



**Comissão Técnica de Vazão – CT-13
Coordenação Geral de Acreditação – Cgcre**

**SUBCOMISSÃO TÉCNICA DO 2º PROGRAMA
INTERLABORATORIAL EM VAZÃO DE GÁS – BAIXA VAZÃO**

Relatório final

05.09.2014

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

1. INTRODUÇÃO

Durante 11ª reunião da Comissão Técnica de Vazão CT-13, realizada em Natal-RN, a subcomissão de intercomparação em baixa vazão de gás concordou em instituir um segundo programa laboratorial nesta grandeza.

A subcomissão do 2º PI de Baixa vazão de gás teve a participação de quatro dos laboratórios acreditados pela Cgcre na área de vazão de gás (IPT, TEX, PS controles e Chrompack), e por um laboratório postulante a acreditação (SENAI-CETEC).

Para definir as regras e parâmetros do programa foi elaborado, discutido e assinado o “PROTOCOLO DO 2º PROGRAMA INTERLABORATORIAL EM BAIXA VAZÃO DE GÁS” no final de 2012 e os ensaios foram concluídos em setembro de 2013.

Este documento apresenta os resultados finais, cálculos e análises deste programa.

2. COORDENAÇÃO

A coordenação deste programa foi conduzida pelo Centro de Metrologia de Fluidos – Laboratório de Vazão do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT, sob o gerenciamento do Engenheiro Rui Gomez Teixeira de Almeida. O Laboratório de Vazão foi responsável pelos ensaios iniciais e pela calibração final para verificação da estabilidade dos padrões itinerantes.

3. PADRÕES ITINERANTES

A subcomissão decidiu pela utilização de um medidor de vazão instantânea tipo mássico térmico. A tabela 1 mostra as principais características do medidor.

Tabela 1 – Características do medidor selecionado

| Medidor tipo | Modelo | Q _{máx} (dm ³ /min) | Q _{mín} (dm ³ /min) | Diâmetro (mm) | Conexão | Pressão máxima |
|-----------------|-----------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------------|---------|----------------|
| Mássico térmico | MF700-204 | 15 | 0 | 8 | SMC 8mm | 1 MPa |

Para garantia de segurança no processo, os medidores tiveram suas configurações protegidas por senha quando da calibração no primeiro laboratório.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

4. LABORATÓRIOS PARTICIPANTES E CIRCULAÇÃO

Cinco laboratórios participaram deste programa interlaboratorial. O INMETRO atuou como observador neste programa, por meio da Comissão Técnica de Vazão - CT-13. A Tabela 2 relaciona os laboratórios participantes e suas informações.

Tabela 2 – Relação dos laboratórios participantes

| Nome do laboratório | Instituição / Empresa | Nº de Acreditação |
|----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|--------------------------|
| Centro de Metrologia de Fluidos – Laboratório de Vazão (coordenação) | Instituto de Pesquisas Tecnológicas - IPT | Cal 0162 |
| TEX Equipamentos Eletrônicos Indústria e Comércio Ltda. | TEX Equipamentos Eletrônicos Indústria e Comércio Ltda. | Cal 0409 |
| Laboratório Chrompack Instrumentos Científicos Ltda. | Chrompack Instrumentos Científicos Ltda. | Cal 0256 |
| Laboratório de Vazão de Gás (LVG) | CETEC SENAI-MG. | Postulante a acreditação |
| PS Controles Industriais Ltda. | PS Controles Industriais Ltda. | Cal 0490 |

5. TIPO DE CIRCULAÇÃO

A ordem de circulação em “roda” foi adotada para este programa. A ordem de circulação é apresentada no Fig. 1.

