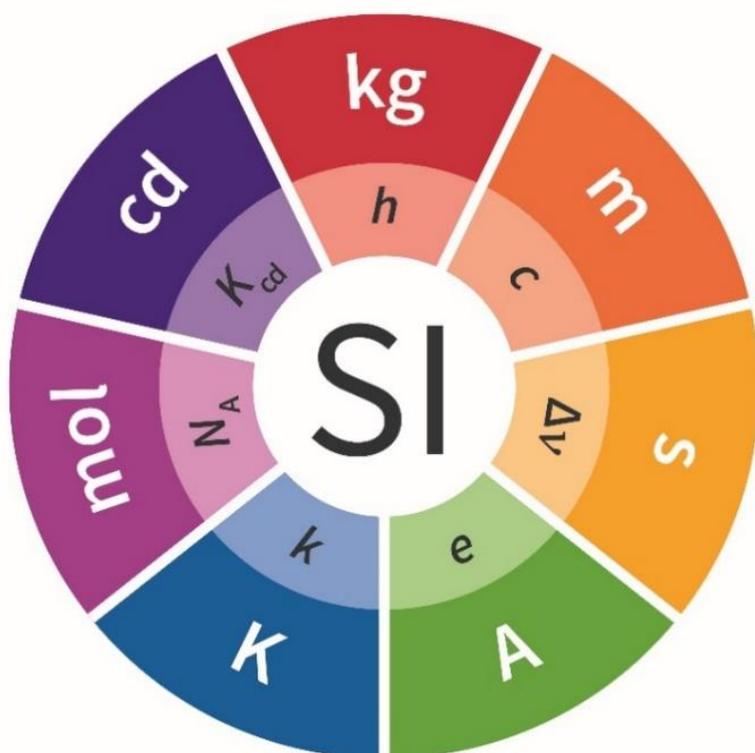


# CONFMET2018

## CONFERÊNCIA NACIONAL DA SPMET

EM CONSTANTE EVOLUÇÃO  
O SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES



28 e 29 de  
novembro

FCT NOVA  
CAPARICA

ORGANIZADA POR:



APOIOS



## **CONFMET2018 - Em constante evolução o Sistema Internacional de unidades**

A **SPMet** - Sociedade Portuguesa de Metrologia 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 **FCT Nova** - Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa é uma das três maiores e mais prestigiadas escolas de Engenharia e Ciências do País e é reconhecida pela sua investigação de excelência, pela qualidade dos seus cursos e pela empregabilidade dos seus diplomados - licenciados, mestres, doutores.

A Comissão Organizadora pretende, com este **Encontro 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 e Olivier Pellegrino

**RELACRE** – Álvaro Ribeiro, Ana Duarte e Cláudia Silva

**FCT Nova** – Virgílio Cruz Machado, Helena Navas e Ana Sofia Matos

### **COMISSÃO CIENTÍFICA**

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

Local: Auditório do **Edifício VII da FCT Nova**

Morada: Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2829-516 Caparica

<https://www.fct.unl.pt/pt-pt>

## ORADORES CONVIDADOS



### LUC ERARD

- Diretor da Investigação Científica e Tecnológica do LNE (*Laboratoire national de métrologie et d'essais*) até 2010, Diretor do *Bureau national de métrologie*, de 2001 a 2004
- Eleito membro do CIPM - Comité Internacional dos Pesos e Medidas da Convenção do Metro em 2004 e Presidente do CCTF (Comité Consultivo do Tempo e Frequência) desde 2007
- Carreira de 39 anos como investigador e gestor de ID no LCIE, BNM e LNE. Auditor da COFRAC e Vice-Presidente do comité de acreditação para a eletricidade, tecnologias da informação e radiações
- De 2007 a 2009 foi presidente do Comité EMRP (Programa Europeu de Investigação Metrológica) da EURAMET (Associação Europeia dos Laboratórios Nacionais de Metrologia)
- Presidente da EUROMET de 1998 a 2001
- Durante 15 anos membro do BoD da EURAMET e Presidente dos TC da eletricidade e magnetismo (TC-EM) e da qualidade (TC-Q)



### ÁLVARO RIBEIRO

- Presidente do Conselho de Administração da RELACRE (Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal)
- 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 (Laboratório Nacional de Engenharia Civil)
- Investigador do LNEC
- Membro dos Comités Técnicos da IMEKO (*International Measurement Confederation*), 7 – *Measurement Science*, 9 – *Flow Measurements* e 21 - *Mathematical Tools for Measurements*
- Vice-Presidente da Comissão ILAC-LC (*International Laboratory Accreditation Cooperation - Laboratory Committee*) a partir de 1 de janeiro de 2019.

## PROGRAMA

### 28 de novembro

- 08:30 *Inscrição e recepção dos participantes*
- 09:30 **Sessão de ABERTURA**  
Eduarda Filipe, Presidente do Conselho Diretivo da SPMet (Sociedade Portuguesa de Metrologia)  
José Carlos Roseiro, Membro do Conselho de Administração da RELACRE (Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal)  
Virgílio Cruz Machado, Diretor da FCT Nova (Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa)
- Sessão 1 - Max PLANCK (séc. XIX - XX)**  
Moderadora: Isabel Godinho, Diretora do Departamento de Metrologia do IPQ (Instituto Português da Qualidade)
- APRESENTAÇÃO CONVIDADA**
- 09:45 ***La révision du SI / The revised SI***  
Luc Erard  
  
Membro do CIPM (Comité International des Pesos e Medidas) da Convenção do Metro e antigo Diretor da Investigação Científica e Tecnológica do LNE (*Laboratoire National d'Essais*), Paris, França
- 10:30 **Sessão 2 - Brian JOSEPHSON (séc. XX - )**  
Moderadora: Cláudia Silva, RELACRE (Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal)
- EXPOSITORES**  
ADMedida Instrumentação  
Aralab  
Carl Zeiss Iberia  
Espectral
- POSTERS**
- Otimização da incerteza de amostragem – Aplicação ao sistema estuarino do rio Tejo**  
Carlos Borges<sup>1</sup>, C Palma<sup>1</sup>, R Silva<sup>2</sup>  
1 IH (Instituto Hidrográfico), Lisboa; 2 CQE (Centro de Química Estrutural), Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa
- Análise estatística dos EMA de alcoolímetros evidenciais**  
Ana Rita Madeira, A Furtado, V Cabral  
IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica
- Metodologia de calibração direta e indireta da temperatura de um reómetro**  
Joana Gavina<sup>1</sup>, A Furtado<sup>2\*</sup>, J Pereira<sup>2</sup>, J Sousa<sup>2</sup>  
1 Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa; 2 IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica

**Estabelecimento da rastreabilidade das medições de massa volúmica de líquidos: 17RPT02-rholiq. Um novo projeto EMPIR**

Andreia Furtado<sup>1</sup>, J Pereira<sup>1</sup>, M Schiebl<sup>2</sup>, G Mares<sup>3</sup>, G Popa<sup>3</sup>, P Bartos<sup>4</sup>, J Bebic<sup>5</sup>, E Lenard<sup>6</sup>, A Alic<sup>7</sup>, S Alisic<sup>7</sup>, P Neuvonen<sup>8</sup>, H Wolf<sup>9</sup>, G Sariyerli<sup>10</sup>, A Bescupschii<sup>11</sup>, B Laky<sup>12</sup>

1 IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica; 2 BEV-PTP (*Physikalisch Technischer Prüfdienst des Bundesamt für Eich und Vermessungswesen*), Áustria; 3 BRML (*Biroul Roman de Metrologie Legală*), Roménia; 4 CMI (*Ceský metrologický institut*), República Checa; 5 DMDM (*Ministarstvo privrede Direkcija za mere i Dragocene Metale*), Sérvia; 6 GUM (*Central Office of Measures*), Polónia; 7 IMBiH (*Institut za Mjeriteljstvo Bosne i Hercegovine*), Bósnia e Herzegovina; 8 JV (*Justervesenet*), Noruega; 9 PTB (*Physikalisch Technische Bundesanstalt*), Alemanha; 10 TUBITAK (*Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu*), Turquia; 11 INM (*Institutul National de Metrologie*), Moldávia, 12 Anton Paar GmbH, Áustria

**Determinação da salinidade por refratometria e densimetria de tubo vibrante como métodos compatíveis: da salinidade ao pH**

Andreia Napoleão<sup>1</sup>, A Furtado<sup>2</sup>, J Pereira<sup>2</sup>, R Quendera<sup>2</sup>, O Pellegrino<sup>2</sup>, M Cidade<sup>3</sup>, C Oliveira<sup>1</sup>

1 Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa; 2 IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica; 3 Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Caparica

10:50



**Sessão 3 – Amedeo AVOGADRO (séc. XVIII - XIX)**

Moderador: José Carlos Roseiro, LNEG (Laboratório Nacional de Energia e Geologia), Administrador da RELACRE (Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal)

