

**ATA DA 7ª REUNIÃO DA COMISSÃO TÉCNICA – CT 7**

**Data:** 07 de junho de 2011

**Local:** ABNT - RJ

**Horário:** de 9h as 16horas

**Presentes:**

Jose Renato Real Siqueira - Inmetro  
Alex Pablo Ferreira Barbosa – Inmetro;  
Sandra Maria de F. Tostes – Inmetro;  
Antonio M. dos Santos Ferraz – Mundyglass;  
Marcos Teruya – Ipem-SP;  
Irisneide Galdino Ferreira – Polimate;  
Abdias Barbosa – Teclabor;  
Denise da Luz – Tecpar/PR;  
Elisen Fernando Lima Queiroz – MEC-Q;  
Giuliano Titericz – Pensu Exactu;  
Ronaldo Levi – Metrocenter;  
Giselle Kalluf – Metrocenter;  
Carlos Henrique M. de Sá – Hexolab;  
Valdo de Brito – Cetrel;  
Everton Gomes Vascounto – Setting;  
Luciano Moreira Lima – Senai-RJ;  
Simone Kaori A. Kunze – MajLab;  
Fernanda Cavalcanti Simões – Control Lab;  
Marcella da Costa – Incqs-Fiocruz;  
Douglas Mayoral – Gero  
Pery Rocha – Incoterm

**Ausente justificado:**

Ednilson W. Massolini - Masterlabor  
Mario Inácio Turowczuk – SENAI-Cetemp  
Wagner C. de Matos – Soluções para área metrologica.  
Jicarla Portela – Senai/Cetind  
Armando Morgado - ABCP  
Alexandre Bottos – Applitech  
José Roberto Delgado - TECLABOR –SP  
José Luiz Astray - Cetesb

**Assuntos:****1 - Informações Gerais:**

- Sr Jose Renato agradeceu a presença de todos e fez a apresentação da Ata de 08/06/09.
- Foi solicitado que os participantes se apresentassem devido à presença de novas pessoas.

## 2 - Documento Orientativo

- Sr Jose Renato explicou o motivo da revisão 01 do documento orientativo DOQ-Cgcre-027- **Orientações para a Acreditação de Laboratórios na Área de Volume**, elaborado por esta comissão. Os principais motivos da revisão foram:
  - A identificação de pequenos erros ortográficos;
  - Adequação dos termos a nova versão do VIM;
  - Erro de sinal na fórmula da massa específica do ar, todas as alterações estão indicadas no item 18, histórico da revisão, do referido documento.
- O Sr Jose Renato explicou que deveria ser considerado o efeito do menisco - Resolução para o cálculo da incerteza de medição nas vidrarias volumétricas, pois o mesmo passou a ser considerado pelo Laboratório de Fluidos após uma solicitação internacional.
- Foi realizada uma apresentação das três propostas para a contribuição do efeito do menisco. Uma conforme o documento da Euramet cg-19 versão 2.0 (em anexo as páginas 11 e 12) outra da ISO 4787:2010 (em anexo a página 12) e a proposta utilizada pelo Laboratório de Fluidos (Laflu ) do Inmetro.
- Para as duas propostas utilizadas pelas normas devem ser medidos a espessura da linha de graduação e o diâmetro do pescoço da vidraria. Essas medições são extremamente difíceis de serem determinadas e despendem um grande tempo de execução, no processo da calibração.
- A proposta do Laflu é a utilização da metade da amplitude das medições (valor máximo medido menos o valor mínimo) dividido por raiz de 3.
- Como exemplo foi utilizado uma pipeta de volumétrica de 25 mL, e adotadas as três propostas para a contribuição da incerteza para o efeito do menisco:
  - Euramet 0,002 mL;
  - ISO 0,005 mL;
  - Proposta do Laflu 0,004 mL.
- Após discussão foi decidido que a melhor proposta a ser adotada é a do Laflu, a qual será enviada por e-mail a todos os laboratórios acreditados. Neste e-mail, será dada uma explicação detalhada para que os mesmos a apliquem nas suas planilhas e as retransmitam a secretaria da CT7, para que seja verificado o impacto nos seus cálculos.
- No caso das vidrarias graduadas a contribuição da resolução para o cálculo da incerteza de medição do volume (equação 57 do Doq-Cgcre-027 revisão 01) deve ser substituída pela contribuição do efeito do menisco, como explicado acima. O Sr Carlos Henrique propôs que para as vidrarias graduadas fosse adotado o valor de 10% do valor de uma divisão para esta contribuição do cálculo de incerteza. Esta proposta ainda será estudada por esta comissão.
- Uma ação futura é a revisão do documento orientativo DOQ-Cgcre-027 no que diz respeito a esta contribuição para o cálculo da incerteza de medição do volume.

