

CT-13
Comissão Técnica de Vazão e Velocidade de Fluidos
Coordenação Geral de Acreditação - Cgcre do Inmetro

**Subcomissão Técnica do 3º Programa Interlaboratorial em Medição
de Vazão de Hidrocarbonetos Líquidos**

**Relatório do 3º Programa de Comparação Interlaboratorial em
Medição de Vazão de Hidrocarbonetos Líquidos -
Totalização de Volume de Hidrocarboneto Líquido na Faixa de
Vazão de 1 m³/h a 10 m³/h**

Data: 24.11.2020

1. INTRODUÇÃO

Os programas de comparação interlaboratorial desenvolvidos no âmbito das Comissões Técnicas (CTs) da Cgcre são considerados programas da Cgcre, sendo decorrentes de iniciativa da Dicla ou por proposição das Comissões Técnicas.

Este programa foi proposto pela Comissão Técnica de Vazão e Velocidade de Fluidos – CT-13 visando possibilitar os laboratórios atender aos requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 pertinentes à garantia da qualidade dos resultados de medição e, também, da norma NIT-DICLA 026 que define a obrigatoriedade de participação dos laboratórios acreditados ou em processo de acreditação em atividades de ensaio de proficiência.

O relatório e o estudo tomaram como base o seguintes documentos:

- NIE-CGCRE-045, Operação dos Comitês Técnicos de Assessoramento à Cgcre na Acreditação de Organismos de Avaliação da Conformidade.
- NIT-DICLA-026, Requisitos Gerais para Participação de Laboratórios de Ensaio e de Calibração em Atividades de Ensaio de Proficiência.
- NIT-DICLA-031, Regulamento da Acreditação de Laboratório, de Produtores de Materiais de Referência e de Provedores de Ensaio de Proficiência.
- ABNT NBR ISO IEC 17043 – Avaliação de Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência.
- ISO 13528 de 2015 *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*

O objetivo deste documento é relatar as metodologias e procedimentos utilizados, os resultados obtidos, os cálculos e análises realizadas.

2. OBJETIVO DO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

Os principais objetivos deste programa de comparação interlaboratorial foram:

- (a) avaliar e comparar o desempenho metrológico dos laboratórios participantes;

- (b) fornecer subsídios que possibilitem aos laboratórios participantes implementar melhorias em seu sistema de gestão da qualidade, notadamente nos serviços relacionados ao tipo de calibração abrangido por este programa;
- (c) identificar possíveis questões técnicas para ajuste entre os laboratórios participantes, ou mesmo no âmbito geral da Comissão, buscando sanar lacunas comuns, harmonizar práticas metrológicas, além de gerar conhecimentos e experiências que possam ser aplicadas nas próximas comparações interlaboratoriais uma vez, apesar de ter sido o terceiro programa, esse foi o primeiro programa em vazão de hidrocarbonetos líquidos que efetivamente foi complementado pois o primeiro passou apenas por dois laboratórios (o artefato foi roubado) e o segundo ainda não se iniciou.

3. COORDENAÇÃO DO PROGRAMA

A coordenação deste 3º Programa de Comparação Interlaboratorial em Medição de Vazão de Hidrocarbonetos Líquidos da CT-13 é de responsabilidade do Sr. Rui Gomez Teixeira de Almeida, do Instituto de Pesquisas Tecnológicas-IPT.

Contatos com o coordenador poderão ser realizados por meio do e-mail: ruipta@ipt.br ou do telefone: (11) 3767-4756 ou 3767-4738.

4. PARTICIPANTES

Os laboratórios que se inscreveram para participar deste programa são os laboratórios acreditados pela Cgcre relacionados na Tabela 1, e que prestam serviços da calibração de medidores de vazão de hidrocarbonetos líquidos.

Tabela 1. Relação dos laboratórios participantes do programa.

Empresa / Laboratório	Representante	E-mail	Cal
Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. - IPT Centro de Metrologia Mecânica, Elétrica e de Fluidos - IPT/CTMetro	Rui Gomez Teixeira de Almeida	ruigta@ipt.br	Cal 0162
Conaut- Controles Automáticos Ltda Laboratório de Calibração Conaut Embú	Caio Andrade	caio.andrade@conaut.com.br	CAL 168
Conaut- Controles Automáticos Ltda Laboratório de Calibração Conaut Macaé	Mauro Marcos Ceccopieri Baptista	mauro.marcos@conautrj.com.br	CAL 419
Metroval Controle de Fluidos Ltda Laboratório de Calibração Metroval	Francisco Javier Aguilera Camacho	paco@mensormetrologia.com.br	CAL 247
Petróleo Brasileiro S A - Petrobras Unidade Metrológica de Vazão de Líquidos	Francisco Jose de Santana Neto	franciscoj@petrobras.com.br	CAL 0609
Líquido Comércio de Peças, Medições e Serviços Ltda. Laboratório Golfo Medições	Gabriel Aguiar dos Santos	golfo@golfomedições.com.br	CAL 527

Vale ressaltar que a Cgcre considerou que a participação nesta comparação era obrigatória para todos os laboratórios acreditados pela Cgcre para este serviço de calibração de medidores de hidrocarbonetos líquidos e que todos os 6 participantes já são laboratórios acreditados para calibração de Totalizador de Volume de Hidrocarbonetos Líquidos e ativos (consulta ao site do Inmetro feita em 19/11/2020).

5. ARTEFATO

O artefato que foi utilizado nesta comparação interlaboratorial pertence ao IPT e será um medidor de líquidos do tipo mássico, por princípio Coriolis, a seguir identificado:

acesso aos parâmetros de ajuste, tanto para edição quanto para consulta. Assim, também foram fisicamente bloqueados por lacres o acesso aos terminais de configuração *hart* do medidor .

O IPT foi o laboratório realizou essa alteração no instrumento.

