

 INMETRO	PROCEDIMENTO PARA CÁLCULO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO NA CALIBRAÇÃO DE MEDIDAS MATERIALIZADAS DE VOLUME PELO MÉTODO GRAVIMÉTRICO	NORMA Nº NIE-DIMEL-043	REV. Nº 01
		APROVADA EM JUL/2014	PÁGINA 01/10

SUMÁRIO

- 1 **Objetivo**
- 2 **Campo de Aplicação**
- 3 **Responsabilidade**
- 4 **Documentos Referência**
- 5 **Documentos Complementares**
- 6 **Definições**
- 7 **Condições Gerais**
- 8 **Histórico da Revisão**

1 OBJETIVO

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

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta Norma se aplica a Dimel e aos Órgãos delegados da RBMLQ-I.

3 RESPONSABILIDADE

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

4 DOCUMENTOS REFERÊNCIA

Resolução Conmetro nº11 de 12/10/1988

Regulamentação Metrológica

Portaria Inmetro nº283 de 18/10/1948

Aprova o RTM sobre medidas de capacidade para líquidos usadas nas transações comerciais na medição do volume de mercadorias líquidas


5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

NIE-Dimel-045

Calibração de Medidas Materializadas de Volume pelo Método Gravimétrico

Versão Brasileira do Documento de Referência EA-4/02 – Expressão da Incerteza da Medição na Calibração

6 DEFINIÇÕES

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 2/10
---	----------------------	------------------------------	----------------------------------

6.1 Siglas

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

7 CONDIÇÕES GERAIS

7.1 Considerações

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

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

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

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

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

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

onde:

U incerteza expandida da medição

k fator de abrangência

$\frac{\partial y}{\partial x_i}$ derivada parcial da função y ($y = f(x_1, x_2, \dots, x_i)$) em relação a grandeza de entrada x_i


$u(x_i)$ incerteza padrão da grandeza estimada de entrada x_i

7.2 Padronização dos Resultados

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

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

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

 INMETRO	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 3/10
---	----------------------	------------------------------	----------------------------------

7.3 Estrutura de Cálculo

A tabela 1 a seguir exemplifica a estrutura de planilha de cálculo a ser utilizada para obtenção da incerteza de medição:

Tabela 1 – Estrutura de Planilha de Cálculo

s _i	Fonte de Incerteza	Estimativa	Unidade	Dist. De probab.	divisor	Incerteza padrão u(x _i)	c _i	contribuição p/ incerteza padrão u _i (y)		v, v _{eff}
								Unidade: L	Unidade: %	
							u_c			k
							U			

7.4 Coeficientes de Sensibilidade (c_i)

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

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

7.4.2 Seja x_i uma grandeza, o coeficiente de sensibilidade correspondente será igual a $\frac{\partial V_{20}}{\partial x_i}$:

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

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

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

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

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

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

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 4/10
---	----------------------	--------------------------	------------------------------

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

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

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

$$\frac{\partial \rho_{ar}}{\partial T_{ar}} = - \frac{0,38444 P + 0,020582 UR + 0,00252 \times 273,15 UR}{(273,15 + T_{ar})^2}$$

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

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

7.5 Fontes de Incerteza

Nas tabelas 2 a 11 seguir são listadas todas as contribuições para a incerteza de medição. A princípio, todas as fontes devem ser utilizadas, podendo esta lista ser ampliada de acordo com as particularidades de cada laboratório ou executor do serviço.

7.5.1 Repetitividade na determinação do volume

Tabela 2 – Repetitividade na determinação do volume

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

7.5.2 Contribuições de Massa

Estes dados devem ser lidos diretamente na balança.

Tabela 3 – Incerteza da balança

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

Tabela 4 – Resolução da balança

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

7.5.2.1 Para método AB ou ABBA

Tabela 5 – Incerteza dos padrões de massa

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

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 6/10
---	----------------------	--------------------------	------------------------------

Tabela 6 – Resolução da balança

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

Tabela 7 – Excentricidade

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

Tabela 8 – Incerteza na Medição da Massa Específica da Água

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

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 7/10
---	----------------------	--------------------------	------------------------------

Tabela 9 – Incerteza da Massa Específica do Ar

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

Tabela 10 – Dúvida no Coeficiente de Expansão Volumétrica do Material da Medida

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

Tabela 11 – Incerteza do Termômetro da Água

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

7.6 Incerteza Padrão $u(x_i)$

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

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

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 8/10
---	----------------------	------------------------------	----------------------------------

7.7 Contribuição para Incerteza Padrão u_i (y)

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

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

7.8 Graus de Liberdade Efetivos (v_{eff})

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

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

7.9 Fator de Abrangência (k)

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

7.10 Incerteza Padrão Combinada

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

7.11 Incerteza Expandida

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

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

7.12 Incerteza de Medição na Determinação da Massa Específica do Ar

7.12.1 Para determinação da incerteza de medição da massa específica do ar, deve-se adotar o mesmo roteiro apresentado anteriormente, devendo ser consideradas as seguintes contribuições apresentadas nas tabelas 12 a 14.

Tabela 12 – Incerteza do Termômetro do Ar

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

Tabela 13 – Incerteza do Barômetro

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

Tabela 14 – Incerteza do Higrômetro (ou Higrógrafo)

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

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

	NIE-DIMEL-043	REV. 01	PÁGINA 10/10
---	----------------------	--------------------------	-------------------------------

8 HISTÓRICO DA REVISÃO

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