Os padrões itinerantes foram calibrados no início e no fim do processo no laboratório coordenador (IPT) para verificar a estabilidade.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

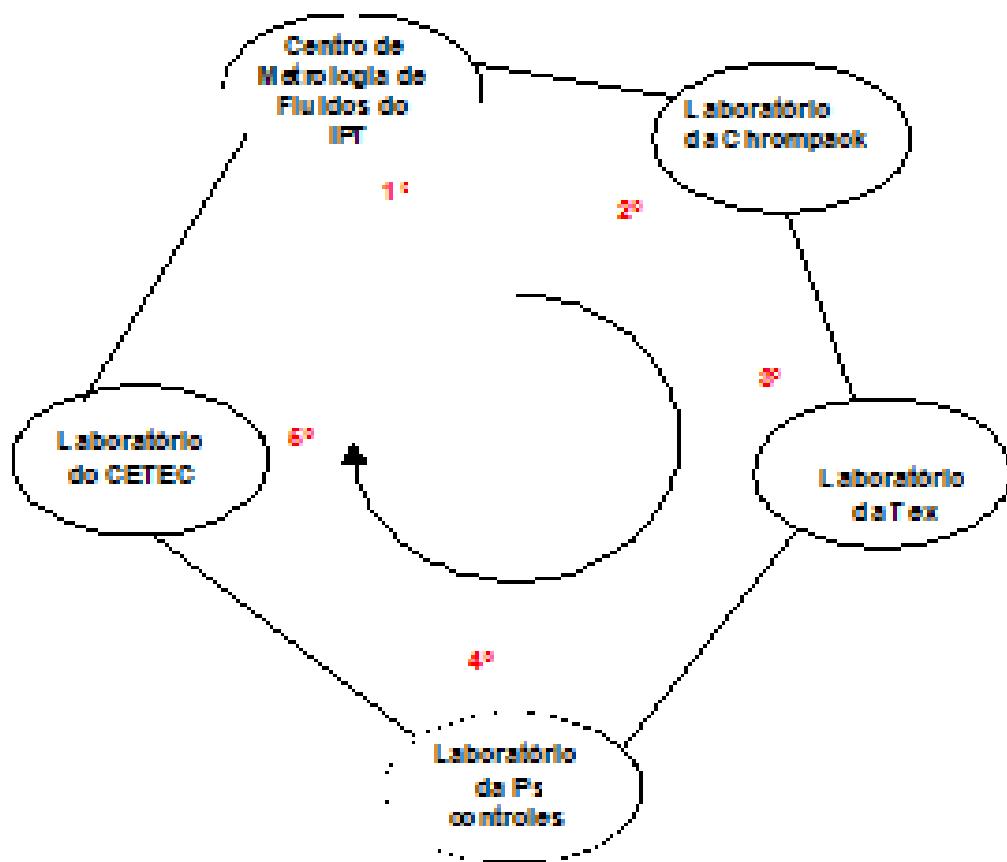


Fig. 1 – Ordem de circulação dos padrões itinerantes

5.1. ACONDICIONAMENTO E TRANSPORTE

O padrão itinerante foi embalado em uma caixa fornecida pelo fabricante e foi travado para evitar que se movimentasse na caixa.

Cada laboratório participante se encarregou de enviar os padrões para o laboratório posterior.

Cada participante foi responsável por suas próprias despesas e também se comprometeram quanto ao resarcimento das despesas necessárias e à reposição dos padrões itinerantes danificados, desde que não identificado o responsável.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

6. CONDIÇÕES DOS ENSAIOS CALIBRAÇÃO

6.1. VAZÕES DE CALIBRAÇÃO

O medidor foi calibrado em 6 pontos da faixa de operação indicadas a seguir:
 $1 \text{ dm}^3/\text{min}$; $3 \text{ dm}^3/\text{min}$; $6 \text{ dm}^3/\text{min}$; $9 \text{ dm}^3/\text{min}$; $12 \text{ dm}^3/\text{min}$ e $15 \text{ dm}^3/\text{min}$.

Os medidores foram calibrados considerando sua indicação local que está em dm^3/min em condições de referência de $101,315 \text{ kPa}$ e 21°C .

