

CONFMET2016

Conferência Nacional da SPMet



AS MEDIÇÕES NUM MUNDO DINÂMICO

17 e 18 de novembro 2016
PCTA, Évora

ORGANIZAÇÃO



APOIOS



ORDEM
DOS
ENGENHEIROS



CONFMET2016

Programa

A SPMet tem por objetivo promover o estudo, o desenvolvimento e a divulgação da Metrologia, contribuindo para a expansão do ensino neste domínio, estimular a investigação científica e a difusão de conhecimentos, promover a edição de publicações, estabelecer relações com sociedades científicas nacionais e internacionais, incentivar a participação nacional em congressos internacionais e promover a realização de reuniões científicas em Portugal.

A RELACRE - Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal tem como missão apoiar e promover a comunidade portuguesa de entidades de avaliação da conformidade acreditadas, contribuindo para o seu reconhecimento na sociedade e para o desenvolvimento e credibilização da sua atividade.

A Comissão Organizadora pretende, com esta Conferência Nacional, dinamizar a discussão, pela comunidade científica nacional, de todos os temas relevantes para os organismos, instituições e pessoas individuais com atividade nestes domínios.

Pretende-se obter contribuições originais nos temas selecionados, que abrangem as atividades desenvolvidas pelos laboratórios, o tratamento de assuntos teóricos de interesse geral e o desenvolvimento de nova instrumentação e de novos métodos e procedimentos de ensaio.

COMISSÃO ORGANIZADORA

SPMet – Eduarda Filipe, Paulo Cabral, Pedro Girão, Frederica Carvalho, Olivier Pellegrino

RELACRE – Álvaro Ribeiro, Ana Duarte, Cláudia Silva

COMISSÃO CIENTÍFICA

João Sousa Lopes, Presidente, António Vallera, Dinis dos Santos, Dinis Pestana, João Duarte Cunha, José Manuel Rebordão, Luís Filipe Pleno de Gouveia, Maria Filomena Camões, Maria Ivette Gomes, Mário Nunes

CONFMET2016

Programa

CONFERÊNCIA

Local: Auditório do **PCTA** – Parque de Ciência e Tecnologia do Alentejo

Morada: Herdade da Barba Rala, Rua Luís Adelino Fonseca, Lote 1 A

7005-841 Évora. Tel.: +351 266 769 152

www.pcta.pt



VISITA TÉCNICA

Local: Laboratórios do Centro de Emprego e Formação Profissional de Évora do IEF

Morada: Rua do Centro de Formação Profissional, 4

7005-618 Évora – Portugal, Tel: +351 266 788 451



ORADORES CONVIDADOS



MAGUELONNE CHAMBON

- Diretora da Investigação Científica e Tecnológica do LNE – *Laboratoire national de métrologie et d'essais*
- Membro do Conselho de Administração da EURAMET - European Association of National Metrology Institutes
- Membro do Colégio Francês de Metrologia (CFM)
- Membro do Comité EURAMET / EMPIR - Programa Europeu de Investigação Metrológica e Inovação
- COFRAC - Membro do Comité-Secção Laboratórios
- AFNOR - Membro da Comissão Metrologia
- Presidência do STAIR / EMPIR - Normalização, Inovação, Investigação, plataforma comum entre o CEN-CENELEC e EURAMET

ÁLVARO RIBEIRO

- Presidente do Conselho de Administração da RELACRE
- Presidente da EUROLAB - *European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories*
- Chefe de Núcleo de Qualidade Metrológica (NQM) do Centro de Instrumentação Científica do LNEC
- Investigador do LNEC - Laboratório Nacional de Engenharia Civil
- Membro dos Comités Técnicos 7 – *Measurement Science*, 9 – *Flow Measurements* e 21 - *Mathematical Tools for Measurements* da IMEKO – *International Measurement Confederation*

CONFMET2016

Programa

PROGRAMA

17 de novembro

- 08:30 *Inscrição e recepção dos participantes*
- 09:45 **Sessão de ABERTURA**
Eng.^a Eduarda Filipe, Presidente do Conselho Diretivo da SPMet
Doutor Álvaro Ribeiro, Presidente do Conselho de Administração da RELACRE
Dr. José Domingos Carvalho Ramalho, Diretor do Centro de Emprego e Formação Profissional de Évora do IEFP - Instituto do Emprego e Formação Profissional, I.P.
Doutor Rui Pingo, Presidente do PCTA - Parque de Ciência e Tecnologia do Alentejo
Doutor Carlos Manuel Rodrigues Pinto de Sá, Presidente da Câmara Municipal de Évora
- 10:30 **Entrega do Prémio “Inovação em Metrologia”**
- 10:45 *Pausa para café*
- 11:00 **Sessão 1 - Charles-Augustin COULOMB (séc. XVIII - XIX)**
Moderadora: Isabel Godinho
Diretora do Departamento de Metrologia do IPQ - Instituto Português da Qualidade
- APRESENTAÇÃO CONVIDADA**
Mesures dans un monde dynamique
Doutora Maguelonne Chambon
Diretora da Investigação Científica e Tecnológica do LNE – Laboratoire National de Métrologie et d'Essais, Paris, França
- 11:45 **Medição do movimento de abertura-fecho e deslizamento de juntas em barragens de betão**
Luís Lages Martins, Álvaro Silva Ribeiro, Juan Mata, António Tavares de Castro

LNEC – Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P., Lisboa
- 12:05 **Cálculo do erro de interpolação dos termómetros padrão de resistência de platina**
Sílvia Gentil¹, Isabel Lóio¹, Eduarda Filipe², Rien Bosma³, Andrea Peruzzi³

1 IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica
2 SPMet – Sociedade Portuguesa de Metrologia, Lisboa
3 VSL – Van Swinden Laboratorium, Delft, Holanda
- 12:25 **A importância da definição dos “Datuns” para os processos de controlo dimensional e geométrico**
Helder Guerra, Fernando Ferreira

CATIM – Centro Tecnológico de Apoio à Indústria Metalomecânica, Porto
- 13:00 *Almoço*

CONFMET2016

Programa

Sessão 2 – Amedeo AVOGADRO (séc. XVIII - XIX)

Moderador: Olivier Pellegrino, IPQ – Instituto Português da Qualidade e Vogal do CD da SPMet

- 14:20 **Comparabilidade de diferentes parâmetros de acidez**
Maria Filomena Camões, Bárbara Anes, Cristina M. Oliveira, Ricardo B. Silva

FCUL -Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa / Centro de Química Estrutural, Lisboa
- 14:40 **Validação do método fotométrico utilizado na calibração de micropipetas**
Elsa Batista, Isabel Godinho

IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- 15:00 **Optimização da quantificação de cinéticas de fotodegradação**
Nuno F. Rosa¹, O. C. Monteiro², Maria Filomena C. Camões¹, Ricardo J. N. Bettencourt da Silva¹

FCUL - Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa / 1 Centro de Química Estrutural, Lisboa
2 Centro de Química e Bioquímica, Lisboa
- 15:20 **Aspetos Metrológicos na Manutenção de Equipamentos Médicos**
João P. V. P. Leão¹, Maria do Céu Ferreira^{2,3}, Helena V. G. Navas³

FCT-UNL - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa / 1 Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial, Monte da Caparica e 3 UNIDEMI, Monte da Caparica
2 IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- 15:40 *Pausa para café*
- Sessão 3 - Max PLANCK (séc. XIX - XX)**
Moderadores:
Álvaro Ribeiro, LNEC – Laboratório Nacional de Engenharia Civil e Presidente da RELACRE
Pedro Girão, IST - Instituto Superior Técnico e Vice-Presidente da SPMet
- 16:00 **Metrologia das Radiações Ionizantes – Onde? Porquê? E como?**
João Cardoso, Luís Santos, G. Carvalhal, João G. Alves

IST - Instituto Superior Técnico, Campus Tecnológico e Nuclear/
Laboratório de Proteção e Segurança Radiológica, Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes, Bobadela
- 16:20 **Dosimetria com filmes radiocrómicos no espaço de cor CIELAB**
Pedro Gomes^{1,2}, David Manaia², Louis Branco¹, Ana Sousa¹

ISQ - Instituto de Soldadura e Qualidade / 1 Unidade Técnica de Proteção Radiológica, Porto Salvo
2 Laboratório de Metrologia Óptica, Porto Salvo
- 16:40 **Apresentação das atividades dos Comités Técnicos da IMEKO**
Comité Português da IMEKO
- 17:30 *Encerramento 1.º dia*