Dados da configuração

Faixa de operação configurada:	(0 a 10) m³/h
Faixa de calibração:	(1 a 10) m³/h
Saída de pulsos:	100000 Pulsos/m³ (Ativa)
Diâmetro nominal:	25 mm (1") #300
Observações:	-Medidor mássico configurado para volume
	-Fatores de placa originais:
	SK20: 118,506
	KD: 4,2188
	fl20: 175,392

O artefato será configurado para saída de pulsos em volume, considerando a massa específica medida pelo próprio medidor.

5.2 Ajuste de ponto zero

De forma a que os laboratórios pudessem realizar o ajuste de zero sem acessar os bornes do medidor, foi disponibilizada uma chave externa. Recomendou-se realizar o procedimento de zero sempre antes da calibração.



Figura 2 – Botão externo para realização do zero

5.3 Ligação

Para ligação e saída de pulsos do medidor foi disponibilizada uma conexão externa conforme a Figura 3



Figura 3 – Borne de ligação e saída de pulsos

5.4 Propriedade

O artefato é de propriedade do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo -IPT e o Instituto não constatou nenhum dano ao artefato no decorrer do programa.

6. LOGÍSTICA E ORDEM DE CIRCULAÇÃO DO PROGRAMA

Com a finalidade de garantir a confidencialidade dos resultados, os laboratórios participantes foram identificados por meio de códigos. Os códigos foram definidos e enviados diretamente a cada um dos laboratórios pelo Sr. Luis Marcon, representante da Dicla na CT-13 e observador do programa.

O representante da Dicla também foi o responsável pelo recebimento dos resultados dos laboratórios e posterior encaminhamento ao coordenador do programa identificados pelos códigos, para tratamento dos resultados dos participantes.

Assim, o coordenador do programa e os representantes dos laboratórios participantes não tiveram acesso à informação sobre qual resultado pertence a qual laboratório.

A ordem de circulação do artefato entre os laboratórios é apresentada na Figura 4.

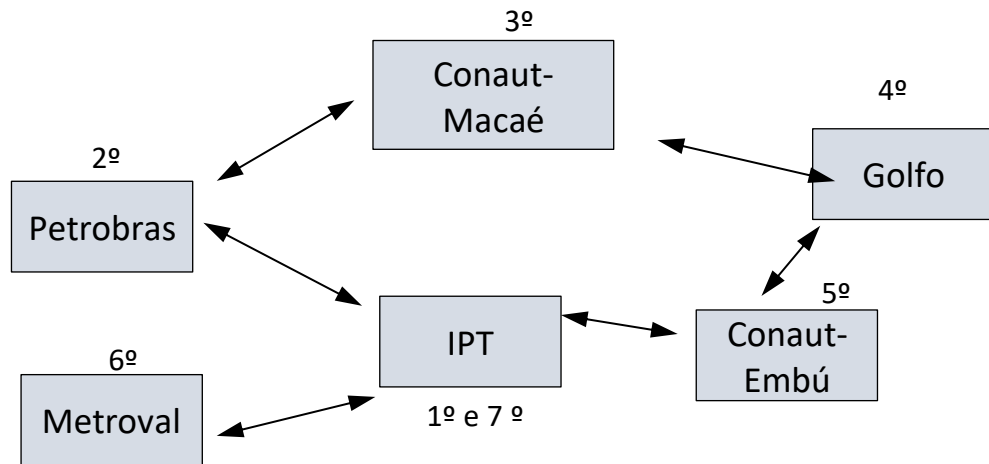


Figura 4- Ordem de circulação do artefato

Cabe ressaltar que essa ordem foi alterada em relação ao protocolo tendo vista os problemas e facilidades de logística que ocorreram no decorrer do PI. Lembrando também que a própria epidemia que o País viveu também representou um fator adicional.

Cada laboratório participante se responsabilizou pelas despesas decorrentes da retirada, transporte, guarda e devolução do artefato nas dependências do IPT, localizado na Avenida Professor Almeida Prado, 532 - Prédio 37 - Butantã, São Paulo - SP, 05508-901.

Os laboratórios participantes deste programa concordaram que o valor base do artefato era de R\$ 40.000,00 (quarenta mil reais), valor este que deveria ser considerado como referência no caso de quebra, dano ou eventual extravio do instrumento.

O artefato foi enviado em caixa apropriada para evitar danos no transporte.

7. MÉTODO DE MEDIÇÃO

Considerando que a atividade de ensaio de proficiência tem como um dos objetivos fornecer evidências acerca da comparabilidade de suas medidas (resultados) em relação aos valores de referência, foi recomendado que o laboratório participante utilizasse nesta

comparação o método de medição com o qual, em princípio, consegue obter suas melhores medidas em cada vazão de calibração para esse instrumento.

Nos parâmetros não especificamente definidos neste documento, cada laboratório ficou livre para utilizar o método proposto no seu procedimento de calibração que será objeto desta intercomparação.

O princípio de operação do artefato previsto não exige a instalação de trechos retos de tubulação a montante e a jusante do mesmo para condicionamento do escoamento. O laboratório ficou, portanto, livre para utilizá-los ou não, se seu procedimento assim o exigir.

Foi recomendado que o fluido de calibração a ser utilizado pelo laboratório deveria ser um hidrocarboneto líquido com viscosidade igual ou inferior a 18 cP (centipoise) e superior a 10 cP para um líquido de massa específica da ordem de 800 kg/m³. Viscosidades referidas à temperatura do fluido durante a calibração do artefato de forma que os efeitos da viscosidade do fluido fossem minimizados.

Os valores de viscosidade relatados pelos laboratórios foram considerados adequados ao que foi especificado. Dois laboratórios declararam viscosidades um pouco acima de 18 cP (18,47 e 18,24 cP), ainda assim foram considerados dentro dos parâmetros aceitáveis.

Foi recomendado que o artefato não operasse durante a calibração submetido a pressões inferiores a 50 kPa (0,5 bar).