## 3 – Comparações interlaboratoriais

- Sr José Renato explicou quais os tipos de comparações interlaboratoriais são aceitas pela norma NIT-Dicla-026.
- Foi apresentado um histórico das comparações interlaboratoriais organizadas por esta comissão, duas comparações organizadas em 2004, uma em massa específica da água e outra em vidrarias volumétricas

- Foram informadas e discutidas as dúvidas sobre o andamento da realização de um ensaio de proficiência em vidrarias críticas de laboratório, organizadas por esta comissão com o auxílio da Divisão de Comparação Interlaboratorial e Ensaio de Proficiência (Dicep) da Dimci para todos os laboratórios acreditados em volume.
- Foi informada e apresentada a revisão 01, de 14 de junho de 2011, do protocolo do ensaio de proficiência em determinação da capacidade de vidrarias. Esta revisão foi devida ao erro na informação de que a pipeta de 10 mL deveria ser realizada com sopro quando na realidade o correto é **realizar sem o sopro**.
- Foi explicado o motivo do uso do erro normalizado como método estatístico para avaliação do desempenho dos laboratórios.
- Foi observado pelo Laflu que recentemente a maioria das vidrarias para transferir possui o seu tempo de escoamento fora das especificações das normas. Foi acordado que para calibrações de pipetas e de buretas deve-se realizar a determinação do tempo de escoamento antes do início da calibração. O Sr. José Renato encaminhará um e-mail informando para todos sobre esta decisão.
- Uma ação futura é a revisão do documento orientativo Doq-Cgcre-027 no que diz respeito a determinação do tempo de escoamento em vidrarias para transferir.
- A comparação de microseringa será realizada no segundo semestre de 2011. Os artefatos já foram adquiridos, calibrados e definidas as suas estabilidades pelo Laflu.
- A comparação de massa específica de um líquido será realizada com duas amostras com massas específicas próximas da água. Esta comparação terá seu início no final do segundo semestre de 2011.

#### 4 - Outros Assuntos

- Foi apresentada a norma NBR 11619:1991 – Vidraria de laboratório – Vocabulário – Aparelhos para operações básicas – Terminologia.
- Foi solicitado aos participantes o envio de material para a elaboração do documento orientativo sobre terminologia das vidrarias, tais como os diferentes nomes os quais são adotados para os mesmos instrumentos a serem calibrados.
- O Sr José Renato irá elaborar uma minuta do novo documento de terminologia de vidrarias e a encaminhará por e-mail.
- Foi informado pela Sr<sup>a</sup> Sandra que não haverá necessidade de haver uma reeleição para presidente e secretário por mais um mandato, por que não houve reunião no ano de 2010.
- Não houve a reunião do subgrupo de medidores de massa específica, por falta de quorum.
- Foi sugerido que seja evitado que uma reunião de comissão técnica seja agendada para a mesma data de outra comissão.

#### 5 – Ações Futuras 2012

- Elaboração do documento sobre terminologia das vidrarias.
- Revisão do Doq-Cgcre-027.
- Realização de uma comparação interlaboratorial em massa específica de um líquido, microseringa e densímetros de vidro.

**Próxima reunião: Abril ou Maio de 2012.**

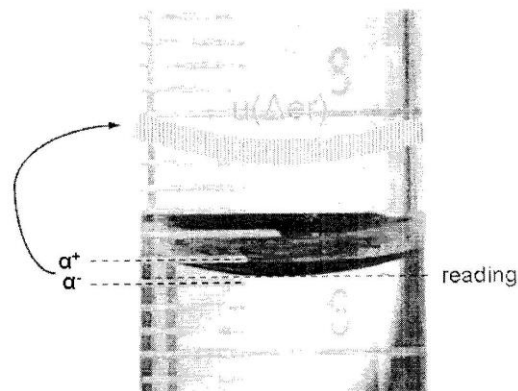
## Anexo A – Página 11 do documento Euramet cg-19 – versão 2.0

defined by ref. [3] (“the meniscus shall be set so that the plane of the upper edge of the graduation line is horizontally tangential to the lowest point of the meniscus, the line of sight being in the same plane”). It is recommended that the estimate of this contribution to uncertainty be separately declared in calibration certificates, in order to allow users (who are responsible for evaluating actual uncertainties occurring during the use of their own instrument) to estimate and compose a supplementary contribution if they think not to be able to approximate, the proper meniscus positioning within the same uncertainty limits.

Several approaches can be used to determine the uncertainty of the meniscus.

### 5.3.7.1. Uncertainty in reading the position of a concave meniscus with respect to a graduated scale of a volumetric apparatus

In this case the uncertainty due to the meniscus could be estimated as the uncertainty in the volume determination due to the resolution ( $2\alpha$ ) of the scale of the volumetric apparatus. The usual practice is to assume a rectangular distribution and estimate the standard uncertainty as  $\alpha/\sqrt{3}$ . However, this approach could underestimate the actual technical skills of the operator. Usually, the meniscus position is determined using optical aids and for this reason it is highly probable to take the reading closer to the right position of the meniscus tangentially to the corresponding scale mark than away from it. Therefore, it is recommended and more realistic to consider as an upper uncertainty limit the one which is estimated assuming a triangular distribution instead, as shown in Fig. 1.