CONFMET2016

Programa

PROGRAMA 18 de novembro

- 09:30 **Visita técnica aos Laboratórios do Centro de Emprego e Formação Profissional de Évora do IEFP**
- 11:30 *Regresso ao PCTA*
- 11:30 **Sessão 4 – Brian JOSEPHSON (séc. XX -) - POSTERS**
Moderadoras: Frederica Carvalho, Laboratório de Calibrações da TAP e Vogal do CD da SPMet
Ana Duarte, RELACRE
- Comparações Interlaboratoriais e Correlações**
Olivier Pellegrino, Florbela Dias
- IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- Medições eletroquímicas no Instituto Português da Qualidade**
Raquel Quendera, Florbela Dias
- IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- Participação do LMRI no projeto ABSORB**
Margarida Caldeira, João Cardoso, Luís Santos, G. Carvalhal, João G. Alves
- IST - Instituto Superior Técnico, Campus Tecnológico e Nuclear / Laboratório de Proteção e Segurança Radiológica, Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes, Bobadela
- Abordagem metrológica à influência das variáveis no processo de produção de compósitos por cura em autoclave**
Cristina Parreira
- Formadora externa no Serviço de Formação Profissional de Évora do IEFP - Instituto do Emprego e Formação Profissional, Évora
- Desenvolvimento de sensores e métodos de calibração para a medição em linha da viscosidade, da massa volúmica e do teor de sólidos de fluídos não-newtonianos**
Andreia Furtado, Jorge Pereira, Isabel Spohr, Isabel Godinho
- IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- 12:30 *Almoço*

CONFMET2016

Programa

- 13:45 **Sessão 5 - Klaus von KLITZING (séc. XX -)**
Moderador: Paulo Cabral, IEP – Instituto Electrotécnico Português e Vice-Presidente da SPMet
- APRESENTAÇÃO CONVIDADA**
A atividade internacional da EUROLAB
Doutor Álvaro Ribeiro
Presidente da EUROLAB
Presidente da RELACRE
- 14:30 **A norma ISO/IEC 17025 - Revisão e Expectativas**
Noélia Duarte

Membro da Mesa da Assembleia-Geral da SPMet, Lisboa
- 14:55 **O SI na língua portuguesa**
Olivier Pellegrino¹, Isabel Godinho¹, António Cruz², Eduarda Filipe²

1 IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
2 SPMet, Lisboa
- 15:15 **A dinâmica dos Ensaios de Aptidão**
Cláudia Silva, Ana Duarte

RELACRE, Lisboa
- 15:35 *Pausa para café*
- Sessão 6 – Ludwig BOLTZMANN (séc. XIX - XX)**
Moderador: Eduarda Filipe, Presidente do CD da SPMet
- 15:35 **Tomografia computadorizada aplicada à metrologia**
Ensaios dimensionais, geométricos e estruturais - Uma abordagem prática
Fernando Ferreira

CATIM – Centro Tecnológico de Apoio à Indústria Metalomecânica, Porto
- 15:55 **Disseminação da unidade de tempo em Portugal**
Carlos Pires¹, Manuel Abreu², Isabel Godinho¹, Rui Agostinho²

1 IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
FCUL - Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa /
2 Laboratório de Óptica, Lasers e Sistemas
3 Observatório Astronómico de Lisboa
- 16:15 **Tacógrafos – Medições e controlo**
Jorge Fradique

IPQ - Instituto Português da Qualidade / Departamento de Metrologia, Caparica
- 16:40 **O ensino da Metrologia e a Metrologia no Ensino**
António Silveira, Frederico Jacob

ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto
- 17:00 *Sessão de Encerramento*

CONFMET2016
Programa

RESUMOS

MEDIÇÃO DO MOVIMENTO DE ABERTURA-FECHO E DESLIZAMENTO DE JUNTAS EM BARRAGENS DE BETÃO

Luís Lages Martins, Álvaro Silva Ribeiro, Juan Mata, António Tavares de Castro
LNEC – Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P.

As barragens de betão desempenham um papel relevante na nossa sociedade ao contribuírem para a exploração de recursos naturais e a produção energética, aspetos cruciais para o progresso e desenvolvimento. A garantia da segurança operacional, ambiental e estrutural deste tipo de grande obra é uma das principais preocupações das entidades envolvidas no seu projeto, construção, exploração e supervisão. Neste âmbito, o Regulamento de Segurança de Barragens [1] estabelece a obrigatoriedade da elaboração de um plano de observação, no qual se define um sistema dedicado à medição das grandezas físicas representativas das ações, propriedades e respostas estruturais que caracterizam e influenciam o comportamento real da obra.

Esta comunicação tem como objeto de interesse a medição do movimento de abertura-fecho e deslizamento em descontinuidades estruturais, por exemplo, fissuras ou juntas associadas a blocos de barragens de betão e a maciços rochosos. Em conjunto com as restantes grandezas mensuráveis, distribuídas pelos domínios do comprimento, pressão, força, caudal e temperatura, esta medição dimensional em obra contribui para a melhoria do conhecimento do seu comportamento estrutural e, conseqüentemente, para a avaliação de segurança e a deteção atempada de dano [2].

A abordagem clássica para a medição do movimento de abertura-fecho e deslizamento recorre a um alongâmetro, o qual é um instrumento de natureza mecânica que assegura a medição manual da distância entre pontos de referência em obra. No entanto, nos últimos anos assistiu-se à crescente utilização adicional de sistemas automáticos suportados em cadeias de medição elétricas compostas por sensores de posicionamento linear (em regra do tipo indutivo) associados a elementos de alimentação, condicionamento, conversão e transmissão de sinal, entre outros [3].

Nesta comunicação é promovida uma breve descrição dos processos manual e automático para a medição do movimento de juntas em barragens de betão num horizonte temporal alargado que, em regra, abrange vários anos, permitindo conhecer o efeito das solicitações a que está sujeita, em particular, a variação térmica ambiental e a evolução do nível de água na albufeira.

O estudo desenvolvido está centrado: (i) na identificação e na quantificação das componentes de incerteza associadas a cada tipo de medição, abrangendo as vertentes do método, instrumento e operador, no caso da medição manual; (ii) na sua propagação para as grandezas de interesse (movimento de abertura-fecho e deslizamento); (iii) e na respetiva análise de sensibilidade. Por último, é efetuada a sua aplicação ao caso real da observação da barragem do Alto Lindoso, onde os resultados obtidos contribuíram para a melhoria da análise comparativa da evolução dinâmica das estimativas obtidas por vias instrumentais distintas.

Palavras-chave: barragens de betão, movimento de abertura-fecho, deslizamento, qualidade metrológica.

REFERÊNCIAS

- [1] RSB – Regulamento de Segurança de Barragens, Decreto-Lei n.º 344/2007, de 15 de outubro de 2007.
- [2] J. Mata, Structural safety control of concrete dams aided by automated monitoring systems, Tese de Doutoramento, Lisboa: Universidade de Lisboa, Instituto Superior Técnico, 2013.
- [3] J. Garrett, A instrumentação no controlo de segurança de grandes obras: perspectivas de desenvolvimento, *in* Proceedings do Encontro Nacional sobre A Instrumentação Científica e a Metrologia Aplicadas à Engenharia Civil, 2007, 6,

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 1 - CHARLES-AUGUSTIN COULOMB (SÉC. XVIII - XIX)

CÁLCULO DO ERRO DE INTERPOLAÇÃO DOS TERMÓMETROS PADRÃO DE RESISTÊNCIA DE PLATINA

Sílvia Gentil¹, Isabel Lóio¹, Eduarda Filipe², Rien Bosma³, Andrea Peruzzi³

¹IPQ – Instituto Português da Qualidade, Caparica, Portugal

²SPMet – Sociedade Portuguesa de Metrologia, Lisboa, Portugal

³VSL – Van Swinden Laboratorium, Delft, Holanda

No âmbito do projeto EMRP (Programa Europeu de Investigação Metrológica) "NOTED - Novel Techniques for Traceable Temperature Dissemination - WP2", foi calculado o erro de interpolação no intervalo de medição do ponto triplo da água (0,01 °C) ao ponto de congelação do zinco (419,28 °C), da Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT90), com o objetivo de avaliar a "non-uniqueness" do Tipo 3 - definida como a irreproducibilidade das temperaturas medidas na EIT90 em virtude da variação das características dos instrumentos de interpolação. Neste intervalo de medição a escala define como instrumento de interpolação um termómetro de resistência de platina (SPRT), que é calibrado num conjunto de pontos fixos definidos por esta escala. Neste trabalho os cálculos foram realizados com os dados históricos de vários SPRT de 3 Laboratórios Nacionais de Metrologia – VSL (NL), CEM (ES) e IPQ (PT). Todos os instrumentos cumpriam os critérios de aceitação da EIT90.