6.2. PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

Nos parâmetros não especificamente definidos neste documento, cada laboratório utilizou o método proposto no seu procedimento de calibração que foi objeto desta intercomparação. Cada laboratório revisou este documento com cuidado antes de aceitá-lo de forma a evitar que algum parâmetro acordado pudesse ser incompatível com seu procedimento de calibração.

6.3. CONDICIONAMENTO

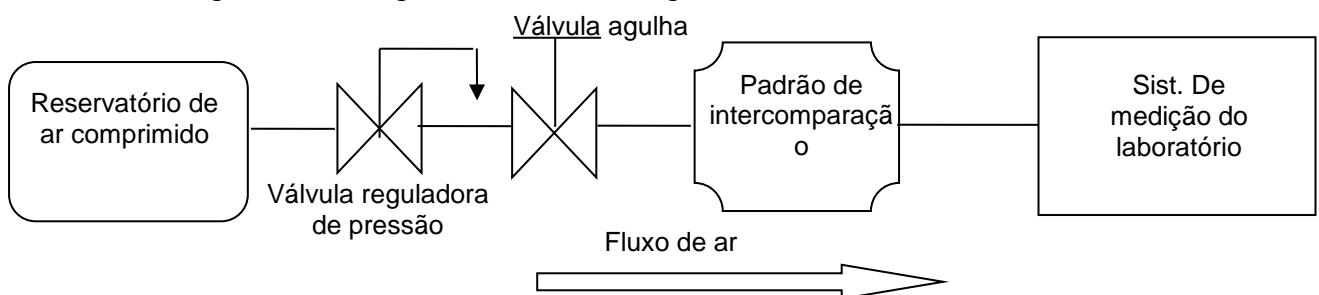
O tipo de medidor previsto não exige trechos de condicionamento. O laboratório ficou, portanto livre para utilizá-los se seu procedimento assim exigir.

6.4. FLUIDO DE CALIBRAÇÃO

Foi utilizado ar comprimido seco como fluido de calibração

6.5. PRESSÃO

O medidor de intercomparação deveria operar com pressões inferiores a $0,5 \text{ bar}$ e a seguinte montagem indicada na Fig. 2 foi recomendada.



Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

Fig. 2 – Esquema da montagem

6.6. MENSURANDO

Fica acordado que o erro de medição em cada vazão de teste será o parâmetro de comparação conforme definido pela equação (1):

$$E(\%) = \frac{Q_{medidor} - Q_{Lab}}{Q_{Lab}} * 100 \quad (1)$$

Onde:

E = Erro (%)

$Q_{medidor}$ = Vazão indicada pelo medidor de intercomparação

Q_{Lab} = Vazão de referência medido pelo laboratório

7. CONDIÇÕES DA INTERCOMPARAÇÃO

7.1. VALOR DE REFERÊNCIA E INCERTEZA

Acordou-se que o laboratório de referência seria o laboratório de vazão do IPT e assim o valor de referência (VR) foram os resultados obtidos por este laboratório na primeira calibração do padrão.

A incerteza de referência utilizada foi composta pela a incerteza obtida pelo laboratório de referência composta por um parâmetro relativo a reprodutibilidade e estabilidade do padrão avaliada pelo laboratório de referência com base na diferença entre os resultados iniciais e os resultados finais da calibração do padrão.

A incerteza relativa ao valor de referência VR (U_{VR}) foi calculada como:

$$U_{VR} = 2 * u_{VR} = \sqrt{u_c^2 + u_{rep}^2}$$

Onde:

u_c – É a incerteza padronizada determinada na calibração do laboratório de referência

u_{rep} – É uma incerteza associada a reprodutibilidade e estabilidade do padrão itinerante e será discutido no item 8.1 deste relatório.

