vol. 1, LTC – Livros Técnicos e Científicos, 2006.
- [21] *Sensor Tec*. – *RTD Theory*, <http://www.sensortecinc.com/RTDTheory.aspx>, Consultado em Janeiro de 2016.
- [22] *RdF Corporation*. – *Platinum RTD: Probe Construction*, http://www.rdfcorp.com/anotes/pa-r/pa-r_01.shtml, Consultado em Janeiro de 2016.
- [23] Universidade Paulista. – Termorresistências, <https://eletricistamazinho.files.wordpress.com/2010/09/termoresistencia1.pdf>, Consultado em Janeiro de 2016.
- [24] SILVA, Jorge. – Sistema de Ventilação: Medição da Temperatura com Termístor, Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2013
- [25] Comissão Técnica Relacre CTR04. – Guia RELACRE19: Câmaras Térmicas, Conceitos Básicos, Realização do Ensaio Térmico e Avaliação do Relatório de Ensaio, 1st ed.: RELACRE, ISBN: 972-8574-09-6, 2004.

- [26] *Medical Expo.*
<http://www.medicalexpo.es/prod/natus-medical-incorporated/product-76900-513022.html>, Consultado em Janeiro de 2016
- [27] *Instrumentación Científica Técnica, S. L.,*
<http://www.ictsl.net/productos/01d63694a80f7db0d/02e34699630b11f8b.html>,
Consultado em Janeiro de 2016
- [28] SILVA, André. – *The Campaign Against the Coffee Borer in São Paulo (1924-1927)*, The Scientific Electronic Library Online,
http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-59702006000400010,
Consultado em Fevereiro de 2016

*Anexo A – Procedimento interno desenvolvido para o
ensaio a câmaras térmicas*

1. OBJETIVO

Estabelecer o procedimento para o ensaio de câmaras térmicas. O procedimento pode ser aplicado diretamente à grande maioria das câmaras térmicas.

2. ÂMBITO

Estudo da estabilidade e uniformidade de câmaras térmicas ensaiadas na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C.

3. REFERÊNCIAS

Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);

NP EN ISO/IEC 17025;

Guia 19 – Camaras Térmicas (RELACRE);

OGC001 – Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025.

4. INSTRUMENTAÇÃO

- Unidade de leitura FLUKE 2638A Hydra Series III Data Acquisition equivalente (indicador de temperatura);
- Sensores de temperatura Pt100 (sensores);
- Termo-higrómetro para medições das condições ambientais.

5. PROGRAMAS INFORMÁTICOS / SOFTWARE DE SUPORTE

- Software comercial adotado pelo laboratório FLUKE DAQ 6.0 (programação das leituras e registo de temperatura);
- Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

6. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

K – Kelvin.

°C – Grau Celsius.

T – Temperatura.

n – Numero de medições ou leituras de cada ponto em estudo.

T_{tx} – Temperatura no termómetro x.

T_{tc} – Temperatura no termómetro da câmara.

ΔT_E – Estabilidade térmica.

ΔT_U – Uniformidade térmica.

7. CONDIÇÕES / RECOMENDAÇÕES AMBIENTAIS E INSTALAÇÕES

Ao iniciar o ensaio da câmara térmica, deve definir-se quais as condições em que será realizado, tendo em conta aspetos relacionados com a câmara, os equipamentos utilizados e as condições ambientais:

- Câmara
 - Tipo de câmara;
 - Estado de conservação;
 - Carga (carregada ou vazia);
 - Ventilação;
 - Arejamento.
- Condições ambientais do local de ensaio (externas à câmara)
 - Temperatura e humidade relativa: Recomenda-se que a temperatura ambiente permaneça a (23 ± 2) °C e a humidade relativa abaixo dos 80% HR.
- Equipamentos
 - Disposição dos termómetros.

8. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- a) **Escolha dos patamares a ensaiar:** Os patamares de temperatura em que a câmara deve ser ensaiada fica a critério do cliente.
- b) **Preparação:** A disposição dos termómetros na câmara térmica deve ser feita de forma a otimizar o estudo da variação espacial da temperatura. A Figura 1 sugere alguns exemplos de disposição. No entanto o número e o posicionamento dos termómetros pode ser acordado entre o cliente e o laboratório. Os sensores devem ser colocados a uma certa distância das paredes e/ou prateleiras, de forma a que o sensor não contacte com superfícies condutoras (cerca de 1/10 da dimensão).

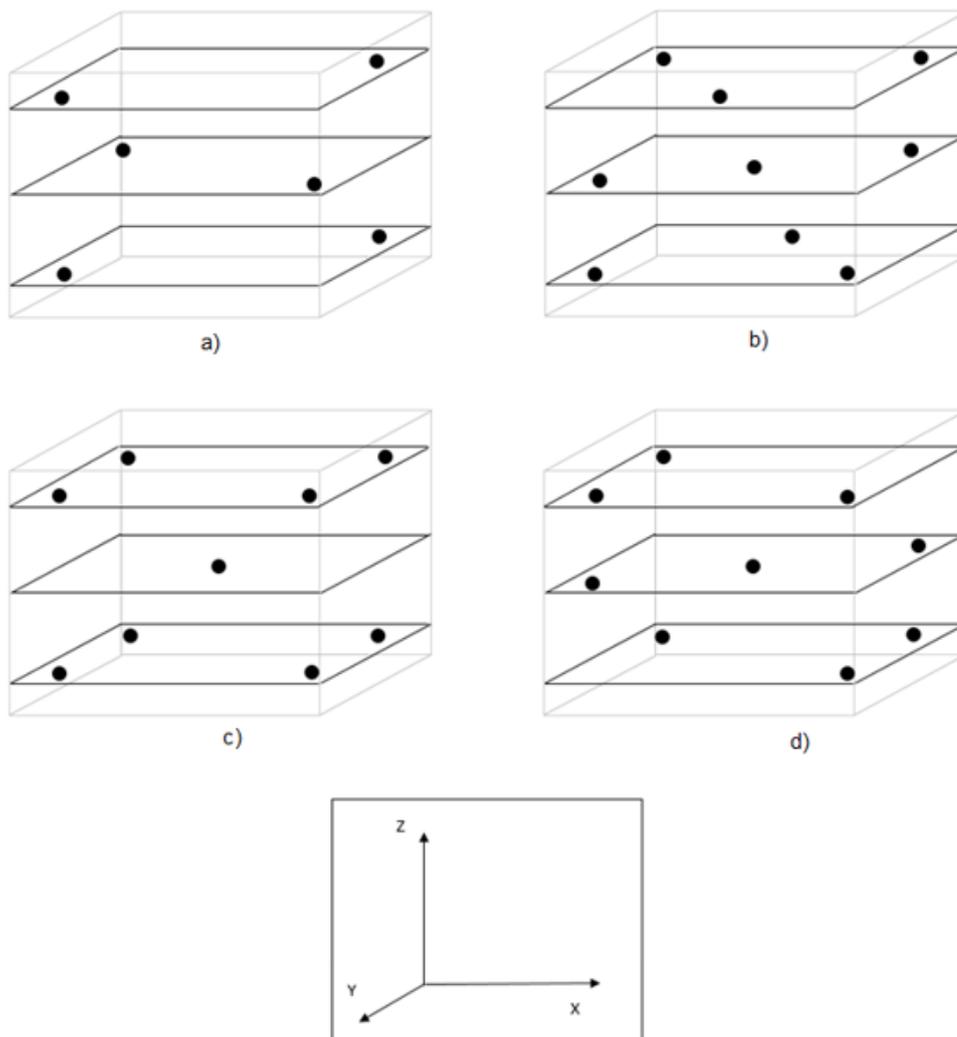


Figura 1 – Alguns exemplos de disposição dos sensores.

- c) **Execução:** Após a preparação, ajustar a temperatura para o patamar desejado através do regulador da câmara térmica. Depois de selecionada a temperatura desejada, aguardar a estabilização da temperatura no interior da câmara e dos equipamentos para dar início às medições. A estabilização é caracterizada

por oscilações de amplitude de temperatura constantes, e podem ser visualizadas no indicador de temperatura ou no software de monitorização.

Como exemplo mostra-se a Figura 2:

Zona A – Ainda não atingiu a estabilização;

Zona B – Atingida a estabilização;

Zona B – Início das medições.

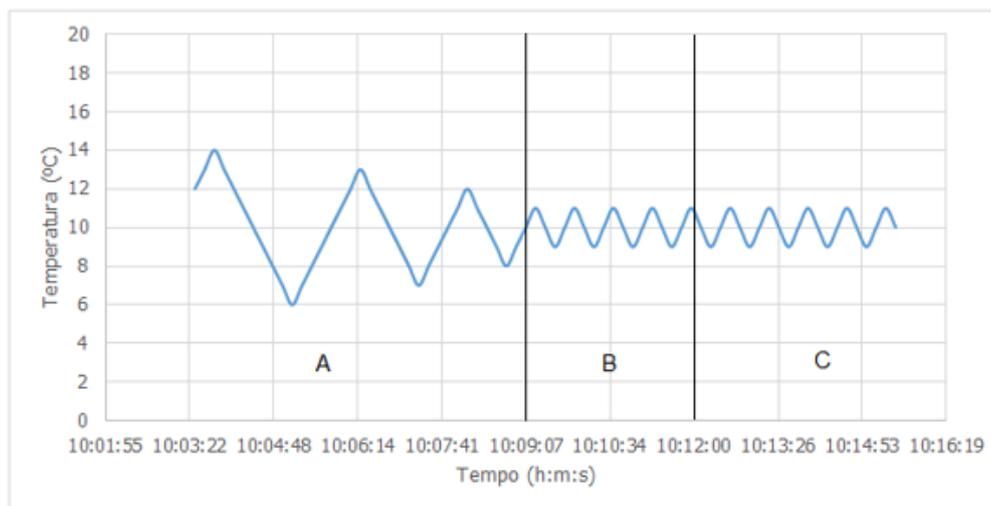


Figura 2 – Gráfico da monitorização das temperaturas no interior de uma câmara, cuja temperatura de *setpoint* foi pré seleccionada para 10 °C.

d) Aquisição de dados: A sequência de medição deve ser feita consoante o seguintes passos:

- 1- Iniciar a medição após se verificar a estabilização;
- 2- Programar um varrimento que permita ler e registar os valores de temperatura de todos os termómetro colocados na câmara em cada 10 segundos;
- 3- Durante o varrimento, anotar a temperatura máxima e mínima do indicador da câmara térmica, caso exista;
- 4- Repetir os passos acima para todos os patamares pretendidos.

A duração de cada varrimento é dependente do tipo de comportamento de câmara térmica a ensaiar, do modo que este só é definido na altura do ensaio.

9. CÁLCULOS / RESULTADOS

a) Temperatura média de cada termómetro:

$$\overline{T_{tx}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tx_i} \quad \text{Eq. 1}$$

b) Temperatura média do termómetro da câmara:

$$\overline{T_{tc}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_i \quad \text{Eq. 2}$$

c) Estabilidade térmica:

$$\Delta T_E = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{tx_i} - \overline{T_{tx}})^2}{n - 1}} \quad \text{Eq. 3}$$

d) Uniformidade Térmica:

$$\Delta T_U = \text{Max}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}}) - \text{Min}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}}) \quad \text{Eq. 4}$$

e) Erro:

$$\text{Erro} = \overline{T_{tc}} - \overline{T_{tx}} \quad \text{Eq. 5}$$

10. INCERTEZA DA MEDIÇÃO

A incerteza dos resultados do ensaio depende da:

- Dispersão de leituras dos termómetros;
- Exatidão dos termómetros;
- Incerteza de calibração dos termómetros;
- Resolução de indicação do termómetro da câmara.

O cálculo de incertezas é determinado com base no procedimento interno "PET02 – Procedimento para o cálculo da incerteza no ensaio a câmaras térmicas na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C", o qual estabelece a metodologia para o cálculo da incerteza expandida de medição para cada ponto espacial na câmara.

11. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS NO RELATÓRIO DE ENSAIO

No relatório de ensaio emitido pelo laboratório devem constar:

- Identificação inequívoca do relatório de ensaio com indicação do número total de páginas;
- Identificação inequívoca do equipamento sujeito ao ensaio;
- Data e local em que se efectuou o ensaio;
- Condições de funcionamento da câmara térmica durante o ensaio (temperatura seleccionada, ventilação, carga, etc.);
- Identificação da localização de cada termómetro na câmara;
- Identificação do procedimento ou método utilizado;
- Identificação do equipamento usado nas medições de temperatura e sua rastreabilidade;
- Condições ambientais do local de ensaio;
- Medições e resultados relevantes do ensaio (Temperaturas médias, máximas e mínimas, estabilidade, uniformidade, erro e incerteza expandida);
- Data de emissão do relatório do ensaio;
- Nome e função das pessoas que efetuam o ensaio e validam o relatório.

12. RESUMO DAS ALTERAÇÕES

EDIÇÃO	DATA	DESCRIÇÃO DA ALTERAÇÃO

*Anexo B – Procedimento interno desenvolvido para o
cálculo da incerteza no ensaio a câmaras térmicas*

1. OBJETIVO

Definir a metodologia de cálculo para determinar a incerteza nas medições de temperatura em ensaios a câmaras térmicas.

2. ÂMBITO

Estudo da estabilidade e uniformidade de câmaras térmicas ensaiadas na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C.

3. REFERÊNCIAS

Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM)

NP EN ISO/IEC 17025

OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC)

DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC)

Guide to Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)

Expression of the Uncertainty in Quantitative Testing (EA 4/16)

4. PROGRAMAS INFORMÁTICOS/SOFTWARE DE SUPORTE

- Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas;

5. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

u – Incerteza-padrão.

U – Incerteza expandida.

c_i – Coeficiente de sensibilidade.

k – Fator de expansão.

n – Número de leituras.

GL – Graus de liberdade.

ν_{eff} – Graus de liberdade efetivos.

s – Desvio-padrão.

°C – Grau Celsius.

6. INCERTEZA DA MEDIÇÃO

Tabela 1 – Balanço de incertezas de um termómetro.

i	Fonte	Estimativa	Tipo	Divisor	u_i	c_i	$u_i(y)^2$	GL
1	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	$n - 1$
2	Exatidão	Exatidão do termómetro	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
3	Calibração	Incerteza proveniente do certificado de calibração	B-N	k	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	50
4	Indicação	Resolução do mostrador digital da câmara térmica	B-R	$\sqrt{12}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
Quadrado da contribuição para a incerteza padrão $u(y)^2$							$\sum_{i=1}^n u_i(y)^2$	
Contribuição para a incerteza padrão $u(y)$							$\sqrt{\sum_{i=1}^n u_i(y)^2}$	
Graus de liberdade efetivos v_{eff}							$\frac{u_y^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4}{GL}}$	
Fator de expansão k							k'	
Incerteza expandida U							$\pm [u(y) \times k] \text{ } ^\circ\text{C}$	

NOTA: Na Tabela 1, a incerteza expandida apresentada estará expressa pela incerteza-padrão multiplicada pelo fator de expansão $k = k'$, o qual para uma distribuição-t com $v_{eff} = v'$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de expansão de aproximadamente 95%.

7. RESUMO DAS ALTERAÇÕES

EDIÇÃO	DATA	DESCRIÇÃO DA ALTERAÇÃO

*Anexo C – Procedimento interno desenvolvido para o
ensaio a autoclaves*

1. OBJETIVO

Estabelecer o procedimento para o ensaio de Autoclaves.

2. ÂMBITO

Estudo da estabilidade e uniformidade de autoclaves ensaiadas na gama de temperatura de +50°C a +135 °C.

3. REFERÊNCIAS

Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM);

NP EN ISO/IEC 17025;

Guia 19 – Camaras Térmicas (RELACRE);

OGC001 – Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025.

4. INSTRUMENTAÇÃO

- Termómetros sem fios Pt100 (dataloggers);
- Termo-higrómetro para medições das condições ambientais;
- Sensor de pressão apenas para dado indicativo.

5. PROGRAMAS INFORMÁTICOS / SOFTWARE DE SUPORTE

- Software comercial adotado pelo laboratório MadgeTech 4 (programação das leituras e registo de temperatura);
- Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

6. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

K – Kelvin.

°C – Grau Celsius.

T – Temperatura.

n – Numero de medições ou leituras de cada ponto em estudo.

T_{tx} – Temperatura no termómetro x.

T_{tc} – Temperatura no termómetro da autoclave.

ΔT_E – Estabilidade térmica.

ΔT_U – Uniformidade térmica.

7. CONDIÇÕES / RECOMENDAÇÕES AMBIENTAIS E INSTALAÇÕES

Ao iniciar o ensaio da autoclave, deve definir-se quais as condições em que será realizado, tendo em conta aspetos relacionados com a autoclave, os equipamentos utilizados e as condições ambientais:

- Câmara
 - Estado de conservação;
 - Carga (carregada ou vazia);
 - Ventilação;
 - Arejamento.
- Condições ambientais do local de ensaio (externas à câmara)
 - Temperatura e humidade relativa: Recomenda-se que a temperatura ambiente permaneça a (23 ± 2) °C e a humidade relativa abaixo dos 80% HR.
- Equipamentos

Disposição dos termómetros.

8. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- a) **Escolha dos patamares a ensaiar:** Os patamares de temperatura em que a autoclave deve ser ensaiado fica a critério do cliente.
- b) **Inicialização dos termómetros:** Os termómetros têm de ser programados no software antes de serem dispostos dentro da autoclave.
- c) **Preparação:** A disposição dos termómetros na autoclave deve ser feita de forma a otimizar o estudo da variação espacial da temperatura. A Figura 1 sugere um exemplo de disposição. No entanto o numero e o posicionamento dos termómetros pode ser acordado entre o cliente e o laboratório. Os termómetros devem ser colocados a uma certa distância das paredes, prateleiras e/ou cestos de forma a que não contacte com superfícies condutoras (cerca de 1/10 da dimensão).

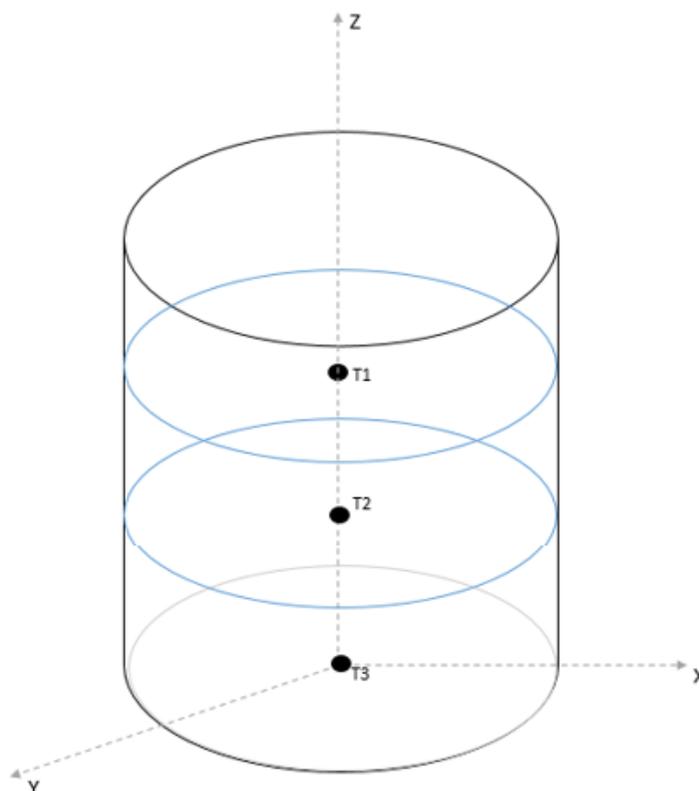


Figura 1 – Um exemplo de disposição dos sensores no interior da autoclave.

d) Execução e aquisição de dados: Após a preparação, ajustar a temperatura para o patamar desejado através do regulador da autoclave. Assim que a autoclave atingir a temperatura selecionada, começa o ciclo de esterilização.

- 1- Dependendo do período do ciclo de esterilização (geralmente 20 ou 30 minutos) deve-se aguardar que este ciclo seja completo. Durante esse período, anotar a temperatura máxima e mínima do indicador da autoclave, caso exista;
- 2- Após terminar o ciclo de esterilização, deve-se aguardar que a autoclave reúna as condições necessárias para que os termómetros possam ser retirados do seu interior (existem autoclaves que emitem um sinal sonoro que informa o técnico quando o mesmo pode abrir a tampa em segurança).

3- Uma vez retirados os termómetros, os seus dados devem ser descarregados, novamente através do software.

4- Para posteriores cálculos, os dados relevantes para este ensaios referem-se ao período da esterilização:

ZONA A – Ainda não atingiu o período de esterilização;

ZONA B – Atingido o período de esterilização;

ZONA C – Fim do ciclo de esterilização.

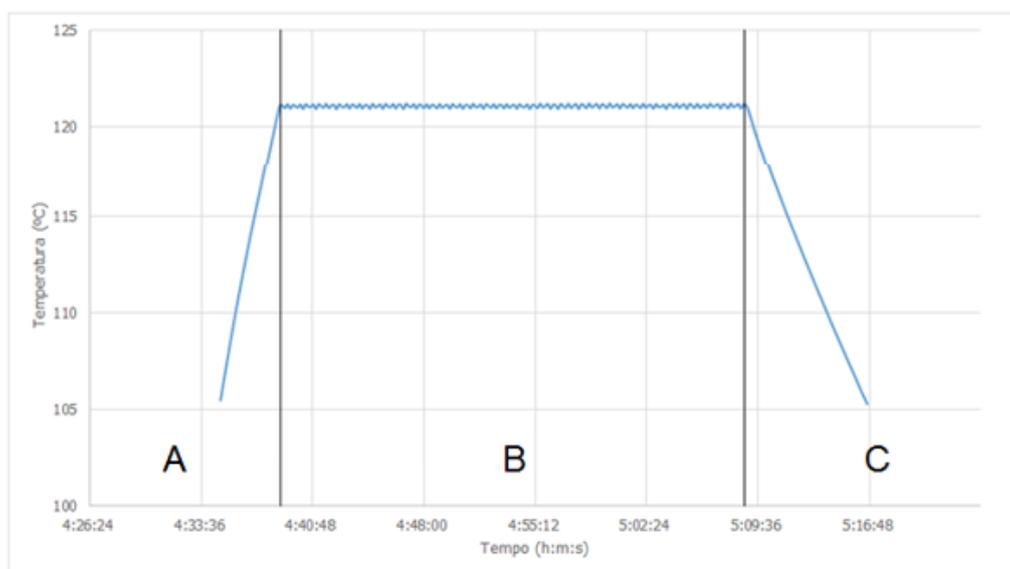


Figura 2 – Gráfico da monitorização das temperaturas no interior de um autoclave, cuja temperatura de *setpoint* foi pré seleccionada para +121 °C.

9. CÁLCULOS / RESULTADOS

a) Temperatura média de cada termómetro:

$$\overline{T_{tx}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tx_i} \quad \text{Eq. 1}$$

b) Temperatura média do termómetro da autoclave:

$$\overline{T_{tc}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_i \quad \text{Eq. 2}$$

c) Estabilidade térmica:

$$\Delta T_E = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{tx_i} - \overline{T_{tx}})^2}{n - 1}} \quad \text{Eq. 3}$$

d) Uniformidade térmica:

$$\Delta T_U = \text{Max}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}}) - \text{Min}(\overline{T_{t1}}, \overline{T_{t2}}, \dots, \overline{T_{tx}}) \quad \text{Eq. 4}$$

e) Erro:

$$\text{Erro} = \overline{T_{tc}} - \overline{T_{tx}} \quad \text{Eq. 5}$$

10. INCERTEZA DA MEDIÇÃO

A incerteza dos resultados do ensaio depende da:

- Dispersão de leituras dos termómetros;
- Exatidão dos termómetros;
- Incerteza de calibração dos termómetros;
- Resolução de indicação do termómetro da autoclave.

O cálculo de incertezas é determinado com base no procedimento interno "PET02 – Procedimento para o cálculo da incerteza no ensaio a câmaras térmicas na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C", o qual também é válido para este tipo de ensaio.

11. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS NO RELATÓRIO DE ENSAIO

No relatório de ensaio emitido pelo laboratório devem constar:

- Identificação inequívoca do relatório de ensaio com indicação do número total de páginas;
- Identificação inequívoca do equipamento sujeito ao ensaio;
- Data e local em que se efectuou o ensaio;
- Condições de funcionamento da autoclave durante o ensaio (temperatura seleccionada, ventilação, carga, etc.);
- Identificação da localização de cada termómetro na autoclave;
- Identificação do procedimento ou método utilizado;
- Identificação do equipamento usado nas medições de temperatura e sua rastreabilidade;
- Condições ambientais do local de ensaio;
- Medições e resultados relevantes do ensaio (Temperaturas médias, máximas e mínimas, estabilidade, uniformidade, erro e incerteza expandida);
- Data de emissão do relatório do ensaio;
- Nome e função das pessoas que efetuam o ensaio e validam o relatório.

12. RESUMO DAS ALTERAÇÕES

EDIÇÃO	DATA	DESCRIÇÃO DA ALTERAÇÃO

*Anexo D – Procedimento interno desenvolvido para a
calibração de termómetros industriais*

1. OBJETIVO

Estabelecer o procedimento para a calibração de **termómetros (sensor + indicador)**. O procedimento pode ser aplicado diretamente à grande maioria dos termómetros.

2. ÂMBITO

Termómetros calibrados na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C.

3. REFERÊNCIAS

Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM)

NP EN ISO/IEC 17025

OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC)

DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC)

IT01 – Instrução de trabalho de recepção de equipamentos

4. INSTRUMENTAÇÃO

- Unidade de leitura FLUKE 1586A Super-DAQ Precision Temperature Scanner ou equivalente (indicador de temperatura);
- Termossistência de platina de 25,5 Ω (sensor);
- Banho sêco FLUKE 9190A Ultra-Cool Field Metrology Well (meio térmico).

5. PROGRAMAS INFORMÁTICOS/SOFTWARE DE SUPORTE

- Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas.

6. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

K – Kelvin.

°C – Grau Celsius.

T – Temperatura.

T_{tp} – Temperatura no termómetro padrão.

T_{tc} – Temperatura no termómetro a ser calibrado.

7. CONDIÇÕES / RECOMENDAÇÕES AMBIENTAIS E INSTALAÇÕES

- a) **Temperatura e humidade relativa:** Recomenda-se que a temperatura ambiente permaneça a $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e a humidade relativa abaixo dos 80% HR.
- b) **Outras recomendações:** Manter um espaçamento mínimo entre os equipamentos do laboratório de modo a garantir que não haja mútua interferência térmica.

8. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

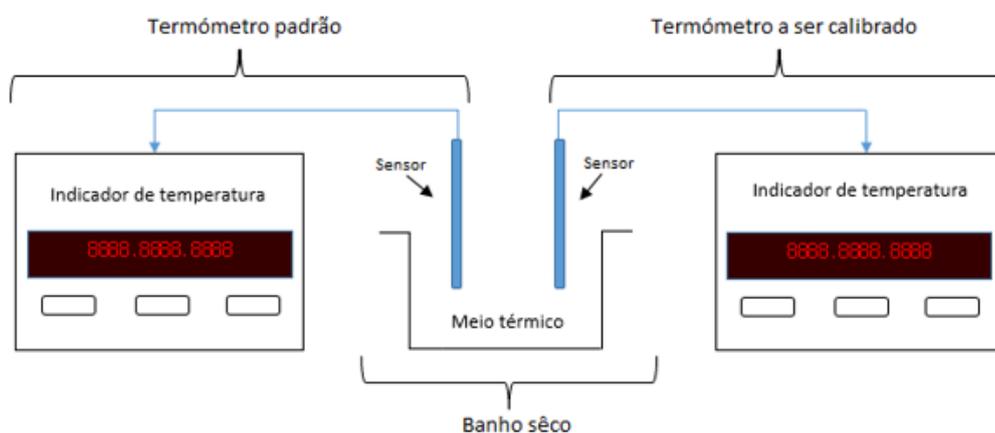


Figura 1 – Exemplo de esquema da calibração de um termómetro por comparação a um termómetro padrão.

- a) **Escolha dos patamares de calibração:** Os patamares de temperatura em que o termómetro deve ser calibrado fica a critério do cliente.
- b) **Preparação:** O sensor do termómetro em calibração e o sensor do termómetro padrão devem ser imersos no meio térmico, à máxima profundidade possível. Caso exista, deve-se verificar a profundidade de imersão adequada para o sensor do termómetro a ser calibrado segundo recomendações do fabricante.

NOTA: A colocação e a retirada dos sensores no meio térmico devem ser feitas com cuidado para evitar danificações nos mesmos.

- c) **Execução:** Após a preparação, ajustar a temperatura do padrão para o patamar desejado através do regulador do meio térmico. Depois de selecionada a temperatura desejada, aguardar que um sinal sonoro indique a estabilização (cerca de 15 minutos). Por uma questão de boas práticas do laboratório, a seguir

à estabilização do meio térmico, aguarda-se mais 15 minutos para uma melhor estabilização, fazendo um período de estabilização total de **30 minutos**.

d) Aquisição de dados: A sequência de medição deve ser feita conforme os seguintes passos:

- 1– Iniciar a medição quando o meio térmico e os instrumentos a calibrar estiverem estabilizados (30 minutos);
- 2– Medir e anotar a temperatura indicada no termómetro padrão;
- 3– Medir e anotar a temperatura indicada no termómetro em calibração;
- 4– Repetir os passos 2) e 3) 10 vezes, num intervalo de 10 segundos.