**TUTORIAIS**

11:00

**O método gravimétrico aplicado às medições de volume e caudal**

Elsa Batista

IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica

12:00

**Avaliação “top-down” da incerteza de medição com ponderação da correção de efeitos sistemáticos**

Ricardo Bettencourt da Silva

CQE (Centro de Química Estrutural), Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa

13:00



**Sessão 4 - Charles-Augustin de COULOMB (séc. XVIII - XIX)**

Moderador: Helena Navas, Professora da FCT Nova (Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa)

14:10

**O tempo universal coordenado em Portugal**

Carlos Pires, I Godinho

IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica

14:30

**Redefinição do quilograma**

Isabel Spohr<sup>1</sup>, S Davidson<sup>2</sup>

1: IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica; 2 NPL (*National Physical Laboratory*), Teddington, Reino Unido

- 14:50 **A propósito das constantes fundamentais**  
Olivier Pellegrino, L Ribeiro, I Godinho  
IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica
- 15:10 **Medidas absolutas de alta precisão de energias de transição de raio-X em iões altamente carregados**  
Jorge Machado<sup>1,2</sup>, C Szabo<sup>3,4</sup>, J Santos<sup>1</sup>, P. Amaro<sup>1</sup>, M Guerra<sup>1</sup>,  
A Gumberidze<sup>5</sup>, G Bian<sup>2,6</sup>, J Isac<sup>2</sup>, P Indelicato<sup>2</sup>  
1 LIBPhys-UNL (Laboratório de Instrumentação, Engenharia Biomédica e Física da Radiação), Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Caparica; 2 *Laboratoire Kastler Brossel, Sorbonne Université*, CNRS, ENS-PSL Research University, Collège de France, Paris, França; 3 NIST (*National Institute of Standards and Technology*), Gaithersburg, Maryland, Estados Unidos da América; 4 *Theiss Research, La Jolla, California*, Estados Unidos da América; 5 EMMI (*Extreme Matter Institute and Research Division*), GSI *Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, Darmstadt*, Alemanha; 6 *Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu*, República Popular de China
- 15:30   
**Sessão 5 - Ludwig BOLTZMANN (séc. XIX - XX)**  
Moderador: Izunildo Cabral, Professor da FCT Nova (Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa)
- 15:50 **Avaliação de medições em tomografia computadorizada industrial: resultados obtidos em artefactos de geometria complexa**  
Fernando Ferreira  
CATIM (Centro Tecnológico de Apoio à Indústria Metalomecânica), Porto
- 16:10 **CALIBRATION 4.0 - Sistema de informação para uso de certificados de calibração digitais**  
Miguel Marques<sup>1</sup>, Carlos Bragança Oliveira<sup>2</sup>, Ana Cardoso<sup>3</sup>  
1 INEGI (Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial), Universidade do Porto, Porto; 2 Departamento de Engenharia e Gestão Industrial da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto e CEGI (Centro de Engenharia e Gestão Industrial) do INESC TEC (Instituto de Engenharia de Sistemas e Computadores, Tecnologia e Ciência), Porto; 3 Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto
- 16:30 **MESA REDONDA**  
**METROLOGIA 4.0**  
Moderador: Pedro Girão, Professor do IST, UL (Instituto Superior Técnico da Universidade de Lisboa) e Vice- Presidente do Conselho Diretivo da SPMet (Sociedade Portuguesa de Metrologia)  
  
Fernando Ferreira, **CATIM (Centro Tecnológico de Apoio à Indústria Metalomecânica)**  
Paulo Cabral, **IEP (Instituto Electrotécnico Português)**  
Pedro Cruz, **Controlar - Eletrónica Industrial e Sistemas**  
Rafhael Putseys, **Carl Zeiss Iberia**
- 17:30 Encerramento 1.º dia

29 de novembro

Sessão 6 - Klaus von **KLITZING** (séc. XX - )

Moderador: Luís Ribeiro, IPQ (Instituto Português da Qualidade)

09:30 **Processo de calibração de distanciómetros LASER**

David Manaia

ISQ (Instituto de Soldadura e Qualidade), Oeiras

09:50 **ASME B89.1.14-2018 – Calipers. Informação complementar comparativamente ao referencial normativo ISO 13385-1:2011**

Isabel Perfeito

CATIM (Centro Tecnológico de Apoio à Indústria Metalomecânica), Porto

10:10 **Estudo e caracterização da câmara climática de duas pressões utilizada na calibração de instrumentos de medição de humidade relativa**

Ana Catarina Sousa<sup>1</sup>, I Loio<sup>2</sup>, J Sousa<sup>2</sup>, H Navas<sup>1</sup>

1 Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Monte da Caparica; 2 IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica

10:30 **Avaliação da incerteza de medição da velocidade do ar no túnel aerodinâmico n.º 1 do LNEC**

Luís Lages Martins, A Ribeiro, R Mendes

LNEC (Laboratório Nacional de Engenharia Civil), Lisboa

10:50



Sessão 7 - Rolf **SIEVERT** (séc. XIX - XX)

Moderador: Olivier Pellegrino, IPQ (Instituto Português da Qualidade) e Conselho Diretivo da SPMet (Sociedade Portuguesa de Metrologia)

**TUTORIAIS**

11:00 **Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes: Grandezas, Unidades e Padrões**

Luís Santos, J Alves, G Carvalhal, M Caldeira

CTN-IST (Campus Tecnológico e Nuclear do Instituto Superior Técnico), Universidade de Lisboa, Bobadela

12:00 **Grandezas e Unidades do Sistema Internacional de Proteção Radiológica e Perspetivas Futuras**

Louis Branco, Pedro Gomes

ISQ (Instituto de Soldadura e Qualidade), Oeiras

13:00



Sessão 8 - James Prescott **JOULE** (séc. XIX)

Moderador: Paulo Cabral, IEP (Instituto Electrotécnico Português) e Vice-Presidente do Conselho Diretivo da SPMet (Sociedade Portuguesa de Metrologia)

**APRESENTAÇÃO CONVIDADA**

14:00 **A nova ISO/IEC 17025 e a transição digital nos laboratórios**

Álvaro Silva Ribeiro

Presidente da EUROLAB, Presidente da RELACRE, Lisboa

- 14:30 **Avaliação da Homogeneidade em Materiais de Referência Certificados (MRC)**  
Florbela Dias, C Costa  
IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica
- 14:50 **Quantificação da incerteza da determinação visual do ponto final de uma titulação**  
Miguel Barros, D Ferreira, C Oliveira, R Silva  
CQE (Centro de Química Estrutural), Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa
- 15:10 **Unificação de escalas de pH- UnipHied**  
Raquel Quendera<sup>1</sup>, F Camões<sup>2</sup>  
1 IPQ (Instituto Português da Qualidade), Caparica; 2 (Centro de Química Estrutural), Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa
- 15:30   
**Sessão 9 - Heinrich HERTZ (séc. XIX)**  
Moderadora: Ana Sofia Matos, Professora da FCT Nova (Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa)
- 15:50 **Medição de processos de colisão electrónica em FE XVII de interesse astrofísico**  
Pedro Amaro<sup>1</sup>, C Shah<sup>2</sup>, S Dobrodey<sup>2</sup>, J Marques<sup>3</sup>, J P Santos<sup>1</sup>, T. Pfeifer<sup>2</sup>, J. R. Crespo López-Urrutia<sup>2</sup>  
1 Laboratório de Instrumentação, Engenharia Biomédica e Física da Radiação (LIBPhys-UNL), Dep.<sup>o</sup> de Física, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Caparica; 2 *Max-Planck-Institut für Kernphysik, Heidelberg*, Alemanha; 3 *BiolSI (Biosystems & Integrative Sciences Institute)*, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa
- 16:10 **Top-down evaluation of measurements based on calibrators subject to sample preparation: Determination of contaminants in natural water**  
Rocío Mateos<sup>1</sup>, M San Andrés<sup>1</sup>, A Pascual<sup>2</sup>, C Oliveira<sup>2</sup>, R Silva<sup>2</sup>  
1 *Department of Analytical Chemistry, Physical Chemistry and Chemical Engineering, Faculty of Biology, Environmental Sciences and Chemistry, University of Alcalá*, Madrid, Espanha; 2 CQE (Centro de Química Estrutural), Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Lisboa
- 16:30 **Ensaio de Aptidão - Em constante desafio**  
Cláudia Silva, A Duarte  
RELACRE, Lisboa
- 16:50 **MESA REDONDA**  
**A NPEN ISO/IEC 17025:2017**  
Moderadora: Noélia Duarte  
Consultora e Membro da Mesa da Assembleia-Geral da SPMet (Sociedade Portuguesa de Metrologia)  
  