7.2. PARÂMETRO DE ANÁLISE

O principal parâmetro de análise que foi utilizado foi o erro normalizado En para cada laboratório e em cada vazão. Foi calculado pela equação 2:

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

$$E_{ni} = \frac{(E_i - VR)}{\sqrt{U^2 E_i + U^2 VR}} \quad (2)$$

Onde :

E_i - É o erro determinado pelo Laboratório i na calibração;

VR – É o erro determinado pelo laboratório de referência;

UEi – É a incerteza expandida declarada pelo laboratório i;

U_{VR} - É a incerteza expandida declarada pelo laboratório de referência e que já considera os parâmetros de reproduzibilidade e estabilidade do padrão;

Resultados de grau de equivalência $En \leq 1$ são considerados adequados.

7.3. APRESENTAÇÃO DE RESULTADOS

Cada laboratório participante emitiu um documento com os resultados obtidos para cada padrão itinerante em cada vazão, apresentando os dados do medidor e os valores indicados na Tabela 3. Cada laboratório participante emitiu os certificados de calibração e enviou os dados para o Dr. Valter Aibe do INMETRO que renomeou os laboratórios com letras (de A a E) e enviou os resultados para o laboratório coordenador.

Tabela 3 – Sugestão da forma de apresentação dos resultados da calibração que foi apresentada no protocolo

| Vazão (m ³ /h) | Erro (%) | Desvio padrão experimental da média (%) | Incerteza expandida (%) | Fator de abrangência (*) (-) |
|------------------------------|-------------|-----------------------------------------|-------------------------|------------------------------|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

8. RESULTADOS DOS ENSAIOS

8.1. ESTABILIDADE DOS PADRÕES

O laboratório coordenador verificou a estabilidade os padrões, realizando calibrações no início e final do ciclo de circulação do programa além de ensaios utilizando outros métodos de calibração.

Na avaliação com diferentes métodos, o IPT utilizou os seguintes métodos de calibração de forma independente:

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

- Calibração com um medidor volumétrico do tipo rotor semi-submerso no inicio e no final do programa;
- Calibração com um segundo medidor volumétrico do tipo rotor semi-submerso (calibração com outro padrão);
- Calibração com um conjunto de bocais sônicos operando no vácuo;
- Calibração com um pistão de selo de grafite.

Nesta avaliação determinou-se diferenças de até 0,9 % nos resultados. Vale ressaltar que este resultado de reprodutibilidade é coerente com este tipo de padrão.

Além disto, observou-se que, embora se note uma dispersão maior em vazões mais baixas, também se observa dispersões significativas em vazões maiores. Este comportamento reflete uma característica típica de medidores eletrônicos e assim adotou-se uma abordagem mais conservadora sobre o parâmetro de reprodutibilidade e estabilidade tomando-se o valor máximo obtido do parâmetro para todas as vazões consideradas e considerando este o valor para toda a faixa calibrada.

Assim, a incerteza padronizada relativa a reprodutibilidade e estabilidade do padrão itinerante foi calculada considerando uma distribuição retangular tendo como intervalo a máxima variação entre a primeira e a segunda calibração realizada pelo IPT em todas as vazões calibradas. Vale ressaltar que o valor da calibração do IPT que foi tomado como referência foi a calibração com o rotor semi-submerso que foi o método adotado nesta comparação.

A tabela 2 mostra a diferença resultado entre a segunda e a primeira calibração.

Tabela 2 – Variação

| Vazão Indicada (L/min) | Diferença (%) |
|---------------------------|---------------|
| 1,003 | 0,36 |
| 3,004 | 0,57 |
| 6,005 | 0,11 |
| 9,005 | -0,16 |
| 12,005 | -0,41 |
| 15,005 | -0,46 |

Assim a incerteza padronizada relativa ao parâmetro de reprodutibilidade e estabilidade foi calculada como sendo:

$$u_{rep} = \frac{0,57}{\sqrt{12}} = 0,17 \%$$

8.2. ERROS DE INDICAÇÃO E ERRO NORMALIZADO

Os laboratórios enviaram os resultados ao Sr. Aibe do INMETRO que associou uma nova identificação aos laboratórios. Os resultados são apresentados na Tabela 3 assim como os valores de erro normalizado (E_n) calculados.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

Cabe ressaltar que o Laboratório B não apresentou os resultados conforme o protocolo pois não calculou o erro, parâmetro de intercomparação. Apesar disto, o erro foi calculado pelo Sr. Aibe do INMETRO para que o laboratório não ficasse sem resultados. Este procedimento não deveria ocorrer e será comentado no final deste documento. Além disto, verifica-se que o Laboratório B também executou os ensaios em vazões diferentes da acordada em mais de 5 % e os laboratórios B e D não apresentaram resultados em algumas vazões de ensaio.