8. MENSURANDO, PONTOS DE MEDIÇÃO E PARÂMETRO DE COMPARAÇÃO

O mensurando definido para esta comparação foi a grandeza "volume totalizado de hidrocarboneto líquido", entendendo-se este fluido como sendo óleo mineral de baixa viscosidade, nas condições de temperatura e pressão vigentes durante a calibração.

Cada laboratório participante mediu as totalizações de volume de hidrocarboneto líquido, expressas na unidade m³, nas seguintes vazões de operação indicadas pelo artefato:

1 m³/h, 2,8 m³/h, 4,6 m³/h, 6,4 m³/h, 8,2 m³/h e 10 m³/h.

Em cada um destes pontos de calibração, a regulagem da vazão de líquido passante pelo medidor foi realizada por meio da indicação do medidor em calibração (artefato), e como foi recomendado no protocolo, em nenhum caso a vazão desviou mais de 10 % dos valores

nominais das vazões definidas anteriormente para vazões até 2,8 m³/h e 5 % para vazões acima desse valor.

A quantidade de volume de hidrocarboneto líquido totalizado em cada medição foi definida livremente por cada laboratório, de acordo com seu procedimento de calibração.

O resultado obtido em cada vazão de calibração foi a média de pelo menos três medições independentes.

Embora o mensurando definido para esta comparação tenha sido a grandeza "volume totalizado de hidrocarboneto líquido", o parâmetro de comparação entre os laboratórios participantes deste programa foi o "erro de medida porcentual", conforme descrito no exemplo a seguir.

Exemplo ilustrativo: durante a calibração do artefato, na vazão de 6,4 m³/h, o volume de líquido totalizado indicado pelo artefato poderia ser $vol_{ind} = 3,330 \text{ m}^3$ e o volume de líquido totalizado de referência (medido pelo laboratório) poderia ser $vol_{ref} = 3,350 \text{ m}^3$. Assim, o erro de medida do artefato, na unidade de medida do mensurando, seria: erro de medida = $vol_{ind} - vol_{ref} = (3,330 \text{ m}^3 - 3,350 \text{ m}^3) = -0,020 \text{ m}^3$.

Esse é um parâmetro conveniente pois além de ser um parâmetro muito utilizado na calibração desse tipo de medidor, e portanto os laboratórios estão bem acostumados a calcular esse valor, diferentes laboratórios podem totalizar diferentes volumes em cada vazão de operação do artefato, para fins de comparação entre eles, torna-se necessário normalizar esses erros de medida na forma porcentual do volume medido. Assim:

$$\text{Erro de medida porcentual} = \frac{vol_{ind} - vol_{ref}}{vol_{ref}} \cdot 100[\%]$$

Logo, para o exemplo em questão, o erro de medida do artefato, em porcentagem, resultaria:

$$\text{Erro de medida porcentual} = \frac{3,330 - 3,350}{3,350} \cdot 100[\%] = -0,60 \%$$

9. DEFINIÇÃO DO VALOR DE REFERÊNCIA E SUA INCERTEZA

Para cada uma das seis vazões de comparação definidas no item anterior, o valor de referência para o parâmetro de comparação foi estabelecido por meio de um valor de consenso calculado por meio dos resultados dos laboratórios participantes.

O método utilizado para o cálculo do valor de consenso foi a ISO 13528 de 2015. Há algumas formas de calcular esse valor sendo que a média pareceu a mais adequada e foi o método utilizado nesse PI.

Nesse método, a princípio, são utilizados os valores declarados por todos os laboratórios participantes, independentemente do método de medição utilizado. Não obstante, é utilizado o teste de Cochran (considerando um nível de significância de 5 %) para a exclusão de valores eventualmente discrepantes (outliers). Em resumo, o teste de Cochran determina se há uma diferença entre as variâncias de um grupo de amostras utilizando a razão entre a maior variância e a soma de todas as variâncias das amostras, incluindo a maior.

No caso de resultados incompatíveis pelo método, o próprio método já indica se o valor discrepante é o maior ou o menor valor das amostras. Esse valor é então retirado e novo teste é realizado para verificar a compatibilidade. Assim esse processo pode ser aplicado sucessivas vezes até que haja compatibilidade nos valores.

9.1. INCERTEZA ASSOCIADA AO VALOR DE REFERÊNCIA

O valor da incerteza padrão associada ao valor de referência para cada ponto calibrado foi determinado de acordo com a ISO 13528 seguinte expressão:

$$u_{dve} = \frac{s^*}{\sqrt{p}} \times 1,25$$

onde:

S^* - Estimativa do desvio padrão dos resultados dos participantes não excluídos no teste de Cochran descrito anteriormente

p – número de participantes

e

u_{cxi} : incerteza que considera as incertezas associadas aos valores de erro ($E_{lab i}$) reportados pelos laboratórios (excluindo-se eventual *outlier*). Obtida a partir da raiz quadrada da soma dos quadrados das incertezas padronizadas reportadas pelos laboratórios e dividida por raiz de n . Ou seja:

$$u_{cxi} = \sqrt{(u_{lab1})^2 + (u_{lab2})^2 + \dots + (u_{labn})^2} / \sqrt{n}$$

$$u_{c\ ref} = \sqrt{(u_{dve})^2 + (u_{cxi})^2}$$
 Incerteza do valor de referência segundo a norma

A incerteza final da do valor de referência u_x deverá ser calculada por meio da composição de $u_{c\ ref}$ com uma incerteza associada a viscosidade e a uma incerteza associada a reprodutibilidade do aparato (considerando todas linearmente independentes e ortogonais) que são discutidas no capítulo 12 desse documento. Para a expandida será considerado $k=2$.