9. CÁLCULOS / RESULTADOS

a) Temperatura média do termómetro a ser calibrado:

$$\overline{T_{tc}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tc_i} \text{ °C}$$

Eq. 1

b) Temperatura média do termómetro padrão:

$$\overline{T_{tp}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} T_{tp_i} \text{ °C}$$

Eq. 2

c) Erro:

$$Erro = \overline{T_{tc}} - \overline{T_{tp}} \text{ °C}$$

Eq. 3

10. INCERTEZAS DA CALIBRAÇÃO

A incerteza dos resultados da calibração depende da:

- Dispersão de leituras do termómetro padrão;
- Exatidão do termómetro padrão;
- Incerteza de calibração do termómetro padrão;
- Dispersão de leituras do termómetro a ser calibrado;
- Resolução de indicação do termómetro a ser calibrado;
- Estabilidade do meio térmico;

- Uniformidade do meio térmico.

O cálculo de incertezas é determinado com base no procedimento interno "PMT02 – Procedimento para o cálculo da incerteza na calibração de termómetros na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C ", o qual estabelece a metodologia para o cálculo da incerteza expandida de medição para cada patamar de calibração.

11. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS NO CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

No certificado de calibração emitido pelo laboratório devem constar:

- Identificação inequívoca do número do certificado de calibração com indicação do número total de páginas;
- Identificação inequívoca do equipamento sujeito a calibração;
- Data e local em que se efectuou a calibração;
- Identificação do procedimento ou método utilizado;
- Identificação do equipamento usado nas medições de temperatura e sua rastreabilidade;
- Condições ambientais do local onde é efetuada a calibração;
- Medições e resultados relevantes da calibração (Temperaturas médias, erro e incerteza expandida);
- Data de emissão do certificado;
- Nome e função das pessoas que efetuam a calibração e validam o certificado.

12. RESUMO DAS ALTERAÇÕES

EDIÇÃO	DATA	DESCRIÇÃO DA ALTERAÇÃO

Anexo E – Procedimento interno desenvolvido para o cálculo da incerteza na calibração de termómetros industriais

1. OBJETIVO

Definir a metodologia de cálculo para determinar a incerteza nas calibrações efetuadas em termómetros (sensor + indicador).

2. ÂMBITO

Termómetros calibrados na gama de temperatura de -95 °C a +140 °C.

3. REFERÊNCIAS

Vocabulário Internacional da Metrologia (VIM)

NP EN ISO/IEC 17025

OGC001 – Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (IPAC)

OGC010 – Avaliação da Incerteza De Medição em Calibração (IPAC)

DRC005 – Procedimento para acreditação de laboratórios (IPAC)

Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration (EA 4/02)

Guide to Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)

4. PROGRAMAS INFORMÁTICOS/SOFTWARE DE SUPORTE

- Microsoft Office Excel ou folhas de cálculo idênticas;

5. SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS

u – Incerteza-padrão.

U – Incerteza expandida.

c_i – Coeficiente de sensibilidade.

k – Fator de expansão.

n – Número de leituras.

GL – Graus de liberdade.

ν_{eff} – Graus de liberdade efetivos.

s – Desvio-padrão.

°C – Grau Celsius.

6. INCERTEZA DA MEDIÇÃO

Tabela 1 – Balanço de incertezas.

i	Fonte	Estimativa	Tipo	Divisor	u_i	c_i	$u_i(y)^2$	GL
Incertezas padrão associadas ao termómetro padrão								
1	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	$n - 1$
2	Exatidão	Exatidão do termómetro	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
3	Calibração	Incerteza proveniente do certificado de calibração	B-N	k	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	50
Incertezas padrão associadas ao termómetro em calibração								
4	Dispersão de leituras	Desvio-padrão da média das leituras	A	\sqrt{n}	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	$n - 1$
5	Indicação	Resolução do mostrador digital	B-R	$\sqrt{12}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
Incertezas padrão associadas ao meio térmico								
6	Estabilidade	Estabilidade térmica do banho seco	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
7	Uniformidade	Uniformidade térmica do banho seco	B-R	$\sqrt{3}$	$\frac{\text{Estimativa}}{\text{Divisor}}$	1	$(u_i \times c_i)^2$	∞
Quadrado da contribuição para a incerteza padrão $u(y)^2$							$\sum_{i=1}^n u_i(y)^2$	
Contribuição para a incerteza padrão $u(y)$							$\sqrt{\sum_{i=1}^n u_i(y)^2}$	
Graus de liberdade efetivos V_{eff}							$\frac{u_y^4}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4}{GL}}$	
Fator de expansão k							k'	
Incerteza expandida U							$\pm [u(y) \times k] \text{ } ^\circ\text{C}$	



**PMT02 – Procedimento para cálculo da
incerteza na calibração de termómetros
na gama de temperatura de -95 °C a
+140 °C**

Data Aprovação: Agosto 2015

Pág.:3 de 3

NOTA: Na Tabela 1, a incerteza expandida apresentada estará expressa pela incerteza-padrão multiplicada pelo fator de expansão $k = k'$, o qual para uma distribuição-t com $v_{eff} = v'_{eff}$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de expansão de aproximadamente 95%.

7. RESUMO DAS ALTERAÇÕES

EDIÇÃO	DATA	DESCRIÇÃO DA ALTERAÇÃO

Elaborado por: Jorge Miguel

Mod. 002

Aprovado por: Anna Giroletti

Anexo F – Exemplo de modelo de relatório de ensaio desenvolvido para a maioria das câmaras térmicas

DATA DE EMISSÃO:05/10/2015

RELATÓRIO Nº LMET2015003

CLIENTE**Designação**
Morada**EQUIPAMENTO ENSAIADO**

Tipo de câmara térmica	Estufa.
Marca/modelo	Binder.
ID Cliente	N/A.
Nº série	N/A.
Estado do equipamento	Bom estado de conservação.
Resolução do regulador	0,1 °C.
Resolução do indicador	0,1 °C.
Volume útil/dimensões	[500 x 600 x 1900] [mm].

PADRÕES/RASTREABILIDADE

Unidade de leitura	Multímetro FLUKE 2638A Hydra Series III Data Acquisition de 20 canais, rastreado ao NIST.
Sensores Pt100	[PRTE1 no ch01], [PRTE2 no ch02], [PRTE3 no ch03], [PRTE4 no ch04] e [PRTE5 no ch05], rastreados ao CATIM.

LOCAL E CONDIÇÕES DE ENSAIO

Local	Nas instalações do cliente acima citado.
Data	01/10/2015.
Temperatura	22,0 °C.
Humidade	60,0% HR.

DESCRIÇÃO DO MÉTODO

Medição dos perfis de temperatura segundo o procedimento interno PET01 do Laboratório de Metrologia – Temperatura.

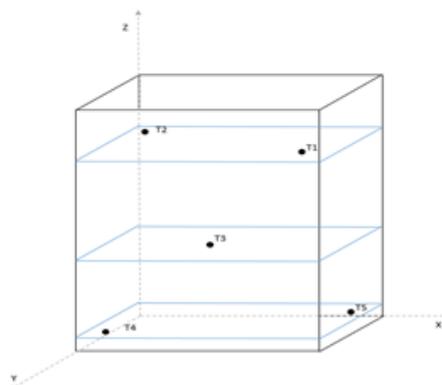
RESULTADOS

A evolução da temperatura indicada foi medida a uma cadência de 1 varrimento de leituras por cada 10 segundos. A temperatura do regulador de *setpoint*, do indicador e medida por cada sensor estão representados na tabela.

"A incerteza expandida apresentada está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um fator de expansão $k = 2$, o qual para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de aproximadamente, 95%. A incerteza foi calculada de acordo com o documento EA-4/16".

POSIÇÃO DOS PADRÕES DE REFERÊNCIA

Posição	Padrão
T1	[PRTE1]
T2	[PRTE2]
T3	[PRTE3]
T4	[PRTE4]
T5	[PRTE5]



LEGENDA DA TABELA

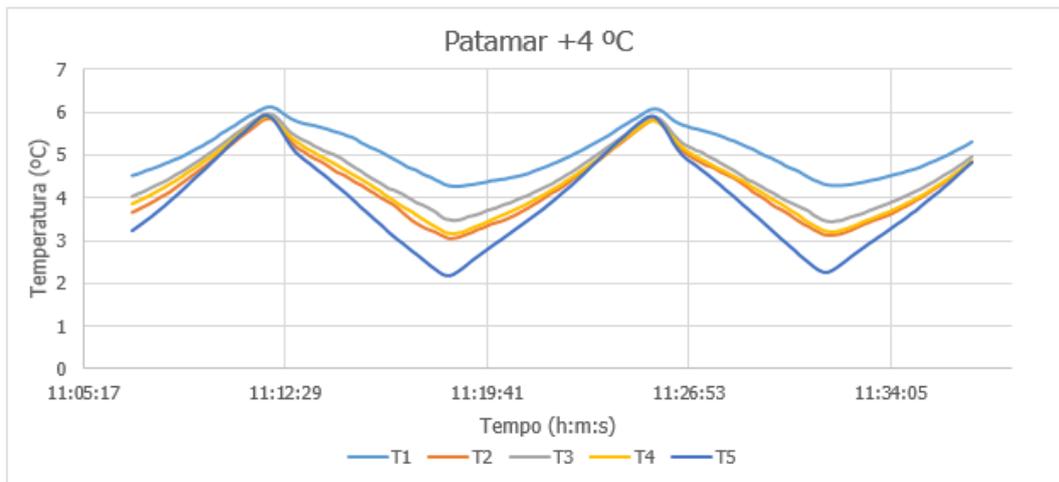
T	Temperatura média medida pelo termómetro da câmara (°C).
Tri	Temperatura média medida pelo padrão de referência, na posição i (°C).
Erro	Diferença entre as temperaturas médias T e TRI (°C).
Estabilidade	Distribuição da variação da temperatura durante o ensaio na posição i (°C).
Uniformidade	Máxima diferença entre as temperaturas médias medidas pelos termómetros de referência Tri (°C).

TABELA DE DADOS

Leituras no equipamento			Cálculos								
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Posição	T (°C)	Tri (°C)			Inç (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
4,0	6,0	3,0	T1	4,5	5,07	6,13	4,28	0,12	-0,6	0,55	1,12
			T2	4,5	4,28	5,85	3,06	0,15	0,2	0,79	
			T3	4,5	4,54	5,96	3,45	0,14	0,0	0,71	
			T4	4,5	4,38	5,90	3,17	0,15	0,1	0,77	
			T5	4,5	3,95	5,93	2,17	0,18	0,6	1,06	

Este documento não pode ser reproduzido, exceto integralmente, sem autorização por escrito da Fritelabo.

PERFIL DAS TEMPERATURAS (°C)



O Responsável Técnico

O Técnico

(Anna Giroletti)

(Jorge Miguel)

Anexo G – Exemplo de modelo de relatório de ensaio desenvolvido para as autoclaves

DATA DE EMISSÃO:05/10/2015

RELATÓRIO Nº LMET2015001

CLIENTE

Designação
Morada

EQUIPAMENTO ENSAIADO

Tipo de câmara térmica	Autoclave.
Marca/modelo	José dos Santos Monteiro.
ID Cliente	N/A.
Nº série	N/A.
Estado do equipamento	Bom estado de conservação.
Resolução do regulador	N/A.
Resolução do indicador	N/A.
Volume útil/dimensões	[500 x 1500] [mm].

PADRÕES/RASTREABILIDADE

Datalogger de temperatura	Termómetro sem fios [MDGT-T3] rastreado ao CATIM.
Datalogger de pressão	Transdutor de pressão sem fios [MDGT-P1] rastreado ao CATIM.

LOCAL E CONDIÇÕES DE ENSAIO

Local	Nas instalações do cliente acima citado.
Data	01/10/2015.
Temperatura	22,0 °C.
Humidade	60,0% HR.

DESCRIÇÃO DO MÉTODO

Medição dos perfis de temperatura segundo o procedimento interno PET03 do Laboratório de Metrologia – Temperatura.

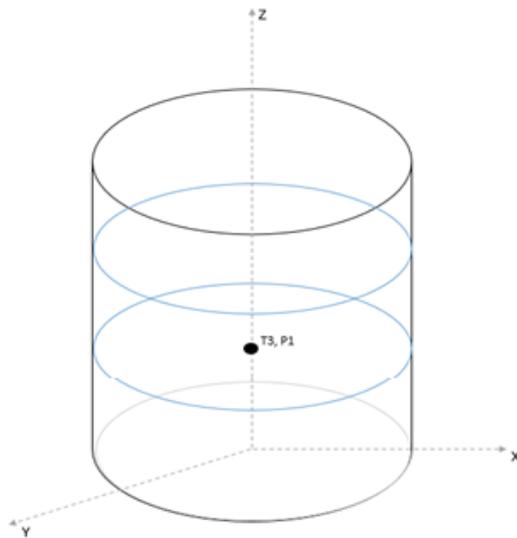
RESULTADOS

A evolução da temperatura indicada foi medida a uma cadência de 1 varrimento de leituras por cada 10 segundos. A temperatura do regulador de *setpoint*, do indicador e medida por cada sensor estão representados na tabela.

"A incerteza expandida apresentada está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um fator de expansão $k = 2$, o qual para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de aproximadamente, 95%. A incerteza foi calculada de acordo com o documento EA-4/16".

POSIÇÃO DOS PADRÕES DE REFERÊNCIA

Posição	Padrão
T3	[MDGT-T3]
P1	[MDGT-P1]



LEGENDA DA TABELA

T	Temperatura média medida pelo termómetro da câmara (°C).
Tri	Temperatura média medida pelo padrão de referência, na posição i (°C).
Erro	Diferença entre as temperaturas médias T e Tri (°C).
Estabilidade	Distribuição da variação da temperatura durante o ensaio na posição i (°C).
Uniformidade	Máxima diferença entre as temperaturas médias medidas pelos termómetros de referência Tri (°C).

TABELA DE DADOS

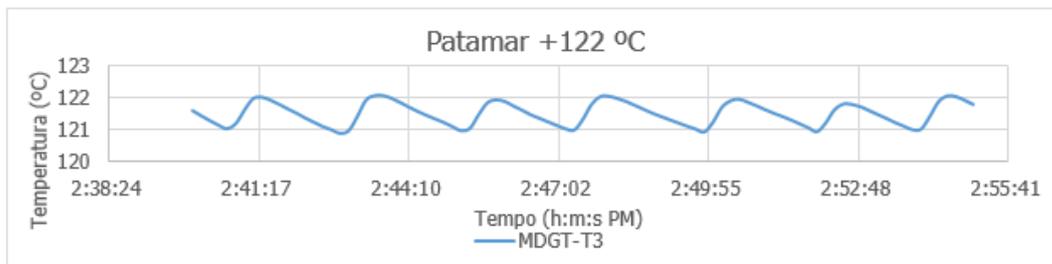
Leituras no equipamento			Cálculos								
Regulador (°C)	Indicador (°C)		Posição	T (°C)	Tri (°C)			Inc. (+/- °C)	Erro (°C)	Estabilidade (°C)	Uniformidade (°C)
	Max.	Min.			Média	Máx.	Min.				
122	122	122	T3	122	121,48	122,04	120,88	0,60	1	0,35	0,00

Este documento não pode ser reproduzido, exceto integralmente, sem autorização por escrito da Frilabo.

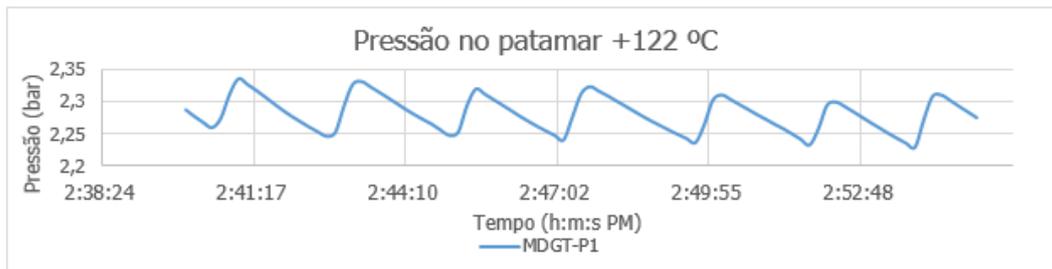
DATA DE EMISSÃO:05/10/2015

RELATÓRIO Nº LMET2015001

PERFIL DA TEMPERATURA (°C)



PERFIL DA PRESSÃO (bar)



O Responsável Técnico

O Técnico

(Anna Giroletti)

(Jorge Miguel)

*Anexo H – Exemplo de modelo de certificado de
calibração desenvolvido para termômetros industriais*



Rua Poça das Rãs, 109-Milheirós
4475-265 Maia

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Metrologia – Temperatura

DATA DE EMISSÃO:09/11/2015

CERTIFICADO Nº LMMT2015003

CLIENTE

Designação
Morada

EQUIPAMENTO CALIBRADO

Designação	Sensor de temperatura ligado a unidade de leitura.
Marca/modelo	N/A.
ID Cliente	N/A.
Nº série	N/A.
Estado do equipamento	Bom estado de conservação.
Resolução do equipamento	0,1 °C.

PADRÕES/RASTREABILIDADE

Unidade de leitura	Multímetro FLUKE 1586A Super DAQ Temperature Scanner de 20 canais, rastreado ao NIST.
--------------------	---

Sensor Pt25,5	Termorresistência de platina de 25,5 Ω FLUKE 5628 Secondary SPRT, rastreada ao NIST.
---------------	--

LOCAL E CONDIÇÕES DE ENSAIO

Local	Nas instalações da Frilabo.
Data	07/11/2015.
Temperatura	21,0 °C.
Humidade	66,3% HR.

DESCRIÇÃO DO MÉTODO

Calibração segundo o procedimento interno PMT01 do Laboratório de Metrologia – Temperatura.

RESULTADOS

"A incerteza expandida apresentada está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um fator de expansão $k = k'$, o qual para uma distribuição *t-student* com $veff = veff'$ graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de expansão de aproximadamente, 95%. A incerteza foi calculada de acordo com o documento EA-4/02".

Este documento não pode ser reproduzido, exceto integralmente, sem autorização por escrito da Frilabo.

Página 1 de 2



Rua Poça das Rãs, 109-Milheirós
4475-265 Maia

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Metrologia – Temperatura

DATA DE EMISSÃO:09/11/2015

CERTIFICADO Nº LMMT2015003

Patamar (°C)	Leitura no padrão (°C)	Leitura no equipamento a ser calibrado (°C)	Erro (°C)	k' (°C)	veff' (°C)	Incerteza (°C)
-95,0	-95,000	-94,9	0,1	2,01	257	±0,11
-50,0	-50,002	-49,9	0,1	2,01	411	±0,12
0,0	0,003	0,0	0,0	2,01	252	±0,10
50,0	50,004	49,9	-0,1	2,01	255	±0,11
100,0	100,011	100,0	0,0	2,01	279	±0,10
140,0	139,999	140,0	0,0	2,01	277	±0,10

O Responsável Técnico

O Técnico

(Anna Giroletti)

(Jorge Miguel)

Este documento não pode ser reproduzido, exceto integralmente, sem autorização por escrito da Frilabo.

Página 2 de 2

Anexo I – Figuras ilustrativas relativas à disposição dos termómetros e gráficos da monitorização da temperatura relativos à MCM nos ensaios às câmaras térmicas

1) Arca ultra-congeladora (Tabela 14)

