

	<b>CALIBRAÇÃO DE MEDIDAS MATERIALIZADAS DE VOLUME PELO MÉTODO GRAVIMÉTRICO</b>	<b>NORMA Nº NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV. Nº 01</b>
		<b>APROVADA EM JUL/2014</b>	<b>PÁGINA 01/07</b>

## SUMÁRIO

- 1 **Objetivo**
- 2 **Campo de Aplicação**
- 3 **Responsabilidade**
- 4 **Documentos Referência**
- 5 **Documentos Complementares**
- 6 **Definições**
- 7 **Exigências Gerais**
- 8 **Calibração**
- 9 **Cálculo e Apresentação dos Resultados**
- 10 **Histórico da Revisão**

### 1 OBJETIVO

Esta Norma estabelece o procedimento para calibração de medidas materializadas de volume, de construção metálica, pelo método gravimétrico.

### 2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta Norma se aplica à Dimel e aos Órgãos delegados.

### 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
Portaria Inmetro nº 236 de 22/12/1994	Aprovação do Regulamento Técnico referente à fabricação, instalação e utilização de instrumentos de pesagem não automáticos

### 5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

NIE-Dimel-043	Cálculo da incerteza de medição na calibração de medidas materializadas de volume pelo método gravimétrico
---------------	--

### 6 DEFINIÇÕES

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>02/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

## 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
Conmetro	Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
RTM	Regulamento Técnico Metrológico
RBC	Rede Brasileira de Calibração

## 6.2 Termos

Ajuste - Operação destinada a fazer com que um instrumento de medição tenha desempenho compatível com o seu uso.

Calibração - Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou representados por uma medida materializada e os valores correspondentes das grandezas estabelecidos por padrões.

Deriva - Variação lenta de uma característica metrológica de um instrumento de medição.

Medida do tipo “a conter” - Medida que possui escala graduada contendo linha de referência correspondente ao valor nominal e que destina-se a conferir a exatidão do volume escoado numa entrega, cujo valor nominal foi previamente determinado.

Medida do tipo “a fornecer” - Medida construída de modo a fornecer um único volume nominal, cujo plano de referência é geralmente definido por transbordamento.

## 7 EXIGÊNCIAS GERAIS

### 7.1 Considerações

**7.1.1** Os procedimentos deverão ser realizados em local onde as condições ambientais sejam estáveis, ausente de correntes de ar ou vibrações que possam influenciar nas medições.

**7.1.2** A medida a ser calibrada deverá apresentar-se em condições, tais quais:

- a) válvula de descarga sem vazamentos ou emperramentos e possibilitando selagem;
- b) parte interna ausente de objetos estranhos, limpa e, quando aplicável, comprovadamente degaseificada;
- c) visor e escalas em boas condições, tais como sem trincas, vazamentos, com boa legibilidade, etc.;
- d) escalas possibilitando meios para ajuste e selagem;
- e) em bom estado de conservação e operação; e
- f) possuir nível instalado.

### 7.2 Condições Ambientais

#### 7.2.1 Temperatura Ambiente

---

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>03/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

A temperatura ambiente sugerida é 20 °C. A variação da temperatura ambiente durante a calibração deve ser  $\leq 2$  °C .

### 7.2.2 Umidade Relativa

A umidade relativa do ambiente deve estar compreendida na faixa de 60 %  $\pm$  15 %.

### 7.3 Instrumentos Utilizados

**7.3.1** Todos os padrões utilizados (com exceção do definido em 7.4.3 “d”) devem estar calibrados pela RBC, LNM ou organismos internacionais reconhecidos pelo Inmetro e selecionados de modo que estejam compatíveis com o volume a ser determinado e com a incerteza expandida esperada para esta determinação.

**7.3.2** Os padrões escolhidos deverão atender aos requisitos regulamentados ou, no caso de não estarem regulamentados, às especificações definidas pelo cliente.