Tabela 3 – Resultados do erro de indicação

Laboratório A

| Vazão Indicada (N dm ³ /min) | Erro (%) | Desvio padrão experim. da média (%) | Incerteza expandida (%) | Fator de Abrangência (-) | Graus de liberdade efetivo (-) |
|--------------------------------------------|-------------|-------------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|
| 1,003 | -1,38 | 0,083 | 0,60 | 2,0 | 305 |
| 3,004 | -0,85 | 0,089 | 0,60 | 2,0 | 227 |
| 6,005 | -0,88 | 0,008 | 0,52 | 2,0 | 1648404 |
| 9,005 | -0,69 | 0,023 | 0,51 | 2,0 | 31142 |
| 12,005 | -0,66 | 0,047 | 0,52 | 2,0 | 1749 |
| 15,005 | -0,04 | 0,039 | 0,51 | 2,0 | 3532 |

Laboratório B (*)

Não declarou erro em %, mas em N dm³/min

| Vazão Indicada (dm ³ /min) | Erro (*) (%) | Desvio padrão experim. da média (%) | Incerteza expandida (%) | Fator de Abrangência (-) | Graus de liberdade efetivo (-) | En' |
|---------------------------------------------|-----------------|----------------------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|-----|
| 2,745 | 9,4597 | | 1,13 | 2,00 | | 8,1 |
| 5,498 | 9,0064 | | 1,24 | 2,01 | | 7,4 |
| 8,310 | 8,1528 | | 1,14 | 2,00 | | 7,1 |
| 11,066 | 7,7399 | | 1,15 | 2,00 | | 6,7 |
| 13,776 | 8,2075 | | 1,38 | 2,04 | | 5,6 |

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

Laboratório C

| Vazão Indicada | Erro | Desvio padrão experim. da média | Incerteza expandida | Fator de Abrangência | Graus de liberdade efetivo | En' |
|------------------------|-------|---------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|------|
| (dm ³ /min) | (%) | (%) | (%) | (-) | (-) | |
| 1,000 | -3,8 | 0,000577 | 0,48 | 2,00 | | -3,2 |
| 3,000 | -2,3 | 0,001 | 0,33 | 2,00 | | -2,1 |
| 6,000 | -1,4 | 0,001155 | 0,38 | 2,00 | | -0,8 |
| 9,000 | -0,95 | 0,002082 | 0,46 | 2,00 | | -0,4 |
| 12,000 | -0,61 | 0,005774 | 0,45 | 2,00 | | 0,1 |
| 15,000 | 0,07 | 0,015275 | 0,44 | 2,01 | | 0,2 |

Laboratório D

| Vazão Indicada | Erro | Desvio padrão experim. da média | Incerteza expandida | Fator de Abrangência | Graus de liberdade efetivo | En' |
|------------------------|--------|---------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|------|
| (dm ³ /min) | (%) | (%) | (%) | (-) | (-) | |
| 3,000 | 0,250 | | 0,43 | 2,00 | | 1,5 |
| 6,000 | 14,120 | | 0,18 | 2,00 | | 27,4 |
| 9,000 | 23,37 | | 0,07 | 2,00 | | 46,7 |