Gama de trabalho: -40 a 186 °C

Patamares ensaiados: -95, -80, -70 e -40 °C

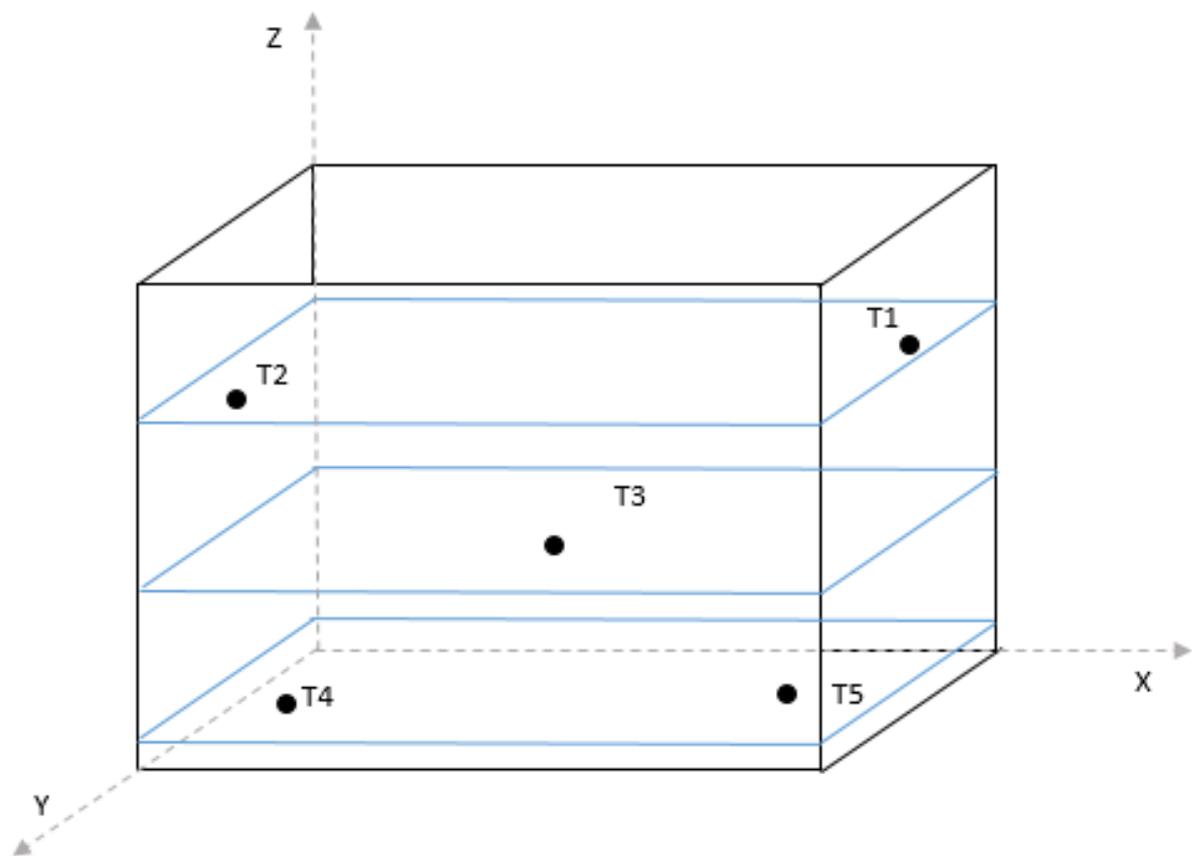


Figura 75 Mapeamento da arca ultra-congeladora MCM

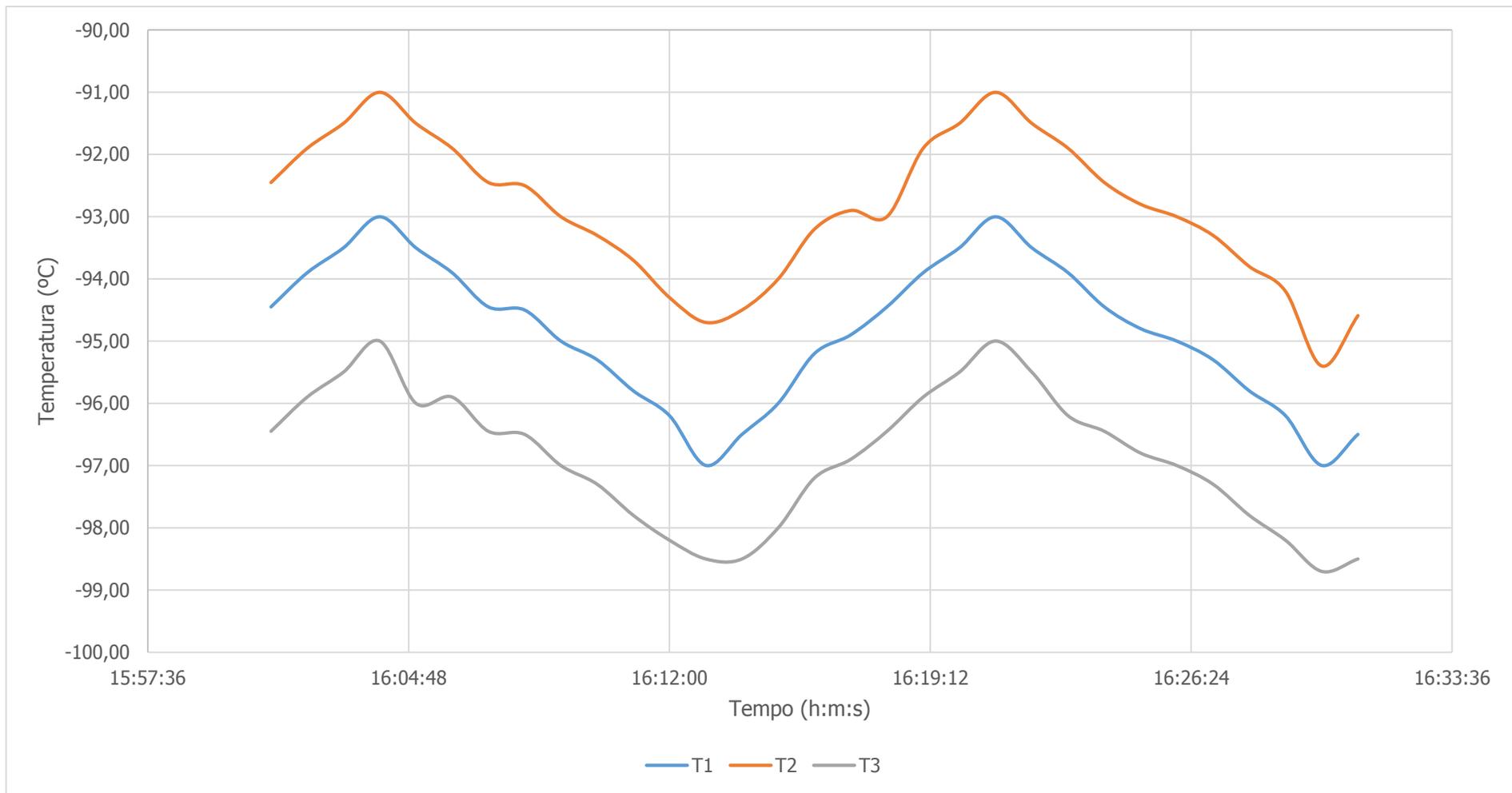


Figura 76 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -95 °C

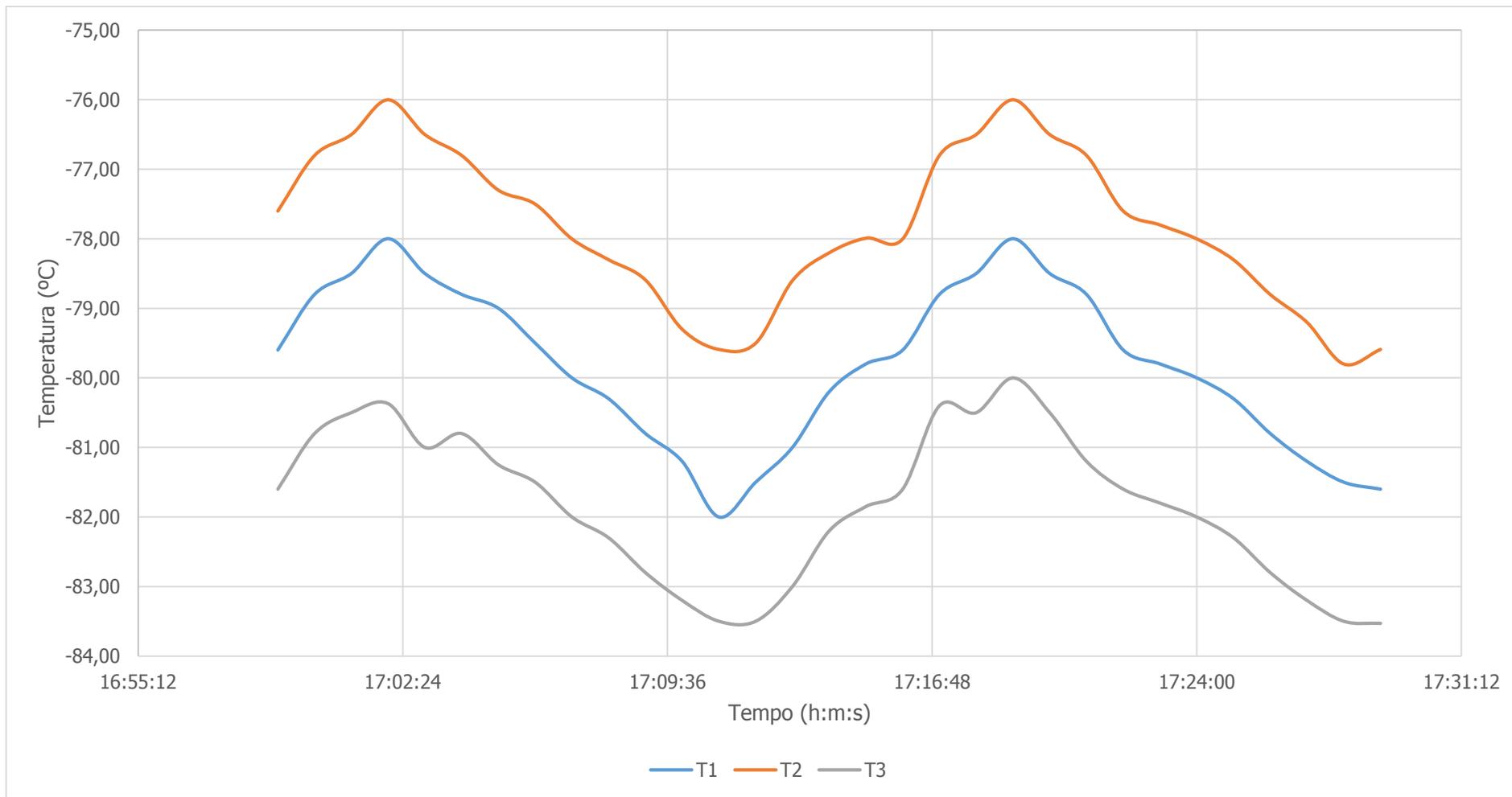


Figura 77 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -80 °C

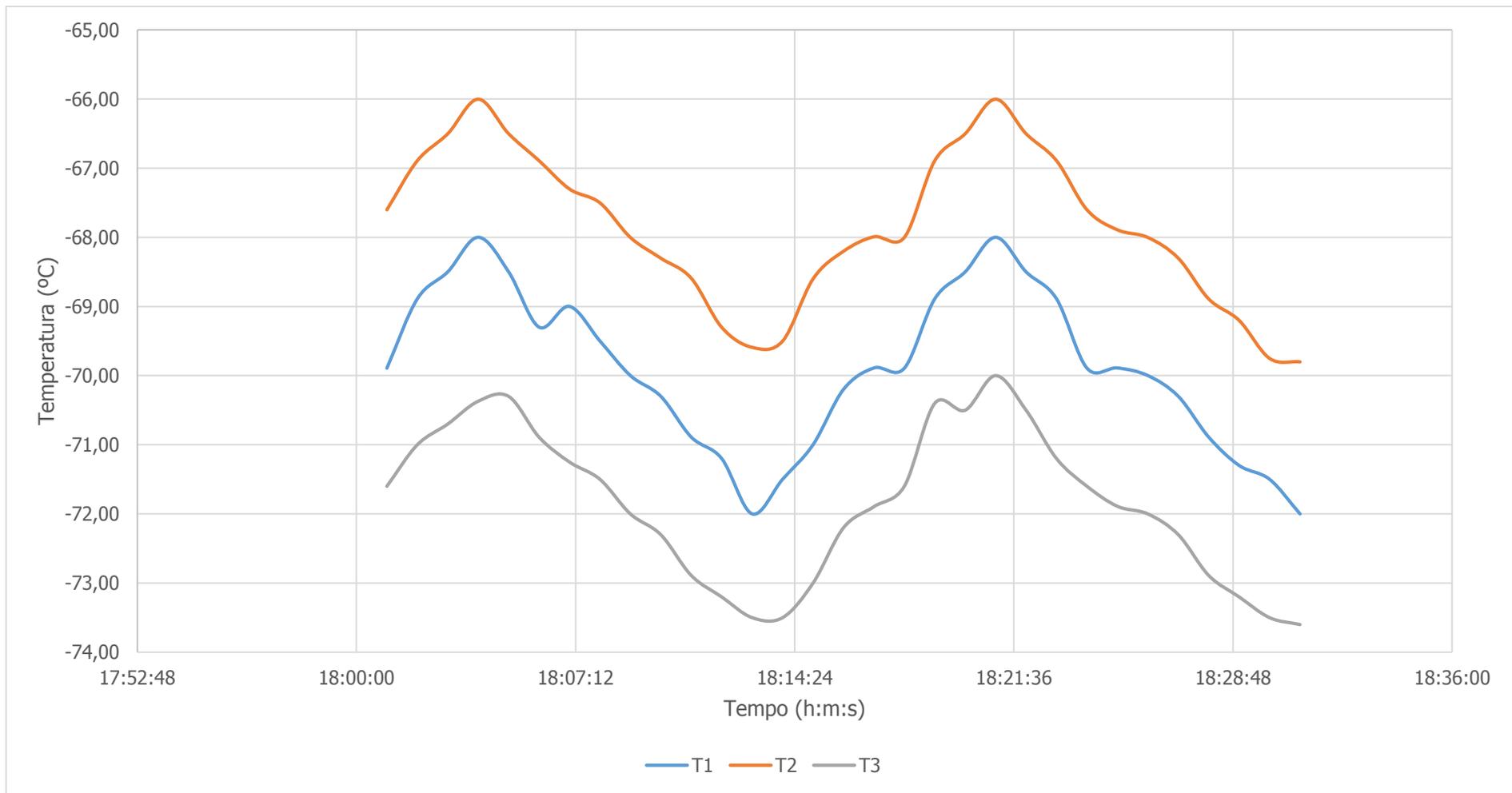


Figura 78 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -70 °C

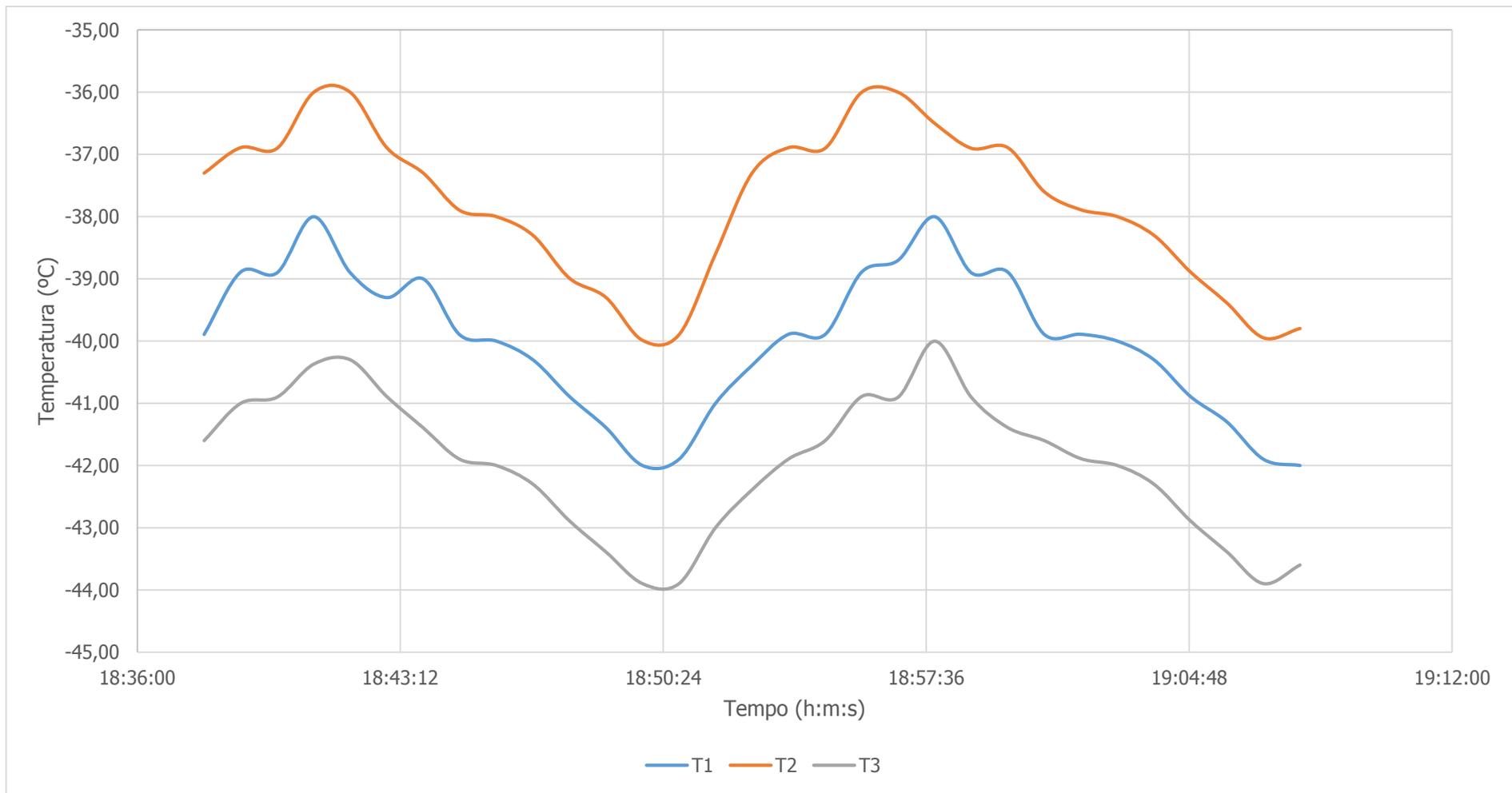


Figura 79 Arca ultra-congeladora – perfil de temperaturas no patamar -40 °C

2) Arca congeladora (Tabela 15)

Gama de trabalho: -40 a 0 °C

Patamares ensaiados: -40, -30, -20 e 0 °C

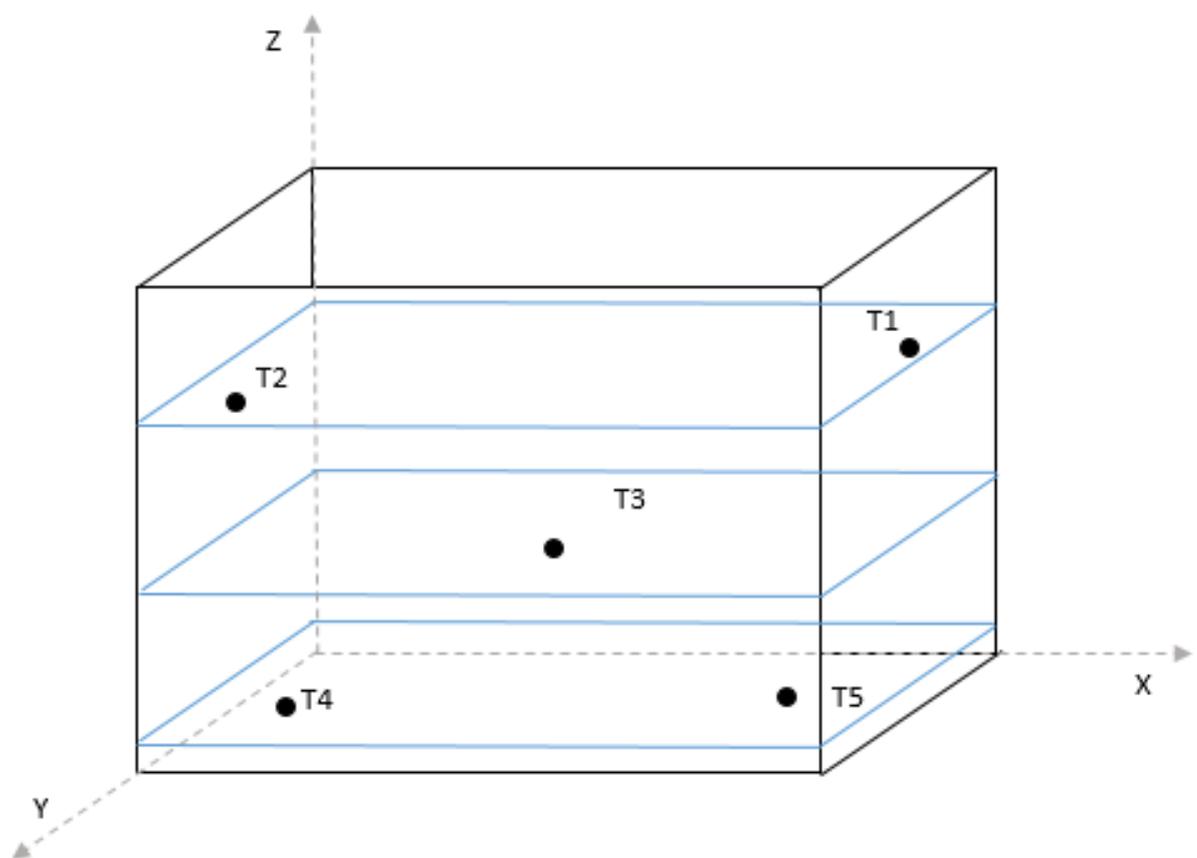


Figura 80 Mapeamento da arca congeladora MCM

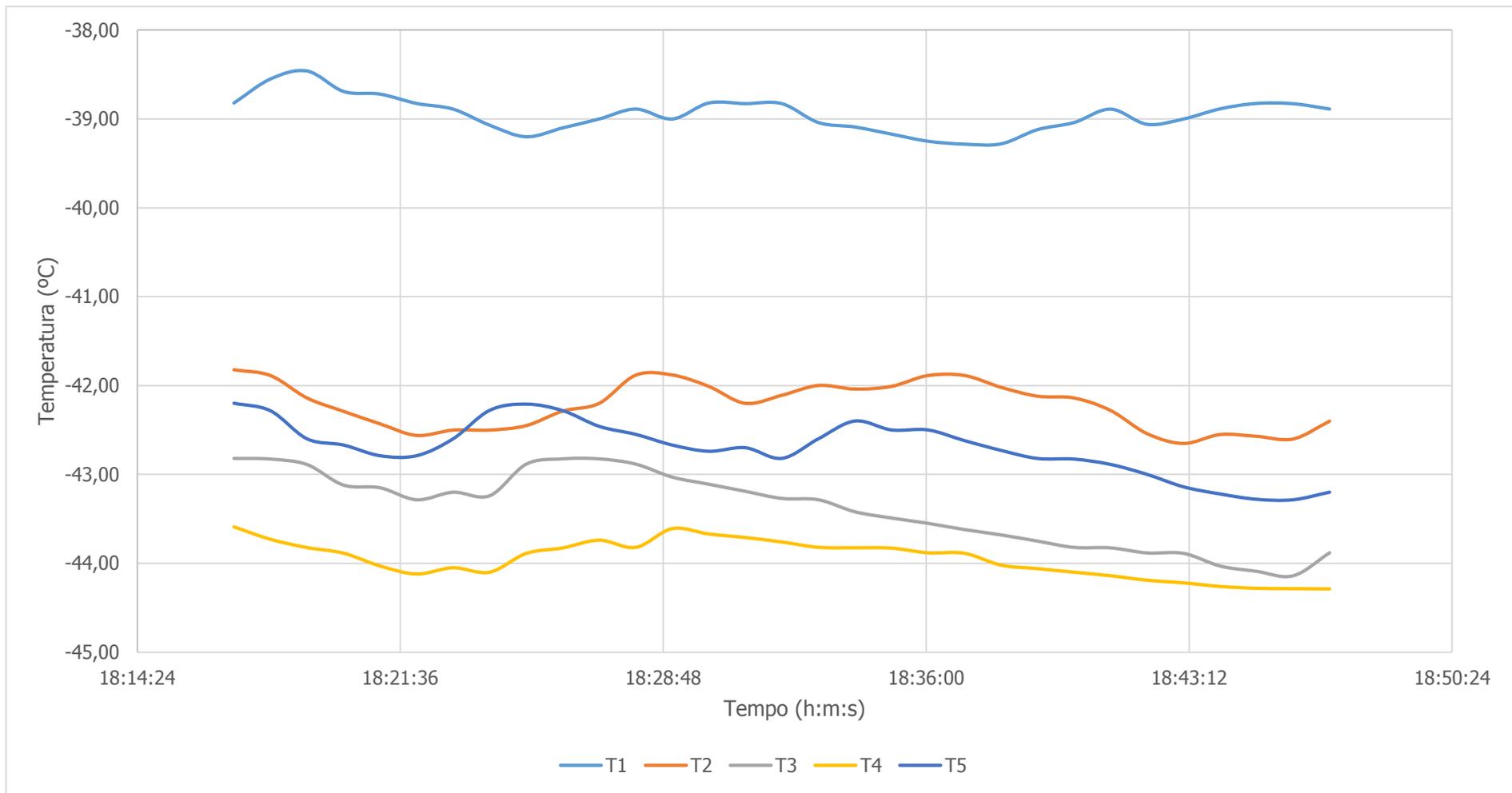


Figura 81 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -40 °C

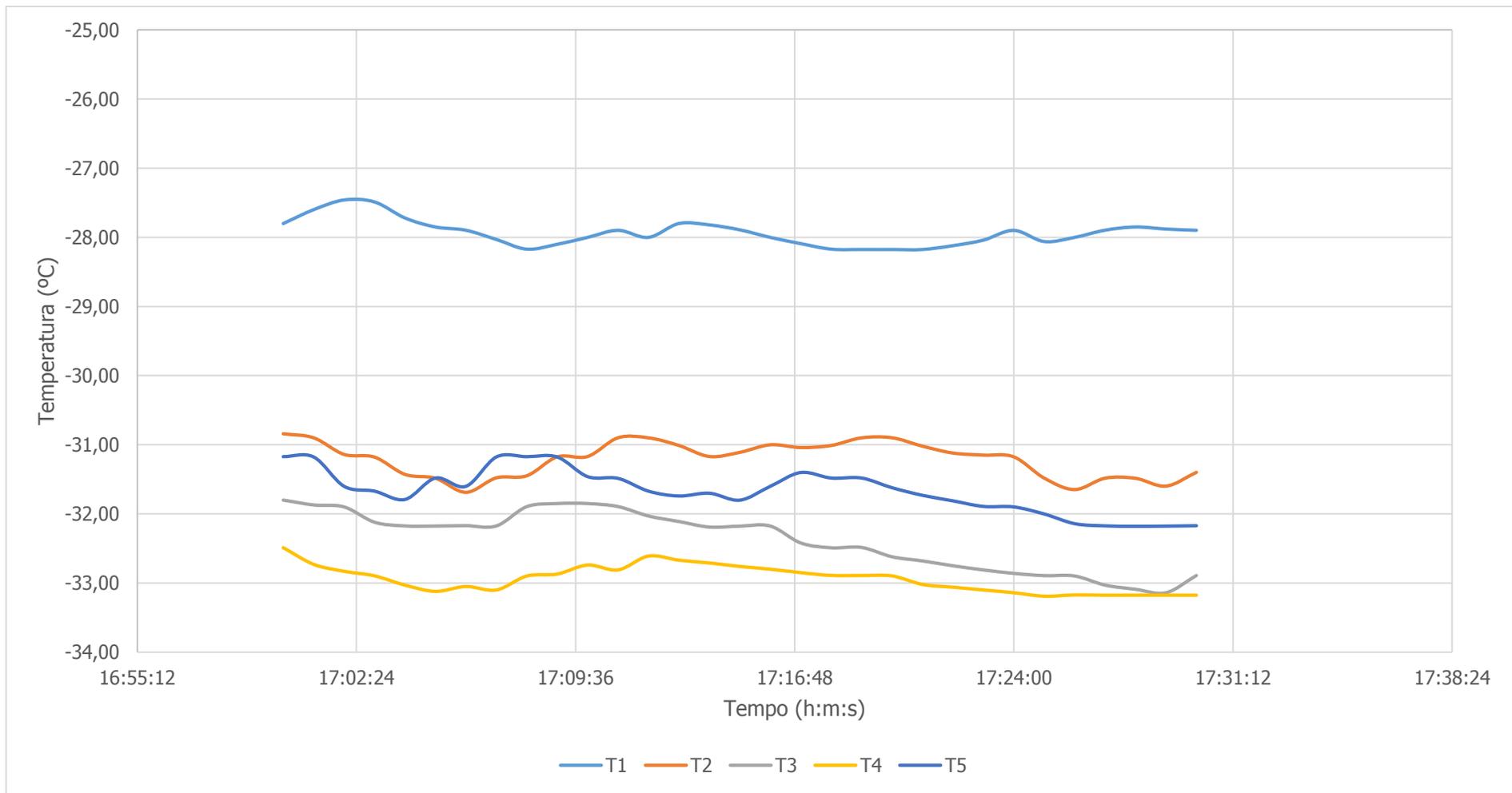


Figura 82 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -30 °C

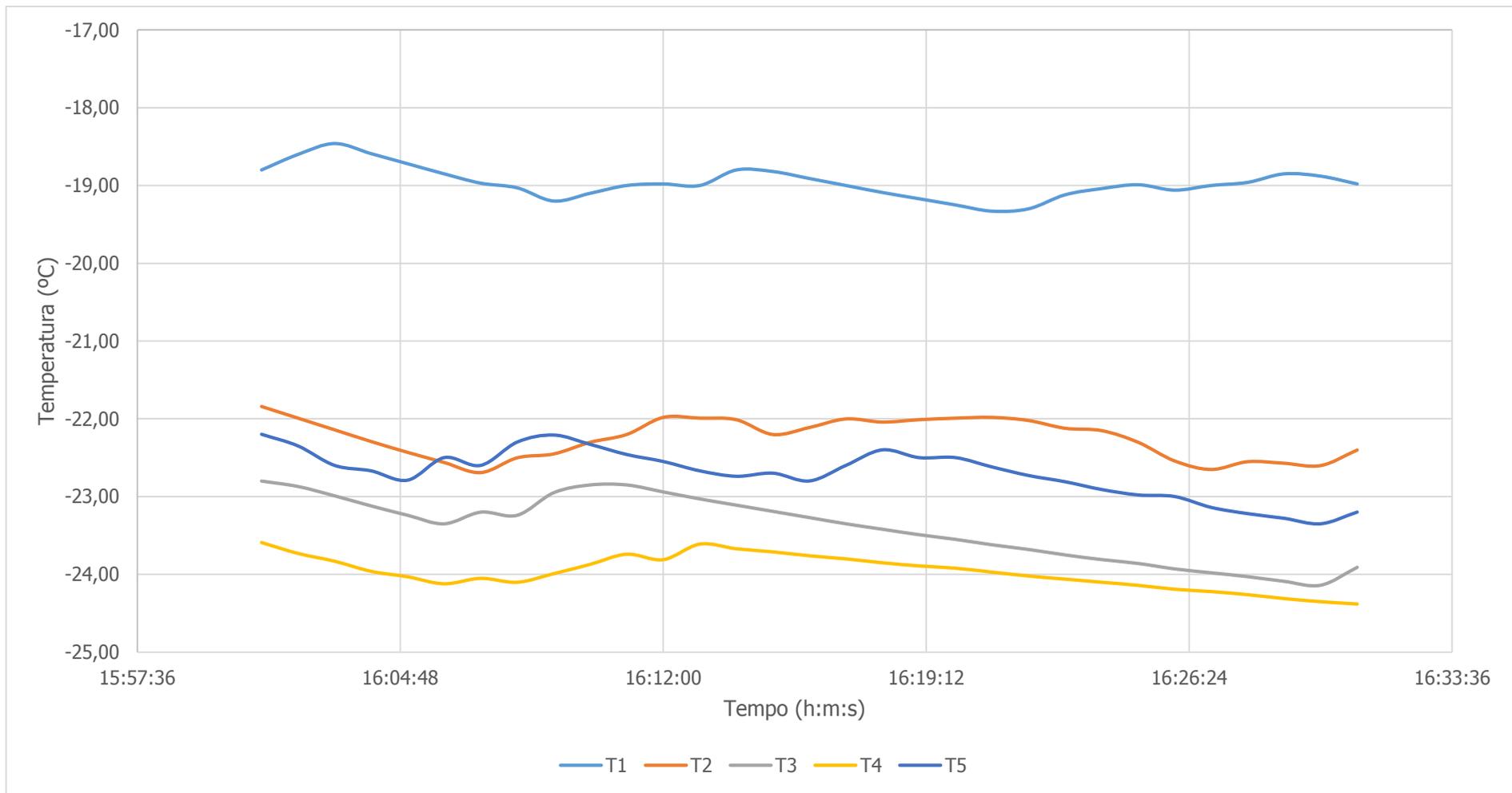


Figura 83 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar -20 °C

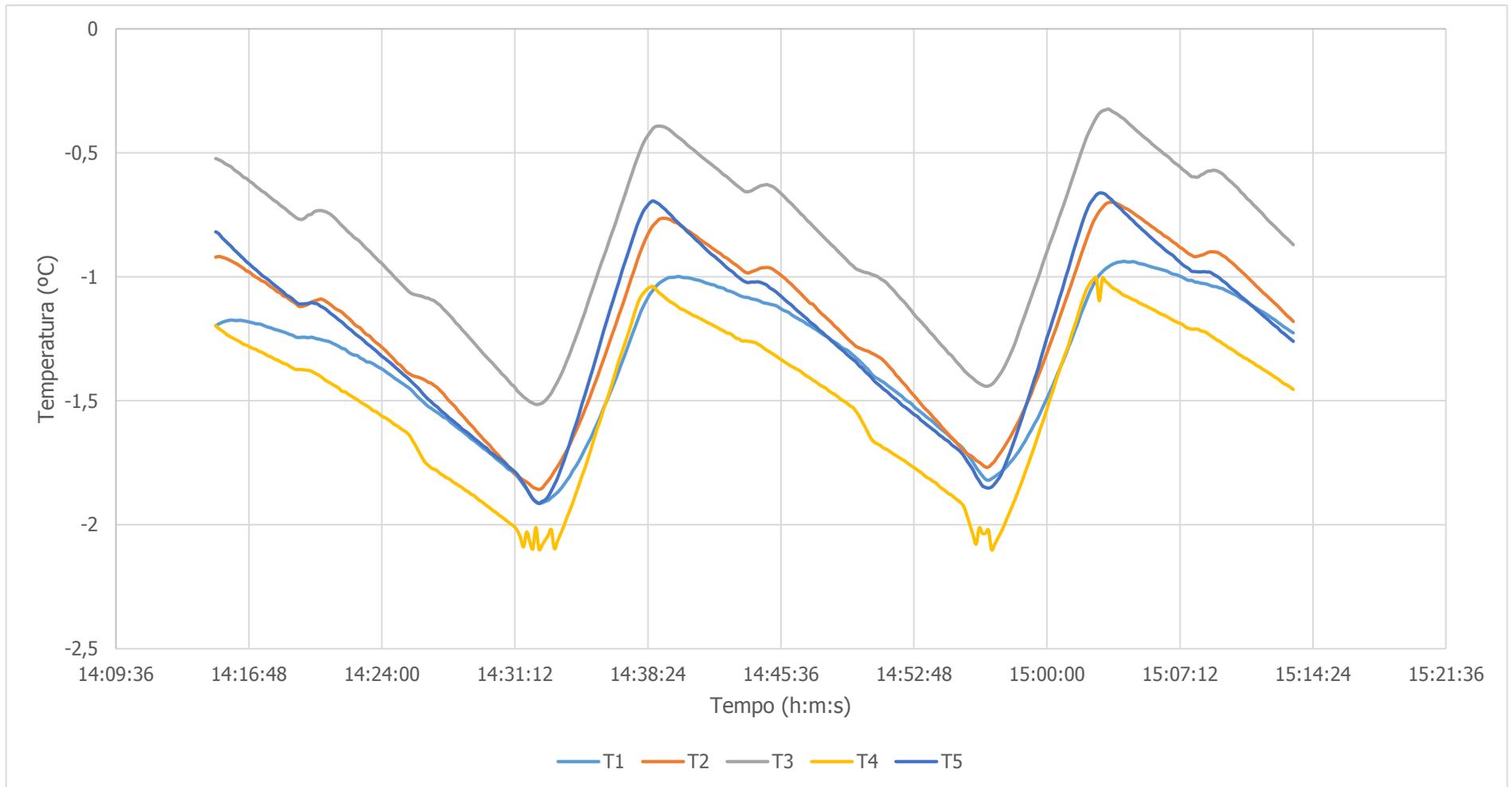


Figura 84 Arca congeladora – perfil de temperaturas no patamar 0 °C

a) Frigorífico (Tabela 16)