Ana Duarte, RELACRE (Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal)  
Carla Gomes, IPQ (Instituto Português da Qualidade)  
Frederica Carvalho, Laboratório de Calibrações da TAP (Transportes Aéreos Portugueses)  
Alexandra Mesquita, IPAC (Instituto Português de Acreditação)
- 18:00 Sessão de Encerramento

## **RESUMOS**

Sessão 2 - Brian JOSEPHSON (séc. XX - ) - POSTERS

OTIMIZAÇÃO DA INCERTEZA DE AMOSTRAGEM – APLICAÇÃO AO SISTEMA ESTUARINO DO RIO TEJO

Carlos Borges<sup>1</sup>, Carla Palma<sup>1</sup>, Ricardo Bettencourt da Silva<sup>2</sup>

<sup>1</sup>: Instituto Hidrográfico, Rua das Trinas 49, 1200-615 Lisboa, Portugal

<sup>2</sup>: Centro de Química Estrutural – Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa; Edifício C8, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal  
[Carlos.borges@hidrografico.pt](mailto:Carlos.borges@hidrografico.pt)

RESUMO

A caracterização ou avaliação da variação da poluição de uma determinada massa de água é afetada por vários fatores. No caso particular de sistemas estuarinos esta caracterização está dependente da variação sazonal das condições do rio, da variabilidade das fontes de poluição, da heterogeneidade da distribuição de poluentes na água, da representatividade da amostragem e da incerteza da análise das amostras.

Atualmente, o estudo da representatividade da amostragem e estimativa da incerteza a ela associada implicam, para sistemas estuarinos, a colheita e análise de múltiplas amostras em cada situação de amostragem, quer pela replicação da amostragem no mesmo ponto, quer pela replicação da amostragem em pontos muito próximos no espaço e no tempo [1-2], com os correspondentes impactos no trabalho analítico.

Este trabalho apresenta uma metodologia para o desenvolvimento de modelos da incerteza de amostragem que considera a variabilidade da composição da água do rio e a capacidade da estratégia de amostragem usada para caracterizar uma área específica do sistema estuarino, sem que, para tal, se tenha de proceder a amostragens replicadas repetidas ao longo do tempo.

Uma área do estuário do rio Tejo foi caracterizada através da análise de 10 amostras colhidas em coordenadas GPS conhecidas num círculo de amostragem com 250 m de diâmetro para diversos nutrientes (NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub>, PO<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>). A heterogeneidade do sistema foi descrita por uma superfície 3D (x, y, z) com as variáveis x e y atribuídas às posições das amostras e a variável z representando o nível medido do nutriente estudado. A aleatorização desta superfície usando simulações de Monte Carlo associadas à incerteza das coordenadas GPS e à repetibilidade analítica, permitiu estimar a incerteza a partir de três estratégias de amostragem: para uma única amostra; para uma amostra composta resultante da mistura de *m* subamostras colhidas aleatoriamente no círculo de amostragem (Amostragem Composta Aleatória); e para amostras obtidas em linha com as subamostras consecutivas colhidas a uma distância definida *d* (Amostragem Composta Aleatória).

A incerteza da amostragem foi estimada a partir da dispersão da concentração estimada de nutrientes determinada na superfície aleatória da variação da composição da água do rio. A incerteza da amostragem foi combinada com as incertezas analíticas de precisão intermédia e exatidão para estimar a incerteza da determinação da composição média do nutriente no círculo de amostragem. Nenhum desvio sistemático relevante foi observado na avaliação das estratégias de amostragem. Tanto a Amostragem Composta Aleatória como a Linear, para o mesmo número de subamostras, apresentam incertezas equivalentes, e menores que as associadas à amostragem única. A produção de amostras compostas de três ou quatro subamostras colhidas a uma distância não inferior a 30 m permite uma pequena incerteza de amostragem sem a necessidade de aumentar significativamente o trabalho de campo.

A incerteza padrão relativa da amostragem variou de 0,31 % a 4,4 %, produzindo medidas com uma incerteza expandida relativa entre 5,7 % e 10 % (para um fator de expansão *k* = 2). Para as determinações de NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub> e PO<sub>4</sub>, a incerteza da amostragem pode ser um importante componente de incerteza, responsável por 21 % a 62 % da incerteza global, enquanto para a determinação da amostragem de SiO<sub>2</sub> é uma componente menor da incerteza [3].

**PALAVRAS-CHAVE:** Amostragem; Incerteza; Otimização; Estuário; Nutrientes;

REFERÊNCIAS

- [1] ISO 5667-1:2006, Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques, Genève, ISO, (2006);
- [2] ISO 5667-9:1992, Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on sampling from marine waters, Genève, ISO, (1992);
- [3] C. Borges, C. Palma, R.B. Silva “Optimisation of river sampling” Talanta, submetido para publicação.

## **ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS EMA DE ALCOOLÍMETROS EVIDENCIAIS**

**Ana Madeira<sup>1\*</sup>, Andreia Furtado<sup>1</sup>, Vítor Cabral<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Instituto Português da Qualidade, I.P., Caparica, Portugal

[\\*amadeira@ipq.pt](mailto:*amadeira@ipq.pt)

### **RESUMO**

Anualmente, no IPQ, são efetuadas verificações metrológicas de cerca de 1000 alcoolímetros evidenciais utilizados, não só, pelas entidades policiais nacionais para controlo de alcoolémia dos condutores no âmbito da segurança rodoviária [1], como também por entidades privadas que fazem esse mesmo controlo aos seus funcionários de modo a prevenir acidentes de trabalho. Atualmente, em Portugal, encontra-se em vigor a Portaria n.º 1556/2007 [2], relativa ao controlo metrológico destes alcoolímetros, onde são estabelecidos os Erros Máximos Admissíveis (EMA) a aplicar em cada operação metrológica, i.e. aprovação de modelo, primeira verificação, verificação periódica ou verificação extraordinária, sendo estes ensaios realizados de acordo com a recomendação n.º 126 da OIML [3].

Os EMA são limites de erro definidos convencionalmente em função não só das características dos instrumentos, como também da finalidade do seu uso, ou seja, tais valores limite, para mais ou para menos, não representam valores reais de erro, numa qualquer medição concreta, mas um intervalo dentro do qual, com um elevado nível de confiança (uma vez respeitados os procedimentos de medição), o erro de indicação do instrumento se encontra. As características metrológicas destes alcoolímetros são avaliadas no ato da sua aprovação de modelo de modo a averiguar se o instrumento, durante a sua vida útil, possui características construtivas adequadas, de forma a manter as qualidades metrológicas regulamentares, nomeadamente fornecer indicações dentro dos EMA prescritos no respetivo regulamento [4]. Por outro lado, nos ensaios de controlo metrológico dos alcoolímetros, ao erro de indicação determinado está igualmente associada uma incerteza de medição,  $U$ , sendo a relação do seu valor com os valores EMA assegurada, em primeiro lugar, pelo método de medição preconizado [3]. É prática das orientações internacionais da metrologia legal estabelecer relações iguais ou inferiores a 1/3, procurando um equilíbrio entre o custo de operacionalização dos métodos e a percentagem de ocorrência de resultados de avaliação de conformidade inconclusivos, caso fosse tida em conta essa incerteza de medição.

Nesse sentido, de modo a averiguar a influência dessa incerteza de medição na avaliação da conformidade dos erros de indicação dos alcoolímetros relativamente aos EMA previstos na Portaria n.º 1556/2007 [2], realizou-se um estudo com os resultados experimentais de controlo metrológico (Primeira Verificação e Verificação Periódica) de 800 alcoolímetros evidenciais aprovados em 2017, i.e. aqueles alcoolímetros cujo erro médio de medição foi inferior ou igual ao EMA definido para cada tipologia de operação metrológica. Através da análise efetuada, verificou-se que apenas 14 em cada 100 alcoolímetros (14 %) apresentaram  $|\text{Erro}| + U > \text{EMA}$ , em que 75 % correspondem a erros de medição negativos, i.e. abaixo da concentração de referência (TAS). Do universo de 14 % de alcoolímetros que não cumprem a condição referida cerca de 81 % são referentes às concentrações de TAS iguais a 1,2 g/L e 2 g/L TAS, o que poderá estar relacionado com condicionantes instrumentais. Ao considerar-se o indicador  $(|\text{Erro}| + U - \text{EMA}) / \text{EMA}$  constatou-se que este apresenta um valor médio de 21 % para as concentrações de TAS testadas. Concluiu-se que o elevado nível de aprovações (86 %) de alcoolímetros onde a incerteza de medição não tem influência no resultado comprova a adequabilidade do método de medição em vigor bem como das características metrológicas impostas na aprovação de modelo (nomeadamente no que se refere a repetibilidade) face aos valores de EMA aplicáveis.