A função de interpolação dos SPRT, na EIT90, é de Lagrange, ou seja, a equação de interpolação tem o mesmo número de parâmetros de ajuste como os pontos de calibração e para este intervalo de medição são os pontos triplo da água e de congelação do estanho e do zinco. A forma generalizada do erro de interpolação para as funções de interpolação de Lagrange é:

$$e(x) = \frac{f^{(n+1)}(\xi)}{(n+1)!} (x - x_1) \times (x - x_2) \times (\dots) \times (x - x_N)$$
 onde x_1, x_2, \dots, x_N são os pontos de calibração. Esta equação descreve uma função oscilatória com N zeros e $(N - 1)$ extremos locais.

A grandeza $f^{(n+1)}(\xi)$ é desconhecida mas existem abordagens para a estimar. Foram utilizadas as calibrações disponíveis de pontos intermédios neste intervalo de medição, o ponto de fusão de gálio e o ponto de congelação de índio, para estimar essa grandeza em cada SPRT. As diferenças obtidas neste lote de SPRT mostraram que o erro de interpolação neste sub-intervalo é menor do que 0,15 mK, valor que pode ser considerado no balanço de incerteza como o componente "non-uniqueness" do Tipo 3.

Palavras-chave: Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT90), erro de interpolação, função de interpolação de Lagrange, EMRP.

REFERÊNCIAS

- CIPM, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), 1989.
- R. White *et al.*, Uncertainties in the realisation of the SPRT sub-ranges of ITS-90. Working document of the CIPM Consultative Committee on Thermometry CCT/08-19, 2008.
- R. White, P. Saunders, The propagation of uncertainty with calibration equations, Meas. Sci. Technol. 18, 2157, 2007.
- N.S. Bakhvalov, Numerical methods, Mr Publishers, Moscow, 1977.
- R. White, G. Strouse, Observations on sub-range inconsistency in the SPRT interpolations of ITS-90, Metrologia 46, 101, 2009.

IMPORTÂNCIA DA DEFINIÇÃO DOS “DATUMS” PARA OS PROCESSOS DE CONTROLO DIMENSIONAL E GEOMÉTRICO

Helder Guerra¹, Fernando Ferreira²

¹CATIM – Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica; helder.guerra@catim.pt

²CATIM – Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica; fernando.ferreira@catim.pt

Os avanços tecnológicos na produção permitem a criação de produtos com geometrias complexas e de difícil controlo dimensional e geométrico, sendo necessário recorrer a máquinas de medição por coordenadas para garantir exactidão aos resultados e acompanhar os processos de produção.

Assim, uma boa definição dos “Datums” torna-se determinante para que os processos de controlo dimensional e geométrico sejam céleres e garantam exactidão nos resultados obtidos.

Num projecto mecânico após a especificação objectiva do produto a segunda tarefa mais crítica é a definição dos “Datums”. Na figura 1 mostra-se que os “Datums” são essenciais em todos os passos da produção de um produto, desde a concepção à montagem final.



Figura 1: Passos para definição dos “Datums”

“Datum” – é um elemento teórico que é usado como referência nos processos de controlo dimensional e geométrico. Os elementos de referência podem ser: um ponto, um plano, uma linha, um eixo, etc.

Na concepção do produto os “Datums” são atribuídos a zonas funcionais das peças, para que nos processos de montagem estas possam encaixar sem colocar em causa o funcionamento do produto final. Estes também devem ser sujeitos a um controlo dimensional e geométrico.

Palavras-chave: exactidão, controlo dimensional e geométrico, datums – elementos de referência.

REFERÊNCIAS

- ISO 1101:2012 – Geometrical product specifications (GPS) — Geometrical tolerancing — Tolerances of form, orientation, location and run-out
- ASME Y14.5-2009 – Dimensioning and Tolerancing
- ISO 5459:2011 – Geometrical product specifications (GPS) — Geometrical tolerancing — Datums and datum systems
- H.S. Nielsen, The ISO Geometrical Product Specifications Handbook, USA
- S.H. Cheraghi, G. Jiang, J.S. Ahmad, An efficient approach for the identification of candidate datum set for a nominally flat primary datum feature, Department of Industrial and Manufacturing Engineering, Wichita State University, Wichita, KS, 67260-0035, USA, 2003

COMPARABILIDADE DE DIFERENTES PARÂMETROS DE ACIDEZ

Maria Filomena Camões, Bárbara Anes, Cristina M. Oliveira, Ricardo B. Silva

Centro de Química Estrutural- Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,
Edifício C8, Campo Grande

A grande generalidade das medições são realizadas com vista a dar resposta a um problema específico bem definido, cuja resolução depende da adequação da qualidade metrológica das medições, dos custos e da duração da determinação. A qualidade metrológica de uma medição depende da adequação da rastreabilidade e incerteza do resultado. A rastreabilidade da medição deve ser definida tendo em conta a necessidade de assegurar a comparabilidade local, nacional ou internacional do resultado com outras medições ou referências, e envolve a selecção do padrão usado. A incerteza da medição indica a qualidade da estimativa realizada referenciada ao padrão usado no ensaio ou à respectiva referência.

Nas medições em química os analistas necessitam de estar particularmente atentos a detalhes relevantes da grandeza que se pretende medir. Assim, mesmo usando padrões químicos iguais, pode-se pretender medir duas grandezas diferentes como sejam, por exemplo, o teor de chumbo total e o dissolvido numa água com partículas em suspensão. A determinação do teor de chumbo dissolvido é empírica devido à metodologia de filtração.

Nalguns parâmetros químicos com fundamentos físico-químicos mais complexos a definição clara da grandeza medida e da rastreabilidade da medição é especialmente exigente e muitas vezes não está harmonizada com impacto na utilização dos resultados. A determinação da acidez em meio de elevada força iónica, como é o caso da água do mar, é um exemplo relevante.

INTRODUÇÃO

A acidez, importante característica de sistemas aquosos, relativa a hidrogeniões, é por vezes expressa por grandezas distintas, conceptualmente diferentes e obtidas por métodos e procedimentos independentes, ex: $\text{pH} = -\lg a_{\text{H}^+}$, geralmente reportado por medição electrométrica, e $\text{pH}^T = -\lg(c_{\text{H}^+} + c_{\text{HSO}_4^-})$, resultado de medições espectrofotométricas [1]. Esta situação levanta o problema de comparação de resultados para avaliação da qualidade do meio analisado [2].

RESULTADOS

Nesta comunicação, são apresentadas diversas grandezas usadas para definir a acidez de uma água de elevada força iónica, descritas as suas diferenças e a cadeia de rastreabilidade das medições.

CONCLUSÕES

As conclusões da avaliação descrita têm sido usadas na discussão internacional da comparabilidade de medições de acidez em água do mar.

REFERÊNCIAS

[1] A.G. Dickson; M.F. Camões; P. Spitzer; P. Fiascaro; D. Stoica, R. Pawlowicz, R. Feistel, Metrological challenges for measurements of key climatological observables: Oceanic salinity and pH, and atmospheric humidity. Part 3: Seawater pH, *Metrologia* 53, 1 R26, 2016, DOI: 10.1088/0026-1394/53/1/R26

[2] M.F. Camões, B. Anes, Traceability of pH to the mole, *Water* 7, 4247, 2015, DOI: 10.3390/w7084247

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 2 – AMEDEO AVOGADRO (SÉC. XVIII - XIX)

VALIDAÇÃO DO MÉTODO FOTOMÉTRICO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO DE MICROPIPETAS

Elsa Batista, Isabel Godinho

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

Existem dois métodos que podem ser utilizados na calibração de micropipetas: o método gravimétrico, que consiste na determinação da massa de água escoada da micropipeta e que tem como base as normas ISO 8655-6 [1] e a NP EN ISO 4787 [2], e o método fotométrico descrito na norma ISO 8655-7, que utiliza um fotómetro de alta resolução e soluções colorimétricas para determinar o volume escoado de uma micropipeta. Este trabalho tem como objetivo a validação do método fotométrico, quer por comparação com o método gravimétrico quer por comparação com os resultados obtidos pelo fabricante do fotómetro – Artel [3].

INTRODUÇÃO

Os instrumentos mais utilizados no doseamento de líquidos considerando valores da ordem do microlitro são as micropipetas de volume fixo ou variável e de funcionamento de deslocamento positivo ou de interface de ar.

De forma a obter resultados exatos e fiáveis é necessário determinar o volume da micropipeta, através da sua calibração, por entidades competentes, utilizando métodos e padrões adequados.

O método gravimétrico, considerado o método primário, consiste na determinação da massa de água escoada da micropipeta, utilizando água destilada como líquido de calibração, à temperatura de referência de 20 °C. Através de fórmulas adequadas a massa é convertida em volume.