**7.3.3** A seguir são listados os padrões necessários para execução deste procedimento:

- a) Coleção de massas padrão, quando necessário;
- b) Padrão para determinação da massa específica da água, capaz de executar determinações na faixa de  $0,9500 \text{ g/cm}^3$  a  $1,0000 \text{ g/cm}^3 \pm 0,0003 \text{ g/cm}^3$ ;
- c) Termômetro com resolução de 0,1 °C (para medir a temperatura da água);
- d) Cronômetro com menor divisão igual a 0,1 segundo (admite-se certificado de conformidade do próprio fabricante, em função da natureza de sua utilização);
- e) Proveta com resolução compatível com o valor de uma divisão da escala da medida materializada;
- f) Termômetro (para medir temperatura do ar) com resolução de 0,1 °C;
- g) Barômetro;
- h) Higrômetro; e
- i) Balança, cujas características tais como fidelidade, sensibilidade e excentricidade estejam de acordo com a Portaria Inmetro nº 236 de 22 de dezembro de 1994.

**7.3.3.1** A balança deverá ser considerada como padrão quando for utilizado o método de pesagem direta; no caso de pesagem comparativa – AB ou ABBA, a mesma deverá ser considerada como auxiliar.

**7.3.4** Os materiais listados abaixo são auxiliares ao procedimento:

- a) Balança, observando características tais como fidelidade, sensibilidade, excentricidade e resolução;
- b) Proveta ou outro recipiente auxiliar;
- c) Pipeta, paquímetro, lanterna e/ou quaisquer outros instrumentos conforme necessidade.

### 7.4 Verificação do Instrumental

**7.4.1** Verificar a balança a ser utilizada quanto a sua sensibilidade, fidelidade e excentricidade.

**7.4.2** Inspeccionar visualmente todo material auxiliar.

**7.4.3** Tomar, quando necessário, todas as providências para adequação do local.

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>04/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

## 8 CALIBRAÇÃO

### 8.1 Climatização

A água a ser utilizada, a medida materializada de volume e todo instrumental necessário para calibração deverão estar climatizados nas condições do laboratório por um período de 24 horas.

### 8.2 Nivelamento

**8.2.1** Nivelar a medida de volume, tendo como referência seus próprios níveis instalados.

**8.2.2** Na ausência de níveis instalados, definir local de nivelamento. Tal informação deverá constar no certificado de calibração.

### 8.3 Verificação da Estanqueidade

**8.3.1** Introduzir água na medida de volume de forma que o menisco coincida com a última indicação da escala (para medidas do tipo “a conter”) ou até o transbordamento (para medidas do tipo “a fornecer”).

**8.3.2** Observar se o menisco permaneceu na mesma referência ou se a medida não apresenta gotejamento após um intervalo de 1 hora. Caso tais condições não tenham permanecido, a medida não estará apta à calibração, devendo ser retirada de uso e submetida a reparos.

### 8.4 Ajuste da Capacidade Nominal (apenas para tipo “a conter”)

Estando a medida cheia, não utilizar a válvula de escoamento para ajustar o menisco da água a referência nominal; o ajuste deverá ser efetuado pela parte superior, utilizando instrumentos adequados (proveta, pipeta, etc).

### 8.5 Pesagem

Realizar a pesagem da medida conforme método apropriado e documentado, disponibilizado por ocasião do serviço. No caso de medida do tipo “a conter”, a própria medida deverá ser pesada. Para medidas “a fornecer”, deverá ser descarregado todo seu conteúdo em um recipiente auxiliar, o qual será pesado (adotar tempo de escoamento igual a 30 segundos, caso não seja definido de outra forma pelo solicitante do serviço ou informação da última calibração).

**8.5.1** Caso o laboratório utilize o método de pesagem AB (ou ABBA), deverá adotar, como forma de verificar a deriva da balança, o critério abaixo, onde os índices correspondem a ordem de pesagem:

$$\frac{P_1 + P_n}{2} - P_{(n+1)/2} \leq \text{valor de uma divisão}$$

### 8.6 Medição da Temperatura da Água e Condições Ambientais

**8.6.1** Quando possível, verificar a temperatura da água na própria medida e registrar o valor. No caso da impossibilidade de se verificar na própria medida, retirar uma amostra do centro da medida, com auxílio de um saca amostra, e fazer a verificação imediatamente na amostra coletada.