Laboratório E

| Vazão Indicada | Erro | Desvio padrão experim. da média | Incerteza expandida | Fator de Abrangência | Graus de liberdade efetivo | En' |
|------------------------|--------|---------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|------|
| (dm ³ /min) | (%) | (%) | (%) | (-) | (-) | |
| 1,004 | -0,880 | 0,082 | 0,53 | 2,00 | | 0,6 |
| 3,014 | -0,900 | 0,049 | 0,41 | 2,00 | | -0,1 |
| 6,023 | -0,610 | 0,033 | 0,35 | 2,00 | | 0,4 |
| 9,040 | -0,340 | 0,033 | 0,31 | 2,00 | | 0,6 |
| 12,028 | -0,260 | 0,023 | 0,31 | 2,00 | | 0,7 |
| 15,025 | 0,190 | 0,02 | 0,31 | 2,00 | | 0,4 |

9. AVALIAÇÕES DOS RESULTADOS

A tabela 3 apresenta os resultados do erro normalizado (E_n) apresentados no item 8 e as avaliações de desempenho de todos os participantes em todos os pontos de vazão ensaiados.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

Tabela 4 – Resultados do Erro normalizado (E_n) e avaliação de desempenho para todos os laboratórios

| Vazão nominal da vazão (dm ³ /min) | Laboratório B | | Laboratório C | | Laboratório D | | Laboratório E | |
|-----------------------------------------------|---------------|----------------|---------------|----------------|---------------|----------------|---------------|--------------|
| | E_n | Desempenho | E_n | Desempenho | E_n | Desempenho | E_n | Desempenho |
| 1,0 | - | Não apresentou | -3,16 | Insatisfatório | - | Não apresentou | 0,62 | Satisfatório |
| 3,0 | 8,06 | Insatisfatório | -2,12 | Insatisfatório | 1,50 | Insatisfatório | -0,07 | Satisfatório |
| 6,0 | 7,36 | Insatisfatório | -0,81 | Satisfatório | 27,44 | Insatisfatório | 0,43 | Satisfatório |
| 9,0 | 7,08 | Insatisfatório | -0,38 | Satisfatório | 46,67 | Insatisfatório | 0,59 | Satisfatório |
| 12,0 | 6,67 | Insatisfatório | 0,08 | Satisfatório | - | Não apresentou | 0,67 | Satisfatório |
| 15,0 | 5,60 | Insatisfatório | 0,17 | Satisfatório | - | Não apresentou | 0,39 | Satisfatório |

A Fig. 3 mostra os resultados da Tabela 3 na forma de um gráfico.