No método fotométrico são utilizadas duas soluções colorimétricas e um fotómetro de alta resolução para determinar o volume escoado. Os princípios básicos consistem na conservação da massa, a conservação de volume e a lei de Lambert-Beer. Cada solução possui um pico de absorvância com um comprimento de onda específico. O procedimento consiste em adicionar um volume desconhecido de solução vermelha num recipiente que contém uma solução azul, de volume e concentração conhecida. Depois de misturadas as soluções, o volume pode ser determinado pela variação da absorvância da mistura, utilizando as fórmulas adequadas [4].

RESULTADOS

Foram calibradas quatro micropipetas variáveis em diferentes volumes, entre 1000 µl e 0,1 µl, utilizando o método gravimétrico e o método fotométrico. Todos os resultados obtidos encontram-se dentro da incerteza mútua. Foram também comparados os resultados obtidos pelo IPQ e pela Artel nos mesmos pontos, tendo-se verificado apenas alguma inconsistência para o volume de 1000 µl.

CONCLUSÕES

A calibração de micropipetas pode ser realizada pelo método fotométrico, sendo que os resultados obtidos indicam que este método é bastante adequado para volumes inferiores a 100 µl, possibilitando a obtenção de valores de incerteza inferiores aos do método gravimétrico.

REFERÊNCIAS

- [1] ISO 8655-1/2/6/7, *Piston-operated volumetric apparatus*, 2002
- [2] ISO 4787; Laboratory glassware – Volumetric glassware – Methods for use and testing of capacity, 2010
- [3] EURAMET project report 1353 - Volume comparison on Calibration of micropipettes – Gravimetric and photometric methods, January 2016, www.euramet.org
- [4] G. Rodrigues, Bias and transferability in standards methods of pipette calibration, Artel, June 2003

OPTIMIZAÇÃO DA QUANTIFICAÇÃO DE CINÉTICAS DE FOTODEGRADAÇÃO

Nuno F. Rosa¹, O. C. Monteiro², M. Filomena G.F.C. Camões¹,
Ricardo. J. N. Bettencourt da Silva¹

¹Centro de Química Estrutural – Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande

²Centro de Química e Bioquímica – Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande

A fotodegradação de contaminantes orgânicos carcinogênicos e teratogênicos das águas residuais urbanas, como substâncias activas de medicamentos e conservantes de produtos de higiene pessoal, não removíveis pelos tratamentos convencionais dos efluentes, é uma solução promissora para reduzir o impacto destas emissões. No entanto, é necessário desenvolver catalisadores de fotodegradação para tornar esta tecnologia viável. O desempenho dos catalisadores pode ser avaliado através de testes com contaminantes específicos ou marcadores de fotodegradação como o azul de metileno.

A diferença entre constantes cinéticas de fotodegradação de duas alternativas catalíticas é significativa se o valor absoluto da diferença for maior que a incerteza expandida da diferença. Esta incerteza resulta da combinação de diversas componentes, a saber, a concentração de poluentes, antes e após a irradiação e o tempo de irradiação.

Este trabalho apresenta algoritmos de quantificação da diferença de pares de constantes cinéticas de remoção de azul de metileno com incerteza que foram posteriormente implementados numa folha de cálculo MS-Excel amigável do utilizador. Os modelos de medição desenvolvidos permitem otimizar e assegurar a objetividade da comparação de constantes cinéticas. O azul de metileno é determinado por espectrofotometria de absorção molecular direta.

Caso uma porção da solução de azul de metileno submetida a irradiação for utilizada para calibrar o espectrómetro entre 0,26 mg L⁻¹ e 1,3 mg L⁻¹ numa gama de comprimentos de onda de 550 nm a 700 nm, o tempo de irradiação das soluções for superior a 11 min e se as soluções irradiadas forem quantificadas após uma diluição com incerteza desprezável, é possível distinguir constantes cinéticas de degradação de primeira ordem com diferenças entre 0,11 ms⁻¹ e 0,56 ms⁻¹ (milissegundo menos um).

A metodologia e o software desenvolvido e validado podem ser utilizados noutros estudos cinéticos de primeira ordem.

INTRODUÇÃO

A capacidade de desenvolver novos catalisadores para as mais diversas aplicações depende da capacidade de distinguir, de forma fiável, diferenças de desempenho das diversas soluções catalíticas. Existem diversas aplicações catalíticas de interesse ambiental das quais se destaca a fotodegradação catalítica de contaminantes de água residuais urbanas. Novas ferramentas metrológicas de aplicação simples devem ser desenvolvidas tornar possível extrair o máximo de informação dos estudos cinéticos de desenvolvimento de catalisadores. Habitualmente a fotodegradação de compostos segue uma cinética de primeira ordem.

RESULTADOS

O levantamento detalhado das variáveis experimentais envolvidas da determinação da diferença de duas constantes cinéticas, a contabilização de correlações das variáveis e a avaliação dos pressupostos dos modelos de quantificação e combinação das componentes de incerteza, asseguraram a produção de estimativas finas da incerteza da diferença.

CONCLUSÕES

A metodologia de avaliação de diferenças de constantes cinéticas de primeira ordem foi aplicada com sucesso a estudos de degradação de azul de metileno. Foram desenvolvidos tutoriais e software para permitir uma aplicação fácil e fiável dos algoritmos por analistas sem conhecimentos avançados de metrologia.

REFERÊNCIAS

- M. Chong, B. Jin, C. Chow, C. Saint, Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review, *Water Research*, 44, 2997, 2010.
- Joint Committee for Guides in Metrology, Evaluation of Measurement Data - Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, JCGM 100, BIPM, 2008.
- S.L.R. Ellison, A. Williams (Eds.), Eurachem/CITAC: Quantifying uncertainty in analytical measurement, third ed., Eurachem, 2012.
- R.B. Silva, A. Williams (Eds.), Eurachem/CITAC Guide: Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement, first ed., Eurachem, 2015.
- R.B. Silva, Spreadsheet for designing valid least-squares calibrations: A tutorial, *Talanta*, 148, 177, 2016.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 3 - MAX PLANCK (SÉC. XIX - XX)

DOSIMETRIA COM FILMES RADIOCRÓMICOS NO ESPAÇO DE COR CIE LAB

Pedro Gomes^{1,2}, David Manaia², Louis Branco¹, Ana Sousa¹

¹Unidade Técnica de Proteção Radiológica do ISQ - Instituto de Soldadura e Qualidade

²Laboratório de Metrologia Óptica do ISQ - Instituto de Soldadura e Qualidade; pagomes@isq.pt

INTRODUÇÃO

A cor de um filme radiocrómico no espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$, como resultado do seu enegrecimento após uma exposição ou exposições repetidas aos raios x, pode ser correlacionada com a respetiva dose de radiação acumulada pelo filme, constituindo-se assim um potencial método para a quantificação de grandezas dosimétricas, nomeadamente, a dose superficial à entrada (*Entrance Surface Dose, ESD*) em dosimetria do paciente. O objetivo deste trabalho consiste na quantificação da *ESD*, utilizando um filme radiocrómico da GafChromic[®] XR-QA2, genericamente utilizado para testes de controlo de qualidade em equipamento geral de radiografia, mediante a medição da diferença de cor entre a cor do filme após exposição e a sua cor de fundo de referência.

Foi efetuada a exposição de um conjunto de 25 filmes radiocrómicos, nunca antes expostos, percorrendo um intervalo de *ESD* entre 1 mGy e 60 mGy, mediante a utilização de um equipamento de raios x. Os diferentes valores de *ESD* foram gerados em função do tempo de exposição selecionado no cronómetro do equipamento de raios x, e medidos à entrada de um dosímetro, com detetor semicondutor. Finalmente, foi efetuada a medição das coordenadas de cor, L , a , b , no espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$, dos 25 filmes expostos, recorrendo a um espectrofotómetro.

RESULTADOS

Obteve-se, nesta avaliação, uma regressão linear no intervalo de 2 mGy a 60 mGy entre os valores medidos de *ESD* e os valores de $(\Delta L)^2$, permitindo a quantificação da dose à entrada em função da luminosidade do filme, com incertezas expandidas de 10 % para doses de 10 mGy e 7 % para doses entre 40 mGy e 60 mGy.

CONCLUSÕES

Os filmes radiocrómicos podem assim ser utilizados para a quantificação de grandezas dosimétricas, tendo por base a medição da diferença de luminosidade entre um filme radiocrómico exposto e a luminosidade de referência de um filme não exposto.

Palavras-Chave: dosimetria, cor, luminosidade, radiocrómico, dose, radiação.