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>05/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

**8.6.2** Verificar e registrar a temperatura do ar, pressão atmosférica e umidade relativa do ar.

**8.6.3** A massa específica do ar será calculada a partir dos dados registrados no item anterior, conforme a seguinte expressão:

$$\rho_{ar} = \frac{0,34844 P - UR (0,00252 T_{ar} - 0,020582)}{273,15 + T_{ar}}$$

onde:

$T_{ar}$  temperatura do ar

$UR$  umidade relativa do ar

$P$  pressão atmosférica

## 8.7 Determinação da Massa Específica da Água

**8.7.1** Recolher uma amostra de água do centro da medida (cuja quantidade seja compatível com o método a ser utilizado) utilizando um saca amostra ou outro meio.

**8.7.2** Determinar a massa específica da água, conforme procedimento documentado, procurando minimizar os efeitos de troca de calor.

## 8.8 Descarga da Medida

**8.8.1** Tratando-se de medida “a conter”, escoar toda água contida na medida de volume e cronometrar o tempo de 30 segundos após cessar o fluxo principal, necessário para seu escoamento. Caso seja apresentado certificado com tempo diferente de 30 segundos, deverá ser adotado o tempo constante no certificado ou definido pelo solicitante do serviço. Independente do tipo, abrir e fechar a válvula seguidamente por 3 vezes, para esvaziamento total da medida.

**8.8.2** Para medida “a fornecer”, pesar o recipiente auxiliar, após esvaziamento total.

## 8.9 Determinação da Massa da Medida ou do Recipiente Auxiliar Vazio

Após o descarregamento pesar a medida vazia ou o recipiente auxiliar para se obter a massa apenas do recipiente.

## 8.10 Enchimento da Medida e Repetição dos Ciclos

**8.10.1** Com a válvula fechada, encher a medida de volume até um nível próximo à capacidade nominal ou até o transbordamento.

**8.10.2** Repetir os itens 8.4 a 8.9 por mais duas ou quatro vezes.

## 8.11 Registro dos Valores

Os valores medidos deverão ser registrados em formulário padronizado, contendo, no mínimo, as seguintes informações:

a) dados do solicitante do serviço;

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>06/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

- b) dados dos padrões utilizados;
- c) resultados de todas as medições realizadas;
- d) data da execução do serviço;
- e) identificação do executor do serviço;
- f) número da ordem de serviço;
- g) identificação da medida materializada a ser calibrada;
- h) características da medida materializada a ser calibrada (ex.: tipo, capacidade nominal, material construtivo, etc.) e
- i) massa específica da água utilizada.
- j) outras informações relevantes (ex.: nivelamento, tempo de escoamento, etc.)

## 8.12 Ajuste

Caso seja necessário, ajustar o volume da medida ao valor nominal, observando critérios de sensibilidade e incerteza. Para o desempenho das atividades da RBMLQ, deve-se ajustar sempre que possível. Para os demais serviços, contatar o cliente para saber da viabilidade do ajuste.

## 9 CÁLCULOS E APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

### 9.1 Volume

**9.1.1** O volume calculado será obtido para uma temperatura de 20 °C.

**9.1.2** Calcular o volume de acordo com a expressão:

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

onde:

- m massa de água (medida ou recipiente auxiliar cheio – medida ou recipiente auxiliar vazio)
- n índice relativo a cada ciclo
- $\rho_a$  massa específica da água
- $\rho_{ar}$  massa específica do ar
- $\rho_p$  massa específica da massa padrão
- $\gamma$  coeficiente de dilatação volumétrica da medida
- t temperatura da água

**9.1.3** Calcular a média dos volumes obtidos.

### 9.2 Incerteza de Medição

Calcular a incerteza de medição conforme NIE-Dimel 043.

### 9.3 Apresentação dos Resultados

Os resultados devem ser apresentados em certificado, de acordo com critérios do Inmetro e requisitos da NBR ISO/IEC 17025.

	<b>NIE-DIMEL-045</b>	<b>REV.</b>  <b>01</b>	<b>PÁGINA</b>  <b>07/07</b>
---	----------------------	------------------------------	-----------------------------------

## 10 HISTÓRICO DA REVISÃO

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