**PALAVRAS-CHAVE:** Alcoolímetros evidenciais; EMA; controlo Metrológico

### **REFERÊNCIAS**

- [1] Decreto-Lei n.º 72/2013, de 2 de setembro
- [2] Portaria n.º 1556/2007, de 10 de dezembro
- [3] OIML R 126: 1998 – Alcoolímetros Evidenciais
- [4] A. Cruz, M.C. Ferreira e Andreia Furtado, "A Alcoolémia e o Controlo Metrológico de Alcoolímetros", Instituto Português da Qualidade, abril de 2008.

## METODOLOGIA DE CALIBRAÇÃO DIRETA E INDIRETA DA TEMPERATURA DE UM REÓMETRO

J Gavina<sup>1</sup>, A Furtado<sup>2\*</sup>, J Pereira<sup>2</sup>, J Sousa<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Portugal; <sup>2</sup>Instituto Português da Qualidade, I.P., Portugal

[\\*afurtado@ipq.pt](mailto:afurtado@ipq.pt)

### RESUMO

A viscosidade de um líquido pode ser medida através de diversos instrumentos de medição. Contudo, os mais utilizados são os viscosímetros capilares, os viscosímetros rotacionais e mais recentemente os reómetros. Estes últimos têm apresentado uma ampla aplicabilidade pois permitem medir a viscosidade, tanto de líquidos newtonianos, como de líquidos não-newtonianos, podendo ser utilizado em vários tipos de indústrias (ex. cosmética, farmacêutica, alimentar, polímeros, petroquímica), tanto no controlo da qualidade dos produtos como no desenvolvimento de novos, indo ao encontro das preferências do consumidor e/ou dos requisitos de fabrico. Como qualquer outra propriedade física, a viscosidade irá depender, para além das características intrínsecas da própria amostra (i.e. estrutura molecular), das forças exteriores aplicadas (no caso de amostras não-newtonianas) e das condições (maioritariamente temperatura [1] e pressão) nas quais a amostra se encontra. Uma medição incorreta da temperatura da amostra poderá influenciar significativamente o valor da viscosidade. Por exemplo, uma diferença de temperatura de 1 K pode produzir um erro relativo na viscosidade entre 2 % a 50 %, dependendo do tipo de amostra e da temperatura da medição [2]. Deste modo, torna-se crucial conhecer com exatidão a temperatura da amostra durante os ensaios reométricos. A maioria dos reómetros possui sensores de temperatura integrados (termómetros de resistência de platina (TRP) ou termopares) localizados na sua geometria de medição fixa (mais precisamente dentro do sistema de refrigeração por elementos de peltier). Devido a essa situação o sensor de temperatura não se encontra em contacto direto com a amostra em medição, podendo existir um desvio entre a temperatura da amostra e a temperatura indicada pelo sensor de temperatura do reómetro. De modo a conhecer este potencial desvio de temperatura é necessária a calibração do sensor de temperatura do reómetro, podendo utilizar-se dois métodos de calibração diferentes: método direto ou método indireto. O método de calibração direto pode ser utilizado em geometrias de prato-prato (PP) através da introdução de um TRP ou de um termopar calibrado diretamente na amostra ou noutra meio bom condutor térmico [2]. No entanto, noutras geometrias de medição, como por exemplo no caso dos cilindros concêntricos (CC) ou nas geometrias de cone-prato (CP), onde não é possível alterar o gap de medição, devida à restrição de espaço não é possível a introdução de um sensor de temperatura diretamente na amostra, sendo por isso necessário recorrer à calibração da temperatura por método indireto. Para isto é necessário recorrer a uma amostra de um líquido de referência cuja viscosidade foi determinada com recurso a viscosímetros capilares a várias temperaturas (ou pelo menos no intervalo de temperatura no qual se pretende calibrar o reómetro). Enquanto no método direto a calibração é conduzida sem rotação do reómetro de modo a não danificar as geometrias de medição, no método indireto é necessário a medição da viscosidade do líquido de referência em função da temperatura de forma a determinar indiretamente o erro em temperatura. No método indireto o erro em temperatura é obtido através do erro em viscosidade para uma determinada temperatura, sendo que este será influenciado por outras componentes da medição, dado que o erro em viscosidade será o resultado de um somatório de vários componentes (por exemplo, o aquecimento por corte ou dissipação de calor da amostra para o meio exterior e/ou vice-versa). O objetivo desta comunicação prendeu-se com estudo dos resultados destes diferentes tipos de medição e em que medida podem influenciar a incerteza de medição da viscosidade.

**PALAVRAS-CHAVE:** Reómetro; Viscosidade; Temperatura, Calibração direta e indireta

### REFERÊNCIAS

- [1] Oldörp DK (s.d.) Process Instruments. Thermo Fisher Scientific.
- [2] Laun M, Auhl, D, Brummer R, Dijkstra DJ, Gabriel C, Mangnus, MA & Handge UA (2014) "Guidelines for checking performance and verifying accuracy of rotational rheometers: viscosity measurements in steady and oscillatory shear" (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, 86 (12), 1945-1968.

## ESTABELECIMENTO DA RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES DE MASSA VOLÚMICA DE LÍQUIDOS: 17RPT02-RHOLIQU UM NOVO PROJETO EMPIR

A Furtado<sup>1\*</sup>, J Pereira<sup>1</sup>, M Schiebl<sup>2</sup>, G Mares<sup>3</sup>, G Popa<sup>3</sup>, P Bartos<sup>4</sup>, J Bebic<sup>5</sup>, E Lenard<sup>6</sup>, A Alic<sup>7</sup>, S Alisic<sup>7</sup>, P Neuvonen<sup>8</sup>, H Wolf<sup>9</sup>, G Sariyerli<sup>10</sup>, A Bescupschii<sup>11</sup> e B Laky<sup>12</sup>

<sup>1</sup>Instituto Português da Qualidade (IPQ), I.P., Portugal; <sup>2</sup>Physikalisch Technischer Prüfdienst des Bundesamt für Eich und Vermessungswesen (BEV-PTP), Áustria; <sup>3</sup>Biroul Roman de Metrologie Legala (BRML), Roménia; <sup>4</sup>Ceský metrologický institut (CMI), República Checa; <sup>5</sup>Ministarstvo privrede Direkcija za mere i dragocene metale (DMDM), Sérvia; <sup>6</sup>Central Office of Measures (GUM), Polónia; <sup>7</sup>Institut za mjeriteljstvo Bosne i Hercegovine (IMBiH), Bósnia e Herzegovina; <sup>8</sup>Justervesenet (JV), Noruega; <sup>9</sup>Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB), Alemanha; <sup>10</sup>Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TUBITAK), Turquia; <sup>11</sup>I.P. Institutul National de Metrologie (INM), Moldávia; <sup>12</sup>Anton Paar GmbH, Áustria

[\\*afurtado@ipq.pt](mailto:afurtado@ipq.pt)

### RESUMO

A massa volúmica une duas quantidades clássicas, massa e volume, que são os principais elementos impulsionadores de transações económicas de bens essenciais, desde combustíveis até produtos alimentícios líquidos, estes últimos que são comumente vendidos como bens pré-embalados. O consumo de líquidos de elevado valor, como o vinho, o azeite e o combustível, pode ser considerado de grande importância para a economia europeia. Na prática atual, os métodos de medição da massa volúmica destes líquidos não são bem compreendidos nem executados, levando à obtenção de erros sistemáticos significativos. Acresce ainda que estes tipos de líquidos apresentam não só, uma ampla gama de massa volúmica, como também de outras grandezas de influência, tal como viscosidade e tensão superficial. Mais acresce que muitos destes apresentam ainda comportamento viscoelástico diversificado, por exemplo por conterem gases dissolvidos ou partículas em suspensão. Atualmente, a inexistência de guias orientadores (por ex. da EURAMET) para a realização de medições exatas da massa volúmica destes líquidos e do facto dos documentos de referência existentes se desatualizados e incompletos [1-4] fez com que surgisse a necessidade a nível europeu de aumentar o conhecimento/especialização em metrologia da massa volúmica de líquidos. Na Europa, apenas quatro Institutos Nacionais de Metrologia (INM), BEV-PTP, GUM, MKEH e PTB, possuem atualmente a experiência apropriada para realizar medições de massa volúmica de líquidos ao nível primário, ou seja, com o método de pesagem hidrostática com um nível de exatidão e de incerteza que atenda às necessidades nacionais (por exemplo, de modo a cumprir as leis nacionais) e internacionais (por exemplo, de modo a cumprir as regulamentos e normas europeias [5]). Como consequência, a cadeia de rastreabilidade de medições da massa volúmica de líquidos, até o segundo e terceiro níveis, que são usadas na indústria e em laboratórios de investigação, é frequentemente comprometida em países europeus menos experientes. Neste sentido surgiu o Projeto EMPIR 17RPT02 - rhoLiq “*Establishing traceability for liquid density measurements*”, sob a coordenação do IPQ, tendo como objetivo estabelecer a rastreabilidade das medições de massa volúmica de líquidos em 11 INM europeus, permitindo fornecer serviços de medição e calibração de alto nível, e produzir materiais de referência de massa volúmica para as partes interessadas. O reconhecimento internacional destes INM neste campo de conhecimento metrológico conduzirá indiretamente ao reforço da confiança e cooperação mútuas a nível nacional e internacional. Este projeto teve início a 1 de maio e decorrerá por um período de 3 anos contado com uma contribuição total da EU de cerca de 0,5 M€.