REFERÊNCIAS

- Ashland, GafChromic[®] XR-QA2, Especificações técnicas, 2013.
- Carestream CS 2200, Manual do utilizador, 2012.
- RaySafe X2, Manual do utilizador, 2011.
- UTPR, ISQ, Procedimento técnico PO.M-DM/RAD-01, Ed. C, 2014.
- LABOPT, ISQ, Procedimento técnico PO.M-DM/OPT-03, Ed. B, 2006.
- Konica Minolta CM-2600d, Manual do utilizador, 2014.
- JCGM (BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP e OIML), Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, 2008.
- Comissão Europeia, Radiation protection N^o 180 – Diagnostic Reference Levels in thirty-six european countries, Part 2/2, 2014.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 4 – BRIAN JOSEPHSON (SÉC. XX -) – POSTERS

COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS E CORRELAÇÕES

Olivier Pellegrino, Florbela Dias

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

A organização das comparações interlaboratoriais, em Portugal, cabe em parte, ao Instituto Português da Qualidade (IPQ), enquanto instituição nacional de metrologia. A participação nestas comparações tem como objetivo principal a avaliação da aptidão dos laboratórios participantes para realizar medições, de acordo com os documentos normativos ISO 17025 ou ISO 15189. A norma internacional ISO/IEC 17043 estabelece os requisitos para a organização destas comparações e apresenta métodos estatísticos, nomeadamente a análise do valor da razão entre uma estimativa do desvio do laboratório, $D = x_{\text{lab}} - x_{\text{ref}}$, e a incerteza-padrão desta estimativa, $u(D)$, designado por *z-score*, $z = D/u(D)$ [1]. Esta comunicação apresenta o efeito da correlação entre as estimativas x_i , resultando uma expressão diferente de z , da tradicional em que o denominador é igual a $(u^2(x_{\text{lab}}) + u^2(x_{\text{ref}}))^{1/2}$ [2]. Com efeito, aplicando a lei de propagação das incertezas, i.e. a metodologia clássica do *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)* [3], a correlação traduz-se pela presença de um termo de covariância entre as referidas estimativas na expressão de $u(D)$. Este resultado é estudado numa comparação bilateral de calibração de analisadores de gases de escape. Com a definição atual de calibração, que se encontra na edição em vigor do Vocabulário Internacional de Metrologia [4], utilizando uma função de calibração linear com as estimativas das covariâncias dadas pela norma ISO/TS 28037 [5], é possível obter expressões analíticas de z credíveis.

Palavras-Chave: comparação interlaboratorial, correlações, *z-score*, covariância

REFERÊNCIAS

- [1] ISO/IEC 17043:2010 Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing
- [2] M.G. Cox. The evaluation of key comparison data *Metrologia* 39, 589 (2002)
- [3] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections)
- [4] Vocabulário Internacional de Metrologia – Conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012) (1.ª edição luso-brasileira, autorizada pelo BIPM, da 3.ª edição internacional do VIM - International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms - JCGM 200:2012), IPQ
- [5] ISO/TS 28037:2010 Determination and use of straight-line calibration functions

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 4 – BRIAN JOSEPHSON (SÉC. XX -) – POSTERS

MEDIÇÕES ELETROQUÍMICAS NO INSTITUTO PORTUGUÊS DA QUALIDADE

Raquel Quendera, Florbela Dias

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

Enquanto laboratório nacional de metrologia, compete ao Instituto Português da Qualidade (IPQ) garantir o rigor e a exactidão das medições realizadas, assegurando a sua rastreabilidade, a nível nacional e internacional e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida. O pH, como grandeza adimensional do Sistema Internacional de Grandezas [1], é medido operacionalmente e é característico da atividade de uma dada concentração de hidrogeniões, mediante métodos convencionados, através da relação entre a força electromotriz nessa concentração e a força electromotriz numa solução padrão, em determinadas condições [2].

A reativação e operacionalidade total, no IPQ, do sistema primário de medição de pH permitirá construir a cadeia de rastreabilidade nacional, assegurando a credibilidade interna e externa das medições laboratoriais e industriais neste domínio. Além da realização do padrão nacional de pH, o laboratório tem também como objetivo assegurar a rastreabilidade das medições no território nacional através da organização de ensaios interlaboratoriais. O método primário de medição de pH consiste na medição da diferença de potencial eléctrico numa célula de Harned, de uma solução tampão, com diferentes molalidades de ião cloreto. O rigor das medições eléctricas e das atividades em iões é garantido através da rastreabilidade das medições ao SI, por calibração dos sistemas de medição no Laboratório das Medidas Eléctricas, no Laboratório de Temperatura do IPQ e pela utilização de materiais de referência [3].

Palavras-Chave: pH, atividade química, célula de Harned, rastreabilidade ao SI.

REFERÊNCIAS

- [1] A Concise Summary of “Quantities, Units and Symbols in Physical Chemistry”, IUPAC, RSC Publishing (2008)
- [2] R.P. Buck, S. Rondini, A.K. Covington, F.G.K. Bauke, C.M.A. Brett, M.F. Camoes, M.J.T. Milton, T. Mussini, R. Naumann, K.W. Brett, P. Spitzer, G.S. Wilson, Measurement of pH. Definition, Standards, and Procedures; IUPAC Recommendation 2002 Pure Appl. Chem. 74, 2169 (2002)
- [3] P. De Bièvre, R. Dybkaer, A. Fajgelj, D.B. Hibbert, Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report) Pure Appl. Chem. 83, 1871 (2011).

ABORDAGEM METROLÓGICA À INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS NO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS POR CURA EM AUTOCLAVE

M. C. Bacalhau Parreira

IEFP, Serviço de Emprego e Formação Profissional de Évora

Os materiais compósitos podem ser definidos como a junção de dois ou mais materiais que na sua verdadeira essência não se misturam entre si, dando origem a materiais extremamente leves e resistentes, tenho vindo a ganhar terreno dia após dia. É possível encontrar os materiais compósitos em áreas tão distintas como o desporto, a medicina, a construção civil, transportes tendo esta última a aplicação dos plásticos reforçados com fibras, como são exemplos a indústria automóvel e a indústria aeronáutica. Como qualquer área, esta indústria de excelência, procura cada vez mais otimizar os seus processos tirando maior partido das características intrínsecas destes materiais.

A nível de requisitos e processos de produção é necessário controlar uma série de variáveis que intervêm diretamente no produto final que se quer compacto, leve e altamente resistente. *Grosso modo*, pode afirmar-se que os pré-impregnados (matriz epoxídica a impregnar o reforço de carbono) são os tecidos comumente usados nestas áreas e técnicas. Para se conseguirem os requisitos necessários há a necessidade de utilizar um espaço físico em modo sala limpa, requerendo esta situação o controlo permanente de temperatura, humidade e partículas no espaço, monitorizando estas variáveis através de termohigrómetro e contador de partículas portátil. Com esta monitorização, aumenta-se o tempo de vida útil dos tecidos durante o processo de produção e diminuem-se vazios e os defeitos por falta de adesão entre camadas de reforço. Por sua vez toda a matéria-prima tem de ser acondicionada numa arca frigorífica de modo a atenuar a reação de polimerização que ocorrerá da junção do endurecedor com a matriz, carece pois de verificar se a temperatura se encontra abaixo de -18 °C, garantindo desta forma a ultracongelamento dos tecidos. O não controle desta temperatura implica a diminuição do prazo de vida útil destes tecidos, conduzindo à perda de propriedades finais no produto pondo mesmo em causa a cura do compósito. Durante as etapas de corte, *lay-up*, ensacamento e pré-vácuo a temperatura tem de ser monitorizada sob pena da cura iniciar antes do previsto, comprometendo a aderência entre as várias camadas. O vácuo revela-se um fator crucial para garantir a colagem entre as camadas, é aplicada uma pressão negativa de 0,8 bar, sendo este valor monitorizado através da leitura direta no manómetro e através do uso de vacuómetros.

No processo de produção de peças estruturais a referência é a cura em Autoclave, equipamento que funciona com imposição de temperatura, pressão e vácuo em simultâneo, sendo consensualmente considerado a melhor técnica para produzir peças estruturais de elevada resistência e baixa densidade. Este processo carece de acompanhamento destas variáveis através de leitura direta nos sensores de temperatura e manómetros, sendo o controlo fundamental e ajustado a cada tipo de resina e reforço, a título de exemplo pode ter-se valores de 177 °C e pressões que variam até 6,9 bar. A temperatura garante a polimerização da matriz, a pressão e o vácuo garantem compactação das camadas, e é possível acompanhar todo o ciclo de cura e dados em formato digital no sistema de controlo do autoclave. O não controlo da temperatura implica numa cura incompleta ou mesmo a não cura do material compósito, a ausência de pressão pode resultar no aparecimento de vazios entre as camadas de reforço gerando não conformidades em que o resultado final é ter que sucatar as peças, representado elevados custos para os produtores. Assim é determinante medir com rigor e precisão as variáveis da temperatura, pressão e do vácuo ao longo de todo o processo. Atendendo à tendência futura de uso cada vez mais acentuado dos materiais compósitos é pois necessário garantir uma medição eficaz das variáveis chave na produção de compósitos por cura em autoclave.