10. PARÂMETRO DE AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS

Para avaliação dos resultados declarados pelos laboratórios participantes será utilizado como parâmetro o Erro Normalizado (EN) que é dado pela expressão:

$$EN = \frac{E_{labi} - E_{ref}}{\sqrt{(U_{labi})^2 + (U_{ref})^2}}$$

onde:

U_{labi} : incerteza expandida associada ao resultado apresentado pelo laboratório i ($i = 1, 2, 3, \dots, n$) [%]

U_{ref} : incerteza expandida associada a comparação [%]

E_{ref} : valor do erro de referência para a vazão de calibração sob comparação [%]

E_{labi} : erro de medida porcentual declarado pelo laboratório i ($i = 1, 2, 3, \dots, n$) [%]

Serão considerados

Resultado satisfatório: quando $|EN| \leq 1$

Resultado insatisfatório: quando $|EN| > 1$

11. PLANILHA DE RESULTADOS

Cada laboratório preencheu a sua planilha eletrônica com os resultados da calibração, e enviou para o Sr. Luis Francisco Marcon Ribeiro,

Ao participar deste programa, o laboratório autorizou automaticamente a divulgação dos seus resultados, condicionado ao fato de que a sua identificação será feita apenas de forma codificada.

12. EFEITOS DE ESTABILIDADE E VISCOSIDADE

O IPT foi responsável pela avaliação da estabilidade metrológica do artefato.

Como cada laboratório realizará a calibração com seu próprio fluido disponível e também em suas temperaturas de operação, haverá uma diversidade de massas específicas e de viscosidades nas quais se espera que os resultados sejam comparáveis, considerando o princípio de operação do artefato escolhido.

De forma a avaliar os eventuais efeitos desses parâmetros na resposta do artefato, o IPT realizou a calibração do medidor com água e mais dois óleos em diferentes temperaturas e portanto em viscosidades diferentes.

A variabilidade observada nessas calibrações com fluidos diferentes foi levada em conta quando da análise dos resultados das calibrações dos diversos laboratórios e foi considerada como uma fonte adicional na estimativa da incerteza da comparação. Ela foi composta com a incerteza u_x calculada para a incerteza do valor de referência.

A estabilidade metrológica do artefato foi avaliada pelo laboratório IPT em três etapas, sendo a primeira a própria calibração do medidor realizada neste laboratório, dando início à rodada de calibrações.

O primeiro monitoramento da estabilidade do artefato foi realizado pelo laboratório IPT após a sua circulação pelos cinco primeiros laboratórios (IPT, Petrobras, Conaut Macaé, Golfo e Conaut Embú). O segundo e último monitoramento da estabilidade ocorreu no final do ciclo de calibrações, após a sua circulação pela Metroval.

A estabilidade metrológica do artefato foi avaliada nas mesmas vazões das calibrações que são: 1 m³/h, 2,8 m³/h, 4,6 m³/h, 6,4 m³/h, 8,2 m³/h e 10 m³/h.

A determinação da incerteza padrão associada à estabilidade do artefato, em cada vazão, será obtida por meio da diferença entre as médias máxima e mínima das três calibrações realizadas pelo laboratório IPT.

Resultados dos testes de viscosidade

Os efeitos da viscosidade foram avaliados no laboratório do IPT antes do envio do medidor por meio de três calibrações. Duas com um mesmo óleo em temperaturas (e, portanto, viscosidades diferentes) e uma com água.

Tabela 1 Análise da viscosidade

Vazão nominal	Dispersão do erro (máximo-mínimo)			Máxima variação do erro com a viscosidade	Máxima variação do erro com a viscosidade considerando apenas os resultados com óleo (Máximo - mínimo)
	Viscosidade 17 (cP) óleo OB-09 22 °C	Viscosidade 13 (cP) óleo OB-09 30 °C	Viscosidade 1 cP		
m ³ /h	%	%	%	%	%
1	0,00	0,02	0,01	0,18	0,10
2,8	0,08	0,03	0,00	0,02	0,02
4,6	0,01	0,02	0,02	0,07	0,02
6,4	0,03	0,03	0,02	0,08	0,05
8,2	0,06	0,03	0,02	0,12	0,03
10	0,07	0,09	0,04	0,04	0,04

Considerando os resultados acima e as variações de viscosidade relatadas pelos diferentes laboratórios optamos por utilizar os resultados da máxima variação do erro, considerando apenas os resultados obtidos com óleo, por representarem melhor as variações de viscosidade relatadas nas calibrações dos diversos laboratórios

Vale ressaltar que que o método utilizado na determinação do valor de referência e sua incerteza já, de certa forma, englobam essa fonte de incerteza, visto que os laboratórios usaram viscosidades diferentes e a incerteza da referência foi calculada pelo desvio padrão dos resultados mas ainda assim, ela será composta com a incerteza u_x relatada.

Resultados dos ensaios de deriva

A Tabela 2 mostra os resultados obtidos no ensaio de deriva sendo que o valor da deriva corresponde a máxima diferença entre os erros obtidos em cada vazão entre as calibrações. A incerteza padronizada foi calculada considerando uma distribuição retangular.

Tabela 2

Vazão nominal de calibração	Deriva	Incerteza padronizada associada
[m³/h]	%	%
1,0 ± 0,1	0,04	0,01
2,8 ± 0,28	0,01	0,00
4,6 ± 0,23	0,05	0,02
6,4 ± 0,32	0,10	0,03
8,2 ± 0,41	0,01	0,00
10,0 ± 0,50	0,13	0,04

Como os resultados irão mostrar, ambas as incertezas são irrelevantes perto das incertezas obtidas para o valor de referência. No entanto ambas serão consideradas. Vale ressaltar no entanto que se a comparação for realizada por laboratórios de menor incerteza e métodos de menor incerteza forem utilizados para estimar a incerteza do valor de referência essas fontes podem ser bastante relevantes.

13. RESULTADOS DOS LABORATÓRIOS

Da Tabela 3 a Tabela 8 são apresentados os dados de calibração dos laboratórios: LAB 3-07, LAB 3-13, LAB 3-17, LAB 3-22, LAB 3-25 e LAB 3-57 respectivamente.