**PALAVRAS-CHAVE:** Massa volúmica de líquidos; Rastreabilidade metrológica; Pesagem hidrostática; Densimetria de tubo vibrante

### REFERÊNCIAS

- [1] ISO 15212-1:1998. Oscillation-type density meters - Part 1: Laboratory instruments.
- [2] ISO 15212-2: 2002. Oscillation-type density meters - Part 2: Process instruments for homogeneous liquids.
- [3] OIML G 14: 2011 (E) - Density measurement.
- [4] WELMEC Guide 6.4 - Guide for packers and importers of e-marked prepacked products.
- [5] Directive 2007/45/EC of the European Parliament and of the Council of 5 September 2007

## DETERMINAÇÃO DA SALINIDADE POR REFRACTOMETRIA E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE COMO MÉTODOS COMPATIVELIS: DA SALINIDADE AO PH

A Napoleão<sup>1</sup>, A Furtado<sup>2\*</sup>, J Pereira<sup>2</sup>, R Quendera<sup>2\*\*</sup>, O Pellegrino<sup>2\*\*\*</sup>, M Cidade<sup>3</sup> e C Oliveira<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Portugal; <sup>2</sup>Instituto Português da Qualidade, I.P., Portugal;

<sup>3</sup>Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Caparica, Portugal

[\\*afurtado@ipq.pt](mailto:afurtado@ipq.pt); [\\*\\*rquendera@ipq.pt](mailto:rquendera@ipq.pt); [\\*\\*\\*opellegrino@ipq.pt](mailto:opellegrino@ipq.pt)

### RESUMO

Apesar da sua simplicidade concetual e importância para muitos campos de atividade humana, a salinidade,  $S$ , i.e., a quantidade de sais dissolvidos em água, não é uma grandeza de fácil determinação. De facto, na medição da salinidade da água do mar, e devido à sua alta capacidade dissolução de iões, são muitos os compostos que devem ser tidos em consideração (ex. NaCl, MgSO<sub>4</sub>, KNO<sub>3</sub> e NaHCO<sub>3</sub>). Dado o elevado poder de solvatação da água, a salinidade da água do mar depende ainda da presença de outras moléculas dissolvidas, bem como da temperatura e da pressão [1]. A salinidade dos rios e lagos encontra-se abaixo de alguns g·kg<sup>-1</sup>, enquanto os valores típicos de salinidade da água do mar variam de 35 g·kg<sup>-1</sup> a 200 g·kg<sup>-1</sup> (no Mar Morto). No final do espectro de valores de salinidade situam-se as salmouras que podem até chegar a cerca de 260 g·kg<sup>-1</sup>. De entre os métodos de medição que permitem analisar quantitativamente compostos em soluções aquosas, as medições efetuadas por densímetros de tubo vibrante e por refratómetros são consideradas fiáveis e de demonstrada compatibilidade metrológica [2].

As medições de pH em soluções com alto teor de sais dissolvidos, como é o caso da água do mar, podem diferir da escala estabelecida com tampões diluídos preparados com água destilada [3]. Significando por isso que o pH medido em tal meio não corresponderá exatamente à definição operacional formal nas abordagens eletrométricas, mas incluirá um deslocamento aditivo cuja magnitude depende do valor da amplitude eletrométrica que depende em grande parte da salinidade [4]. Entretanto, estudos de salinidade da água do mar evidenciaram a função matemática empírica entre pH e  $S$  [5], possibilitando deduzir o primeiro do segundo.

Dada a complexidade da medição do conteúdo de soluções aquosas multicomponentes, foi objetivo do presente trabalho verificar a compatibilidade metrológica da fração mássica de NaCl em solução aquosa, no intervalo de salinidade de 35 g·kg<sup>-1</sup> a 262 g·kg<sup>-1</sup>, através de densimetria de tubo vibrante e de refractometria. Como complemento, foram ainda realizadas medições de pH numa solução aquosa de NaCl de  $S=35$  e num padrão sintético de água do mar (OSIL). Verificou-se a compatibilidade metrológica dos resultados de obtidos embora o mesmo não se tenha verificado entre os resultados das medições potenciométricas do pH e os valores de pH obtidos pela função empírica de Millero *et al.* [5] a partir dos valores de salinidade.

**PALAVRAS-CHAVE:** Salinidade; Refractometria; Densimetria; pH

### REFERÊNCIAS

- [1] IOC, SCOR, and IAPSO (2010) "The international thermodynamic equation of seawater – 2010: Calculation and use of thermodynamic properties" (Intergovernmental Oceanographic Commission, UNESCO)
- [2] Furtado A, Oliveira C, Pellegrino O *et al.* (2013) "Metrological Compatibility of the Measurement Results of Aqueous Solutions Mass Fractions by Densitometry and Refractometry", 3<sup>rd</sup> Symposium on Traceability in Chemical, Food and Nutrition Measurements: Proc. IMEKO TC8, TC23 and TC24 Joint Meeting (Lisbon, Portugal, 22-25 September 2013)
- [3] Prenesti E, Ferrara E, Berto S, Fisicaro P, Daniele P G (2007) Anal Bioanal Chem 388 1877
- [4] Dickson A G, Camões M F, Spitzer P, Fisicaro P, Stoica D, Pawlowicz R, Feistel R (2016) Metrologia 53 R26
- [5] Millero F J, Pierrot D, Lee K, Wanninkhof, R., Feely R, Sabine C L, Key R M, Takahashi T (2002) Deep-Sea Research Part I 49(1705)

Sessão 3 – Amedeo AVOGADRO (séc. XVIII – XIX) - TUTORIAIS

O MÉTODO GRAVIMÉTRICO APLICADO ÀS MEDIÇÕES DE VOLUME E CAUDAL

Elsa Batista

Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2 2829-513, Caparica

[ebatista@ipq.pt](mailto:ebatista@ipq.pt)

RESUMO

O volume e caudal são duas grandezas fundamentais na indústria, saúde e em laboratórios químicos. De forma a se obterem resultados fiáveis e com elevada exatidão é necessário que os instrumentos de medição de volume e caudal estejam calibrados por entidades competentes, através de métodos e padrões adequados.

A gravimetria é um método primário que permite a determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar na qual se realizam duas pesagens uma com o recipiente cheio e outra com o recipiente vazio, utilizando água como líquido de calibração, à temperatura de referência de 20 °C [1]. Neste método é essencial o conhecimento da massa volúmica do líquido utilizado, normalmente água destilada, com uma condutividade inferior a 5 µS/cm [2]. São também registadas as condições ambientais, humidade, pressão e temperatura que permitem a determinação da massa volúmica do ar. O coeficiente de expansão do material de que é feito o instrumento a calibrar é utilizado para converter o volume e caudal determinado à temperatura de ensaio para 20 °C, temperatura de referência.

Para determinar qual o volume correspondente à massa escoada ou contida dos instrumentos de medição utiliza-se a fórmula (1) descrita na ISO 4787 [1]. Na determinação de caudal associada a esta metodologia apenas se acrescenta a contabilização do tempo de ensaio ( $t_f - t_i$ ), a correção à impulsão ( $\delta m_{imp}$ ) e a correção à evaporação ( $\delta_{evap}$ ), fórmula (2).

$$V_{20} = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \quad (1)$$

Nesta equação temos:

$V_{20}$  = Volume à temperatura de 20 °C, em mL

$I_L$  = resultado da pesagem com o recipiente cheio com água, em g (registado durante a calibração)

$I_E$  = resultado da pesagem com o recipiente vazio, em g (registado durante a calibração)

$\rho_W$  = massa volúmica da água à temperatura de calibração  $t$ , em g/mL (obtida através da fórmula de Tanaka [3])

$\rho_A$  = massa volúmica do ar, em g/mL (obtida através da fórmula simplificada do CIPM [4])

$\rho_B$  = massa volúmica de referência das massas da balança (de acordo com a OIML D 28 [5], este valor é de 8,0 g/mL)

$\gamma$  = coeficiente de expansão térmica cúbico do material de que é feito o instrumento calibrado, em °C<sup>-1</sup>

$t$  = temperatura da água utilizada na calibração, em °C (registada durante a calibração)

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[ \left( (I_f - I_i) - (\delta m_{imp}) \right) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T - 20)] \right] + \delta_{evap} \quad (2)$$

Existem vários instrumentos de medição de volume e caudal utilizados por laboratórios químicos, clínicos, indústria transformadora e hospitais, nomeadamente buretas, pipetas, picnómetros, balões volumétricos, provetas, micropipetas, recipientes graduados, caudalímetros, instrumentos doseadores de fluidos, seringas perfusoras, entre outros. A calibração de cada um destes instrumentos obedece a procedimentos técnicos e condições específicas que serão detalhadas nesta apresentação tutorial.

