

## Relatório do 2º Workshop de Avaliadores Técnicos da Área de Volume

**Local:** Inmetro, Xerém

**Data :** 30 de novembro de 2004

### Presentes:

Alex Pablo Ferreira Barbosa  
José Renato Real Siqueira  
Claudio Roberto da Costa Rodrigues  
José Júlio Pinheiro dos Santos Junior  
Carlos Henrique Marques de Sá  
Sandra Maria de Freitas Tostes  
Gloria Maria Pereira da Silva

### 1 – Relação Padronizada de Serviços de Calibração Acreditados:

- Propor o desmembramento da área de volume e de massa específica.
- Criar uma categoria de microvolume onde seriam incluídos os serviços de micropipeta e microseringa.
- Exemplificar na categoria de seringa, o separador gás-óleo.
- O laboratório deve aplicar o item 5.4.1 (desvios de métodos) para os serviços solicitados pelo cliente que não estão claro na NIT-DICLA-012.

### 2 – Definição de serviços a serem acompanhados durante avaliação inicial e de serviços na auditoria de medição:

CÓDIGO	SERVIÇOS DE CALIBRAÇÃO	Auditori a de Medição	Serviços a serem acompanhados
	<b>INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO DE VOLUMES DE LÍQUIDOS</b>		
2307	Vidrarias de Laboratório Ex.: pipetas; balões volumétricos; bureta, proveta, tubo de centrífuga, picnômetro metálico, bureta automática	sim	sim
2277	Picnômetro de vidro	sim	Sim, só quando não for utilizado para a medição da massa específica da água
2278	Butirômetro	sim	sim
2279	Vasos de grande capacidade Ex. vaso metálico, ampola volumétrica	sim	sim
2329	Microvolume Ex. micropipeta, microseringa	sim	sim

2330	Seringa Ex. seringa pneumática, separador gás-óleo	não	sim
2331	Titulador Ex. Karl fisher, dosimat, bureta digital, dispenser	sim	sim
	Buretas especiais Ex. Bureta de filme de sabão (Bolhometro), bureta para CO <sub>2</sub>	não	sim

**Observações:**

A - As Vidrarias de laboratório abaixo devem ser incluídas no escopo da auditoria de medição:

De 0,1 mL a 1 mL – Pipeta graduada de 1 mL

De 1 mL a 10 mL – Pipeta graduada de 10 mL

De 10 mL a 100 mL – Bureta de 50 mL

De 100 mL a 1.000 mL – Balão volumétrico de 100 mL e de 500 mL

De 1.000 mL a 2.000 mL – Balão volumétrico de 1.000 mL e de 2.000 mL

B – As Micropipetas de 10 µL, 100 µL e 1000 µL devem ser incluídas no escopo da auditoria de medição:

**3 - Requisitos Mínimos para a Qualificação de Técnicos de Laboratório**

- Recomenda-se uma formação técnica ou experiência em metrologia.
- Possuir habilidades demonstradas conforme o requerido.
- Estar treinado e ter competência para operar todos os equipamentos do laboratório e realizar os serviços de calibração.

**4 - Requisitos Mínimos para a Qualificação dos Signatários Autorizados**

- Deve ter no mínimo uma formação técnica ou experiência comprovada em metrologia.
- Possuir habilidades demonstradas conforme o requerido. Não necessita calibrar, mas deve saber realizá-la.
- Domínio nas calibrações realizadas e do cálculo de incerteza.
- Recomenda-se conhecimento pertinente da utilização dos itens a serem calibrados ou a forma como se pretende utilizá-los.

## 5 – Incerteza de medição

- O cálculo de incerteza deve ser metrologicamente e estatisticamente válidos.
- O laboratório deve identificar todos os componentes da incerteza de medição. **Ver fontes básicas de incerteza de medição.**
- O laboratório deve garantir que a forma de relatar o resultado não dê uma impressão errada da incerteza.
- O valor numérico da incerteza de medição deve ser fornecido com no máximo dois algarismos significativos.
- O valor numérico do resultado da medição, na declaração final, deve ser arredondado para o último algarismo significativo do valor da incerteza expandida, atribuída ao resultado da medição.
- O processo de arredondamento da incerteza de medição deve seguir 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.
- É facultativo o arredondamento da incerteza ser realizada sempre para cima.

### 5.1 - Fontes de Incerteza de Medição Básicas

Massa da água  
Massa específica da água  
Massa específica do ar  
Temperatura da água  
Repetitividade  
Resolução do instrumento a calibrar

### 5.2 - Fontes de Incerteza de Medição Casos Especiais

Coefficiente de expansão térmica volumétrica  
Massa evaporada  
Deriva dos padrões e instrumentos  
Massa específica do peso  
Reprodutibilidade  
Gradiente de temperatura da água e do ar.

Obs: Para calibrar microvolume devem ser feitas 10 medições e para calibração de volume 5 medições.

## 6 - Melhor Capacidade de Medição

- No âmbito da EA a **melhor capacidade de medição** (sempre se referindo a uma grandeza em particular, isto é, o mensurando) é definida como a menor incerteza de medição que um laboratório pode atingir no escopo do seu credenciamento, quando efetua calibrações mais ou menos rotineiras de padrões de medição próximos do ideal.
- A melhor capacidade de medição (veja seção 1 do texto principal) é um dos parâmetros utilizados para definir o **escopo** de um laboratório de calibração credenciado.
- Para tornar possível a comparação das capacidades de diferentes laboratórios de calibração, em particular laboratórios credenciados por diferentes organismos credenciadores, a declaração da melhor capacidade de medição necessita ser harmonizada.
- Pela expressão "calibrações mais ou menos de rotinas" entende-se que o laboratório deverá ser capaz de atingir a capacidade declarada no trabalho **normal** que executa no âmbito do seu credenciamento.
- Há ocasiões em que o laboratório seria capaz de obter um resultado melhor como consequência de extensas pesquisas e precauções adicionais.
- O termo tem um caráter administrativo e não necessariamente precisa refletir a real capacidade técnica do laboratório.

**Não houve consenso em relação a como deve ser tratado a questão do desvio padrão para expressar a melhor capacidade de medição. Será discutida na comissão técnica de volume (CT-7).**

Observações:

A - Vidrarias de laboratório que devem ser calibradas pelo laboratório para apresentar a melhor capacidade de medição

De 0,1 mL a 1 mL – Pipeta volumétrica de 0,1 mL

De 1 mL a 10 mL – Pipeta volumétrica de 1 mL

De 10 mL a 100 mL – Pipeta volumétrica de 10 mL

De 100 mL a 1.000 mL – Balão volumétrico de 100 mL

De 1.00 mL a 2.000 mL – Balão volumétrico de 1.000 mL e de 2.000 mL

B- Micropipetas de 10  $\mu$ L, 100  $\mu$ L e 1000  $\mu$ L que devem ser calibradas pelo laboratório para apresentar a melhor capacidade de medição