Palavras-Chave: compósitos, temperatura, vácuo, pressão, humidade, cura.

REFERÊNCIAS:

- M. Costa, Estabelecimento de Ciclo de Cura de Pré-Impregnados Aeronáuticos, *Polímeros: Ciência e Tecnologia* 15, nº3, 224 (2005)
- J. Cunha, Influência de Diferentes Condições Higrotérmicas na Resistência à Tração de Compósitos de Fibra de Carbono/Epóxi Modificada, *Polímeros: Ciência e Tecnologia* 16, nº3, 193 (2006)
- C. Geraldo, Processamento de Laminados de Compósitos Poliméricos Avançados com Bordas Moldadas, *Polímeros: Ciência e Tecnologia* 10, nº1, 31 (2000)
- M.F.S.F. Moura, *Materiais compósitos 2.ª Ed.*, Publindústria, Porto (2005)
- F.L. Neto, *Compósitos Estruturais: ciência e tecnologia*, Blucher, São Paulo (2012)
- L.F.M. Silva *Materiais de Construção*, Publindústria, Porto (2013)

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 4 – BRIAN JOSEPHSON (SÉC. XX -) - POSTERS

DESENVOLVIMENTO DE SENSORES E MÉTODOS DE CALIBRAÇÃO PARA A MEDIÇÃO EM LINHA DA VISCOSIDADE, DA MASSA VOLÚMICA E DO TEOR DE SÓLIDOS DE FLUÍDOS NÃO-NEWTONIANOS

Andreia Furtado, Jorge Pereira, Isabel Spohr, Isabel Godinho

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

A caracterização reológica de fluídos não-newtonianos é de extrema relevância para muitas indústrias, nomeadamente para as indústrias do petróleo e do gás. No entanto, a ausência atual de padrões de medição para estes fluidos leva a uma incapacidade na avaliação metrológica dos instrumentos de medição da viscosidade, da massa volúmica e do teor de sólidos. Neste sentido metrologistas, fabricantes de instrumentos de medição e a própria indústria reuniram-se dando origem ao projeto EMRP ENG59 NNL - *Sensor development and calibration method for inline detection of viscosity and solids content of non-Newtonian fluids*, aprovado no âmbito do EMRP 2013 – *Energy*. Os objetivos específicos deste projeto prendem-se com o desenvolvimento de materiais de referência não-newtonianos, com o desenvolvimento e otimização do desempenho de instrumentos de medição de viscosidade, de massa volúmica e de teor de sólidos a serem usados em medições realizadas em tempo real em linha, assim como o desenvolvimento de metodologias de calibração adequadas. Este projeto tem ainda o objetivo de avaliar o impacto das propriedades físicas dos fluídos não-newtonianos nas medições reológicas.

O trabalho apresentado faz parte do projeto ENG59-NNL do Programa Europeu de Investigação Metrológica projeto (EMRP) e recebeu financiamento dos países participantes no EMRP no âmbito da EURAMET e da União Europeia.

Palavras-Chave: fluídos não-newtonianos; medição da viscosidade; materiais de referência; EMRP.

REFERÊNCIAS

- P. Ballereau, N. Pelevic, J.J. Blange, I. Van Andel, E. Borovac, S. Lorefice, A. Furtado, M. de Huu, H. Bissig, H. Wolf, R. Pagel, S. Hageraats-Ponomareva, F. Iversen, M. Cidade, Sensor development and calibration method for inline detection of viscosity and solids content of non-Newtonian fluids. International Congress of Metrology, France, (2015) 03004; DOI: <http://dx.doi.org/10.1051/metrology/20150003004>
- EMRP Project ENG59 NNL “Sensor development and calibration method for inline detection of viscosity and solids content of non-Newtonian fluids” (2014-05-01 / 2017-04-30)

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 5 - KLAUS VON KLITZING (SÉC. XX -)

A NORMA ISO/IEC 17025 - REVISÃO E EXPECTATIVAS

Noélia Duarte

SPMet - Sociedade Portuguesa de Metrologia, Lisboa

Pretende-se com esta comunicação, contribuir para divulgar a revisão da norma ISO/IEC 17025:2005, iniciada em 2014 e actualmente em curso. Apresentar o processo da revisão, preparação, planeamento, grupo de trabalho. Principais alterações resultantes de orientações da ISO /CASCO e da abordagem dos diferentes intervenientes. As expectativas resultantes do impacto das alterações, na melhoria da gestão e organização das actividades do laboratório e adaptação ao progresso técnico dos processos de realização e da qualidade e rigor dos resultados. O contributo da norma para a cooperação entre laboratórios, a aplicação na avaliação da conformidade pelas entidades acreditadoras e outras, condição necessária para a aceitação dos resultados entre todos os interessados, indústria, entidades governamentais, incluindo clientes em outros países num mercado global.

Palavras-Chave: Acreditação de laboratórios, ISO/IEC17025 revisão.

REFERÊNCIAS

- Documentos ISO/CASCO - WG44 "Revision of ISO/IEC 17025"
- BIPM Version 1 "DOCUMENT JCRB-34", September, 2015.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 5 - KLAUS VON KLITZING (SÉC. XX -)

O SI NA LÍNGUA PORTUGUESA

Olivier Pellegrino¹, António Cruz², Eduarda Filipe², Isabel Godinho¹

¹IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

²SPMet - Sociedade Portuguesa de Metrologia, Lisboa

O Sistema Internacional de medidas, SI, existe desde 1960 e foi adoptado como sistema de unidades de medida legal por Portugal em 1983. Contudo, o Acordo Ortográfico da Língua Portuguesa de 1990, apesar de reintroduzir no alfabeto português as letras k, w e y, mantém uma série de incoerências como as grafias dos nomes das unidades, por exemplo quilómetro, quilograma e kilowatt. Com base nas regras de escrita publicadas em *Le Système international d'unités* pelo Bureau Internacional dos Pesos e Medidas, na norma ISO/IEC 80000-1, nas opções da versão luso-brasileira do Vocabulário Internacional de Metrologia de 2012 e na mais recente transposição para a legislação nacional da diretiva europeia sobre o sistema legal de unidades de medida, uma análise das grafias apresentadas pelo Vocabulário Ortográfico da Língua Portuguesa, elaborado pela Academia das Ciências de Lisboa, e pelo Vocabulário Ortográfico Comum da Língua Portuguesa, elaborado pelo Instituto Internacional da Língua Portuguesa, torna-se portanto necessária. Essa análise tem com critério a coerência interna das regras de escrita dos nomes e dos símbolos das unidades, e deve estar associada a uma terminologia baseada sobre conceitos para perceber o mundo com palavras adequadas, operacionais e consensuais no seio da comunidade da metrologia, segundo C. Roche. Em resultado dessa análise, propostas de regras de escrita são apresentadas em vista da publicação do novo SI, propostas que têm de ser consensuais entre o paradigma metrológico e o linguístico.

Palavras-Chave: SI, regras de escrita, grafia portuguesa, terminologia.

REFERÊNCIAS

- G. Brigodiot, Les unités de mesure. Législation et règles d'écriture, Fondamentaux de la Métrologie. Concepts et Vocabulaire. AFNOR 2006
- G. de Almeida, Sistema Internacional de Unidades (SI), Grandezas e Unidades Físicas, Terminologia, Símbolos e Recomendações, 3.ª ed., Plátano Editora, Lisboa, 2002.
- J. de Boer, On the History of Quantity Calculus and the International System, *Metrologia* 32, p.405, 1994/95.
- Decreto-Lei n.º 128/2010 de 3 dezembro, Sistema de unidades de medida legais
- O. Pellegrino, A. Cruz, J. C. Oliveira and E. Filipe, About the Portuguese VIM3 version, Proceedings of the 2014 Joint IMEKO TC1-TC7-TC13 Symposium
- SI Brochure: The International System of Units (SI), BIPM 8th edition, 2006; updated in 2014
- ISO/IEC 80000 - 1, Quantities and units
- IPQ-Inmetro:2012, Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) 1.ª edição luso-brasileira do VIM 2012
- C. Roche, Le terme et le concept: fondements d'une ontoterminologie. TOTH 2007. Terminologie & Ontologie: Théories et applications. pp 1-22, Annecy, France, 1er juin (2007)

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 5 - KLAUS VON KLITZING (SÉC. XX -)

A DINÂMICA DOS ENSAIOS DE APTIDÃO

Cláudia Silva¹, Ana Maria Duarte²

¹RELACRE- Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, Lisboa; claudia.silva@relacre.pt

²RELACRE- Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, Lisboa; ana.duarte@relacre.pt

Os Ensaio de Aptidão são uma ferramenta para os laboratórios que procuram evidenciar a sua competência e a capacidade de manutenção de uma qualidade de nível elevado, mas são também um desafio “dinâmico” para as entidades organizadoras.