**Fig 1.** Concave meniscus in a graduated volumetric device

$$\alpha+ = 6,8 \text{ mL}$$

$$\alpha- = 6,6 \text{ mL}$$

$$\alpha = 1/2(\alpha+ - \alpha-) \Rightarrow \alpha = 0,1 \text{ mL}$$

Depending on the assumed distribution of the meniscus reading between positions  $\alpha+$  and  $\alpha-$ , the uncertainty will be:

$$u(\Delta_{er}) = u(\delta V_{men}) = \frac{\alpha}{\sqrt{3}} = 0,058 \text{ mL}$$

(rectangular)

$$u(\Delta_{er}) = u(\delta V_{men}) = \frac{\alpha}{\sqrt{6}} = 0,041 \text{ mL}$$

(triangular)

### 5.3.7.2. Uncertainty in reading the position of a concave meniscus in a one-mark volumetric apparatus

In this case the uncertainty in the volume due to the reading of the position of the meniscus could be evaluated as the product of two geometric factors:

## Anexo B – Página 12 do documento Euramet cg-19 – versão 2.0

The uncertainty in the positioning and determination of the meniscus' lowest point,  $u_p$ .

The area  $E$  of the cross section of the volumetric instrument where the air-water meniscus is located, which can be a cylindrical neck or a section of a different shape. Therefore, the uncertainty due to meniscus reading is approximated as:

$$u(\delta V_{men}) = \frac{u_p \times E}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

As the quality of the engraving is one of the most important factors, a possible criterion for determining the uncertainty in setting and reading correctly the position of the lowest point of the meniscus surface is to assume that uncertainty not larger than one half of the width of the scale mark ( $u_p = 0,5 d$ ). However, a skilled operator can reduce his own uncertainty to a fraction of the width of the mark; the use of a simple magnifying glass in a good artifact may allow a standard uncertainty as low as 0,05 mm to be achieved.

### 5.3.7.3. Uncertainty due to the formation of a convex meniscus

This type of meniscus is present in the case of overflow pipettes. The uncertainty due to meniscus formation is entirely attributed to the repeatability in the length of the short radius of the meniscus, since the area of its base is constant and equal to the cross section of the overflow pipe of the pipette.

### 5.3.8. Evaporation

Weighing of the filled instrument should be carried out as soon as possible after having set the meniscus in order to reduce errors due to any evaporation. When a procedure is adopted which requires the water contained in the instrument under calibration to be transferred into an auxiliary vessel installed on the balance, a correction caused by increased evaporation (or even minute loss through spray or droplet formation) from the water jet and bubbles produced in the receiving tank should be evaluated, together with its own contribution to uncertainty.

### 5.3.9. Measurement repeatability

Equation (10) is a possible expression for this Type A uncertainty component:

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_n)}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

Where:

$s(V_n)$  standard deviation of a series of independent volume measurements, in mL.

$n$  number of measurements

Note: the value of volume that will be given as a result of  $n$  repeated measurements is the arithmetic mean of the  $n$  results, therefore its only Type A uncertainty component is the

## Anexo C– Página 12 do documento ISO 4787:2010

ISO 4787:2010(E)

Table B.1 — Examples for volumetric errors

Parameter	Parametric tolerance	Volumetric error relative to the volume <sup>a</sup>
Water temperature	±0,5 °C	±10 <sup>-4</sup>
Air pressure	±8 mbar (0,8 kPa)	±10 <sup>-5</sup>
Air temperature	±2,5 °C	±10 <sup>-5</sup>
Relative humidity	±10 %	±10 <sup>-6</sup>
Density of weights	±0,6 g/ml	±10 <sup>-5</sup>

<sup>a</sup> Example: a relative volumetric error of ±10<sup>-4</sup> to the measured volume of 100 ml would be 0,01 ml.

**B.1.3** The largest source of experimental error associated with the determination of volume is in the setting of the meniscus which will depend on operator care, and is related to the cross-section of the tubing where the meniscus is located. Some typical values are given in Table B.2.

Table B.2 — Error relating to the setting of meniscus

Error in meniscus position mm	Volume error in µl at neck diameter			
	5 mm	10 mm	20 mm	30 mm
0,05	1	4	16	35
0,1	2	8	31	71
0,5	10	39	157	353
1	20	78	314	707
2	39	157	628	1 414

**B.1.4** When the temperature at which the volumetric instrument is used ( $t_2$ ) differs from the reference temperature ( $t_1$ ), the volume of the volumetric instrument at ( $t_2$ ) can be calculated from the following equation:

$$V_{t_2} = V_{t_1} [1 + \gamma(t_2 - t_1)] \quad (\text{B.2})$$

where  $\gamma$  is the coefficient of cubical thermal expansion (see Table B.5). For information on the effect of temperature differences, see 7.2.1.2.

### B.2 Tables for calculation

**B.2.1** To facilitate an easy calculation of the instrument's volume  $V_{20}$  at a reference temperature of 20 °C from the apparent mass obtained by using a balance, a factor  $Z$  can be introduced, as in Equation (B.1):

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times Z \quad (\text{B.3})$$

Tables B.6, B.7 and B.8 give factor  $Z$  conversion values for different types of glass at common air pressure versus temperature. In these tables, the combined effects of the density of the water, the thermal expansion of the glass and the air buoyancy have been taken into account. The used balance weight is  $\rho_B = 8,0$  g/ml.