Gama de trabalho: 2 a 14 °C

Patamares ensaiados: 2, 5, 8 e 14 °C

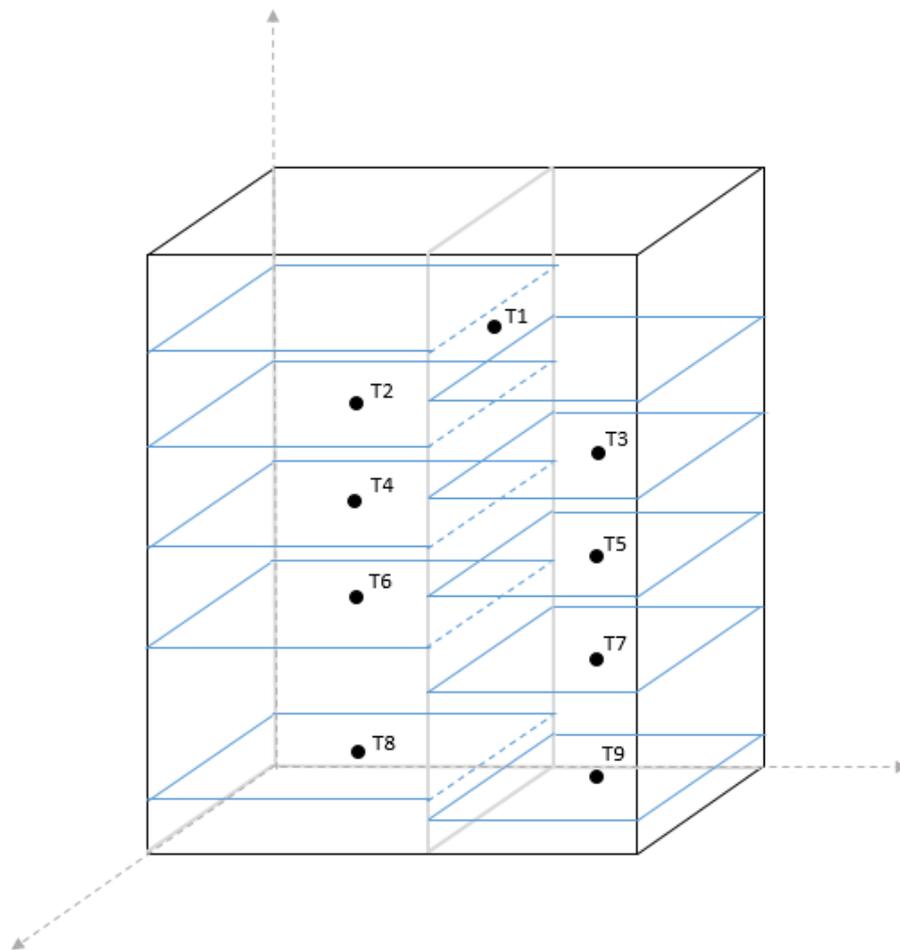


Figura 85 Mapeamento do frigorífico MCM

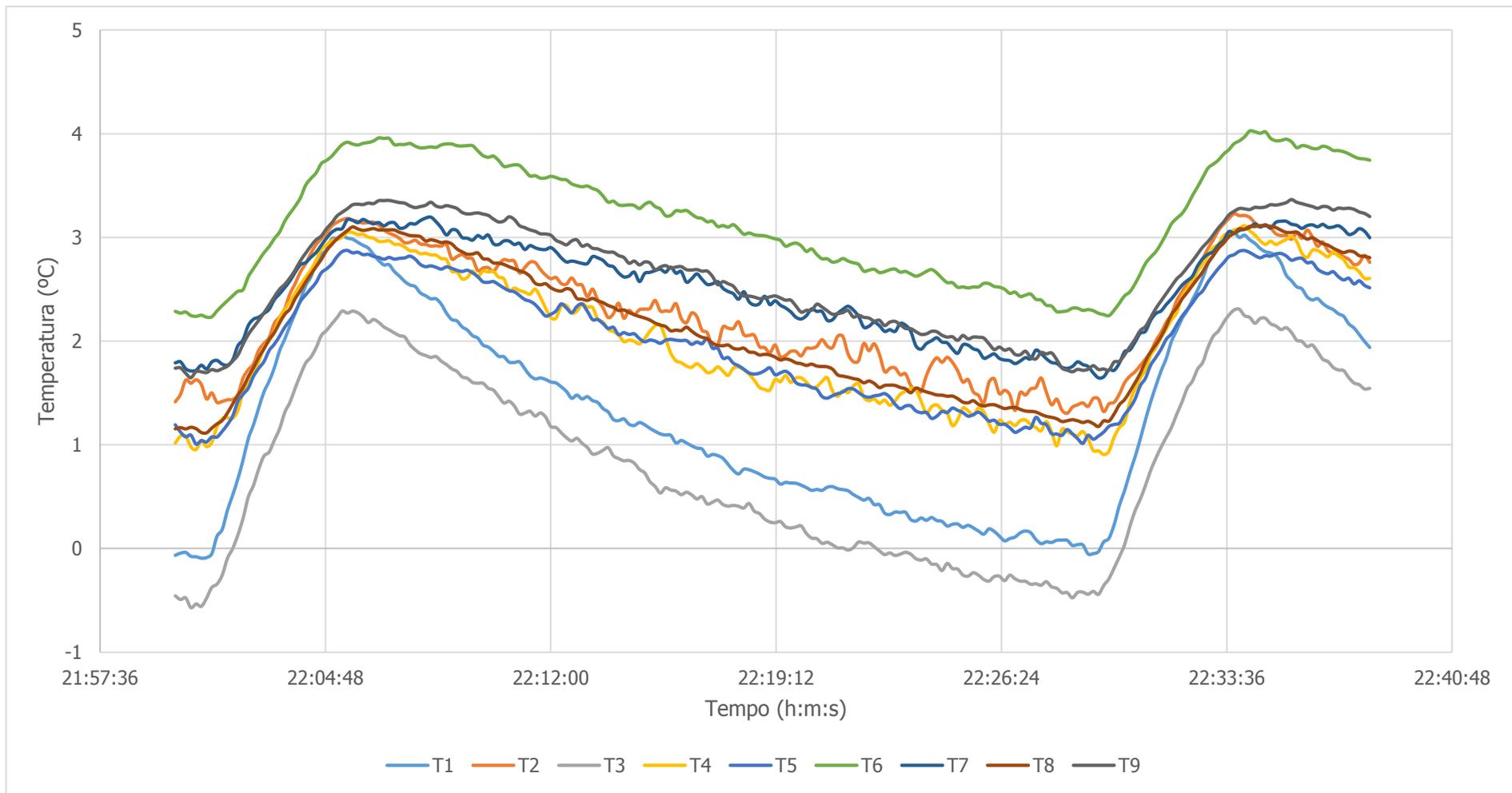


Figura 86 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 2 °C

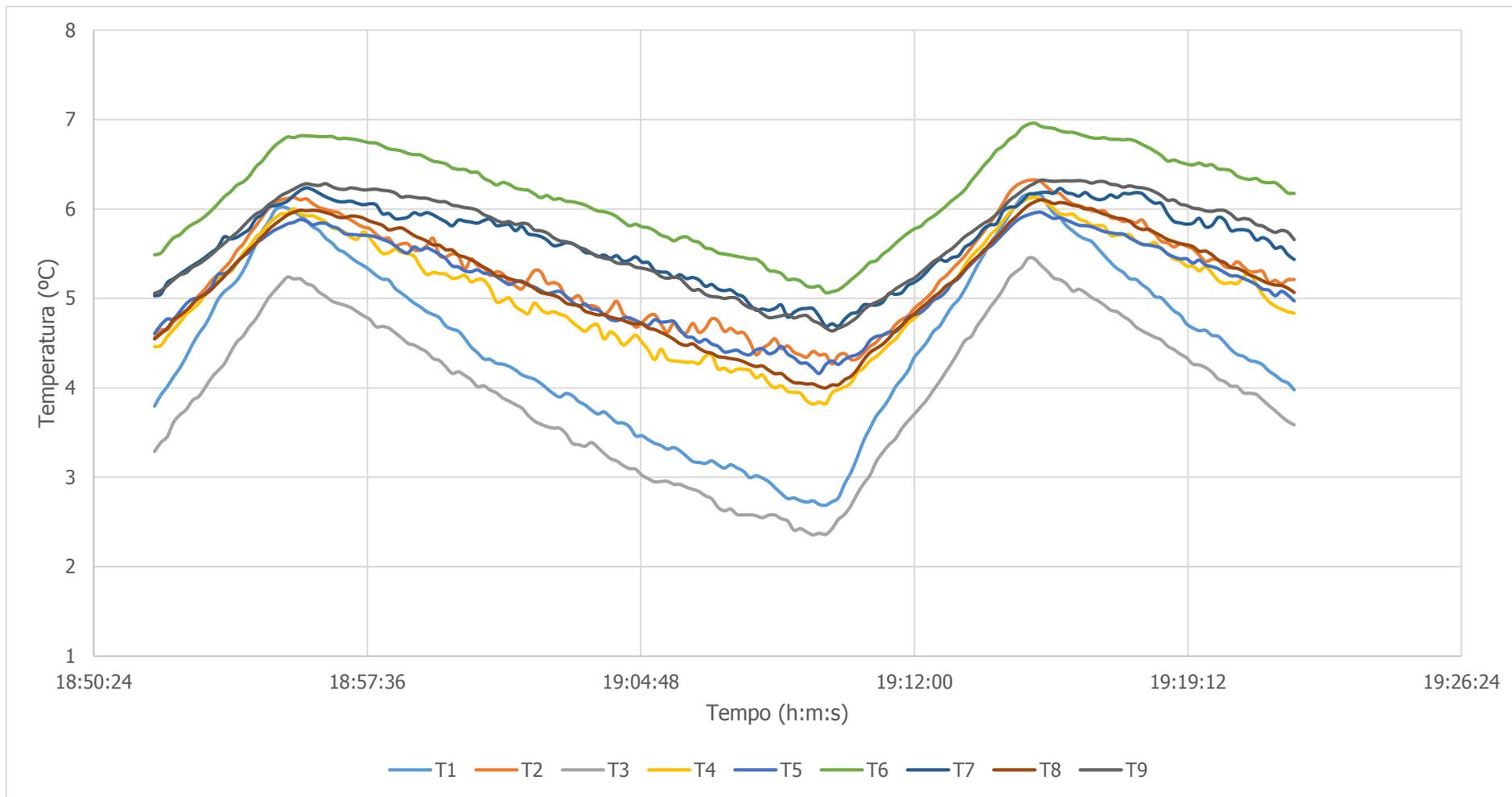


Figura 87 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 5 °C

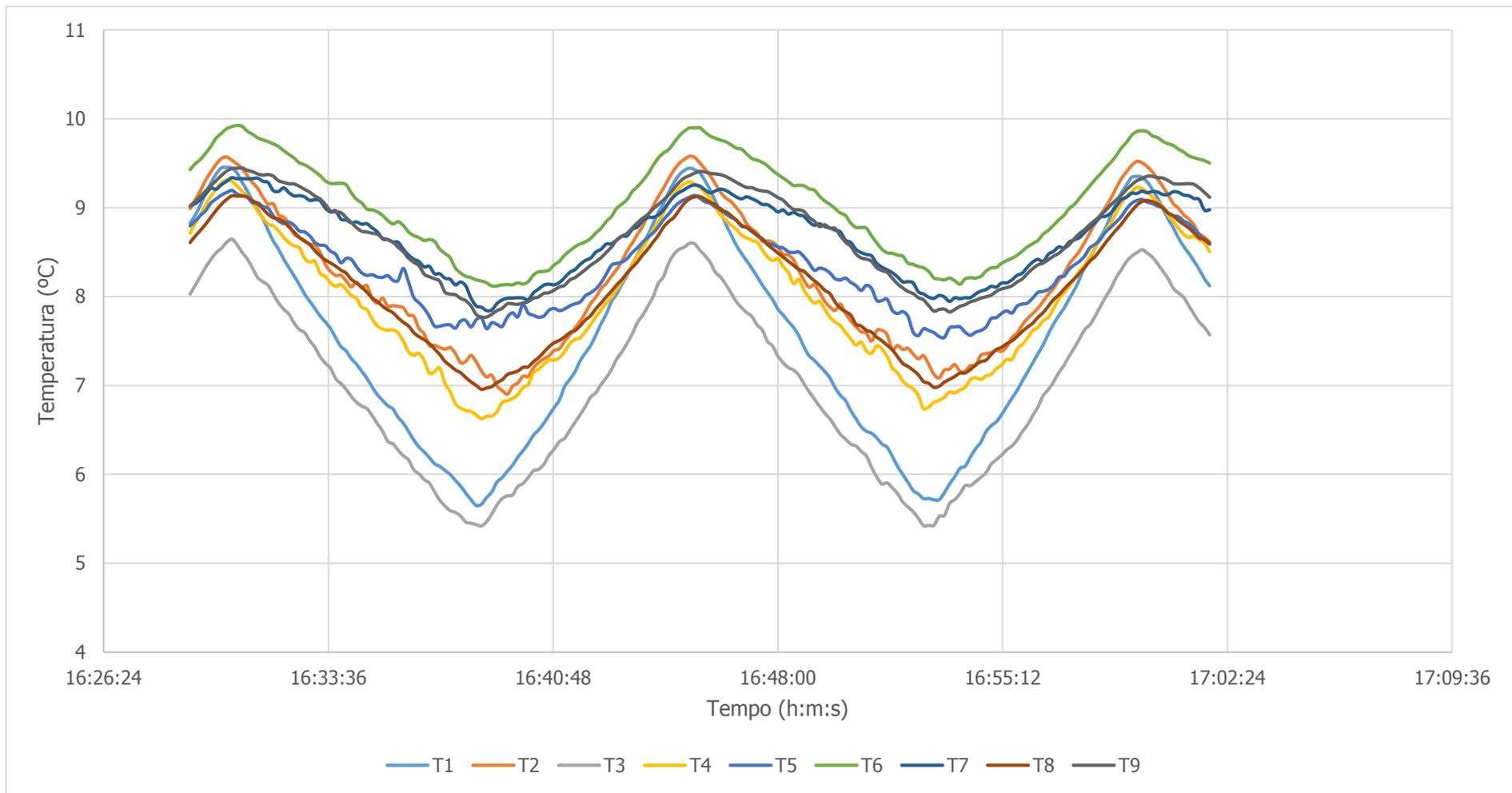


Figura 88 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 8 °C

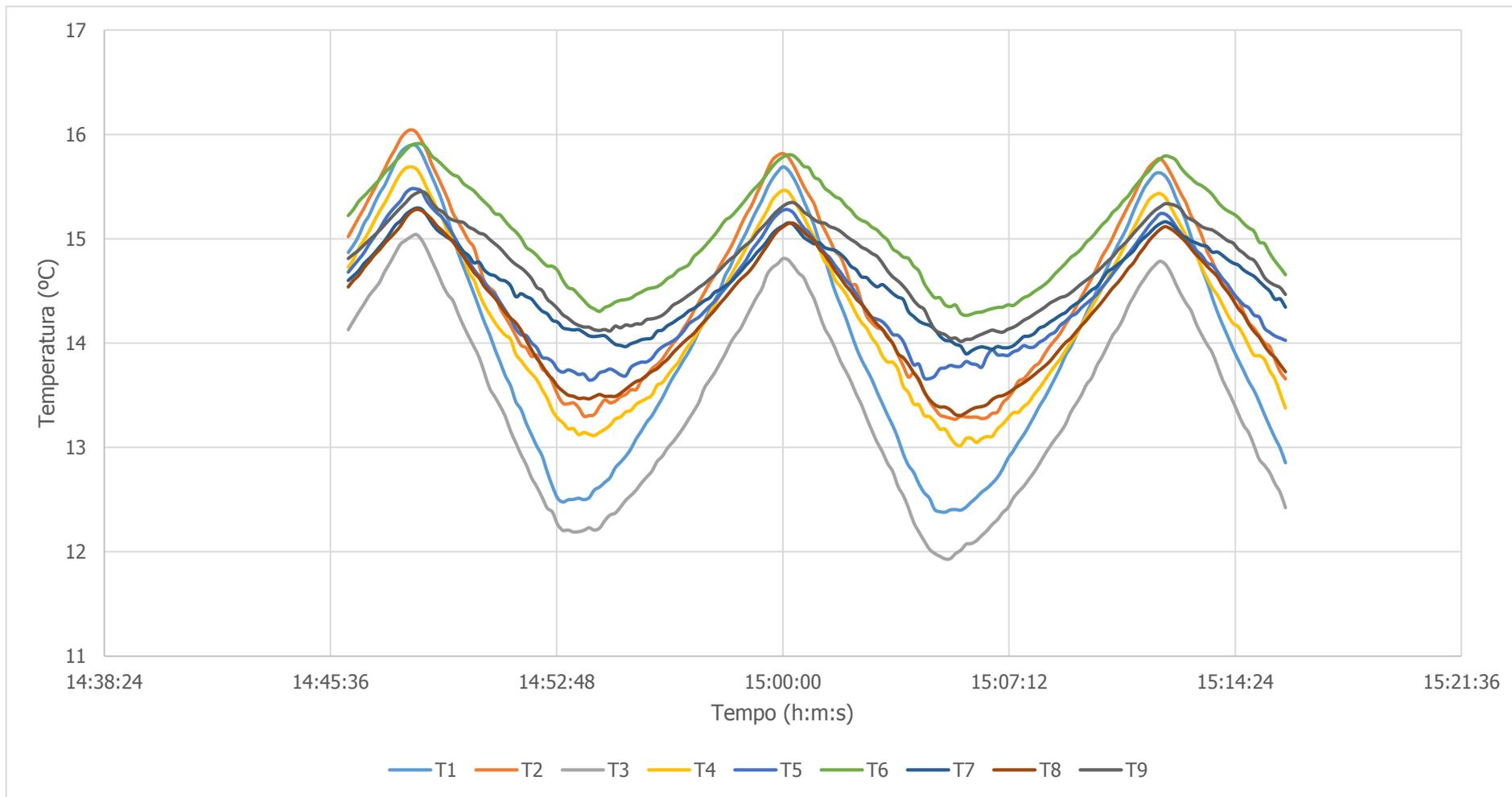


Figura 89 Frigorífico – perfil de temperaturas no patamar 14 °C

b) Estufa (Tabela 17)

Gama de trabalho: 4 a 250 °C

Patamares ensaiados: 4, 25, 72 e 140 °C

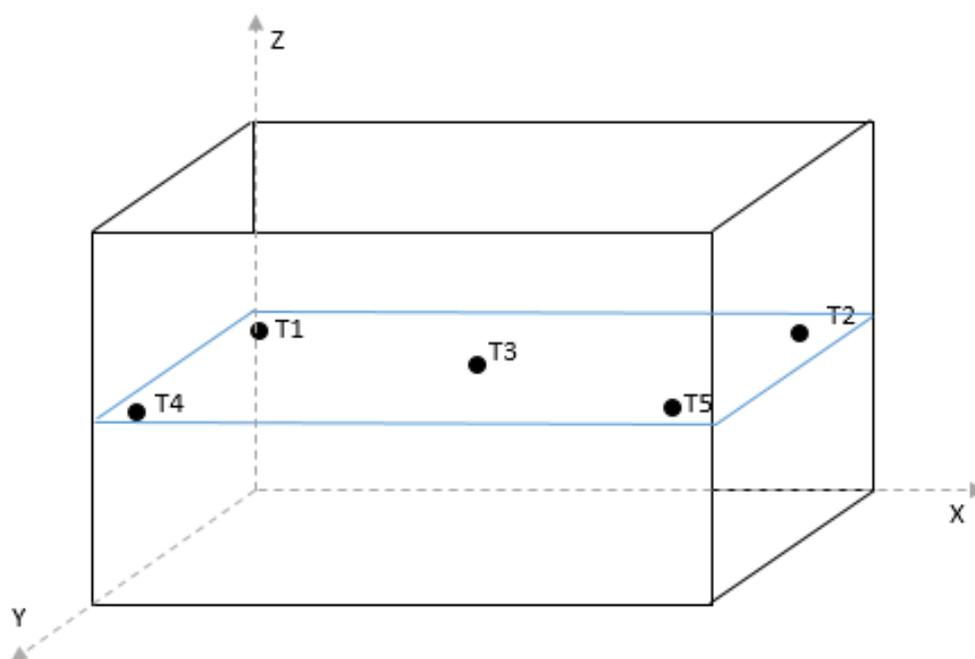


Figura 90 Mapeamento da estufa MCM

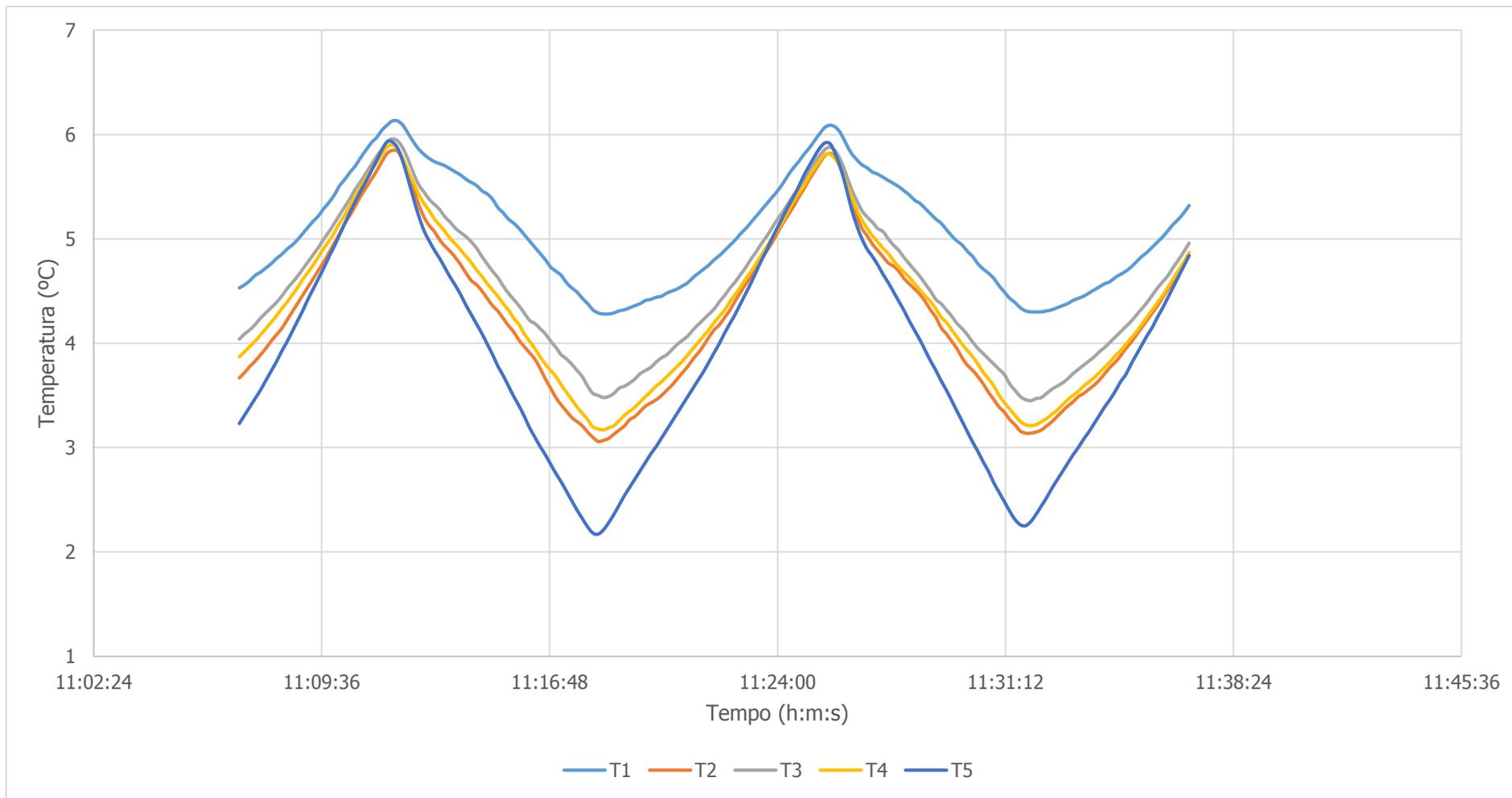


Figura 91 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 4 °C

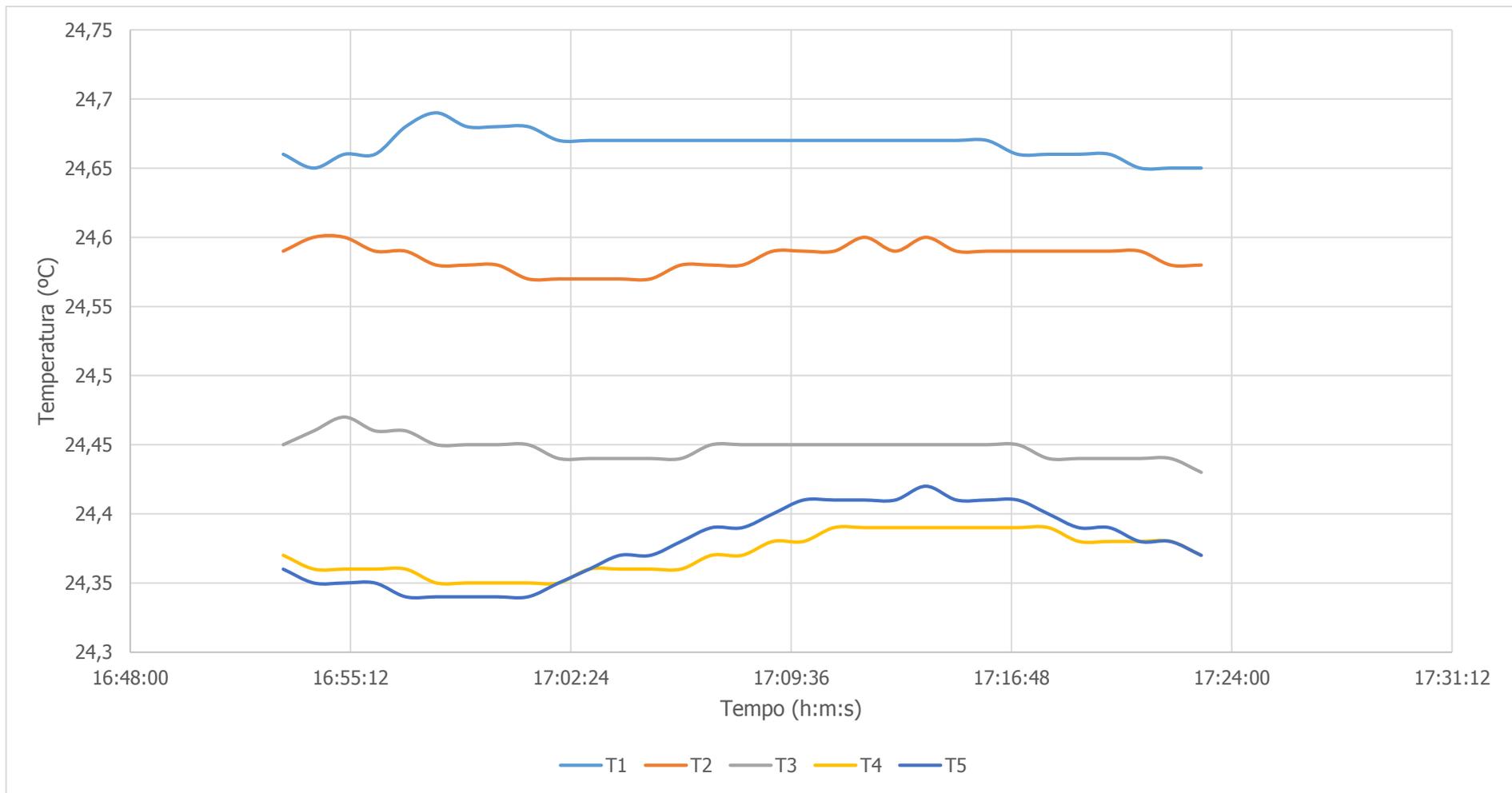


Figura 92 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 25 °C

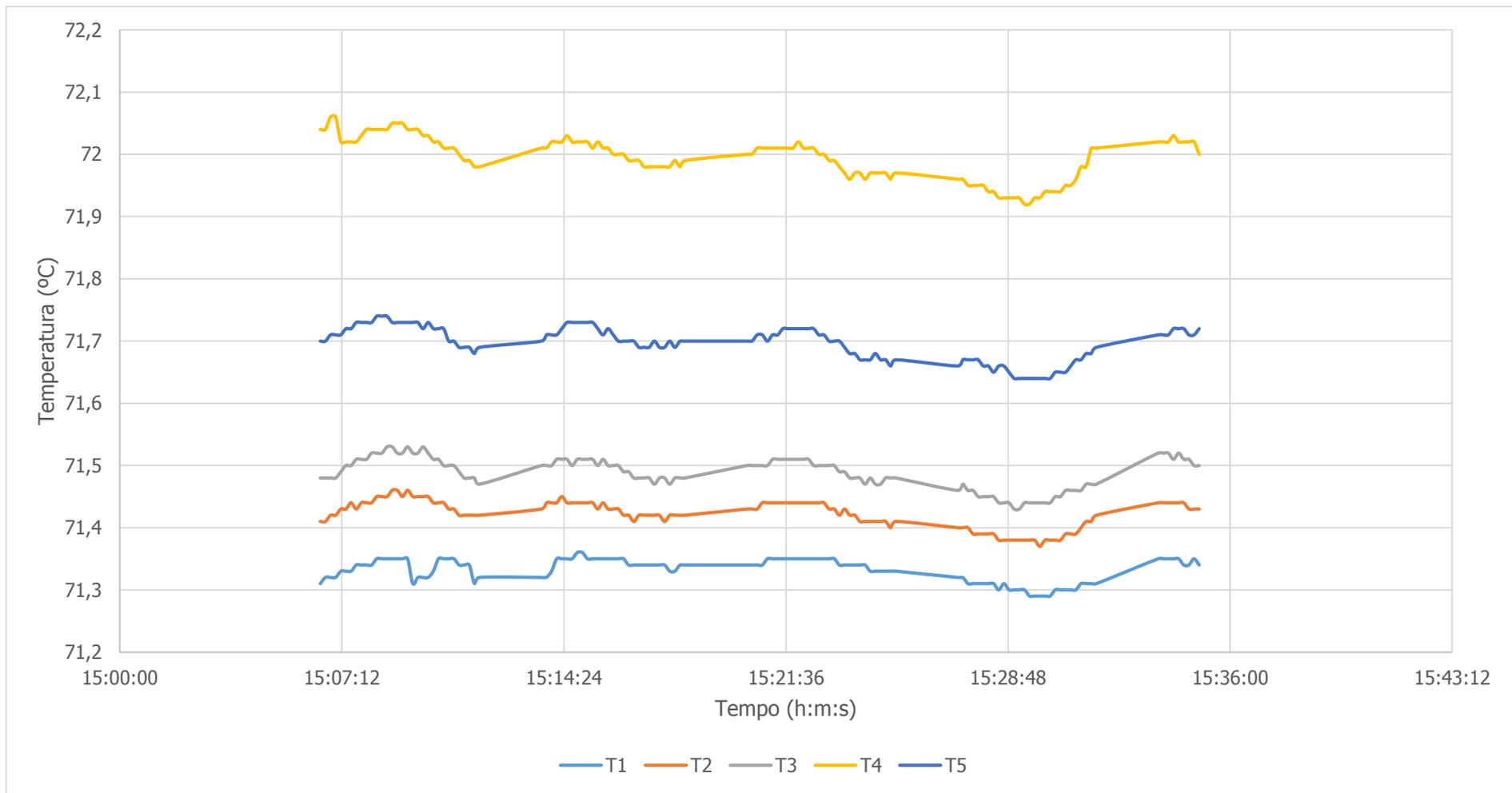


Figura 93 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 72 °C

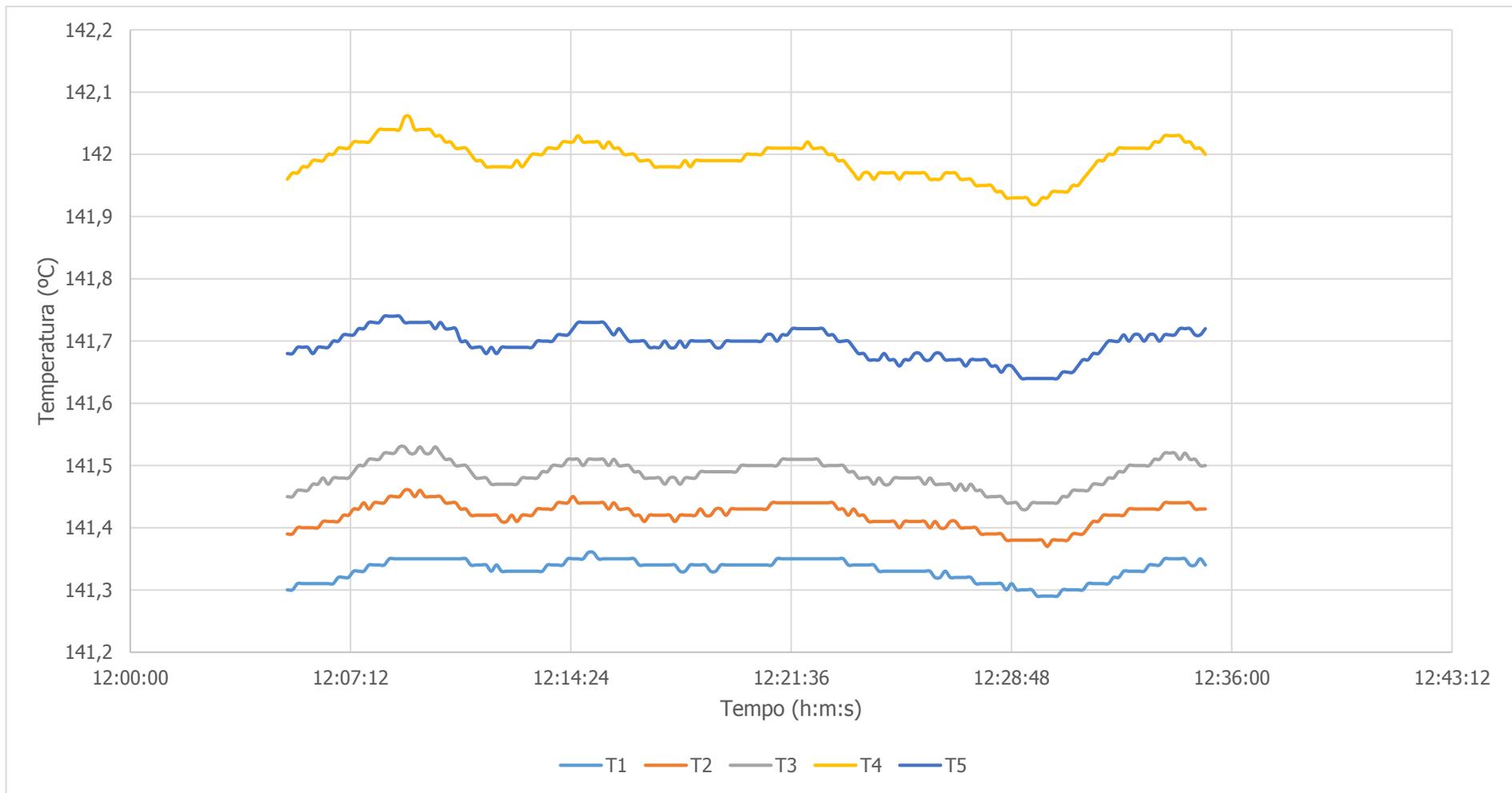


Figura 94 Estufa – perfil de temperaturas no patamar 140 °C

c) Incubadora (Tabela 18)