**PALAVRAS-CHAVE:** Volume, Caudal, Gravimetria, Calibração, Incerteza

## REFERÊNCIAS

- [1] NP EN ISO 4787 – Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização.
- [2] ISO 3696 - NP EN ISO 3696 – Água para fins laboratoriais. Especificações e métodos de ensaio
- [3] Tanaka M., Girard G., Davies R., Peut A., Bignel N., 2001, Metrologia, 38, 301-309
- [4] A. Picard, R.S. Davis, M. Glaser and K Fujii, “ Revised formula for the density of moist air Metrologia, 2008, Vol. 45, p 149-145
- [5] OIML D 28 – Conventional value of the result of weighing in air

## AVALIAÇÃO “TOP-DOWN” DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO COM PONDERAÇÃO DA CORREÇÃO DE EFEITOS SISTEMÁTICOS

Ricardo Bettencourt da Silva

Centro de Química Estrutural - Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,

Edifício C8, Campo Grande, 1749-016, Lisboa - Portugal

[rjsilva@fc.ul.pt](mailto:rjsilva@fc.ul.pt)

### RESUMO

As avaliações “top-down” da incerteza da medição, *i.e.* baseadas em parâmetros do desempenho global da medição, são muito populares em ensaios químicos por simplificarem a contabilização de múltiplos efeitos aleatórios e sistemáticos correlacionados que afetam a qualidade das medições.

Este tutorial descreve a quantificação e combinação da incerteza associada à sub-amostragem, resultante da heterogeneidade das amostras analisadas, da precisão/fidelidade intermédia/intermediária e da veracidade/justeza da medição [1]. A incerteza associada à subamostragem é quantificada através de um historial de resultados da análise duplicada de amostras “reais” obtidos em condições de repetibilidade. A precisão intermédia é quantificada através da análise replicada, em dias diferentes, de itens homogêneos e a incerteza associada à veracidade é avaliada através da análise de amostras com valores de referência. As incertezas da subamostragem e precisão intermédia podem ser estimadas de forma combinada através da análise de itens heterogêneos em dias diferentes. A avaliação da veracidade da medição inclui a ponderação da necessidade de correção de efeitos sistemáticos relevantes considerando a recuperação média dos valores de referência dos itens analisados.

Serão desenvolvidos modelos da incerteza da medição para dois intervalos da grandeza estudada: Intervalo I, entre o Limite de Detecção,  $q_{LOD}$ , ou Limite de quantificação,  $q_{LOQ}$ , e duas vezes o Limite de Quantificação,  $2q_{LOQ}$ , em que a incerteza absoluta é aproximadamente constante e Intervalo II, acima de  $2q_{LOQ}$  em que a incerteza relativa é aproximadamente constante.

Será apresentada uma folha de cálculo “amiga do utilizador” que permite avaliar a incerteza da medição [2].

A metodologia apresentada de avaliação da incerteza da medição é ilustrada com exemplos da determinação de metais em sedimentos [2].

Esta atividade inclui a discussão de dúvidas e problemas da avaliação “top-down” da incerteza e a utilização de dados disponibilizados pelos participantes para quantificar componentes de incerteza. Assim, encoraja-se os participantes a apresentar dados do desempenho dos seus ensaios que podem ser disponibilizados, ou não, aos outros participantes desta atividade.

**PALAVRAS-CHAVE:** Avaliação da incerteza; Abordagem “top-down”; Ensaios químicos

### REFERÊNCIAS

- [6] IPQ, INMETRO “Vocabulário Internacional de Metrologia – Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados” IPQ, 1<sup>o</sup> Edição Luso-Brasileira, (2012).
- [7] C. Palma, V. Morgado, R. J. N. Bettencourt da Silva “Top-down evaluation of matrix effects uncertainty”, *Talanta*, 192, 278-287, (2018).

**Sessão 4 - Charles-Augustin de COULOMB (séc. XVIII - XIX)**

**O TEMPO UNIVERSAL COORDENADO EM PORTUGAL**

**Carlos Pires, Isabel Godinho**

Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2 2829-513 Caparica

[carlosp@ipq.pt](mailto:carlosp@ipq.pt), [igodinho@ipq.pt](mailto:igodinho@ipq.pt)

**RESUMO**

De modo a garantir a utilização mundial de uma mesma escala temporal, foi criado, em 1970, o Tempo Atómico Internacional (TAI). O TAI é uma escala de tempo contínua, calculada pelo *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM) e é baseada nas melhores realizações do segundo do SI.

Considerando que o tempo é utilizado como elemento orientador do ser humano, ao longo do dia, é importante que esta escala siga o movimento do Sol. No entanto, o movimento de rotação da Terra não é constante e para garantir que exista uma escala de tempo baseada no TAI e siga este movimento de rotação, foi decidido em 1975, na 15.<sup>a</sup> reunião da Conferência Geral de Pesos e Medidas que o Tempo Universal Coordenado (UTC), que deriva do TAI e segue o Tempo Universal (UT1 – movimento de rotação da Terra), seria a base da hora legal do nosso planeta [1].

No Laboratório de Tempo e Frequência (LTF) do Instituto Português da Qualidade, o UTC é materializado com recurso a 3 relógios atómicos de célio, e tem a designação de UTC(IPQ). Estes relógios fornecem dois sinais analógicos de 1 PPS (pico por segundo) e um valor de referência de 10 MHz, constituindo a base da escala de tempo do Laboratório. Para a comparação entre o UTC(IPQ) e o UTC é utilizado o método designado por *common-view*, que recorre a um recetor GNSS (*Global Navigation Satellite System*), com a possibilidade de captar as frequências dos satélites dos 3 sistemas de posicionamento global, nomeadamente GPS, GALILEO e GLONASS. O resultado desta comparação é publicado mensalmente pelo BIPM, na Circular T, sendo o garante de rastreabilidade ao UTC [2].

O LTF possui dois métodos distintos de envio de dados para o BIPM (correspondentes à transferência de tempo), designadamente o correspondente ao recetor GNSS e o sistema TWSTFT (*Two Way Satellite Time and Frequency Transfer*). Este último, consiste na transferência dos sinais de 1 PPS e 10 MHz do UTC(IPQ), por meio de um satélite geoestacionário, entre vários países, permitindo comparar, quase em tempo real, os diferentes UTC(k), em que k representa um país. Atualmente apenas 15 países utilizam este sistema para transferir tempo e frequência. A vantagem do sistema TWSTFT consiste na eliminação de algumas componentes de incerteza que afetam o método *common-view*, como as que se referem à passagem do sinal pela troposfera ou pela ionosfera, podendo obter-se assim incertezas associadas da ordem de alguns ns [3].

Atualmente, o laboratório está a implementar novos métodos para a transferência de tempo através de fibra óptica, os quais recorrem à utilização de lasers para converter o sinal analógico, dos relógios de célio, em luz, e possibilitando a obtenção de incertezas cerca de duas ordens de grandeza inferiores às atuais.

**PALAVRAS-CHAVE:** UTC; BIPM; GNSS; TWSTFT.

**REFERÊNCIAS**

- [1] Resolução 4 da 15.<sup>a</sup> reunião do CGPM (1975);
- [2] <https://www.bipm.org/en/bipm-services/timescales/time-ftp/Circular-T.html>;
- [3] M. C. Martínez-Belda and P. Defraigne, “Combination of TWSTFT and GPS data for time transfer”, *Metrologia*, 47, pág. 305, 2010.

## **REDEFINIÇÃO DO KILOGRAMA**

**Isabel Spohr<sup>1</sup>, Stuart Davidson<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>: IPQ - Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2  
2829-513 CAPARICA

<sup>2</sup>: NPL- National Physical Laboratory, Hampton Rd, Teddington TW11 0LW, Reino Unido

[ispohr@ipq.pt](mailto:ispohr@ipq.pt)

### **RESUMO**

Define-se desde 1889, há 129 anos o quilograma - unidade de massa do Sistema Internacional, como sendo igual à massa do protótipo internacional do quilograma (IPK) conservado em Sèvres no BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*).