Os campos da tabela denominados nas colunas são:

Vazão nominal - Vazão nominal de calibração

Vazão de operação - Vazão média indicada pelo artefato durante a calibração

Erro - Erro de medida porcentual, Elabi

Desv. Pad. - Desvio padrão das medidas

k- Fator de abrangência –

Incerteza - Incerteza expandida associada ao erro de medida porcentual, Ulabi

Tabela 3 resultados do LAB 3-07

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	0,99	-0,76	0,043	2,00	0,15
2,8 ± 0,28	2,78	-0,70	0,018	2,00	0,15
4,6 ± 0,23	4,57	-0,81	0,021	2,00	0,15
6,4 ± 0,32	6,33	-0,82	0,017	2,00	0,15
8,2 ± 0,41	8,14	-0,88	0,016	2,00	0,15
10,0 ± 0,50	9,92	-0,89	0,016	2,01	0,15
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		848,1	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		Lubrax Hydra XP 10			
Temperatura média do fluido:		35,3	°C		
Viscosidade média (cP)		14,4	cP		

Tabela 4 resultados do LAB 3-13

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	1,05	-0,76	0,066	2,1	0,37
2,8 ± 0,28	2,86	-0,68	0,060	2,0	0,37
4,6 ± 0,23	4,72	-0,81	0,023	2,0	0,37
6,4 ± 0,32	6,53	-0,67	0,033	2,0	0,37
8,2 ± 0,41	8,24	-0,61	0,040	2,0	0,37
10,0 ± 0,50	10,30	-0,62	0,018	2,0	0,37
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		852,9	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		LUBRAX HYDRA XP 10			
Temperatura média do fluido:		28,47	°C		
Viscosidade média (cP)		18,47	cP		

Tabela 5 resultados do LAB 3-17

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	0,99	-0,74	0,012	2,0	0,80
2,8 ± 0,28	2,79	-0,70	0,023	2,0	0,80
4,6 ± 0,23	4,57	-0,71	0,007	2,0	0,80
6,4 ± 0,32	6,37	-0,74	0,002	2,0	0,22
8,2 ± 0,41	8,15	-0,79	0,018	2,0	0,22
10,0 ± 0,50	10,00	-0,75	0,015	2,0	0,20
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		852,5	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		Lubrax Hydra XP10 (848,5 kg/m ³)			
Temperatura média do fluido:		25,2	°C		
Viscosidade média (cP)		18,24	cP		

Tabela 6 resultados do LAB 3-22

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	0,98	-0,65	0,010	2,52	0,05
2,8 ± 0,28	2,80	-0,52	0	2,47	0,05
4,6 ± 0,23	4,60	-0,5	0,005	2,41	0,05
6,4 ± 0,32	6,37	-0,47	0,02	2,35	0,05
8,2 ± 0,41	8,21	-0,46	0,011	3,09	0,05
10,0 ± 0,50	10,16	-0,46	0,015	2,29	0,05
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		853,72	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		Óleo Lubrificante base			
Temperatura média do fluido:		28,1	°C		
Viscosidade média (cP)		11,6	cP		

Tabela 7 resultados do LAB 3-25

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	1,01	-0,79	0,011	2,0	0,06
2,8 ± 0,28	2,79	-0,73	0,031	2,6	0,10
4,6 ± 0,23	4,58	-0,72	0,030	2,6	0,10
6,4 ± 0,32	6,39	-0,76	0,031	2,6	0,11
8,2 ± 0,41	8,18	-0,75	0,042	3,3	0,16
10,0 ± 0,50	10,01	-0,70	0,170	4,5	0,78
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		852,12	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		XP-10			
Temperatura média do fluido:		21,8	°C		
Viscosidade média (cP)		13,14	cP		

Tabela 8 resultados do LAB 3-57

Vazão nominal [m ³ /h]	Vazão de operação [m ³ /h]	Erro E_{labi} [%]	Desv. Pad. [%]	k [-]	Incerteza, U_{labi} [%]
1,0 ± 0,1	1,04	-0,90	0,021	2,0	0,11
2,8 ± 0,28	2,77	-0,81	0,010	2,0	0,11
4,6 ± 0,23	4,61	-0,79	0,040	2,0	0,12
6,4 ± 0,32	6,38	-0,75	0,044	2,1	0,12
8,2 ± 0,41	8,18	-0,76	0,023	2,0	0,11
10,0 ± 0,50	10,03	-0,75	0,049	2,1	0,12
Dados complementares					
Massa específica a 20 °C		856	kg/m ³		
Tipo de hidrocarboneto utilizado:		Óleo mineral			
Temperatura média do fluido:		29,8	°C		
Viscosidade média (cP)		11,7	cP		

A Figura 5 mostra os resultados de todos os laboratórios na forma de um gráfico.