Gama de trabalho: 5 a 80 °C

Patamares ensaiados: 4, 20, 25 e 37 °C

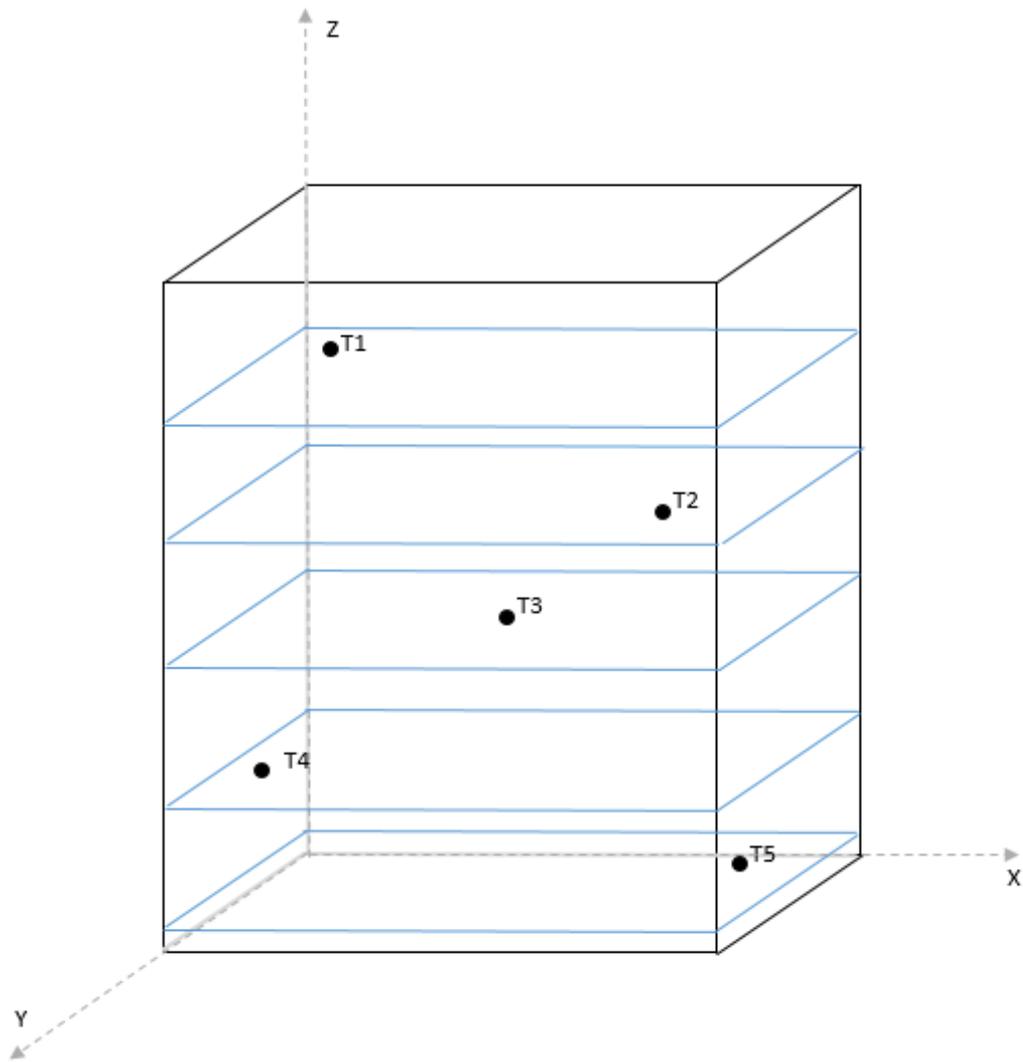


Figura 95 Mapeamento da incubadora MCM

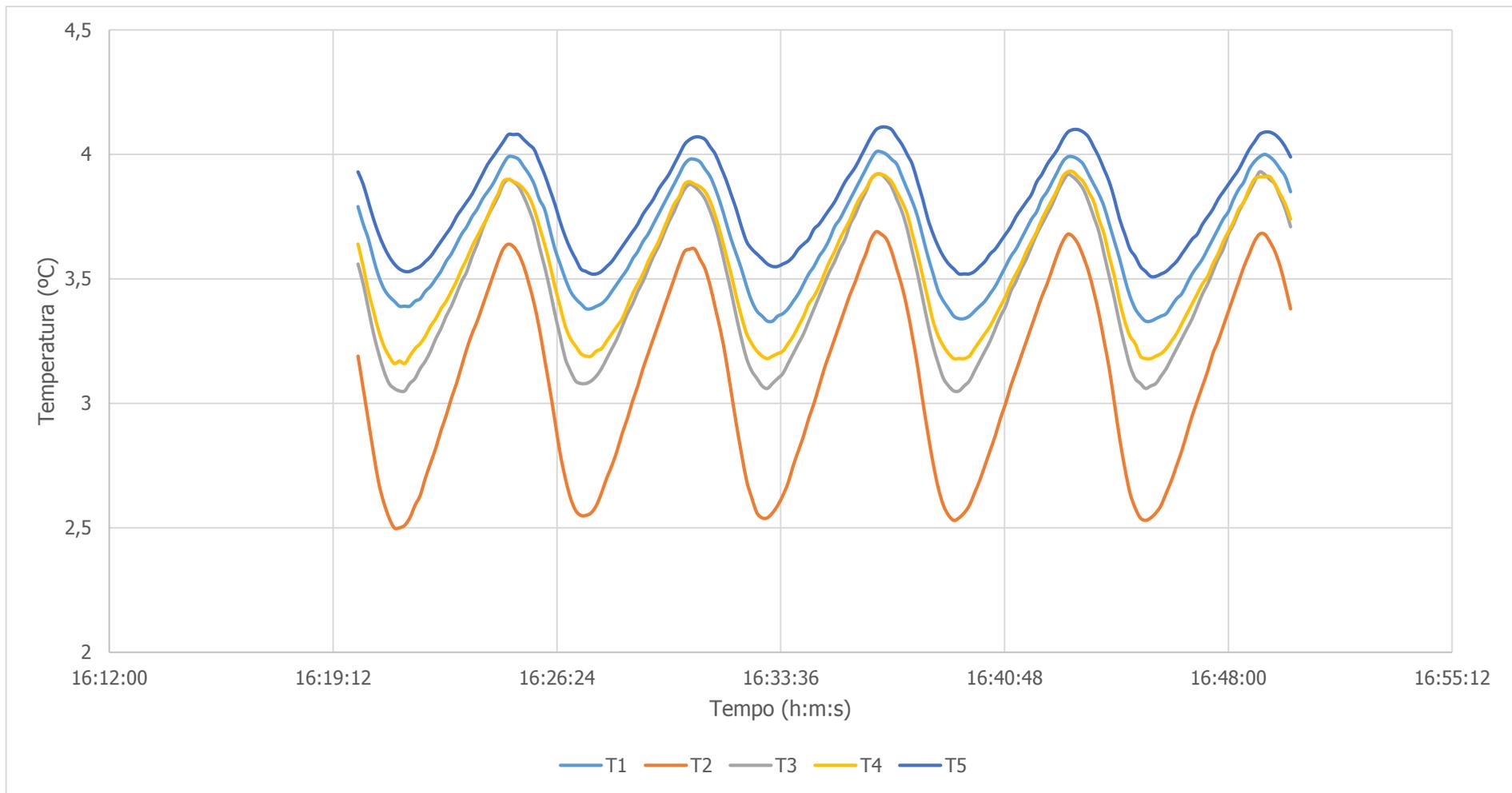


Figura 96 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 4 °C

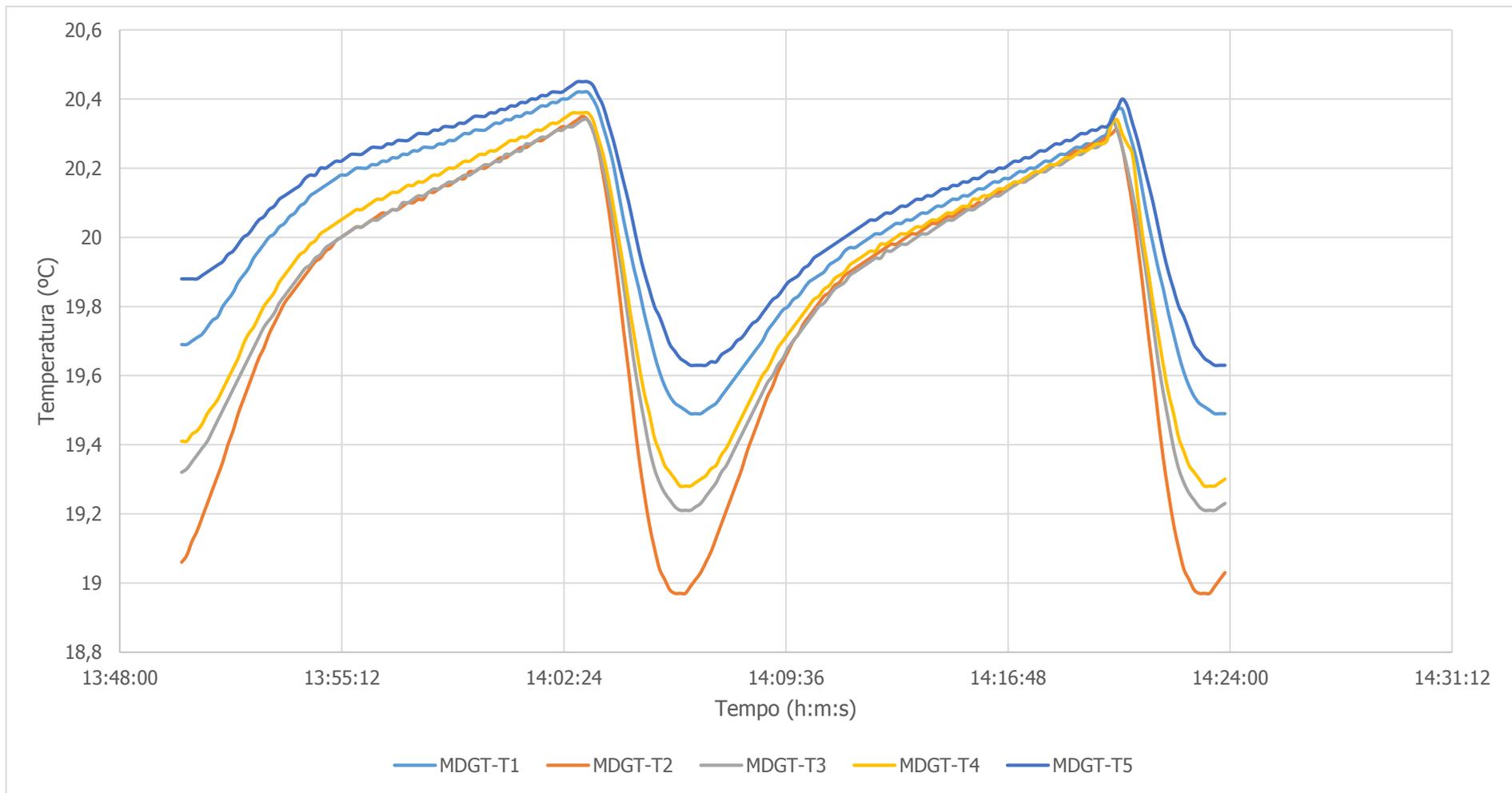


Figura 97 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 20 ° C

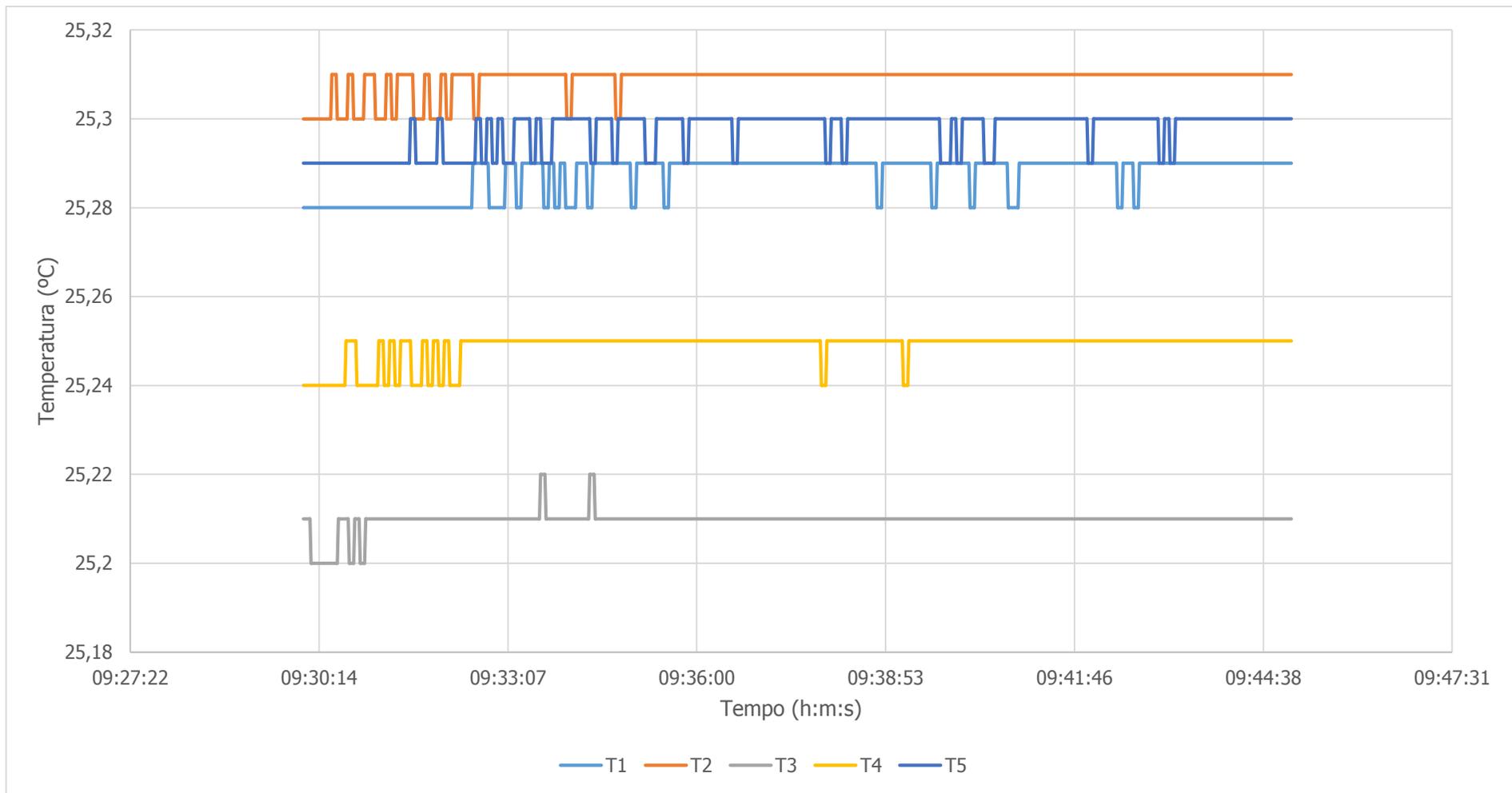


Figura 98 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 25 °C

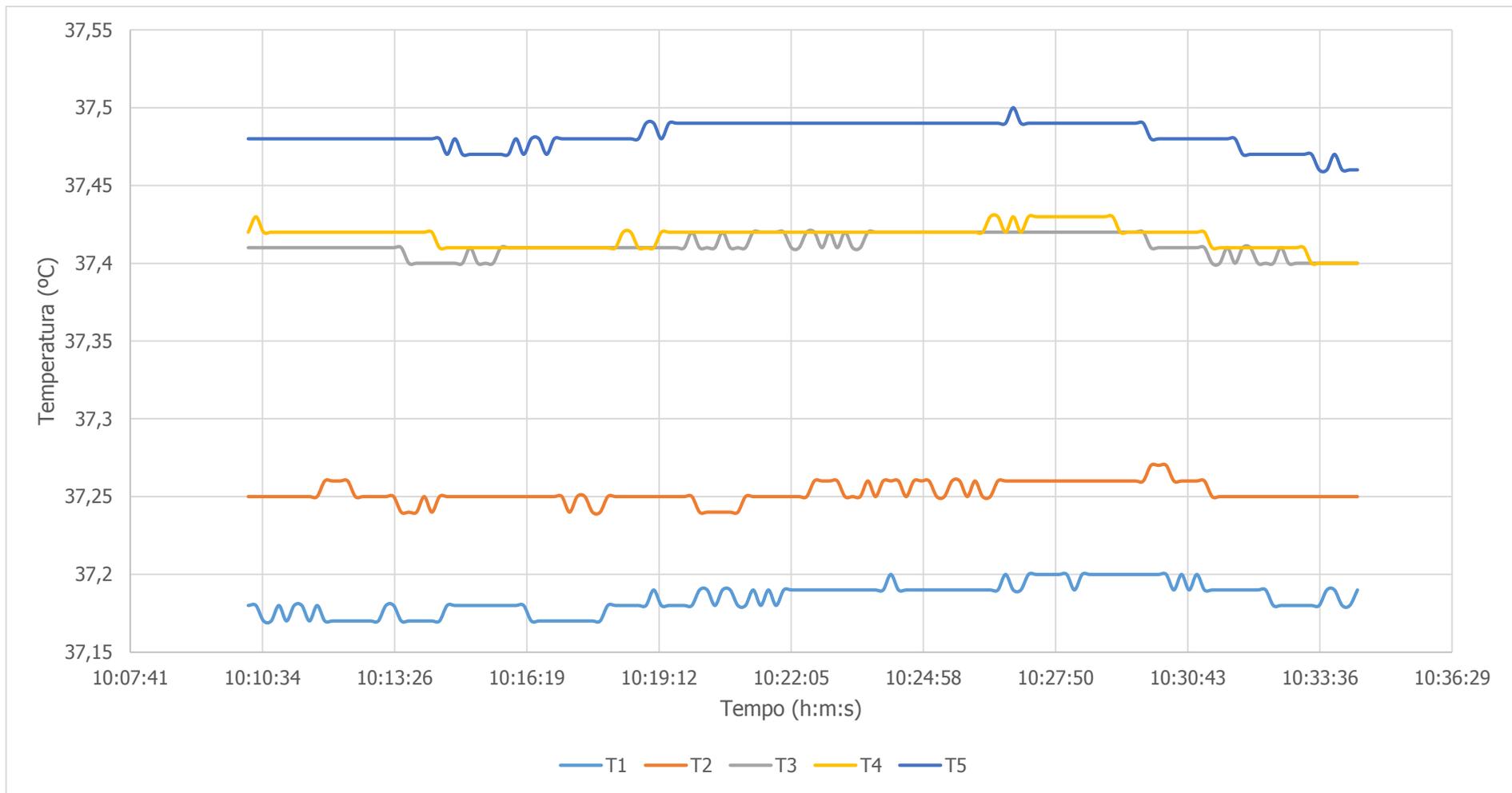


Figura 99 Incubadora – perfil de temperaturas no patamar 37 °C

d) Incubadora de CO₂ (Tabela 19)

Gama de trabalho: 5 a 200 °C

Patamares ensaiados: 37 °C

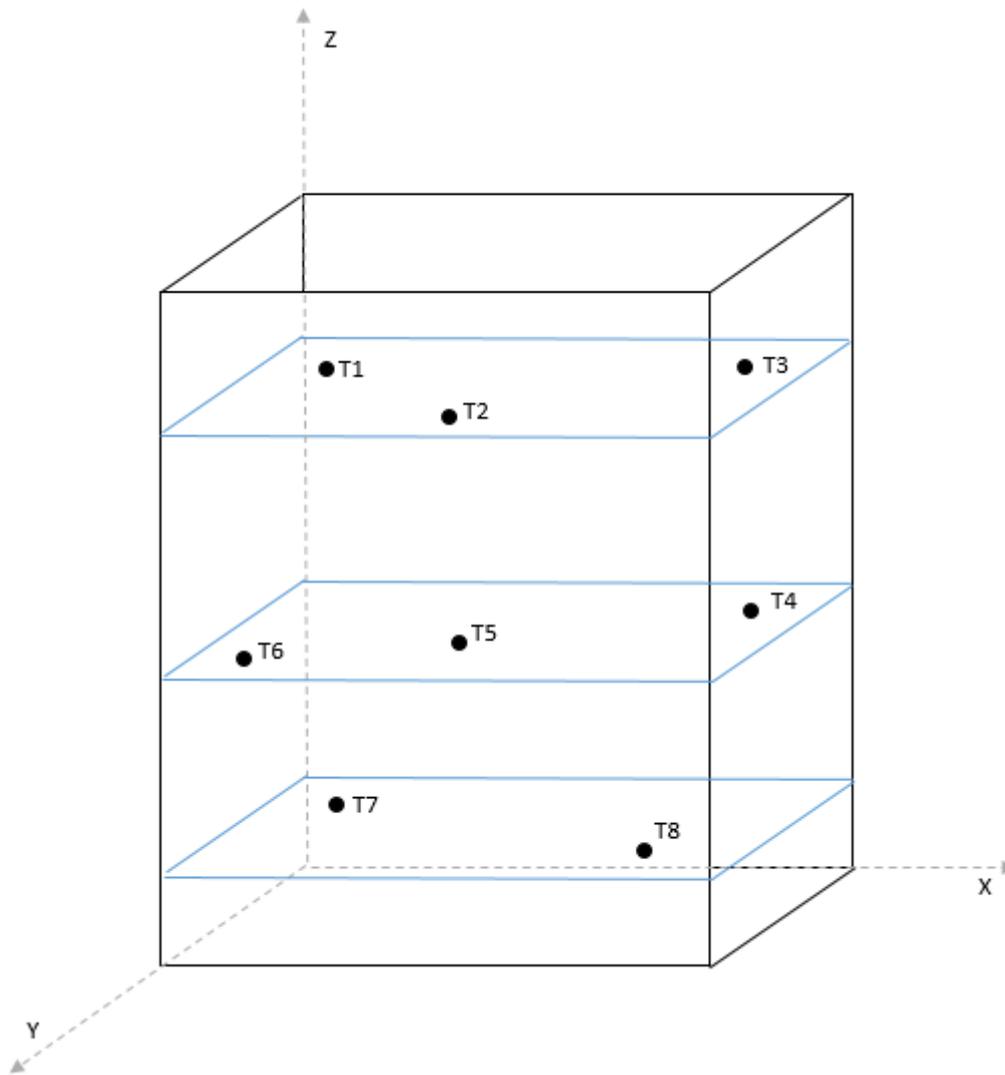


Figura 100 Mapeamento da incubadora de CO₂ MCM

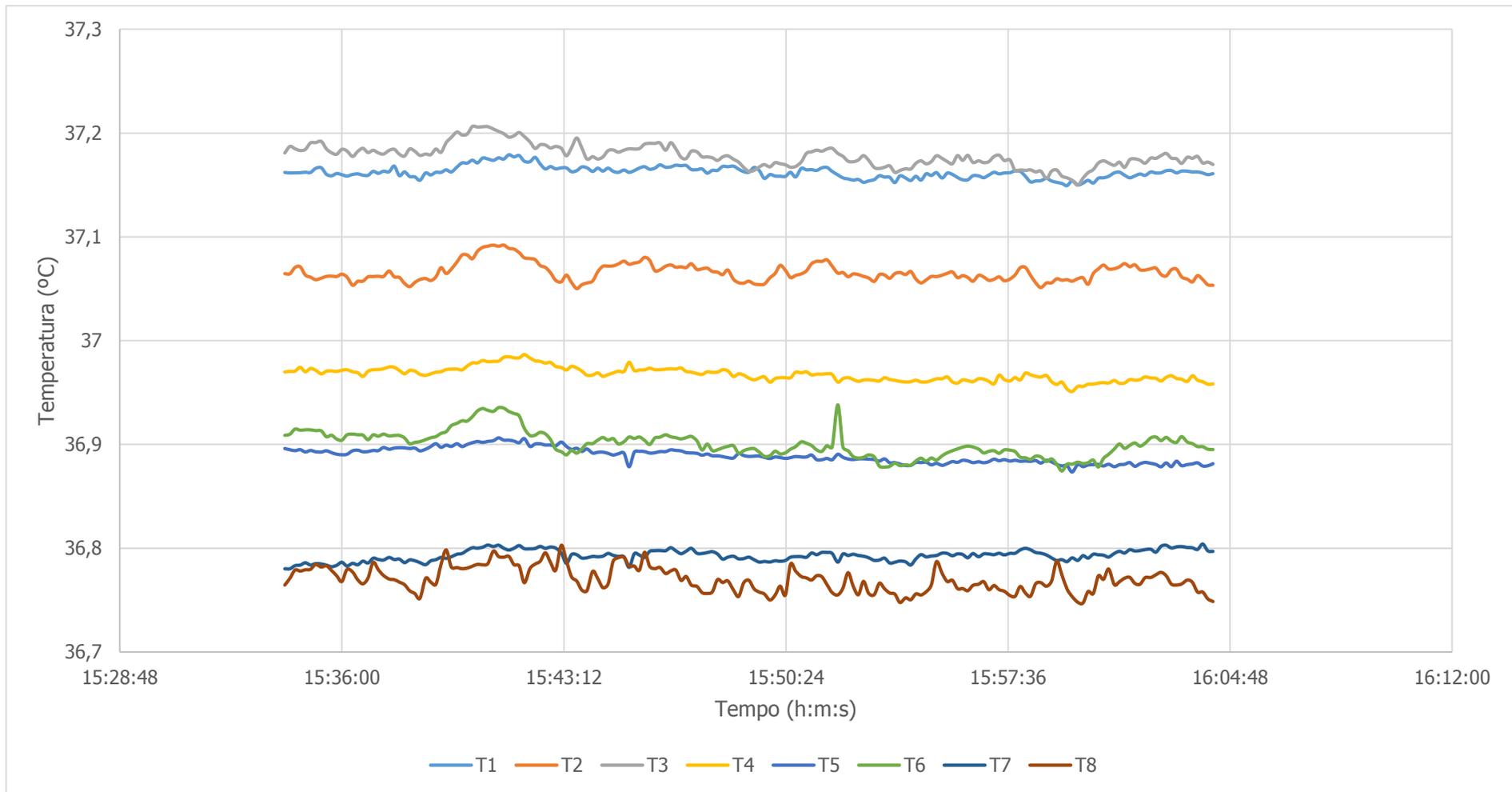


Figura 101 Incubadora CO₂ – perfil de temperaturas no patamar 37 °C

e) Autoclave (Tabela 20)