Com esta comunicação pretende-se mostrar os contributos dos Ensaio de Aptidão para a garantia da qualidade dos resultados dos laboratórios, focar a dinâmica do processo de organização dos mesmos, apresentar o histórico dos Ensaio de Aptidão realizados pela RELACRE no âmbito da calibração e partilhar a ambição de tornar este instrumento poderoso ainda mais dinâmico futuramente.

A participação em Ensaio de Aptidão tem assim, como objetivos:

- Fornecer uma ferramenta de garantia da qualidade ao laboratório, a título individual, permitindo-lhe monitorizar e comparar o seu desempenho com laboratórios similares.
- Fornecer uma ferramenta de controlo da qualidade ao laboratório, através do desenvolvimento de ações preventivas e corretivas, muitas vezes relacionadas com o desempenho dos operadores, métodos e/ou equipamento de ensaio ou calibração, consideradas necessárias e facilitar a melhoria do desempenho.
- Estabelecer análises comparativas associadas a novos métodos, permitindo a sua validação.
- Permitir a avaliação da cadeia de rastreabilidade em Portugal nas respetivas áreas, identificar e confirmar a rastreabilidade de cada um dos laboratórios.
- Permitir que o laboratório demonstre a sua competência perante a entidade acreditadora, e/ou 3ª parte no processo de acreditação de acordo com a NP EN ISO/IEC 17025.
- Demonstrar confiança aos seus clientes.

Em conclusão, a participação em Ensaio de Aptidão é um dos meios mais seguros para evidenciar a competência perante clientes, permitindo também reforçar a “autoestima” e a confiança nas atividades desenvolvidas pelos laboratórios.

Para os Ensaio de Aptidão são fundamentais três intervenientes, o objeto a medir, o instrumento de medição e o operador, complementados por toda uma organização efetuada pela RELACRE, em conjunto com os seus parceiros, que procuram criar as condições de realização adequadas.

De modo a potenciar a monitorização contínua do desempenho por parte dos laboratórios, a RELACRE irá continuar a promover um conjunto de Ensaio de Aptidão em diversas áreas de atividade e irá procurar incessantemente novas áreas onde os ensaio sejam de aplicação vantajosa para os laboratórios, contando para isso com o interesse e a participação dos seus associados e da comunidade em geral.

...Acreditamos que todos os dias é possível evoluir e asseguramos que a ambição de fazer melhor é o nosso compromisso.

Palavras-chave: ensaio de aptidão, medição, calibração, garantia da qualidade, controlo da qualidade para laboratórios.

REFERÊNCIAS

- ISO/IEC 17043:2010 – Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.
- NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e de Calibração.
- OGC001, 2010-03-30 - Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025, IPAC.
- DRC005, 2012-04-10 - Procedimento para Acreditação de Laboratórios, IPAC.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 6 – LUDWIG BOLTZMANN (SÉC. XIX - XX)

TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA APLICADA À METROLOGIA Ensaio dimensionais, geométricos e estruturais - Uma abordagem prática

Fernando Ferreira

CATIM – Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica; fernando.ferreira@catim.pt

O período complexo, que a economia mundial atravessa, leva a que as actividades de I&D na indústria automóvel, espacial e aeronáutica, contribuam de forma decisiva no suporte aos diversos e exigentes desafios, alavancando processos de inovação, reduzindo prazos de introdução de novos produtos e serviços no mercado global, e proporcionando sistemas de produção e de controlo da qualidade rápidos, flexíveis e confiáveis. A procura incessante pela inovação diferenciadora e geradora de maior sustentabilidade, leva a que as empresas vejam na metrologia, enquanto ciência da medição, um pilar fundamental para suporte aos processos produtivos dos ambientes industriais, contribuindo para controlar todos os factores que, de forma mais ou menos significativa, afectam as especificações dos produtos, colocando em causa a qualidade do produto final. Neste contexto, a metrologia assume um papel indispensável na obtenção de medições rigorosas, de confiança e comparáveis, controla a complexidade e a sofisticação dos modernos processos tecnológicos, e contribui para a redução dos custos de produção, para a redução do desperdício, para a redução da assistência técnica no pós-venda e para o crescimento do grau de satisfação dos clientes.

No caso particular da metrologia dimensional e geométrica, as máquinas de medição por coordenadas continuam a ser o recurso com maior capacidade de resposta na realização de controlos complexos, rápidos e eficazes às dimensões e geometrias das peças, possibilitando efectuar avaliações sobre a conformidade com as especificações.

No entanto, a necessidade de realizar ensaios dimensionais, geométricos e estruturais de componentes técnicos de uma forma mais rápida, com mais informação, melhor riqueza de detalhes e em apenas um ensaio levou a que os grandes fabricantes de equipamento de metrologia desenvolvessem tecnologia de última geração como as máquinas de tomografia computadorizada aplicada à metrologia (baseadas no princípio da tecnologia de raios-X).

Esta tecnologia de ensaio técnico não destrutivo possibilita realizar medições de alta exactidão em peças com geometrias complexas e de diferentes tipos de material, sem destruição da sua estrutura ou elementos em zonas de difícil acesso, capaz de construir e medir um modelo 3D de forma eficaz.

Actualmente, as máquinas de tomografia computadorizada aplicada à metrologia permitem realizar Ensaio de Análise Estrutural, Controlo de Montagem de Componentes, Ensaio Dimensionais e Geométricos, Comparação CAD-Original/CAD-Nuvem de Pontos, Análise de Espessuras, Modelação de Sólidos e Engenharia Inversa.

Em suma, esta nova tecnologia possibilita uma nova abordagem no processo de avaliação de diferentes especificações de um produto ou componente mais ou menos complexo, recorrendo a uma técnica de ensaio não destrutiva, possibilita uma redução dos tempos para controlo da qualidade, apresenta baixa incerteza de medição e complementa os ensaios realizados nas máquinas de medição por coordenadas convencionais mantendo fiabilidade e qualidade dos resultados.

Palavras-chave: controlo da qualidade, metrologia dimensional e geométrica, ensaios não destrutivos, modelação, engenharia inversa.

REFERÊNCIAS

- L. Chiffre, S. Carmignato, J.P. Kruth, R. Schmitt, A. Weckenmann, Industrial applications of computed tomography, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol. 63, pp. 655-677, 2014.
- J.P. Kruth, M. Bartscher, S. Carmignato, R. Schmitt, L. Chiffre, A. Weckenmann Computed tomography for dimensional metrology, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Vol. 60, pp. 821–842, 2011.
- J.M. Warnett, V. Titarenko, E. Kiraci, A. Attridge, W.R.B. Lionheart, P.J. Withers, M.A. Williams, Towards in-process x-ray CT for dimensional metrology, Measurement Science and Technology, Vol 27, 2016
- R. Christoph, H.J. Neumann, X-ray Tomography in Industrial Metrology - Precise, Economical and Universal, Süddeutscher Verlag, 2011.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 6 – LUDWIG BOLTZMANN (SÉC. XIX - XX)

DISSEMINAÇÃO DA UNIDADE DE TEMPO EM PORTUGAL

Carlos Pires¹, Manuel Abreu², Isabel Godinho¹, Rui Agostinho²

¹IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica

²Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Campo Grande, Lisboa

Com os relógios ópticos, a investigação científica no domínio da metrologia de tempo levou a valores de incerteza na realização do segundo para a ordem do attosegundo, podendo conduzir a uma nova definição do segundo nos próximos anos. Atualmente, após a sua realização, esta unidade é disseminada através da comparação de relógios por *Two Way Satellite Time and Frequency Transfer* ou por *Global Navigation Satellite System*, com valores de incerteza na ordem de alguns nanosegundo [1]. Para acompanhar a evolução da incerteza na realização do segundo, as principais Instituições Nacionais de Metrologia europeias estão a ligar-se entre si através de fibras ópticas, i.e., estão a efetuar comparações da grandeza tempo com incertezas alvo inferiores ao femtosegundo [2]. Enquanto Laboratório Nacional de Metrologia (LNM), o IPQ pretende efetuar uma ligação de fibra óptica com o Observatório Astronómico de Lisboa (OAL) para que a hora legal portuguesa seja metrologicamente rastreada ao Sistema Internacional de unidades (SI), considerando a menor incerteza possível. Enquadrado no atual estado da arte no domínio metrológico do tempo, esta comunicação apresenta o projeto da ligação de fibra óptica entre o IPQ e o OAL.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos foram realizados progressos notáveis nos padrões ópticos de tempo e frequência, possibilitando a obtenção de valores de incerteza na frequência da ordem de 10^{-17} , superando os melhores padrões atômicos de microondas existentes, tanto em exatidão como em estabilidade, constituindo assim uma ferramenta mais promissora para a redefinição da unidade do tempo no SI, o segundo [1].