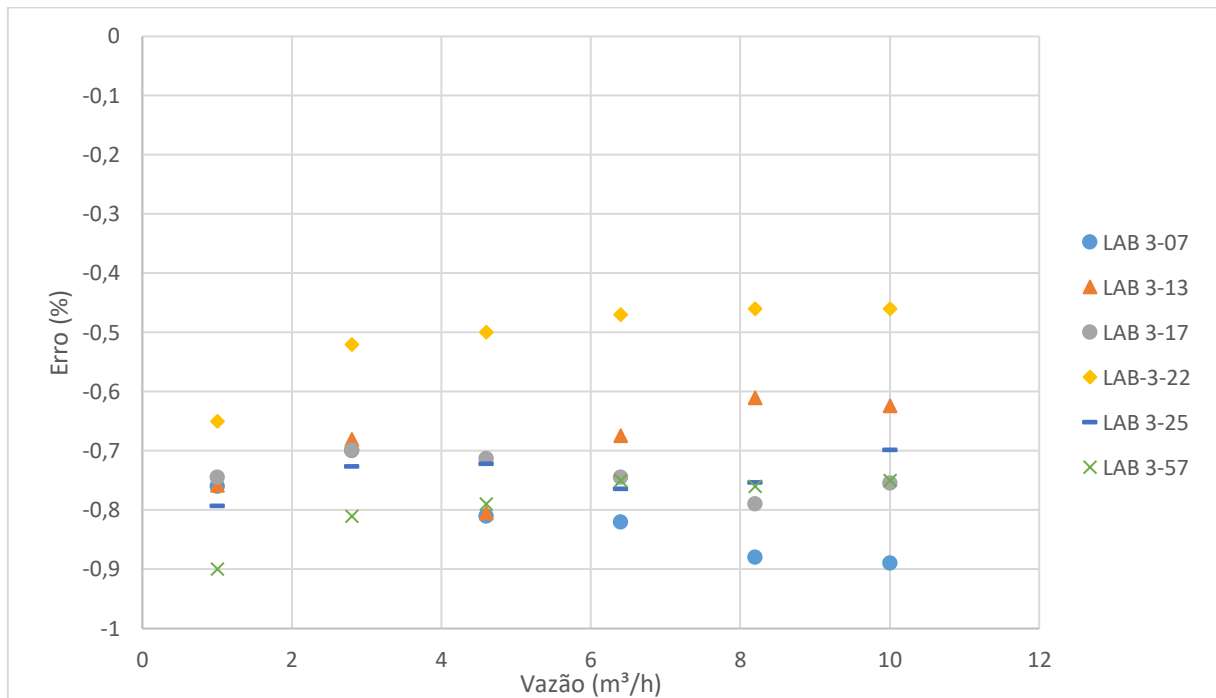


Figura 5 – resultados dos laboratórios na forma de um gráfico

Nota sobre os resultados:

No campo de observações o laboratório LAB 3-57 relatou :

“O laboratório utilizou a técnica de calibração de início e parada (start & stop), Em cada uma das corridas, após fechar a válvula no final de cada corrida, o medidor continuava a entregar pulsos na sua saída e continuava totalizando no seu indicador local. A quantidade de pulsos (volume) entregue após o fechamento da válvula foi diferente.”

O Laboratório do IPT também relatou uma baixa repetibilidade no ponto de 10 m³/h , provavelmente derivada do método, que coleta pouco tempo nessa vazão e do alto tempo de resposta do medidor.

14. CÁLCULO DO VALOR DE REFERÊNCIA

Nesse capítulo apresentamos os cálculos do valor de referência

Avaliação de outliers

A Tabela 9 mostra a aplicação do método de Grubbs para o ponto de 1 m³/h e a Tabela 10 apresenta os resultados para todas as vazões.

Tabela 9 – Exemplo da aplicação do teste de Grubbs para a vazão de 1 m³/h

Laboratório	Erro (%)	Incerteza padrão u (%)	k (-)	Incerteza (%)		
					Media dos erros	-0,77 %
LAB 3-07	-0,76	0,08	2,00	0,15	desvio padrão dos erros	0,08 %
LAB 3-13	-0,76	0,18	2,05	0,37	Erro máximo	-0,65 %
LAB 3-17	-0,74	0,40	2,00	0,80	Erro Mínimo	-0,90 %
LAB 3-22	-0,65	0,02	2,52	0,05	Referencia de grubbs para N=6 e 5%	1,822
LAB 3-25	-0,79	0,03	2,04	0,06		
LAB 3-57	-0,90	0,06	2,00	0,11		
					Teste de Erro mínimo	1,64 aceito
					Teste de Erro máximo	1,46 aceito

Tabela 10 – Resultados da aplicação do método de Grubbs em todos os pontos

Teste de Grubbs						
	Vazão 1 m³/h	Vazão 2,8 m³/h	Vazão 4,6 m³/h	Vazão 6,4 m³/h	Vazão 8,2 m³/h	Vazão 10 m³/h
Media dos erros	-0,77 %	-0,69 %	-0,72 %	-0,70 %	-0,71 %	-0,70 %
desvio padrão dos erros	0,08 %	0,09 %	0,12 %	0,12 %	0,15 %	0,14 %
Erro máximo	-0,65 %	-0,52 %	-0,50 %	-0,47 %	-0,46 %	-0,46 %
Erro Mínimo	-0,90 %	-0,81 %	-0,81 %	-0,82 %	-0,88 %	-0,89 %
Referencia de grubbs para N=6 e 5%	1,822	1,822	1,82	1,82	1,822	1,822
Teste de Erro mínimo	1,64 aceito	1,27 aceito	0,74 aceito	0,94 aceito	1,14 aceito	1,34 aceito
Teste de Erro máximo	1,46 aceito	1,79 aceito	1,91 reprovado	1,89 reprovado	1,66 aceito	1,63 aceito

Como podemos observar, os pontos de 4,6 m³/h e 6,4 m³/h foram reprovados. Observa-se que as duas reprovações foram em erro máximo. Assim, retiramos nesses pontos os resultados do laboratório LAB 3-22 que apresentava os erros máximos e reaplicamos o método nessas duas vazões. A Tabela 11 mostra os resultados da reaplicação do método nessas vazões.

Tabela 11 – reaplicação do método de Grubbs nas vazões de 4,6 m³/h e 6,4 m³/h

Teste de Grubbs		
	Vazão 4,6 m³/h	Vazão 6,4 m³/h
Media dos erros	-0,77 %	-0,75 %
desvio padrão dos erros	0,05 %	0,05 %
Erro máximo	-0,71 %	-0,67 %
Erro Mínimo	-0,81 %	-0,82 %
Referencia de grubbs para N=5 e 5%	1,671	1,67
Teste de Erro mínimo	0,90 aceito	1,33 aceito
Teste de Erro máximo	1,17 aceito	1,47 aceito

Assim os resultados que comporão o valor de referência serão os de todos os laboratório nas vazões de 1 m³/h, 2,8 m³/h, 8,2 m³/h e 10 m³/h e os pontos de 4,6 m³/h e 6,4 serão calculados desconsiderando os resultados do LAB 3-22.