Num artigo em 1991 o diretor do BIPM, Terry Quinn lançava o desafio aos metrologistas e aos Laboratórios Nacionais de Metrologia (LNM), para comparar a massa com uma constante fundamental da física tendo esse desafio sido formalmente lançado em 1995 numa resolução da 20.<sup>a</sup> CGPM (*Conférence General des Poids et Mesures*).

Na próxima reunião da CGPM (a decorrer de 13 a 16 de novembro de 2018) espera-se a aprovação de novas definições de 4 das 7 unidades de base do SI, entre as quais a massa, em que o quilograma é a única unidade de base definida por um artefacto. As novas definições aprovadas entrarão em vigor apenas em maio de 2019.

Entre as 2 reuniões da CGPM referidas, ocorreram diversas reuniões do CCM (Comité Consultivo para a Massa e Grandezas Derivadas) nas quais o IPQ participa desde 2010, em que se discutiram os avanços realizados a nível mundial com as diversas experiências criadas para redefinir o quilograma e se redigiram recomendações especificando as condições para que estas experiências pudessem ser aceites para contribuir para a redefinição do quilograma assim como a parte experimental (*mise-en-pratique*), ou seja na explicação de como será realizado na prática o quilograma após a redefinição.

Pretende-se analisar os problemas decorrentes da utilização do IPK na definição do quilograma, as soluções existentes, apresentando o estado da arte atual e como será o futuro após esta redefinição.

**PALAVRAS-CHAVE:** quilograma; Redefinição do SI

### **REFERÊNCIAS**

- [1] Resolution 1 of the 24th CGPM (2011): "On the possible future revision of the International System of Units, the SI"
- [2] Recommendation of the Consultative Committee for Mass and Related Quantities submitted to the International Committee for Weights and Measures, Recommendation G1 (2017)
- [3] Maintaining and disseminating the kilogram following its redefinition, M Stock *et al*, 2017 Metrologia 54 S99
- [4] *Mise en pratique* for the definition of the kilogram, CCM, 2018-07-20
- [5] Short note on the dissemination process after the proposed redefinition of the kilogram, CCM, 2018-06-19

## **A PROPÓSITO DAS CONSTANTES FUNDAMENTAIS**

**O. Pellegrino, L.F. Ribeiro, I. Godinho**

Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade

[opellegrino@ipq.pt](mailto:opellegrino@ipq.pt)

### **RESUMO**

A proposta de revisão do Sistema Internacional de Unidades (SI), consistindo na redefinição de quatro das sete unidades de base do SI e numa nova redação das definições de todas essas unidades de base [1], referencia estas unidades a verdadeiros invariantes [2]. Trata-se de associar às unidades de medida da massa, da corrente elétrica, da temperatura e da quantidade de matéria aos valores numéricos exatos da constante de Planck, da carga elementar, da constante de Boltzmann e da constante de Avogadro. Mais precisamente, estes valores numéricos devem ser os mais recentemente recomendados pela revisão, efetuada regularmente desde 1969, do Comité sobre os Dados para a Ciência e a Tecnologia (CODATA) dedicado às constantes fundamentais da Física [3].

Nesta comunicação, após uma breve descrição dos diferentes tipos de constantes universais [4], são apresentados a metodologia e alguns resultados do Grupo de Trabalho sobre as Constantes Fundamentais do CODATA. Em particular, é analisado o modelo estatístico utilizado pelo CODATA, o qual tem permitido evidenciar a convergência dos valores numéricos das constantes fundamentais ao longo do tempo [5], bem como os limites deste modelo sendo apresentadas e discutidas diferentes hipóteses alternativas a estas limitações [6].

**PALAVRAS-CHAVE:** Constante fundamental, CODATA, SI

### **REFERÊNCIAS:**

- [1] Consultative Committee for Mass (CCM). Recommendation of the Consultative Committee for Mass and Related Quantities submitted to the International Committee for Weights and Measures. Recommendation G 1, for a new definition of the kilogram in 2018, BIPM, Sèvres, France (2017).
- [2] I.A.M. Mills, P.J. Mohr, T.J. Quinn, B.N. Taylor, E.R. Williams, Phil. Trans. R. Soc. A 369, 3907 (2011).
- [3] Resolution 1 of the General Conference on Weights and Measures (CGPM) 24<sup>th</sup> meeting, BIPM, Sèvres, France (2011).
- [4] J.M. Lévy-Leblond, Rivista Nuovo Cimento 7, 187 (1977)
- [5] A. Possolo, S. Schlamminger, S. Stoudt, J.R. Pratt, C.J. Williams Metrologia 55 29 (2018).
- [6] O. Bodnar, C. Elster Metrologia 51 516 (2014).

## MEDIDAS ABSOLUTAS DE ALTA PRECISÃO DE ENERGIAS DE TRANSIÇÃO DE RAIO-X EM IÕES ALTAMENTE CARREGADOS

J. Machado<sup>1,2</sup>, C. I. Szabo<sup>3,4</sup>, J. P. Santos<sup>1</sup>, P. Amaro<sup>1</sup>, M. Guerra<sup>1</sup>, A. Gumberidze<sup>5</sup>, Guojie Bian<sup>2,6</sup>, J. M. Isac<sup>2</sup> e P. Indelicato<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratório de Instrumentação, Engenharia Biomédica e Física da Radiação (LIBPhys-UNL), Departamento de Física, Faculdade de Ciências e Tecnologia, FCT, Universidade Nova de Lisboa, P-2829-516 Caparica, Portugal

<sup>2</sup> Laboratoire Kastler Brossel, Sorbonne Université, CNRS, ENS-PSL Research University, Collège de France, Case 74; 4, Place Jussieu, F-75005 Paris, France

<sup>3</sup> National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland 20899, USA

<sup>4</sup> Theiss Research, La Jolla, California 92037, USA

<sup>5</sup> ExtreMe Matter Institute EMMI and Research Division, GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, D-64291 Darmstadt, Germany

<sup>6</sup> Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, People's Republic of China

[jfd.machado@fct.unl.pt](mailto:jfd.machado@fct.unl.pt)

### RESUMO

Apresentamos medidas de alta precisão de energia de transições de raios-X de baixa energia em iões altamente carregados. Os iões são produzidos numa fonte de iões de ressonância de electrões em ciclotrão (ECRIS) e as respectivas transições de raio-X são medidas usando um espectrómetro de duplo cristal operado em vácuo [1]. A alta precisão é devida à utilização de um par de cristais de Si(111) cuja distância interplanar, medida em vácuo por técnicas de interferometria, apresenta uma incerteza relativa de 0.012 ppm. Os comprimentos de onda medidos por estes cristais estão diretamente ligados à definição de metro, como definido no Sistema Internacional de Unidades.

Foram medidas recentemente 4 transições em iões de argon em 3 estados de carga diferentes (com 2, 3 e 4 electrões), com uma incerteza relativa inferior a 3 ppm [2]. Para além de providenciarem novos valores de energias de transição para uma possível comparação com cálculos *ab initio*, numa tentativa de aprofundarmos o nosso entendimento de Física fundamental, nomeadamente Eletrodinâmica Quântica e efeitos relativistas, com este nível de incerteza estes resultados providenciam padrões de calibração de transições de raio-X que podem ser utilizados na calibração de instrumentos.

O dispositivo experimental, os resultados mais recentes e o estado atual da experiência serão apresentados, sendo dado destaque ao princípio de funcionamento do espectrómetro.

**PALAVRAS-CHAVE:** Efeitos relativistas e de QED; ECRIS, iões altamente carregados; Espectroscopia de raios-x de alta precisão;

### REFERÊNCIAS

[1] P. Amaro, et al., Radiation Physics and Chemistry 98(C), 132–149 (2014).

[2] J. Machado, et al., Phys. Rev. A. 97, 032517 (2018).

**Sessão 5 - Ludwig BOLTZMANN (séc. XIX - XX)**

**AVALIAÇÃO DE MEDIÇÕES EM TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA INDUSTRIAL: RESULTADOS OBTIDOS EM ARTEFACTOS DE GEOMETRIA COMPLEXA**

**Fernando Ferreira<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> CATIM - Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica, Porto

[fernando.ferreira@catim.pt](mailto:fernando.ferreira@catim.pt)

**RESUMO**

Ao longo dos tempos, a capacidade de inovar tem sido um importante factor para o desenvolvimento industrial, com claros reflexos na eficiência dos processos produtivos, na melhoria da qualidade dos componentes técnicos e na sustentabilidade das organizações.

Na actualidade, a introdução das tecnologias digitais nos processos industriais tem vindo a estimular a produção de componentes técnicos cada vez mais complexos e tem levado a que os processos de inovação permitam enfrentar as solicitações para redução dos tempos de desenvolvimento.