O *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM) tem a responsabilidade de gerar o Tempo Universal Coordenado (UTC), considerando os dados fornecidos por mais de 350 osciladores de césio de 68 países, sendo cada um destes responsável por gerar o UTC do seu próprio país. Em Portugal, o IPQ é a entidade responsável pela realização da escala UTC(IPQ), para a qual o Laboratório de Tempo e Frequência (LTF) dispõe de 3 osciladores de césio e de dois sistemas para transferir a unidade do tempo (TWSTFT e GNSS). Estas duas técnicas, de transferência de tempo, dependem da tecnologia espacial e por isso apresentam uma estabilidade que é limitada pelas características de conceção do próprio sistema: degradação do sinal pela sua passagem pela atmosfera, efeitos relativistas devido à velocidade dos satélites, entre outros. Estas limitações influenciam diretamente o valor de incerteza obtido, da ordem de alguns nanosegundos, valor este que é muito menor que o valor dos padrões.

Com o atual desenvolvimento das fibras ópticas (FO), a transmissão de tempo e frequência por fibra óptica (TTFO - *Time and Frequency Transfer Using Optical Fibers*) apresenta menos fontes de erro que a transmissão pela atmosfera, o que permite uma transmissão mais exata e mais estável. Os principais LNM mundiais, institutos de investigação e algumas organizações internacionais trabalham ativamente na transferência de tempo e frequência por FO. Os valores de incerteza obtidos e publicados pelo BIPM são valores da ordem do picosegundo para a transferência de tempo para distâncias da ordem de centenas de km [2]. Outra vantagem da utilização da TTFO está associada ao facto desta técnica possibilitar a disseminação da unidade com menores custos, obviando assim a necessidade de recorrer a um padrão de frequência.

Considerando o atual desenvolvimento tecnológico dos LNM europeus no domínio da TTFO, a necessidade de garantir a rastreabilidade da unidade de tempo em Portugal (por exemplo, nos aspetos associados à transposição da Diretiva dos Mercados de Instrumentos Financeiros - DMIF [3]) e sendo o OAL a entidade responsável pela hora legal em Portugal, foi considerada a possibilidade de ligar, por fibra óptica, o LTF do IPQ e o OAL, possibilitando a transferência da unidade de tempo. Nesta ligação, devem ser devidamente identificados e calibrados todos os eventuais atrasos, deverá ser avaliado e otimizado o método de transferência a utilizar (do tipo *one-way* ou *two-way*) e considerar as características e os parâmetros de influência na transmissão do sinal na fibra óptica, nomeadamente atenuação, dispersão, temperatura e vibração. Apesar destas fibras ópticas se encontrarem maioritariamente no subsolo, neste caso particular, a fibra deverá atravessar a ponte 25 de Abril, estando assim sujeita a todas estas condicionantes.

REFERÊNCIAS

[1] BIPM Technical Memorandum TM219, Evaluation of the first optical fiber time link between the UTC laboratories AOS and PL, - Review of the TWOTFT and Consideration for the Mise En Pratique in UTC, 2013, <http://tai.bipm.org/Dat/METODE/>

[2] K. Predehl *et al.* A 920-Kilometer Optical Fiber Link for Frequency Metrology at the 19th Decimal Place, *Science* 336, 441 (2012); DOI: 10.1126/science.1218442

[3] <http://www.cmvm.pt/pt/Legislacao/ConsultasPublicas/CMVM/anexos/Paginas/1%20-%20Enquadramento%20Geral.aspx>

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 6 – LUDWIG BOLTZMANN (SÉC. XIX - XX)

TACÓGRAFOS – MEDIÇÕES E CONTROLO

Jorge Fradique

IPQ - Instituto Português da Qualidade, Caparica; jfradique@ipq.pt

Num mundo cada vez mais em movimento, as medições são também cada vez mais dinâmicas. Em particular as medições relacionadas com transportes, mesmo quando estão em causa grandezas simples como a velocidade ou o tempo, para além do dinamismo inerente ao movimento, tendem cada vez mais a estar disponíveis de forma instantânea. Até numa área tradicionalmente mais convencional, como a Metrologia Legal, esta evolução faz-se sentir e a evolução futura prevista para os tacógrafos vai certamente neste sentido.

A obrigação de utilização do tacógrafo nos veículos pesados foi introduzida na Comunidade Europeia há mais de 30 anos. Este equipamento visa essencialmente aumentar a segurança rodoviária, ao efetuar medições e registos de dados de velocidade, tempo e distância, permitindo assim a fiscalização das regras de segurança. Ao longo dos anos, o tacógrafo tem sido sujeito a inúmeras evoluções, estando prevista uma nova geração de tacógrafos inteligentes para breve.

A presente comunicação pretende apresentar a evolução histórica dos tacógrafos, bem como as perspetivas de desenvolvimento futuro e discutir alguns aspetos das medições efetuadas por estes equipamentos. São também abordadas questões relativas à qualificação das entidades que realizam as operações de controlo metrológico de tacógrafos, cuja qualificação é da competência do Instituto Português da Qualidade.

Palavras-chave: tacógrafo, velocidade, tempo, transporte, metrologia legal.

REFERÊNCIAS

- Regulamento (CEE) n.º 3821/85 do Conselho, de 20 de dezembro de 1985, Introdução de um aparelho de controlo no domínio dos transportes rodoviários.
- Regulamento (CE) n.º 1360/2002 da Comissão, de 13 de junho de 2002, Adaptação ao progresso técnico do Regulamento (CEE) n.º 3821/85 do Conselho, relativo à introdução de um aparelho de controlo no domínio dos transportes rodoviários.
- Regulamento (CE) n.º 561/2006 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 15 de março de 2006, Harmonização de determinadas disposições em matéria social no domínio dos transportes rodoviários, alterando os Regulamentos (CEE) n.º 3821/85 e (CEE) n.º 2135/98 do Conselho e revogando o Regulamento (CEE) n.º 3820/85 do Conselho.
- Regulamento (UE) n.º 1266/2009 DA COMISSÃO, de 16 de dezembro de 2009, Adapta ao progresso técnico do Regulamento (CEE) n.º 3821/85 do Conselho, relativo à introdução de um aparelho de controlo no domínio dos transportes rodoviários.
- Regulamento (UE) n.º 165/2014 do Parlamento Europeu e do Conselho de 4 de fevereiro de 2014, Utilização de tacógrafos nos transportes rodoviários.
- Portaria 299/86, de 20 de junho, Regulamento de Instaladores e ou Reparadores de Instrumentos de Medição.

CONFMET2016

Programa

SESSÃO 6 – LUDWIG BOLTZMANN (SÉC. XIX - XX)

O ENSINO DA METROLOGIA E A METROLOGIA NO ENSINO

António Silveira Dias Pinto Alberto¹, Frederico Lázaro Jacob²

¹ ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto, Departamento de Física; apa@isep.ipp.pt

² ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto, Departamento de Física; fjlb@isep.ipp.pt

RESUMO

A Metrologia, como ciência da medição e suas aplicações, tem uma importância vastamente reconhecida em todas as áreas da atividade humana onde são necessárias medições exatas que garantam a confiança do utilizador e a sua universalidade.

Como área científica que é, a Metrologia potencia o desenvolvimento das capacidades de medição, tendo um papel fundamental, entre outros, na inovação, na garantia da qualidade dos produtos e na base da tomada de decisões.

Nesta comunicação oral pretende-se abordar o ensino da Metrologia em Portugal, respondendo a questões tais como: Quem ministra a formação na área? Quem recebe a formação? Quem exerce essa profissão? Paralelamente, será também comentado o ensino da Metrologia nos cursos de Engenharia.

Da análise da atual situação do estado da Metrologia em Portugal, nomeadamente nas áreas relacionadas com o ensino, poder-se-á inferir sobre o título escolhido para este trabalho, analisando qual o melhor caminho a seguir, isto é, optar por um reforço do ensino da metrologia ou por reforçar a metrologia no ensino.

Palavras-Chave: metrologia, ensino, metrologia em engenharia, educação em metrologia.

REFERÊNCIAS

- J. Cirilo da Silva Neto, Contribuições da metrologia em cursos de engenharia, COBENGE 2011, XXXIX Congresso Brasileiro de Educação em Engenharia, Blumenau, Brasil, 2011.
- A. Millea, R. Munteanu, I. Urdea Marcus, Teaching general metrology: why, what, how?, XVII IMEKO World Congress, June 22 – 27, Dubrovnik, Croatia, 2003.
- École des mines de Douai, Rapport final d'étude sur l'offre et les besoins de formation en métrologie, 2011.