Gama de trabalho: 50 a 135 °C

Patamares ensaiados: 50, 115, 121, 125, 134 e 135 °C

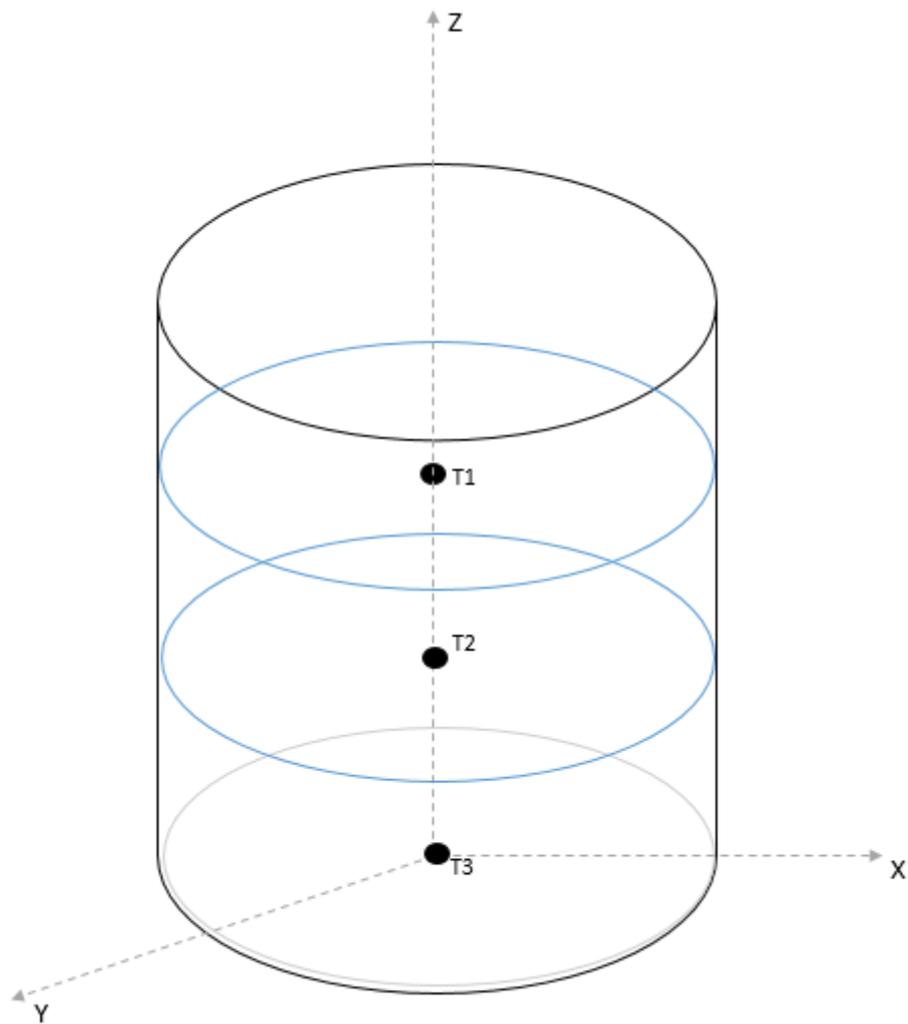


Figura 102 Mapeamento da autoclave MCM

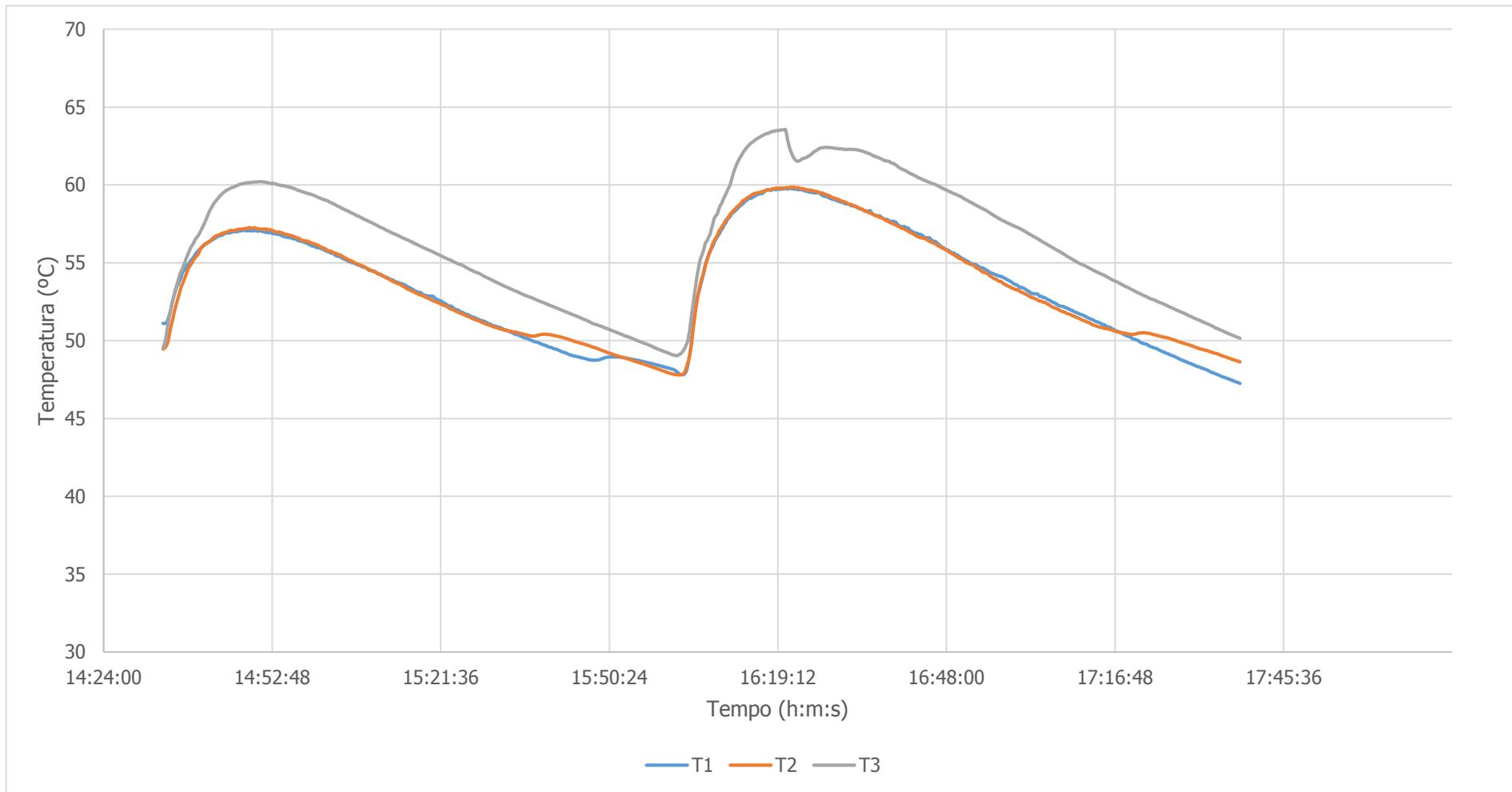


Figura 103 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 50 °C

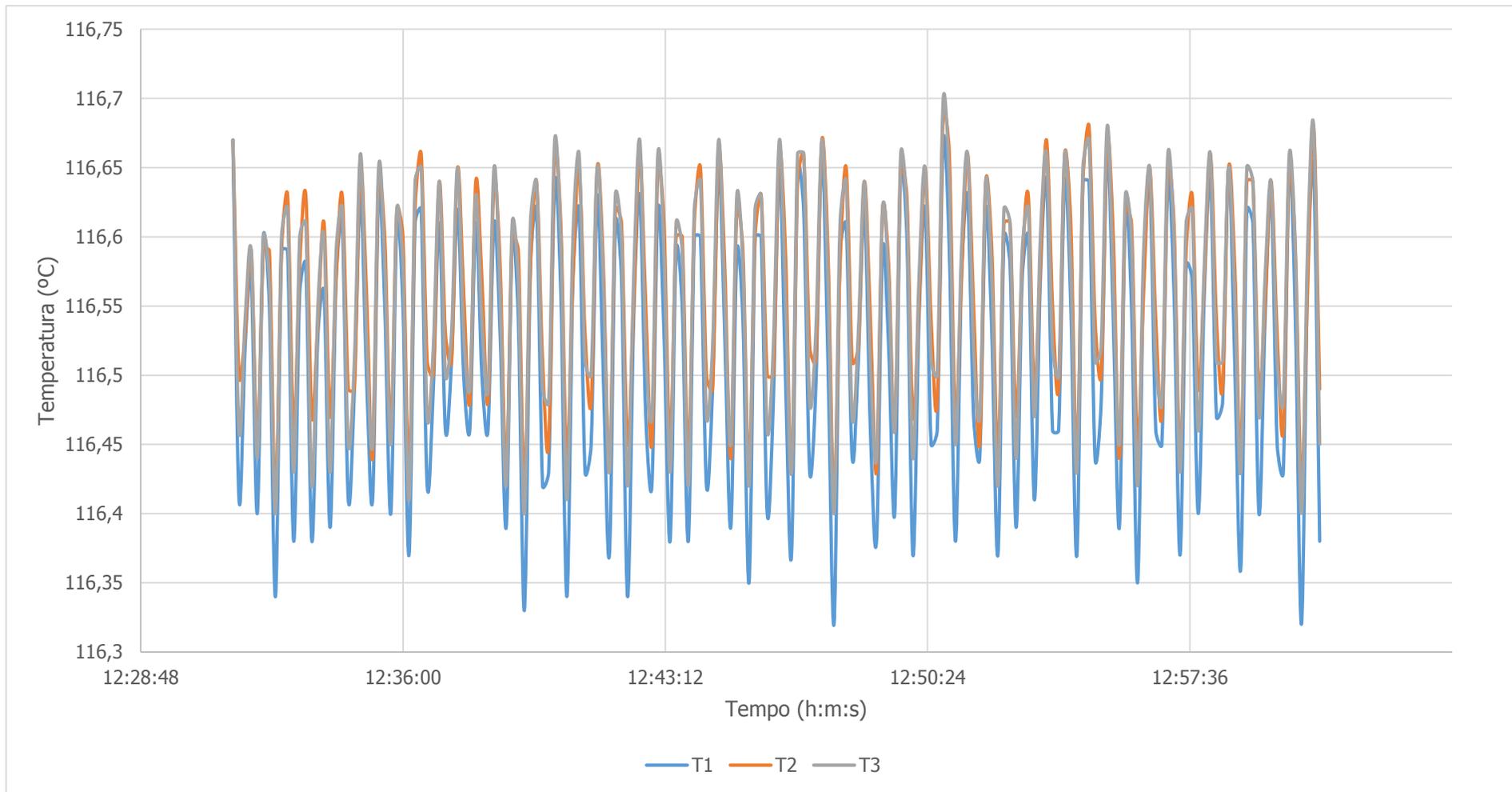


Figura 104 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 115 °C

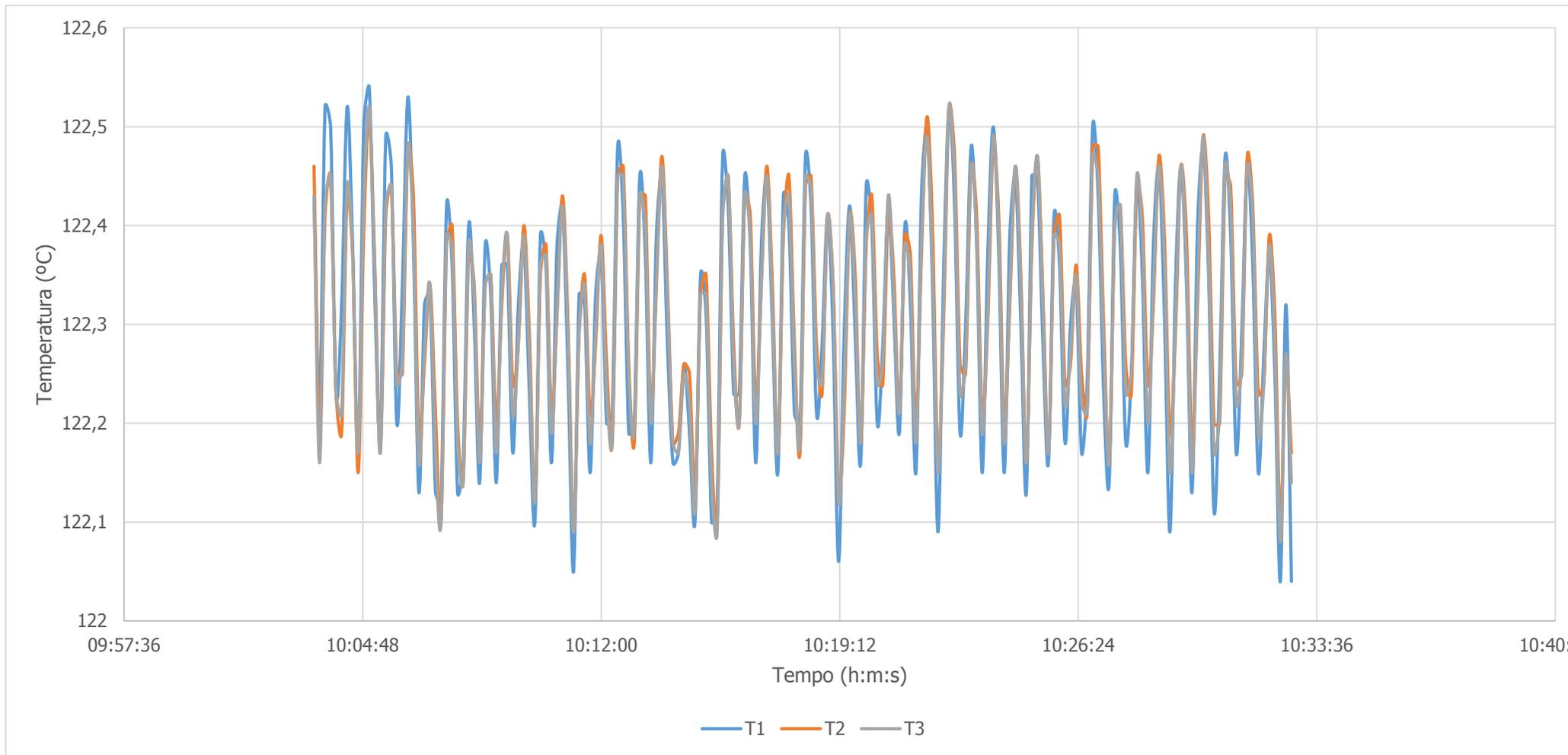


Figura 105 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 121 °C

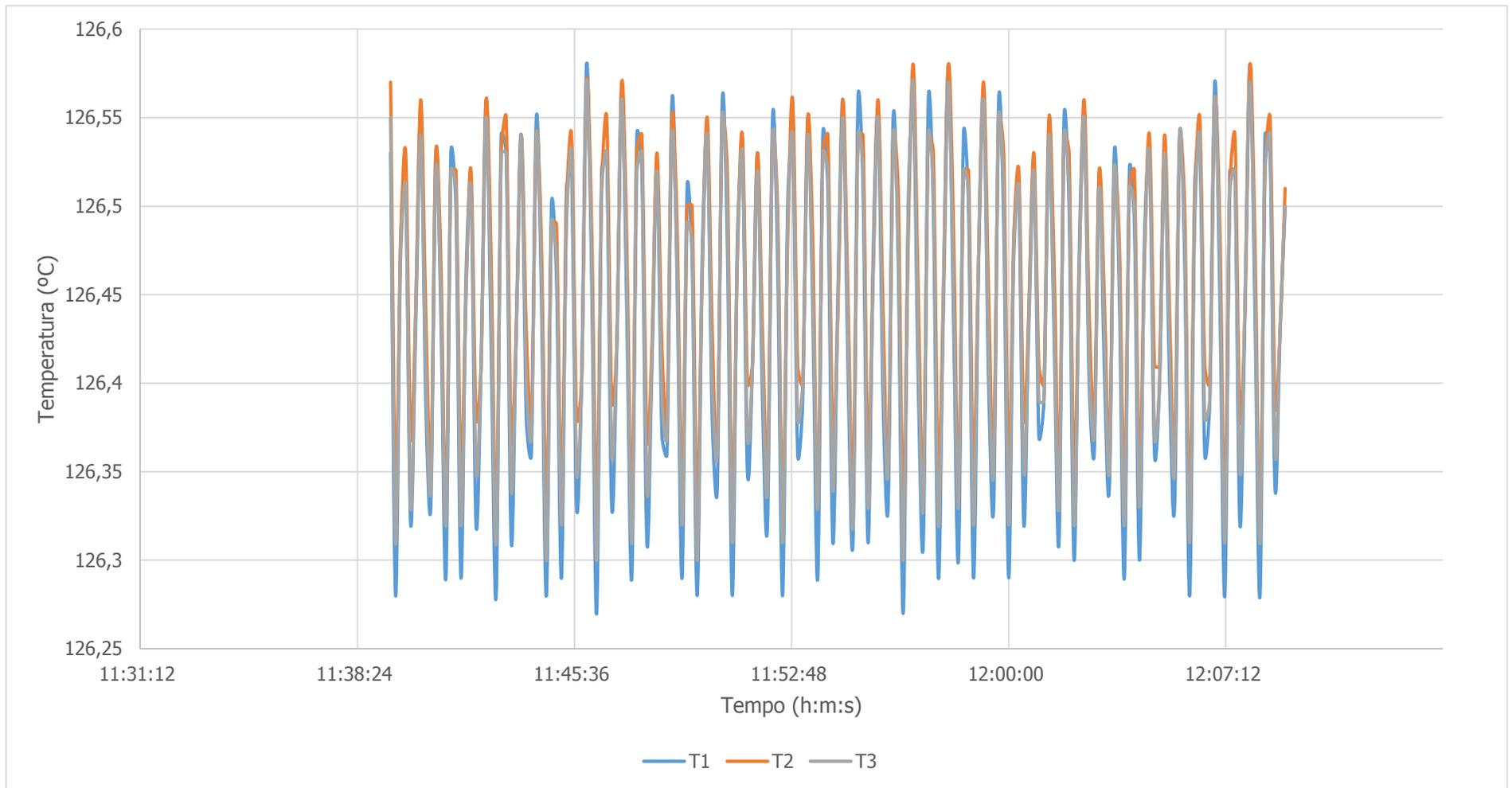


Figura 106 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 125 °C

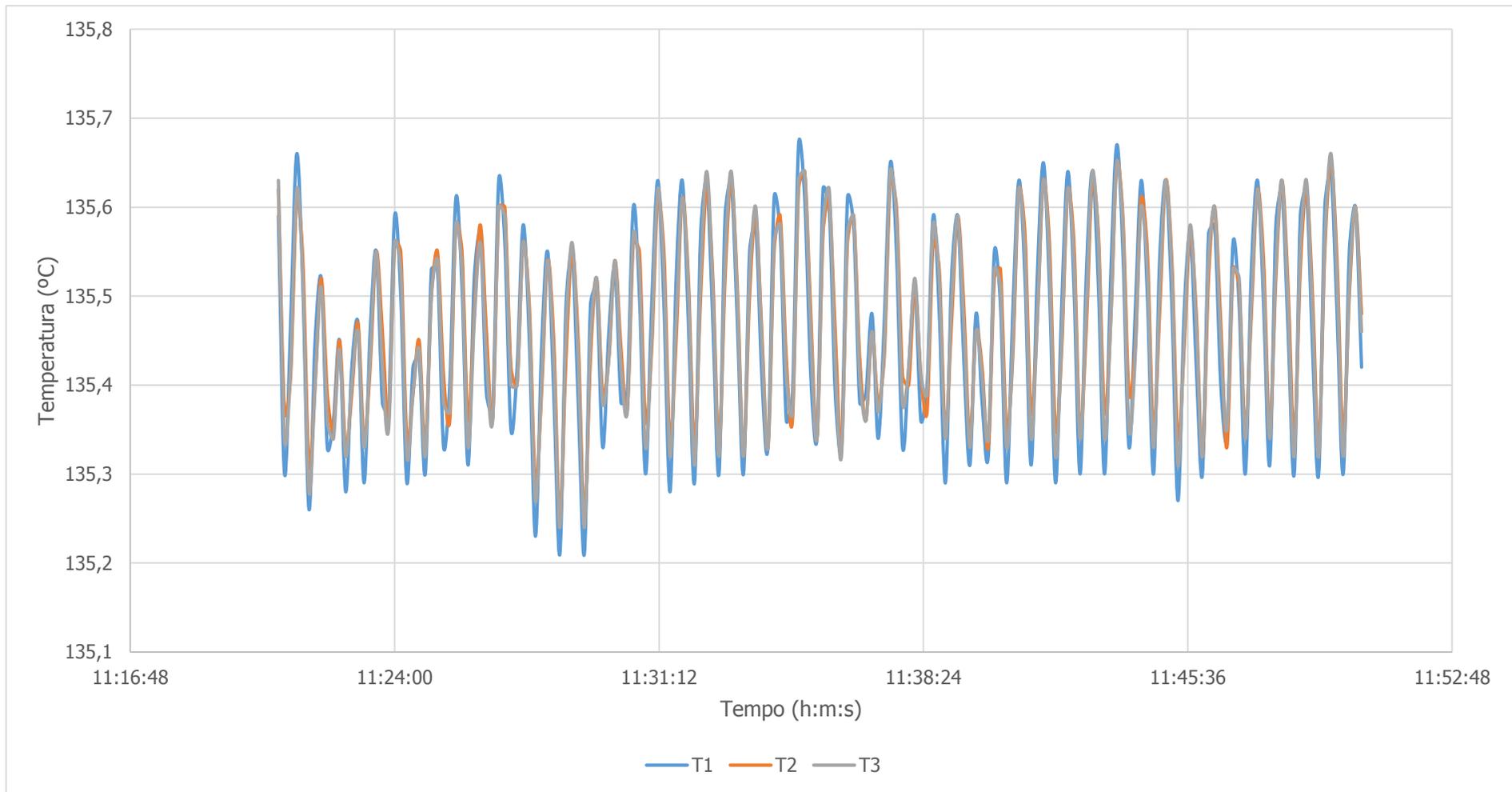


Figura 107 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 134 °C

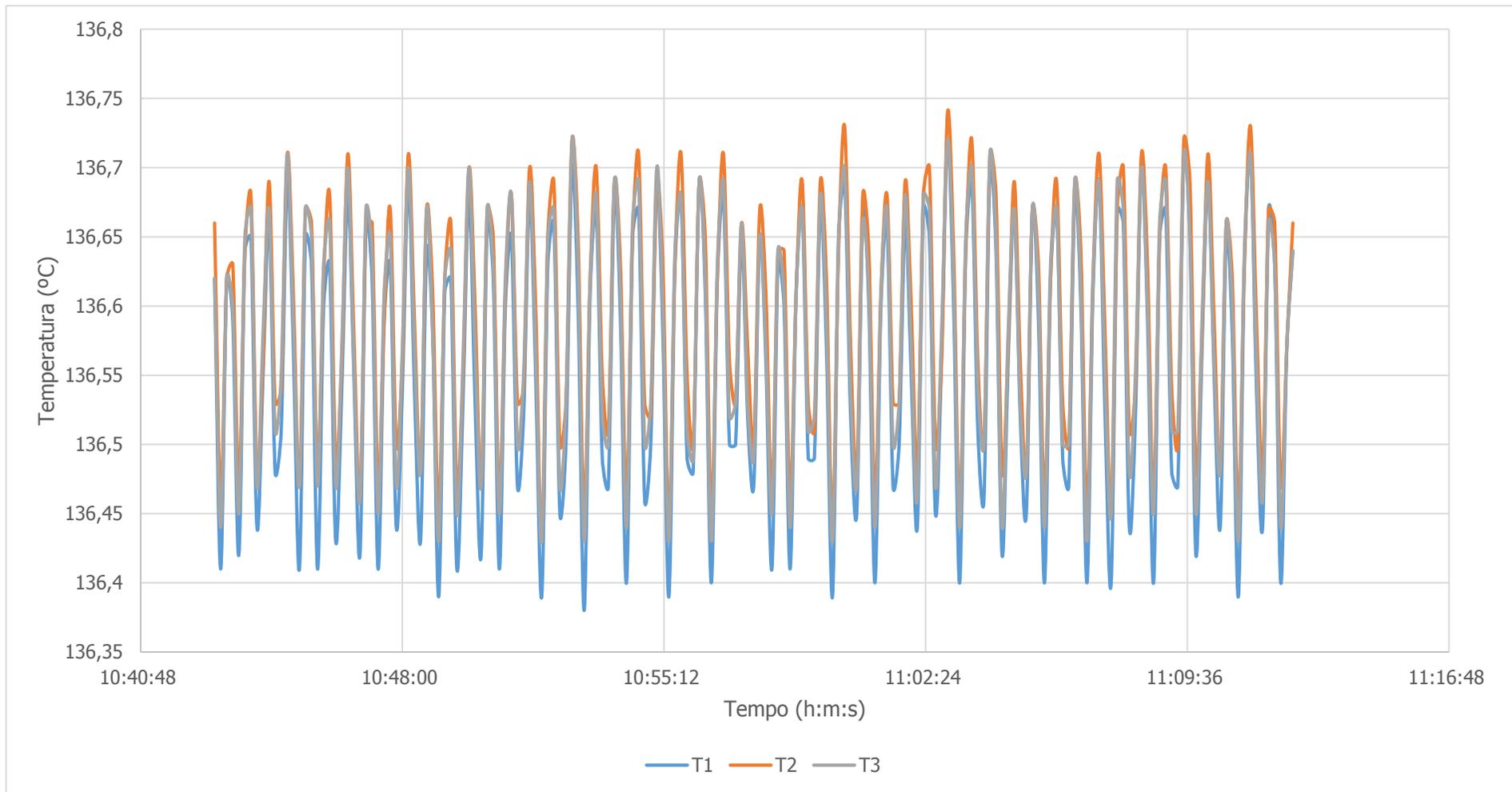


Figura 108 Autoclave – perfil de temperaturas no patamar 135 °C

f) Banho seco (Tabela 21)