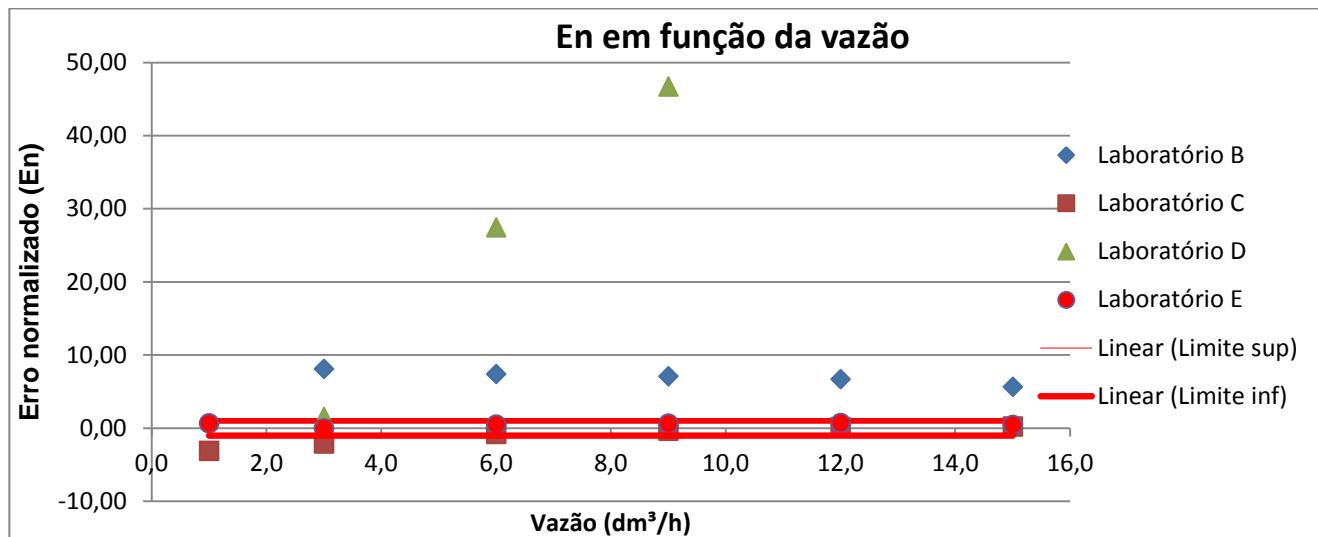


Fig. 3 – Gráfico do E_n em função da vazão

Como há laboratórios com valores de E_n muito elevados que dificultam a observação dos resultados na forma gráfica perto da faixa de 1, onde os laboratórios deveriam estar, a Fig. 4 mostra o mesmo gráfico limitado a faixa de E_n de 2 a -4 para uma melhor visualização desta faixa.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

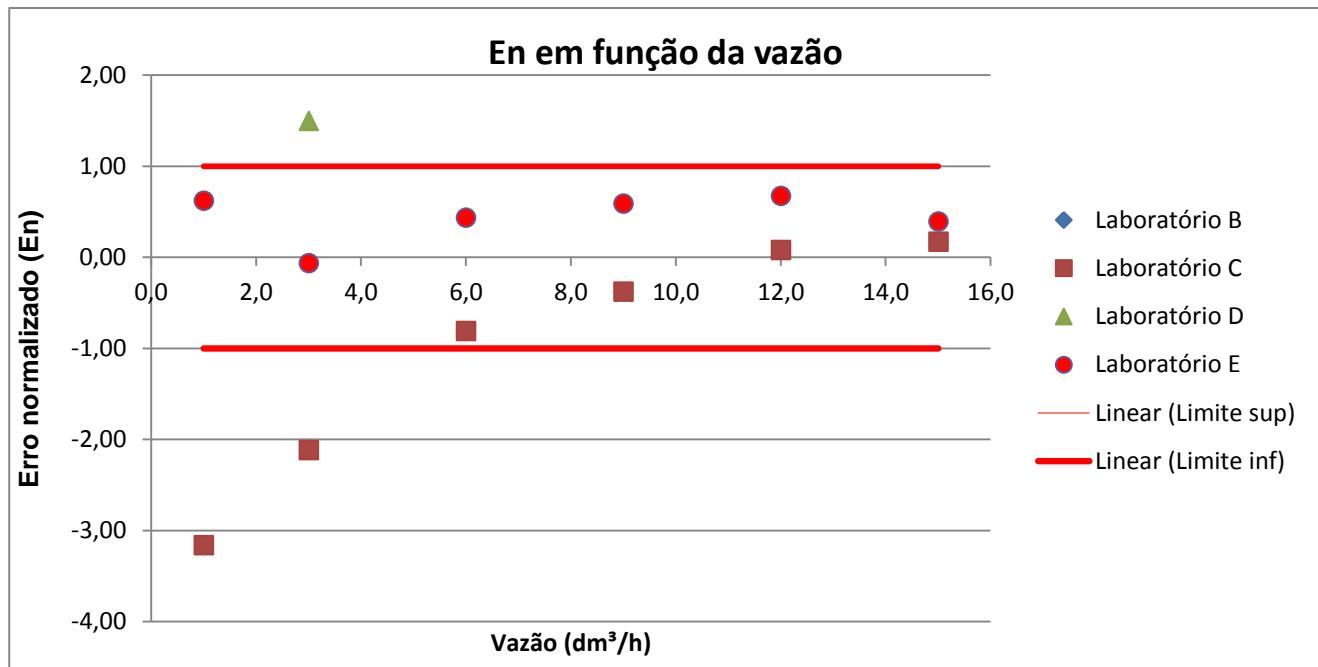


Fig. 4 – Gráfico do E_n em função da vazão limitando os resultados entre a faixa 2 a -4

10. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O padrão itinerante foi calibrado no IPT em setembro de 2012 e foi recalibrado em abril de 2013. Embora o prazo tenha sido um pouco mais longo do que o programado inicialmente foi bastante rápido considerando os prazos normais dos programas de intercomparação em vazão desenvolvidos no âmbito desta CT. Isso se deve particularmente ao fato de que o aparato é pequeno, leve e de fácil montagem facilitando a execução nos laboratórios e a logística do processo, sendo que, por vezes, foi enviado ao laboratório seguinte por portador com menos trâmites burocráticos.

Não houve relato de problemas na calibração dos padrões ou na interpretação do procedimento descrito no protocolo. Apesar disto, diversos laboratórios não apresentaram todos os resultados que haviam sido acordados e um laboratório não apresentou o erro na forma porcentual sendo necessário que o observador do INMETRO tivesse que calcular este erro. Este fato é prejudicial ao programa e não deve ser repetido.

Os laboratórios B e D obtiveram resultados do erro normalizado muito maiores que 1 em muitos pontos de operação. Estes laboratórios devem rever seus procedimentos de calibração, de avaliação de incerteza ou do entendimento do protocolo. Embora os procedimentos destes laboratórios não sejam conhecidos pelo coordenador, ou pelo grupo, para que possam ser comentados com maior propriedade, não foi possível deixar de notar que algumas incertezas declaradas pelo laboratório D estão aparentemente subavaliadas visto que são bem melhores que as declaradas pelos mais conceituados laboratórios do mundo nesta faixa de vazão de gás e que operam com sistemas primários. Além disto, a própria repetibilidade do padrão itinerante já é suficientemente alta para comprometer este nível de incerteza.

Relatório final do 2º Programa Interlaboratorial de Vazão de Gás – Baixa Vazão

Vale ressaltar que um alto número de laboratórios apresentando resultados com grau de equivalência muito alto e dispersos podem comprometer todo o PI. Cabe aos laboratórios avaliarem melhor suas capacidades e discutir as regras do protocolo ou sanar eventuais dúvidas, antes de sua versão final e ainda assim, sempre foi possível sanar alguma dúvida com o coordenador ainda durante a execução dos testes.

Apesar disto, acreditamos que os resultados obtidos pelos outros laboratórios sejam válidos e que a comparação seja relevante para esta faixa de vazão.

Gostaríamos de ressaltar o bom nível de comprometimento dos laboratórios na execução do PI e agradecer a todos o esforço empenhado.

11. INFORMAÇÕES ADICIONAIS

Solicitaremos ao Sr. Aibe, responsável por definir os códigos dos laboratórios do programa, informar diretamente ao representante da Dicla na Comissão Técnica e ao Chefe do Secom, os códigos atribuídos a cada laboratório.

Conforme foi acordado na 19º reunião do CT-13 de agosto de 2014 não é necessária a assinatura do documento, apenas a concordância dos participantes do PI.

“Conforme requerido pela política de participação em atividades de ensaios de proficiência da Dicla, os laboratórios que obtiveram resultados insatisfatórios para as calibrações para as quais são acreditados devem evidenciar ao seu Gestor de Acreditação a implementação de ações corretivas de acordo com o estabelecido no Regulamento de Acreditação da Dicla”.

Participantes:

- Rui Gomez T de Almeida - IPT – CTMetro – Laboratório de vazão - Coordenador
- Evandro Barbosa de Oliveira - TEX Equipamentos Eletrônicos Indústria e Comércio Ltda.
- Geraldo Soares Filho- PS Controles Industriais LtdaHenrique S. Mello - Itron Medidores de Gás
- Maria Luiza Moraes dos Santos - CETEC SENAI - Laboratório Vazão de Gás