A Tabela 12 mostra os resultados calculados para o valor de referência

Tabela 12 – Valores de referência

Vazão nominal de calibração	Valor de referência do erro	Incerteza expandida
[m ³ /h]	[%]	[%]
1,0 ± 0,1	-0,77	0,38
2,8 ± 0,28	-0,69	0,38
4,6 ± 0,23	-0,77	0,41
6,4 ± 0,32	-0,75	0,22
8,2 ± 0,41	-0,71	0,25
10,0 ± 0,50	-0,70	0,28

15. AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS

Conforme consta no capítulo 10, a avaliação dos resultados foi realizada com base no valor do erro normalizado e foram adotados os seguintes critérios:

Resultado satisfatório: quando $|EN| \leq 1$

Resultado insatisfatório: quando $|EN| > 1$

15.1 Avaliação laboratório LAB 3-07-

A Tabela 13 apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-07

Tabela 13- Avaliação dos resultados do LAB 3-07

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-07		
Vazão (nom.) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,76	0,15	0,02	Satisfatório
2,8	-0,70	0,15	-0,03	Satisfatório
4,6	-0,81	0,15	-0,10	Satisfatório
6,4	-0,82	0,15	-0,26	Satisfatório
8,2	-0,88	0,15	-0,59	Satisfatório
10	-0,89	0,15	-0,61	Satisfatório

15.2 Avaliação laboratório LAB 3-13-

A Tabela 14 apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-13

Tabela 14 Avaliação dos resultados do LAB 3-13

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-13		
Vazão (nom.) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,76	0,37	0,02	Satisfatório
2,8	-0,68	0,37	0,02	Satisfatório
4,6	-0,81	0,37	-0,07	Satisfatório
6,4	-0,67	0,37	0,18	Satisfatório
8,2	-0,61	0,37	0,22	Satisfatório
10	-0,62	0,37	0,16	Satisfatório

15.3 Avaliação laboratório LAB 3-17-

A Tabela 15 apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-17

Tabela 15 Avaliação dos resultados do LAB 3-17

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-17		
Vazão (nom.) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,74	0,80	0,03	Satisfatório
2,8	-0,70	0,80	-0,01	Satisfatório
4,6	-0,71	0,80	0,06	Satisfatório
6,4	-0,74	0,22	0,02	Satisfatório
8,2	-0,79	0,22	-0,24	Satisfatório
10	-0,75	0,20	-0,17	Satisfatório

15.4 Avaliação laboratório LAB 3-22-

A Tabela 16 apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-22

Tabela 16 Avaliação dos resultados do LAB 3-22

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-22		
Vazão (nom.) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,65	0,05	0,31	Satisfatório
2,8	-0,52	0,05	0,44	Satisfatório
4,6	-0,50	0,05	0,65	Satisfatório
6,4	-0,47	0,05	1,23	Insatisfatório
8,2	-0,46	0,05	0,98	Satisfatório
10	-0,46	0,05	0,84	Satisfatório

15.5 Avaliação laboratório LAB 3-25-

A Tabela 17 apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-25

Tabela 17 Avaliação dos resultados do LAB 3-25

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-25		
Vazão (nom.) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,79	0,06	-0,07	Satisfatório
2,8	-0,73	0,10	-0,09	Satisfatório
4,6	-0,72	0,10	0,11	Satisfatório
6,4	-0,76	0,11	-0,06	Satisfatório
8,2	-0,75	0,16	-0,15	Satisfatório
10	-0,70	0,78	0,00	Satisfatório

15.6 Avaliação laboratório LAB 3-57-

A apresenta a avaliação do laboratório LAB 3-57

Tabela 18 Avaliação dos resultados do LAB 3-57

Dados principais dos laboratórios e En				Avaliação
Identificação		LAB 3-57		
Vazão (nom) (m ³ /h)	Erro (%)	Incerteza (%)	En	
1	-0,90	0,11	-0,33	Satisfatório
2,8	-0,81	0,11	-0,30	Satisfatório
4,6	-0,79	0,12	-0,05	Satisfatório
6,4	-0,75	0,12	0,00	Satisfatório
8,2	-0,76	0,11	-0,19	Satisfatório
10	-0,75	0,12	-0,18	Satisfatório

16 CONCLUSÃO

Os resultados mostraram que apenas um laboratório obteve avaliação insatisfatória em uma única vazão de referência sendo que a média do valor absoluto dos erros normalizados foi de 0,22. Comparando com os diversos programas realizados e ainda considerando que esse é o primeiro programa completo com hidrocarbonetos líquidos, os resultados indicam de forma geral, um bom grau de compatibilidade entre os laboratórios.

No entanto, vale destacar que o método de cálculo do valor de referência adotado e principalmente da incerteza associada a esse valor, induzem valores particularmente altos para as incertezas e portanto tendem a levar a erros normalizados mais baixos.

Destacamos que dependendo da incerteza declarada pelo laboratório talvez seja conveniente que ele realize outros tipos de análise sobre os dados, de forma a que possa avaliar mais criteriosamente seus resultados considerando suas incertezas declaradas.

Como comentamos, esse é o primeiro PI de hidrocarbonetos líquidos que chega a contento ao seu final, de forma que há alguns aprendizados para o próximo PI .

- O método utilizado no cálculo do valor de referência e principalmente sua incerteza ou eventualmente a divisão da avaliação em laboratórios com incertezas mais próximas deve ser avaliados para que o PI possa efetivamente levar a resultados que gerem valores de referência com incertezas mais adequadas para avaliação dos laboratórios participantes;
- Embora nesse PI a reprodutibilidade do medidor com relação a viscosidade não tenha tido nenhum efeito significativo pois os valores da incerteza do valor de referência são altos, percebe-se que esse parâmetro pode ter valores muito próximos das incertezas declaradas por alguns laboratórios e portanto deve ser incluído no estudo e deve ser avaliado com cuidado no próximo PI de hidrocarbonetos líquidos.