Gama de trabalho: -95 a 140 °C

Patamares ensaiados: -95, 0, 23 e 140 °C

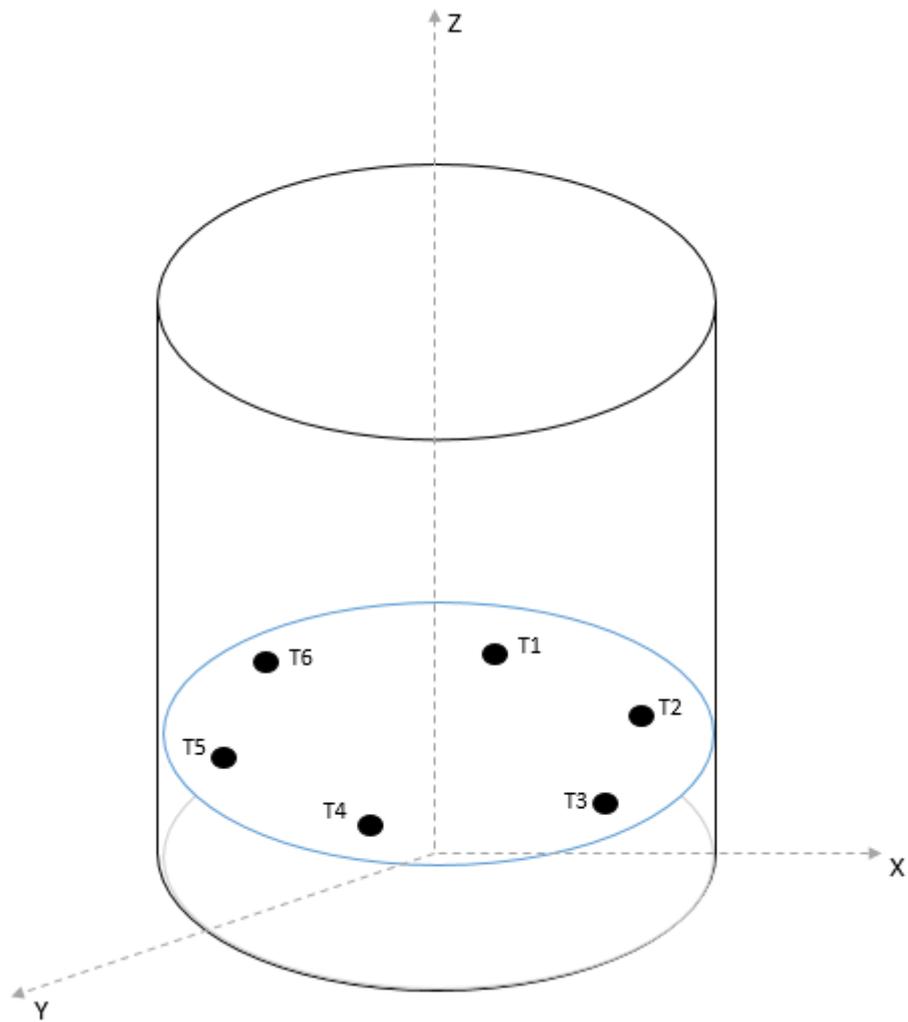


Figura 109 Mapeamento do banho seco MCM

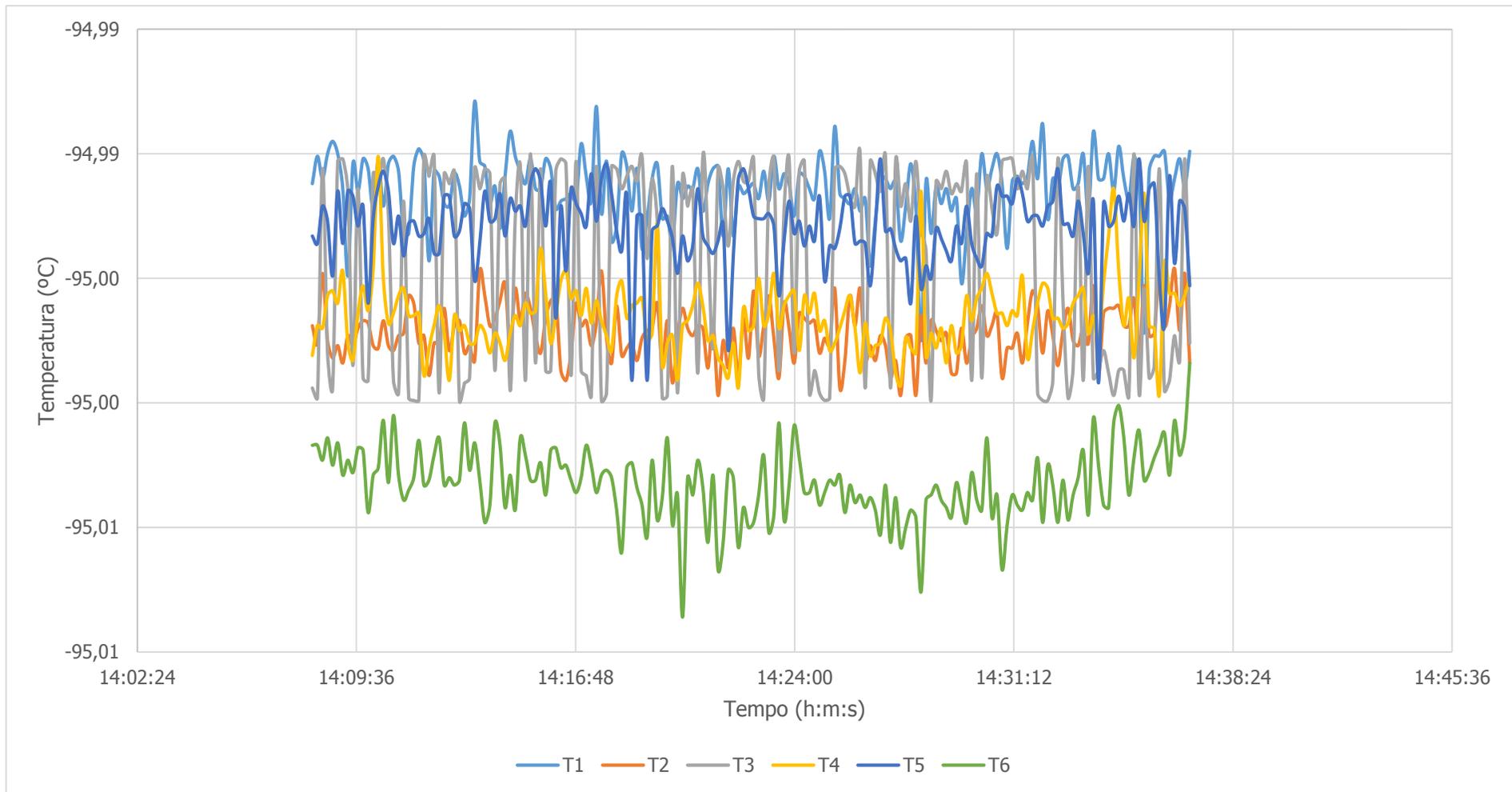


Figura 110 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar -95 °C

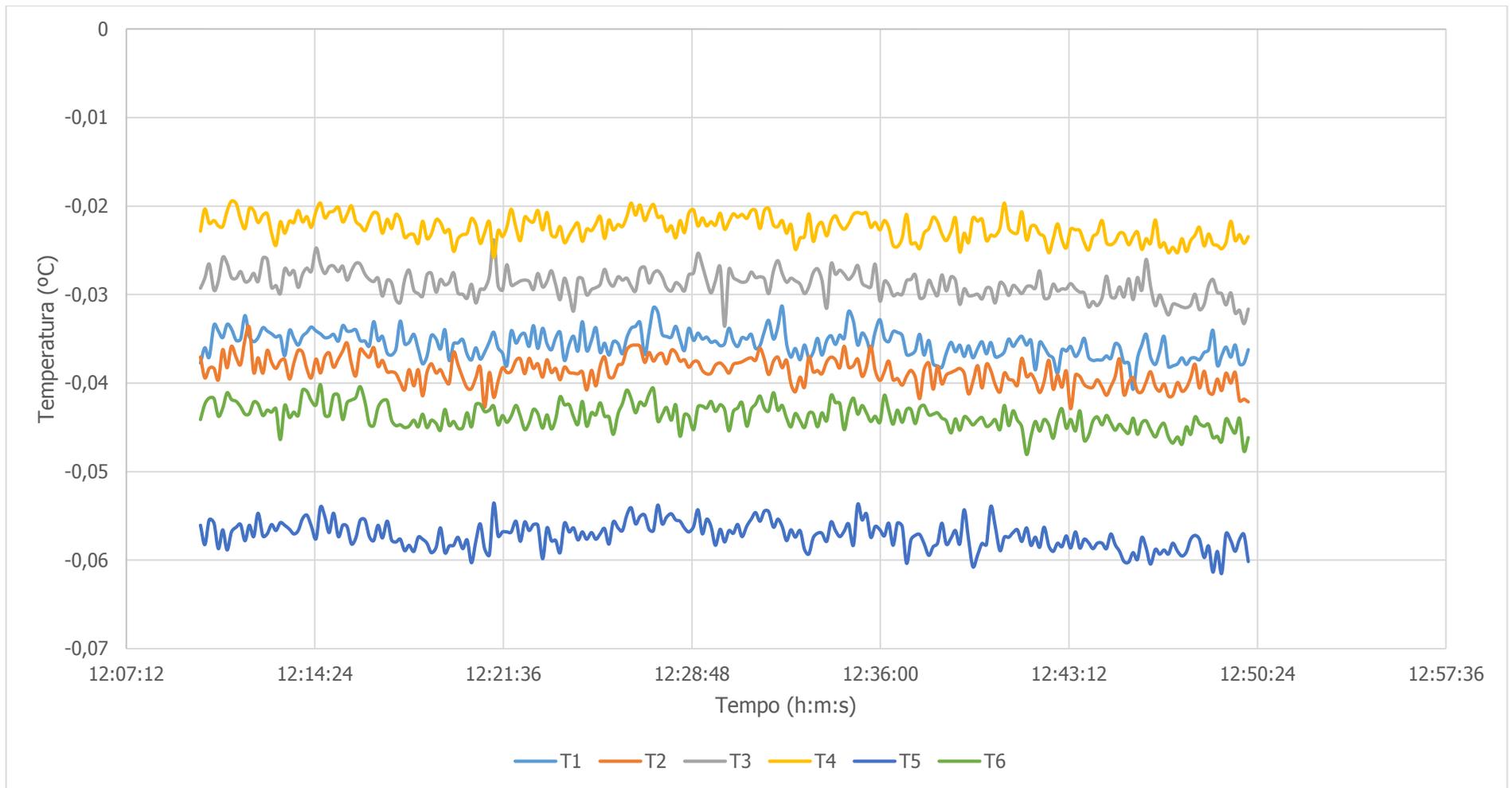


Figura 111 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 0 °C

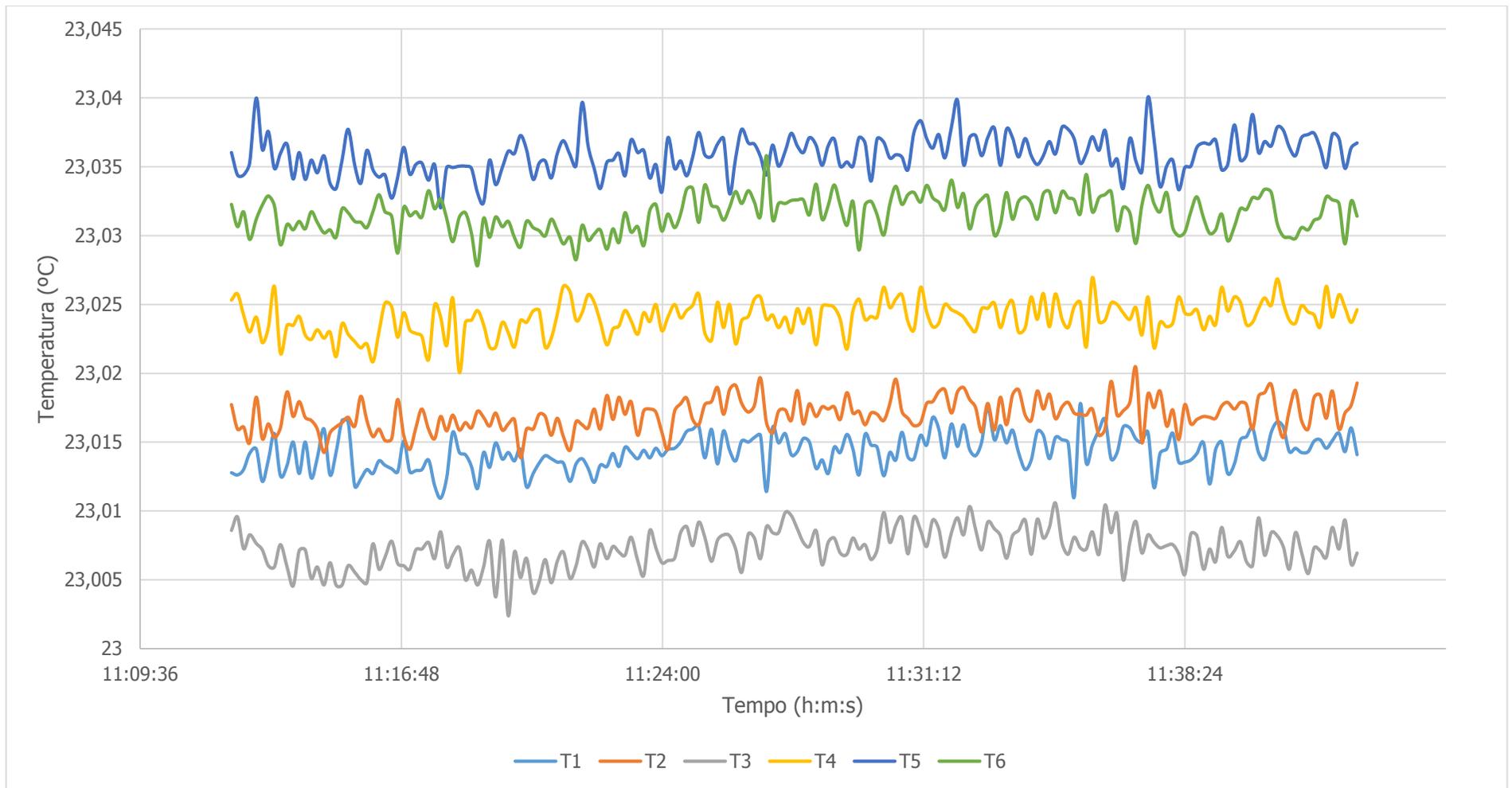


Figura 112 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 23 °C

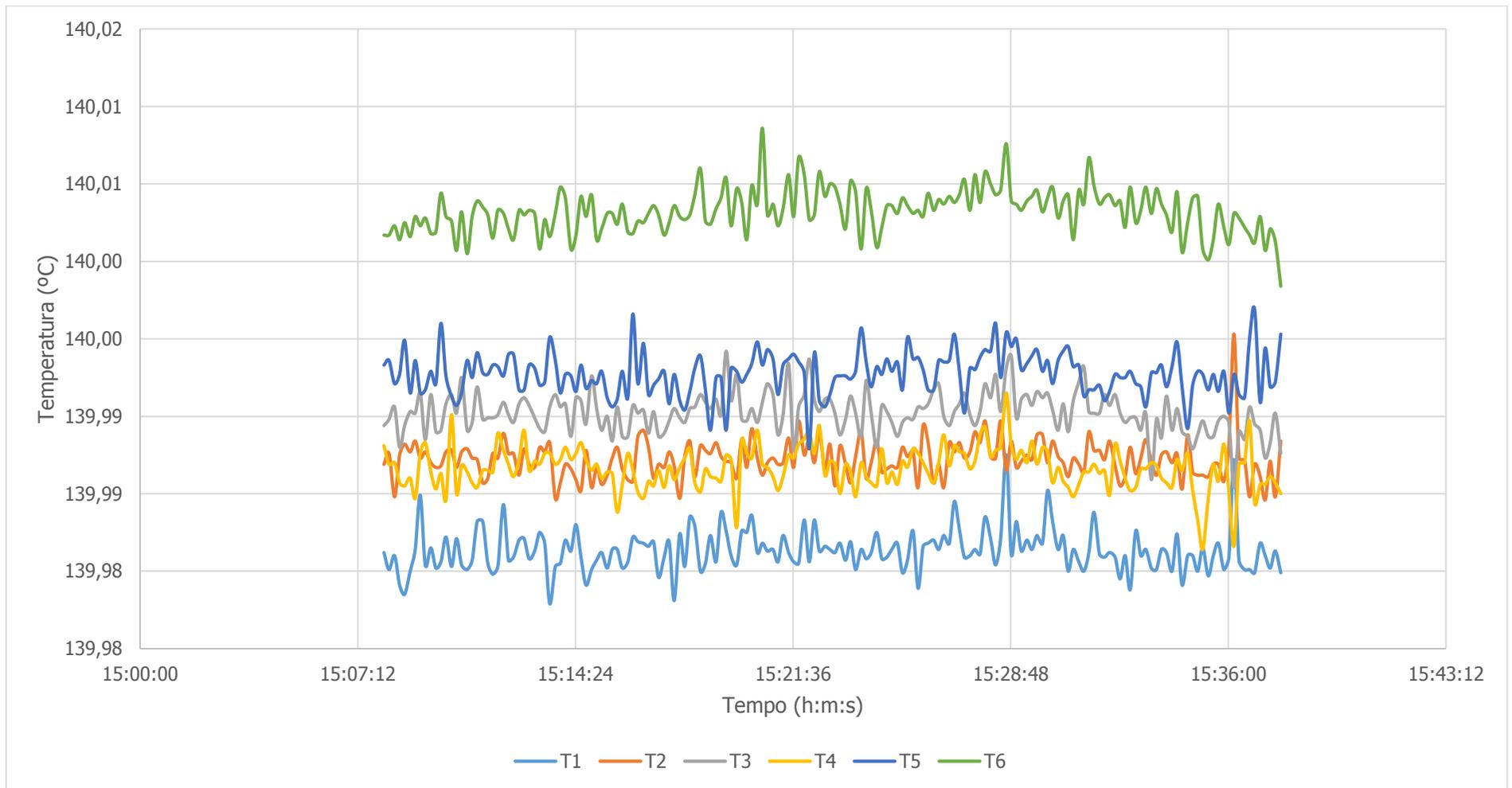


Figura 113 Banho seco – perfil de temperaturas no patamar 140 °C

g) Banho líquido (Tabela 22)

Gama de trabalho: 1 a 50 °C

Patamares ensaiados: 1, 25, 44 e 50 °C

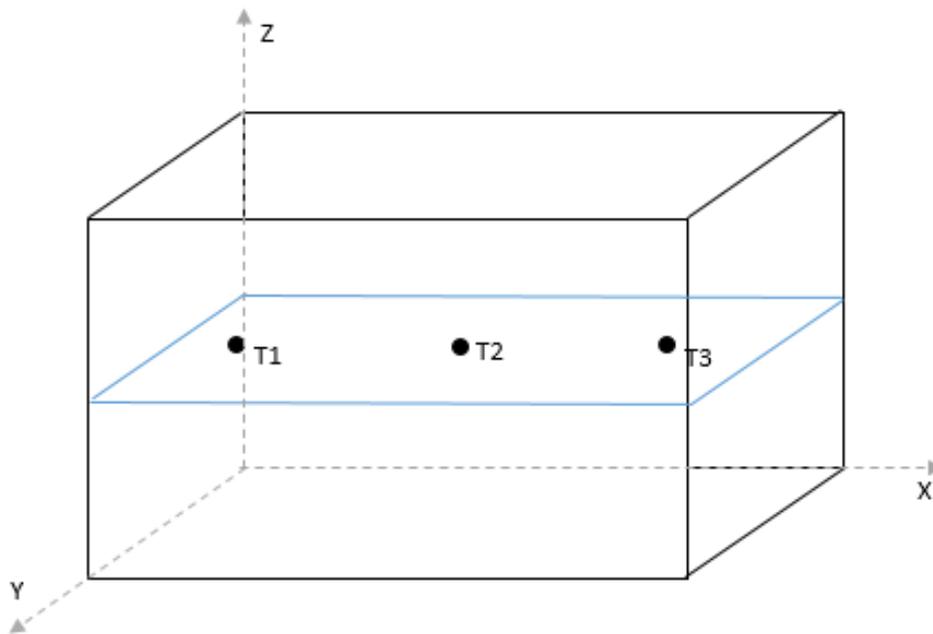


Figura 114 Mapeamento do banho líquido MCM

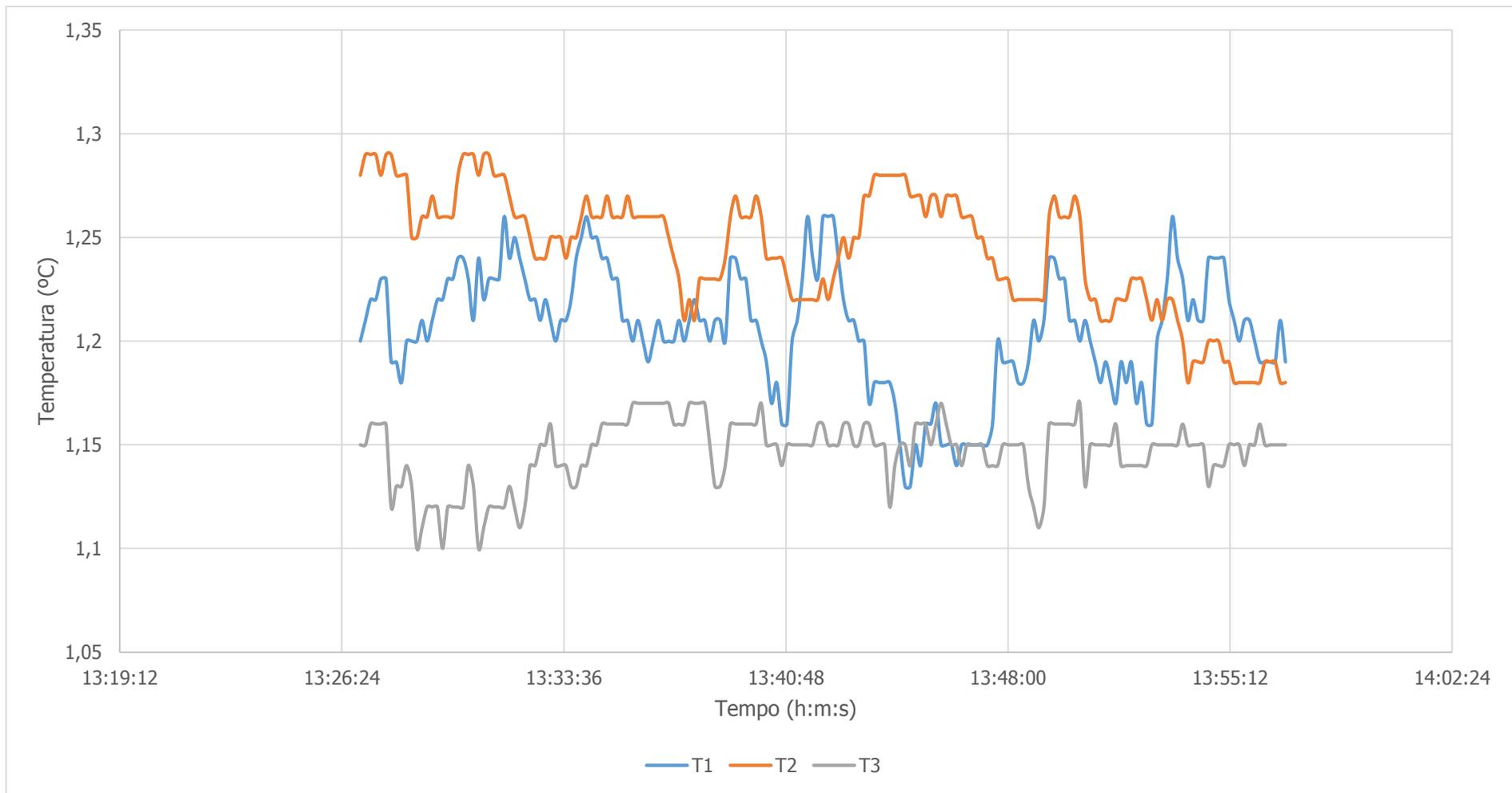


Figura 115 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 1 °C

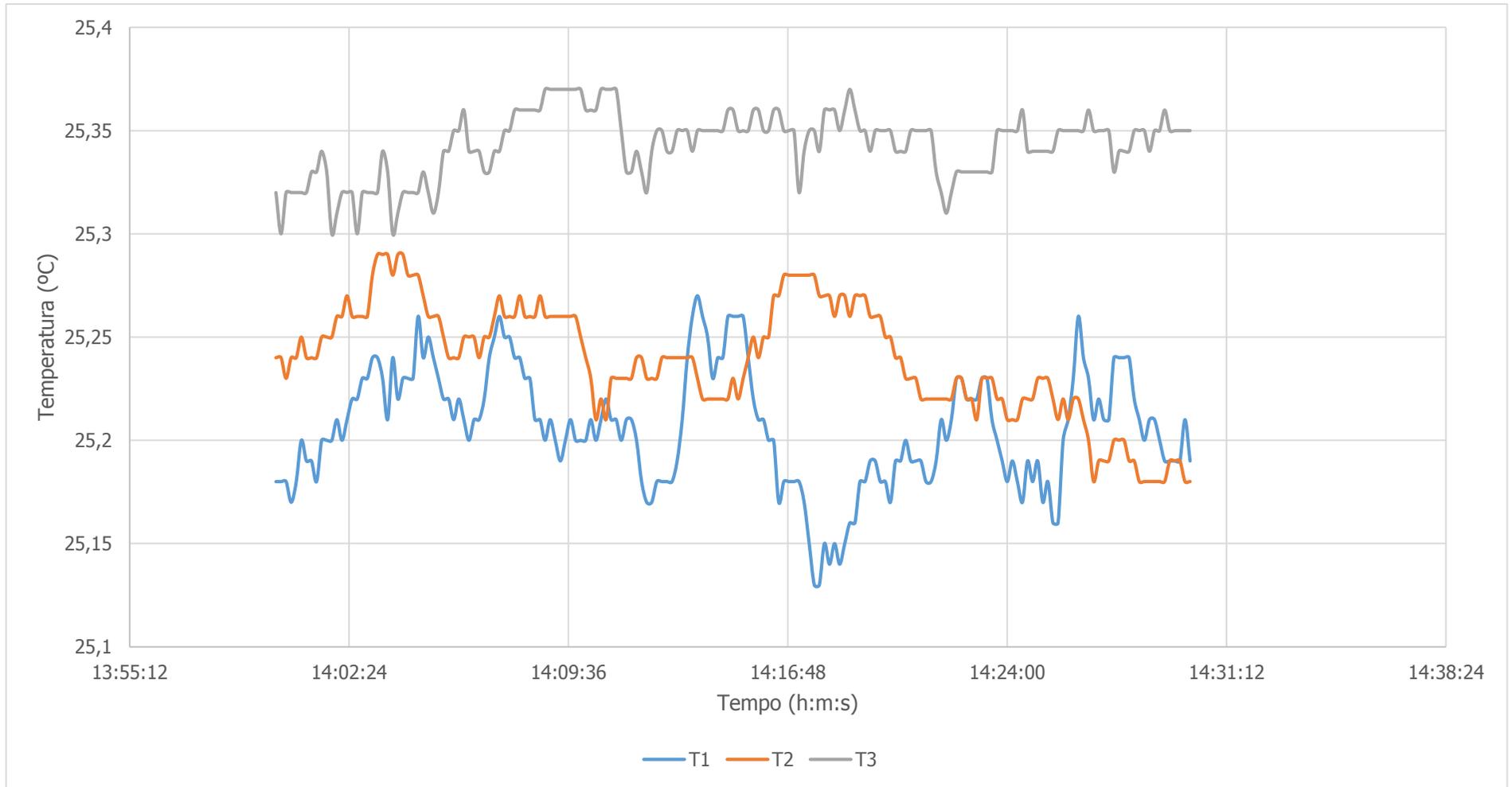


Figura 116 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 25 °C

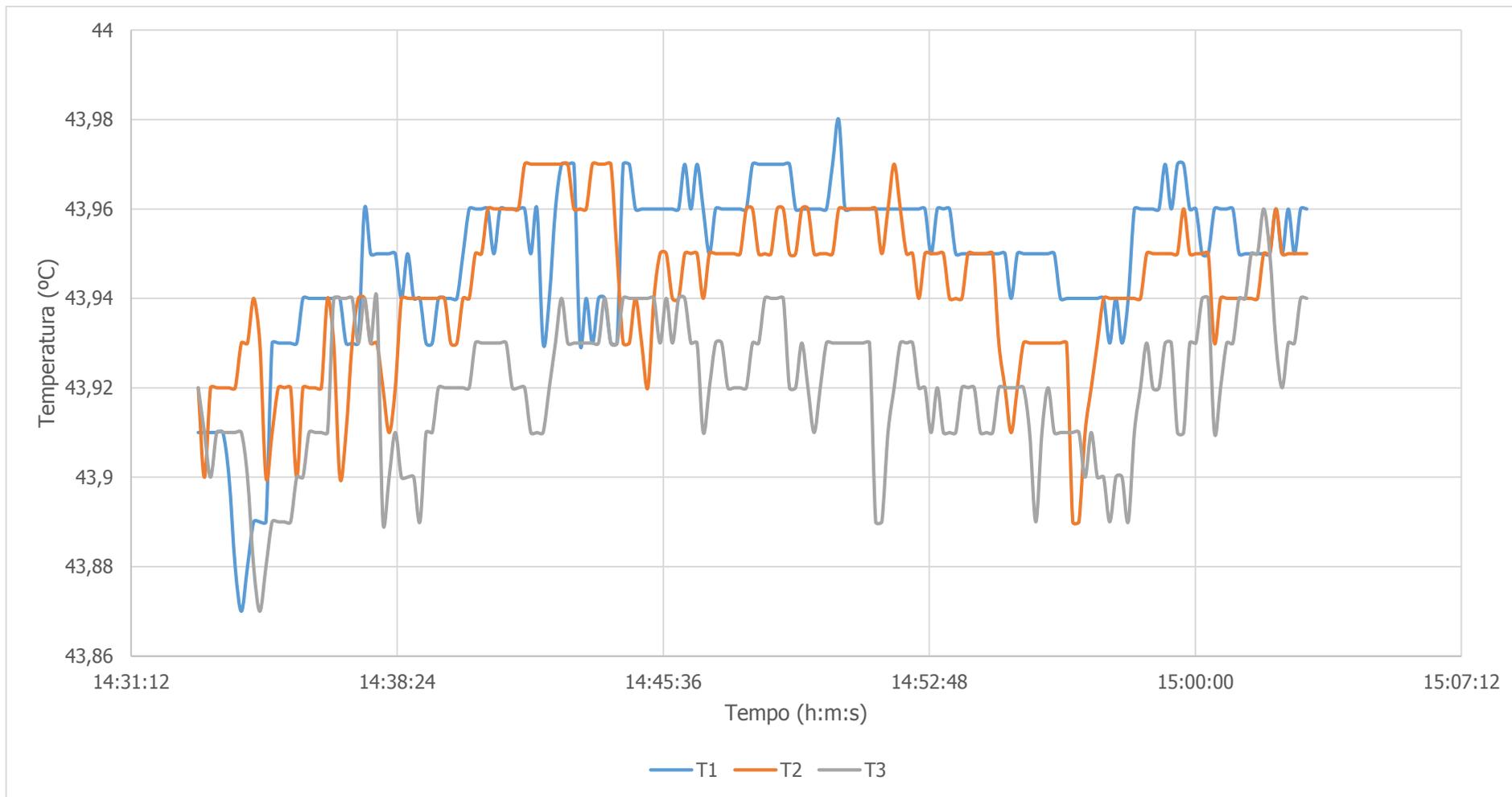


Figura 117 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 44 °C

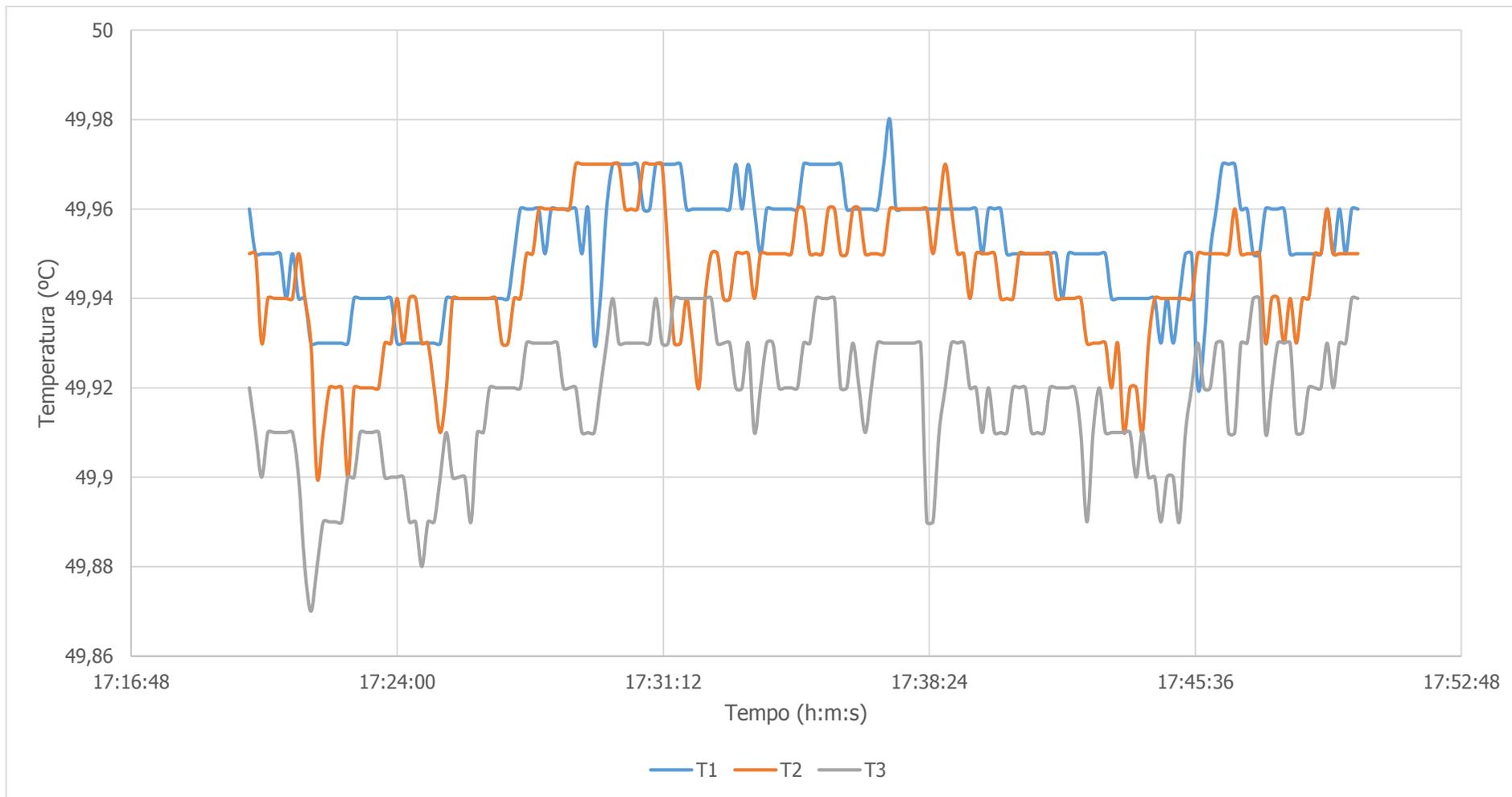


Figura 118 Banho líquido – perfil de temperaturas no patamar 50 °C

Anexo J – Exemplo de folha em Excel do tratamento de dados e cálculo da incerteza associada à medição da temperatura nas câmaras térmicas

Anexo K – Exemplo de folha em Excel do tratamento de dados e cálculo da incerteza associada à calibração dos termômetros industriais

Anexo L – Resultados da avaliação do Ensaio de Aptidão (LAB 13 – Frilabo)

11. ANÁLISIS DE RESULTADOS POR VALOR DE REFERENCIA

11.1. Valor Asignado y Figuras de Mérito de los participantes

Considerando el valor de participación del INTA como Valor Asignado, se han obtenido las siguientes figuras de mérito (error normalizado) para cada uno de los laboratorios participantes (veinte en total, uno menos que en el análisis por valor consenso). Se destacan en color rojo aquellos indicadores que exceden la unidad, criterio habitual de aceptación o rechazo de un error normalizado. También se destacan en color anaranjado los errores normalizados comprendidos entre 0.5 y 1 (que pueden advertir al laboratorio de posibles inconsistencias en sus procedimientos de medida, aun siendo resultados plenamente aceptables).

11.1.1 Medida en vacío - Punto de consigna 121 °C – Indicación

Valor Asignado: 123.5 °C ± 2.1 °C

Laboratorio Nº	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	123.6	1.7	0.05
LAB 2	123.4	2.9	0.01
LAB 3	123.3	2.7	0.05
LAB 4	122.4	3.1	0.28
LAB 5	123.6	2.3	0.05
LAB 6	123.3	3.0	0.06
LAB 7	123.4	2.1	0.02
LAB 8	123.9	7.3	0.06
LAB 9	123.4	1.7	0.02
LAB 10	123.6	1.9	0.03
LAB 11	123.3	3.3	0.04
LAB 12	123.6	2.6	0.04
LAB 13	123.4	1.4	0.02
LAB 14	122.6	2.1	0.29
LAB 15	123.4	1.9	0.01
LAB 16	123.5	1.8	0.03
LAB 17	123.5	2.1	0.02
LAB 18	123.60	0.80	0.06
LAB 19	123.3	2.5	0.05
LAB 20	123.4	2.1	0.02

11.1.2. Medida en vacío - Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

Valor Asignado: 0.1 °C ± 2.1 °C

Laboratorio Nº	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	0.10	0.88	0.02
LAB 2	0.13	0.80	0.03
LAB 3	0.3	2.1	0.07
LAB 4	0.30	0.89	0.10
LAB 5	0.20	0.30	0.07
LAB 6	0.5	2.1	0.14
LAB 7	0.03	0.30	0.02
LAB 8	0.2	3.6	0.04
LAB 9	0.1	1.8	0.01
LAB 10	0.4	1.8	0.11
LAB 11	0.07	0.80	0.00
LAB 12	0.2	1.5	0.03
LAB 13	0.05	0.24	0.01
LAB 14	0.09	0.69	0.01
LAB 15	0.34	0.25	0.13
LAB 16	0.07	0.52	0.00
LAB 17	0.07	0.77	0.00
LAB 18	0.10	0.40	0.02
LAB 19	0.1	1.2	0.01
LAB 20	0.1	1.2	0.01

11.1.3. Medida en vacío - Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

Valor Asignado: 1.33 °C ± 0.42 °C

Laboratorio N°	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	1.08	0.90	0.25
LAB 2	1.18	0.79	0.16
LAB 3	1.33	0.20	0.00
LAB 4	0.97	0.69	0.44
LAB 5	1.21	0.20	0.25
LAB 6	1.05	0.30	0.53
LAB 7	1.26	0.70	0.08
LAB 8	0.8	1.9	0.30
LAB 9	0.8	1.0	0.53
LAB 10	0.94	0.10	0.88
LAB 11	1.27	0.20	0.12
LAB 12	1.01	0.26	0.63
LAB 13	0.97	0.28	0.70
LAB 14	1.06	0.64	0.35
LAB 15	1.31	0.10	0.04
LAB 16	0.84	0.20	1.03
LAB 17	1.26	0.74	0.08
LAB 18	0.40	0.40	1.58
LAB 19	1.33	0.71	0.00
LAB 20	1.15	0.20	0.38

11.1.4. Medida con carga - Punto de consigna 121 °C – Indicación

Valor Asignado: 123.1 °C ± 2.0 °C

Laboratorio Nº	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	123.5	1.6	0.15
LAB 2	123.0	2.9	0.02
LAB 3	123.1	2.7	0.00
LAB 4	122.3	3.0	0.23
LAB 5	123.3	2.4	0.06
LAB 6	122.07	0.94	0.47
LAB 7	123.3	2.1	0.06
LAB 8	123.8	7.3	0.09
LAB 9	122.1	3.6	0.25
LAB 10	123.3	1.9	0.08
LAB 11	122.4	2.6	0.22
LAB 12	123.0	2.9	0.03
LAB 13	123.1	1.3	0.00
LAB 14	122.6	2.1	0.18
LAB 15	123.2	2.0	0.02
LAB 16	122.8	2.0	0.11
LAB 17	123.8	2.2	0.22
LAB 18	123.4	1.1	0.13
LAB 19	123.5	2.4	0.12
LAB 20	123.3	2.1	0.06

11.1.5. Medida con carga - Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

Valor Asignado: 0.1 °C ± 2.0 °C

Laboratorio Nº	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	0.02	0.90	0.02
LAB 2	0.20	0.75	0.06
LAB 3	0.3	2.1	0.09
LAB 4	0.30	0.84	0.11
LAB 5	0.11	0.30	0.02
LAB 7	0.03	0.30	0.02
LAB 8	0.2	4.0	0.03
LAB 9	0.7	4.2	0.14
LAB 10	0.3	1.8	0.07
LAB 11	0.12	0.60	0.03
LAB 12	0.1	1.3	0.01
LAB 13	0.03	0.26	0.02
LAB 14	0.07	0.66	0.00
LAB 15	0.45	0.25	0.19
LAB 16	0.06	0.55	0.01
LAB 17	0.07	0.80	0.00
LAB 18	0.30	0.70	0.11
LAB 19	0.0	1.1	0.02
LAB 20	0.0	1.2	0.02

11.1.6. Medida con carga - Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

Valor Asignado: 1.11 °C ± 0.40 °C

Laboratorio N°	Valor Medido (°C)	Incertidumbre (± °C)	Error Normalizado
LAB 1	1.07	0.90	0.03
LAB 2	0.87	0.75	0.27
LAB 3	0.92	0.20	0.41
LAB 4	0.89	0.64	0.29
LAB 5	0.99	0.20	0.25
LAB 6	0.43	0.30	1.35
LAB 7	1.15	0.70	0.06
LAB 8	0.8	2.0	0.13
LAB 9	3.5	2.3	1.02
LAB 10	1.05	0.10	0.13
LAB 11	0.87	0.20	0.53
LAB 12	0.88	0.31	0.45
LAB 13	0.88	0.29	0.45
LAB 14	1.00	0.64	0.14
LAB 15	1.12	0.10	0.04
LAB 16	0.89	0.20	0.48
LAB 17	1.29	0.76	0.21
LAB 18	1.20	0.40	0.17
LAB 19	1.35	0.71	0.30
LAB 20	1.12	0.20	0.03

12. REPRESENTACIÓN GRÁFICA (ANÁLISIS POR VALOR DE REFERENCIA)

A continuación se incluyen gráficos con los resultados de la intercomparación representados en forma de valores medidos, barras de error (correspondientes a las incertidumbres de medida) y error normalizado con respecto al Valor Asignado.

Son de destacar los siguientes comentarios:

- ✓ La escala vertical se ha dividido en dos ejes diferentes, el de la izquierda para la representación de los valores obtenidos por los participantes y de los límites asociados al Valor Asignado, y el de la derecha para la representación del error normalizado (los marcadores asociados a éste último se acompañan de un rótulo con su valor correspondiente).
- ✓ Por motivos de claridad en la representación gráfica no se ha representado el Valor Asignado. Únicamente se incluyen como dos líneas rojas horizontales los límites superior $x_{VA} + U(x_{VA})$ e inferior $x_{VA} - U(x_{VA})$ para su comparación visual con las incertidumbres de medida de cada laboratorio.

12.1. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Indicación

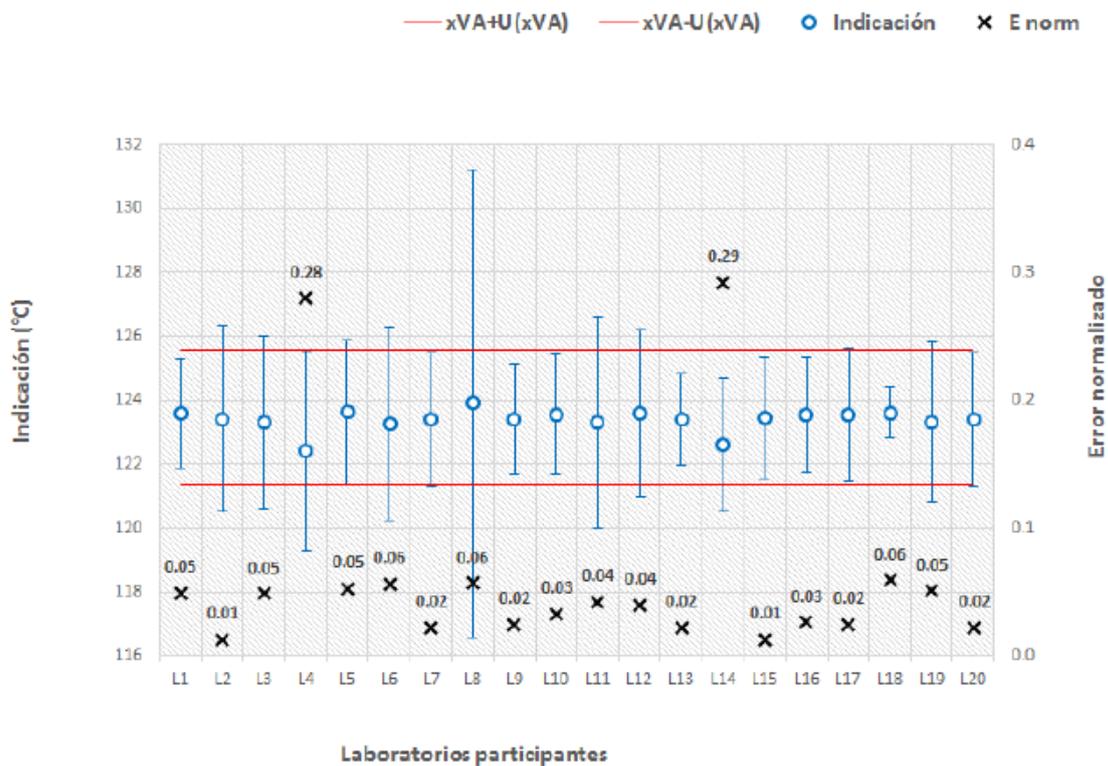


Figura 12.1. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Indicación

12.2. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

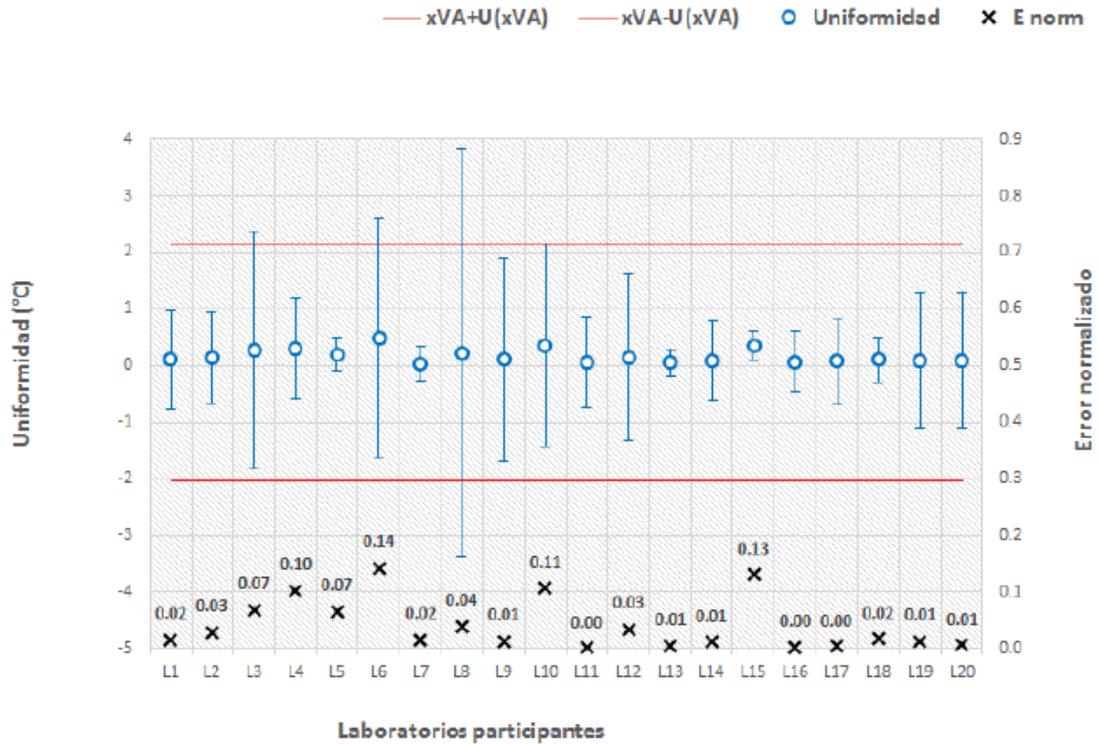


Figura 12.2. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

12.3. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

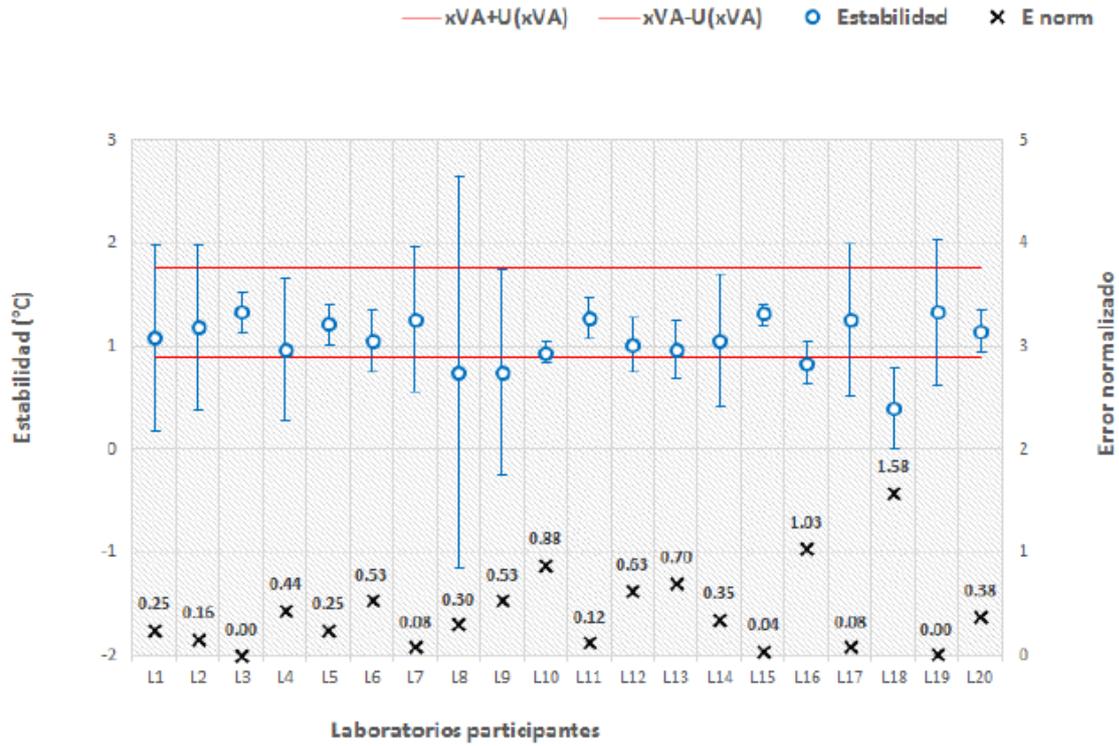


Figura 12.3. Medida en vacío – Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

12.4. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Indicación

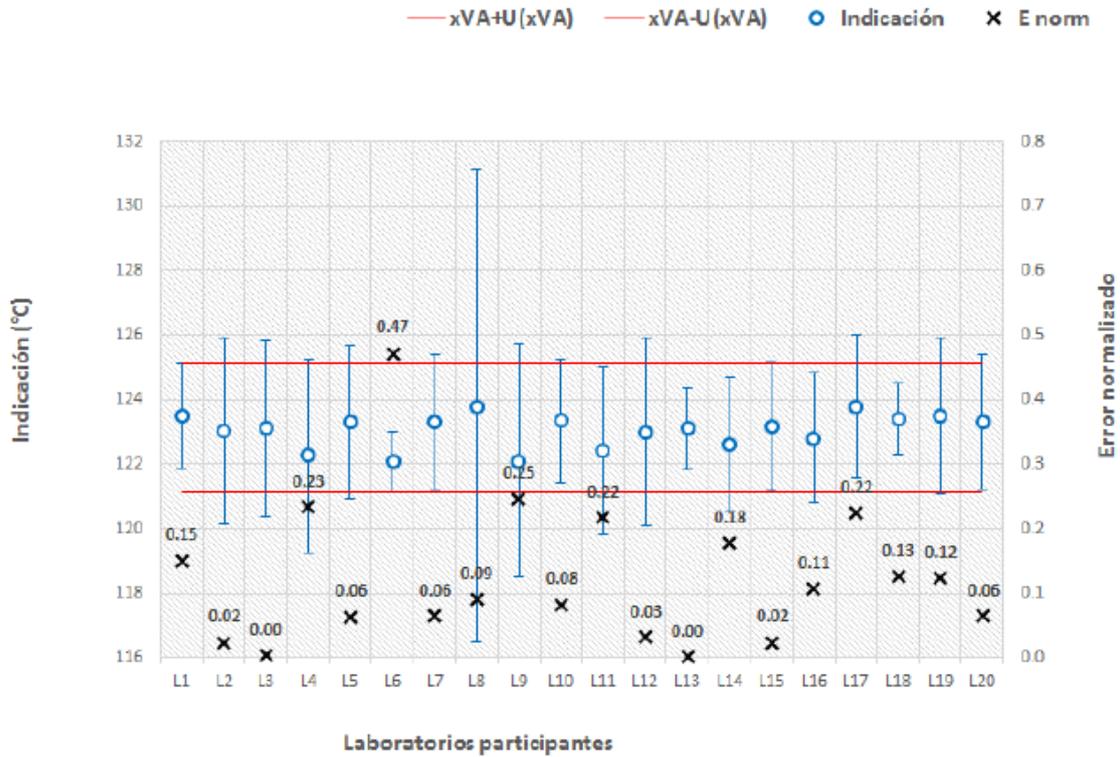


Figura 12.4. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Indicación

12.5. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

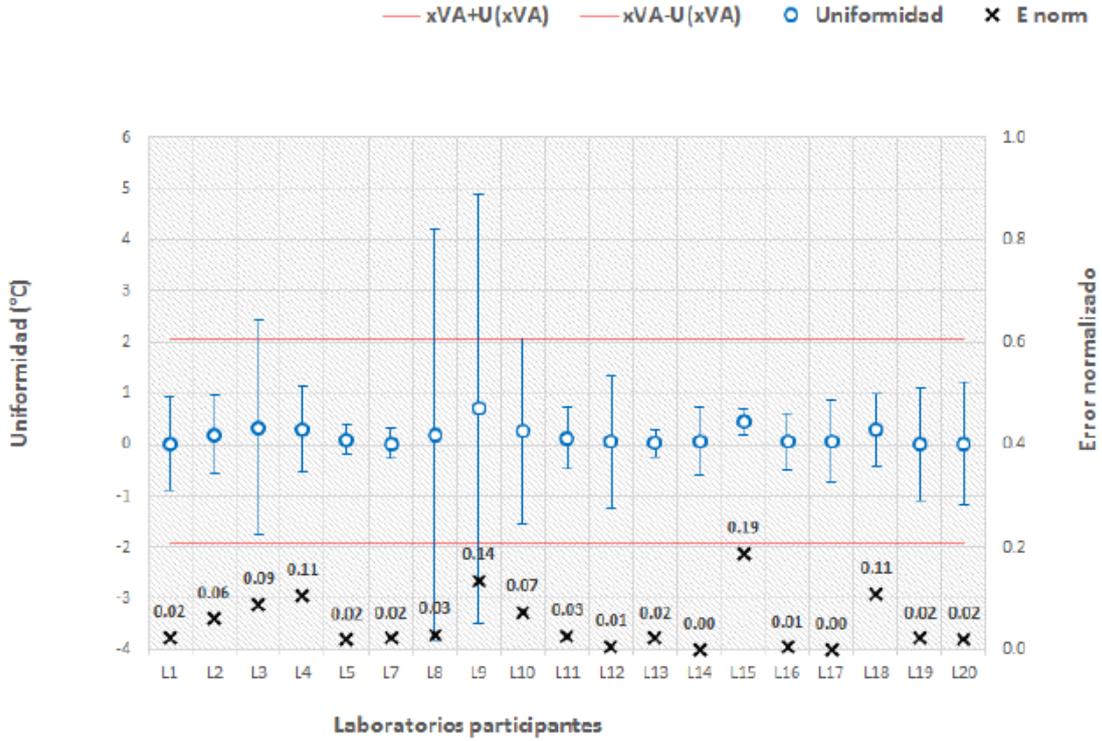


Figura 12.5. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Uniformidad

12.6. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

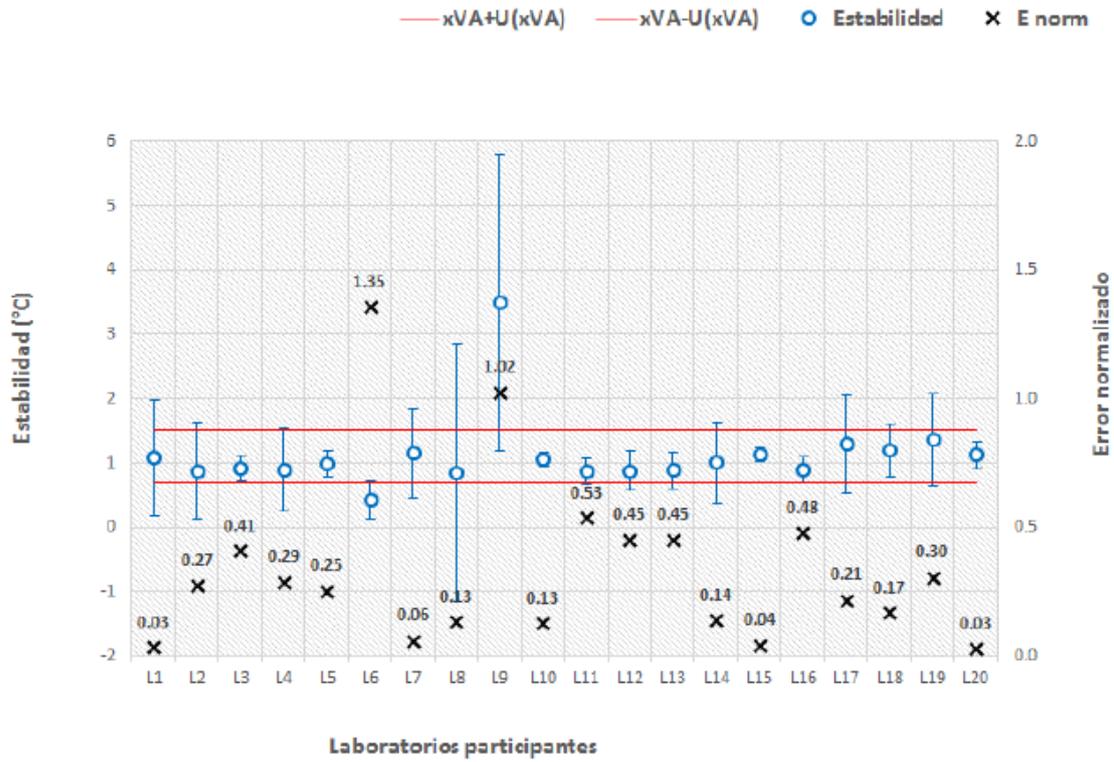


Figura 12.6. Medida con carga – Punto de consigna 121 °C – Estabilidad

Anexo M – Exemplo de folha de cálculo desenvolvida para gestão de clientes/equipamentos ensaiados ou calibrados e numeração automática de relatórios de ensaio e certificados de calibração

i	Cliente Requiritante	Tipo de Câmara (Marca, Modelo, nºs, ID Cliente)	Data Planeamento do Ensaio	Data do Ensaio	Relatório de Ensaio nº	Ultima Versão Alterada (se aplicável)	Alteração 1	Alteração 2	Alteração 3
1					FALSO	FALSO			
2					FALSO	FALSO			
3					FALSO	FALSO			
4					FALSO	FALSO			
5					FALSO	FALSO			
6					FALSO	FALSO			
7					FALSO	FALSO			
8					FALSO	FALSO			
9					FALSO	FALSO			
10					FALSO	FALSO			
11					FALSO	FALSO			
12					FALSO	FALSO			
13					FALSO	FALSO			
14					FALSO	FALSO			
15					FALSO	FALSO			
16					FALSO	FALSO			
17					FALSO	FALSO			
18					FALSO	FALSO			
19					FALSO	FALSO			
20					FALSO	FALSO			
21					FALSO	FALSO			
22					FALSO	FALSO			
23					FALSO	FALSO			

Figura 121 Gestão de equipamentos/clientes – câmaras térmicas

i	Cliente Requisitante	Termómetro (Marca, Modelo, n.ºs, ID Cliente)	Data Planeamento da Calibração	Data da Calibração	Certificado de Calibração n.º	Última Versão Alterada (se aplicável)	Alteração 1	Alteração 2	Alteração 3
1					FALSO	FALSO			
2					FALSO	FALSO			
3					FALSO	FALSO			
4					FALSO	FALSO			
5					FALSO	FALSO			
6					FALSO	FALSO			
7					FALSO	FALSO			
8					FALSO	FALSO			
9					FALSO	FALSO			
10					FALSO	FALSO			
11					FALSO	FALSO			
12					FALSO	FALSO			
13					FALSO	FALSO			
14					FALSO	FALSO			
15					FALSO	FALSO			
16					FALSO	FALSO			
17					FALSO	FALSO			
18					FALSO	FALSO			
19					FALSO	FALSO			
20					FALSO	FALSO			
21					FALSO	FALSO			
22					FALSO	FALSO			
23					FALSO	FALSO			

Figura 122 Gestão de equipamentos/clientes – termómetros industriais