Lembramos aos participantes do PI para manterem sigilo em relação às informações consideradas confidenciais decorrentes desse PI. Por “informação confidencial” entende-se toda informação que possa levar à identificação de um ou mais laboratórios, incluindo o envio accidental ou não dos resultados do laboratório para outro que não o observador do programa.

Por fim, gostaria de agradecer muito a competência, a disponibilidade, o profissionalismo e a cordialidade que todos os profissionais envolvidos demonstraram durante esse programa. Foi realmente uma satisfação poder coordenar esse programa com esse grupo de profissionais.

Em particular gostaria de agradecer ao Luis Francisco Marcon Ribeiro, representante da Dicla pela agilidade, comprometimento cortesia que demonstrou durante todo o processo

17 INFORMAÇÕES ADICIONAIS

Vale lembrar que caso algum laboratório obtenha resultados insatisfatórios nas atividades de EP obrigatórias conforme requerido na NIT-Dicla-026 deverá evidenciar ao seu Gestor de

Acreditação a implementação de ações corretivas apropriadas no prazo estabelecido na NIT-Dicla-031, para análise pela Cgcre.

18 ANEXOS

Anexo 1: Planilha de resultados da calibração

Anexo 2: Ficha de recebimento do artefato

Anexo 3: Ficha de devolução do artefato

19 EQUIPE

Os seguintes profissionais participaram do programa, das discussões e do relatório

- **Caio Leonny Braga de S. Andrade** - Conaut- Controles Automáticos Ltda Laboratório de Calibração
- **Francisco Javier Aguilera Camacho** - Metroval Controle de Fluidos Ltda-Laboratório de Calibração Metroval
- **Raimundo Dantas** -- Líquido Comércio de Peças, Medições e Serviços Ltda.Laboratório Golfo Medições
- **Mauro Marco Ceccopieri Baptista** - Conaut- Controles Automáticos Ltda Laboratório de Calibração
- **Bela Rodrigues** - Petróleo Brasileiro S A – Petrobras - Unidade Metrológica de Vazão de Líquidos
- **Francisco Daniel Santana** - Petróleo Brasileiro S A – Petrobras - Unidade Metrológica de Vazão de Líquidos
- **Rui Gomez Teixeira de Almeida** - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. – IPT Centro de Metrologia Mecânica, Elétrica e de Fluidos - IPT/CTMetro
- **Luis Francisco Marcon Ribeiro** – representante da Dicla

Rui Gomez Teixeira de Almeida

Chefe do laboratório de vazão do IPT e coordenador do PI

=====FINAL DO RELATÓRIO=====

Anexo 1: Planilha de resultados da calibração

Código do laboratório: _____

Vazão nominal de calibração $\pm 5\%$ [m ³ /h]	Vazão média indicada pelo artefato durante a calibração [m ³ /h]	Erro de medida porcentual, E_{labi} [%]	Desvio padrão das medidas[%]	Fator de abrangência	Incerteza expandida associada ao erro de medida porcentual, U_{labi} [%]
1,0 \pm 0,1					
2,8 \pm 0,28					
4,6 \pm 0,23					
6,4 \pm 0,32					
8,2 \pm 0,41					
10,0 \pm 0,50					

Nota: A incerteza declarada pelo laboratório deverá ser compatível com a sua CMC acreditada.

Tipo de hidrocarboneto utilizado: _____ massa específica _____ Kg/m³

Temperatura média do fluido: _____ °C

Viscosidade média (cP)

Eventuais dificuldades ou anormalidades verificadas por ocasião da calibração: _____

Anexo 2: Ficha de recebimento do artefato

São Paulo, ____ de _____ de _____.

Eu, _____, RG _____,
CPF _____, abaixo assinado, declaro que, no papel de representante
delegado do laboratório _____, recebi na
presente data, da empresa IPT-Instituto de Pesquisas Tecnológicas, localizada à Avenida
Professor Almeida Prado, 532 - Prédio 37 - Butantã, São Paulo - SP, 05508-901, um medidor
de vazão de líquidos do tipo mássico, por princípio Coriolis, a seguir identificado:

- Marca: Yokogawa Rotamass
- Modelo: RCCT36-DV0A02A2SL/BG/UF1/P6
- Código do produto:
- Diâmetro nominal:
- Faixa de medição: 0,5 t/h a 17 t/h
- Tipo de sinal de saída:
- Resolução do sinal de saída: 1 pulso por grama
- Pressão máxima: 41 bar
- Tipo de fixação: por flanges
- Embalagem:

Igualmente, assumo o compromisso de que o medidor será utilizado única e exclusivamente
para a finalidade de sua calibração visando a participação do laboratório, o qual represento, no
3º Programa de Comparação Interlaboratorial em Medição de Vazão de Hidrocarbonetos
Líquidos - Totalização de Volume de Hidrocarboneto Líquido na Faixa de Vazão de 1 m³/h a
10 m³/h, programa este realizado no âmbito da Comissão Técnica de Vazão e Velocidade de
Fluidos-CT-13 da Cgcre-Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro.

Observações, se aplicáveis: _____

Assinatura

Anexo 3: Ficha de devolução do artefato

São Paulo, ____ de _____ de _____.

Eu, _____, RG _____,
CPF _____, abaixo assinado, declaro que, no papel de representante
delegado do IPT-Instituto de Pesquisas Tecnológicas, recebi na presente data, da empresa
_____, um medidor de vazão de
líquidos do tipo mássico, por princípio Coriolis, a seguir identificado:

- Marca: Yokogawa Rotamass
- Modelo: RCCT36-DV0A02A2SL/BG/UF1/P6
- Código do produto:
- Diâmetro nominal:
- Faixa de medição: 0,5 t/h a 17 t/h
- Tipo de sinal de saída:
- Resolução do sinal de saída: 1 pulso por grama
- Pressão máxima: 41 bar
- Tipo de fixação: por flanges
- Embalagem:

Observações, se aplicáveis: _____

Assinatura