No entanto, produzir componentes técnicos de grande complexidade e com elevado número de especificações, exige que as organizações possuam meios de controlo expeditos que permitam realizar a avaliação da conformidade, procurando garantir um bom desempenho da função metrológica dentro das organizações.

A avaliação da conformidade dimensional e geométrica dos componentes técnicos exige à metrologia recursos cada vez mais sofisticados, o que contribuiu para uma disseminação pela indústria das máquinas de medição por coordenadas, tecnologia de medição (por contacto e/ou por sistemas ópticos) que promove controlos rápidos e com capacidade para gerar um grande volume de dados, facilitando a interacção com o processo produtivo.

Também importante para a avaliação da conformidade dimensional e geométrica dos componentes técnicos, é a necessidade de cumprir com as orientações de diversos referenciais normativos para o GPS (*Geometrical Product Specifications*), onde a ISO 1101 tem um importante papel e que conjuntamente com outros referenciais definem todas as características para um componente técnico, contribuindo assim para uma clara utilização da linguagem ISO GPS em desenhos técnicos 2D e modelos matemáticos CAD 3D.

Neste ambiente em que os processos produtivos e de controlo são cada vez mais exigentes e os componentes técnicos são cada vez mais complexos, obrigam a avaliação de características estruturais, dimensionais e geométricas externas e internas também mais complexas e exigentes.

Assim, se por um lado as máquinas de medição por coordenadas vão dando resposta aos diferentes desafios com assinalável rigor metrológico, por outro lado nalguns casos é necessário recorrer a tecnologias de corte para aceder a partes críticas nas peças produzidas se pretendemos fazer uma avaliação completa.

Para eliminar as deformações originadas por processos de corte, mas também pela impossibilidade de aceder a partes críticas nas peças produzidas, e perante a necessidade de realizar ensaios dimensionais, geométricos e estruturais de uma forma mais rápida, com mais informação, melhor riqueza de detalhes e em apenas um ensaio, os grandes fabricantes de equipamento de metrologia desenvolveram tecnologia de última geração como as máquinas de tomografia computadorizada aplicada à metrologia (baseadas no princípio da tecnologia de raios-X), e cujas especificações estão de acordo com os requisitos da VDI/VDE 2617 Part 13 (*Accuracy of coordinate measuring machines, Characteristics and their testing – Guideline for the application of DIN EN ISO 10360 for coordinate measuring machines with CT-sensors*) e da VDI/VDE 2630 Part 1.3 (*Computed tomography in dimensional measurement - Guideline for the application of DIN EN ISO 10360 for coordinate measuring machines with CT-sensors*).

Esta tecnologia de ensaio técnico não destrutivo possibilita realizar ensaios dimensionais e geométricos com boa exactidão em peças com geometria complexa e com diferentes tipos de material, sem destruição da sua estrutura ou elementos e em zonas de difícil acesso, permitindo construir e medir um modelo tridimensional de forma eficaz, podendo também ser utilizada para realizar ensaios de análise estrutural, controlo de montagem de componentes, comparação entre modelos matemáticos CAD

Original *versus* CAD Construído a partir de uma nuvem de pontos, modelação de sólidos, digitalização e engenharia inversa, etc.

Se por um lado, as máquinas de tomografia computadorizada aplicada à metrologia permitem realizar uma nova abordagem ao processo de avaliação de diferentes especificações de um produto ou componente, por outro existe a necessidade de avaliar a performance deste tipo de tecnologia utilizando para o efeito artefactos calibrados e com diferentes geometrias.

Como tal, este trabalho apresenta as avaliações que resultam de um estudo comparativo entre os resultados obtidos na medição de um artefacto por uma máquina de medição por coordenadas de alta exactidão, de marca ZEISS e modelo UPMC Ultra ( $MPE = 0,3 \mu m + L / 1000$ ) e por um tomógrafo de marca ZEISS, modelo METROTOM 800 NG ( $MPE = 2,9 \mu m + L / 100$ ). As conclusões obtidas resultam da avaliação dos desvios obtidos pelas diferentes tecnologias.

**PALAVRAS-CHAVE:** Especificação geométrica de produto (GPS); Ensaio dimensionais e geométricos; Tecnologia de medição por tomografia computadorizada; Tecnologia de medição com máquinas de medição por coordenadas; Artefactos de geometria complexa; Avaliação da conformidade.

### REFERÊNCIAS

- [1] G. Moronia, S. Petro “A Discussion on Performance Verification of 3D X-Ray Computed Tomography Systems”, ScienceDirect, Procedia CIRP 75, (2018), pág.: 125-130;
- [2] F. Zaninia, E. Sbettega, S. Carmignato “X-ray computed tomography for metal additive manufacturing: challenges and solutions for accuracy enhancement” ScienceDirect, Procedia CIRP 75, (2018), pág.: 114-118;
- [3] E. P. Morse, C. M. Shakarjib, V. Srinivasan “A Brief Analysis of Recent ISO Tolerancing Standards and Their Potential Impact on Digitization of Manufacturing” ScienceDirect, Procedia CIRP 75, (2018), pág.: 11-18;
- [4] F. Ferreira, S. Aymerich, H. Guerra “Tomografia computadorizada industrial, tecnologia inovadora e flexível para ensaios dimensionais e geométricos de componentes técnicos” RELACRE-FELAB, V Congresso Ibero-Americano de Laboratórios, Outubro 2018
- [5] F. Ferreira, H. Guerra “The challenges of coordinate metrology in the control of dimensional and geometrical specifications of technical components in the new paradigm of the industry 4.0” Revista Research in Production and Development, Vol.4 Nº1, 2018, pág.: 125-132;
- [6] F. Ferreira, J. Vicente, S. Perez “*Evaluation of coordinate measuring machines in the industry, using calibrated artefacts*” ScienceDirect, The Manufacturing Engineering Society International Conference, MESIC2013, Procedia Engineering v.63, 2013, pág.: 659-668;
- [7] ISO 1101:2017 Geometrical product specifications (GPS) - Geometrical tolerancing - Tolerances of form, orientation, location and run-out;
- [8] VDI/VDE 2617 Part 13 (Accuracy of coordinate measuring machines, Characteristics and their testing – Guideline for the application of DIN EN ISO 10360 for coordinate measuring machines with CT-sensors);
- [9] VDI/VDE 2630 Part 1.3 (Computed tomography in dimensional measurement - Guideline for the application of DIN EN ISO 10360 for coordinate measuring machines with CT-sensors).

## **CALIBRATION 4.0 - SISTEMA DE INFORMAÇÃO PARA USO DE CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO DIGITAIS**

**Miguel Marques<sup>1</sup>, Carlos Bragança Oliveira<sup>2</sup>, Ana Cardoso<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>: INEGI, Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial, Universidade do Porto, Rua Dr. Roberto Frias, 400, 4200-465 Porto,

<sup>2</sup>: Assistant Professor at Departamento de Engenharia e Gestão Industrial da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP), Member of Conselho de Departamento de Engenharia e Gestão Industrial and Integrated Member of the Centro de Engenharia e Gestão Industrial (CEGI) do INESC TEC, Rua Dr. Roberto Frias, 4200-465 Porto.

<sup>3</sup>: Mestre em Engenharia de Serviços e Gestão da FEUP, Rua Dr. Roberto Frias, 4200-465 Porto.

[mmarques@inegi.up.pt](mailto:mmarques@inegi.up.pt)

### **RESUMO**

Em plena era digital e entrada no futuro da Indústria 4.0, os resultados de calibração continuam ligados a formatos impressos e à transcrição manual, com os erros e atrasos possíveis. De que serve ter uma máquina ligada à internet, se os resultados de uma calibração que lhe está relacionada se mantém em papel?

Com o propósito de manter a competitividade, evitando que os laboratórios fiquem presos a comunicações baseadas no papel e na transcrição, é emergente a adaptação dos laboratórios de ensaios e calibração a novas abordagens, adaptando-se à era da Indústria 4.0, que lhes permitam tirar verdadeiro proveito dos avanços tecnológicos à semelhança do que já acontece noutros países, como a Alemanha ou os Estados Unidos da América, onde iniciativas locais visam criar soluções para a comunicação verdadeiramente digital dos resultados de calibração.

É este o objetivo proposto com CALIBRATION 4.0: através da estruturação da informação e especificação de um sistema de informação, SI, operacionalizar a emissão, troca e uso de certificados de calibração digitais. Entende-se como certificados digitais, não apenas a transformação do formato físico para o digital, mas sim a aplicação do verdadeiro conceito de digitalização, isto é, o recurso às tecnologias digitais para mudar um modelo de negócio e fornecer novas oportunidades de valor.

Para além da facilidade na troca de resultados de calibração, o desenvolvimento futuro de um sistema para troca de certificados de calibração digitais permitirá aos clientes receber e analisar certificados mais rapidamente, reduzindo os tempos de execução e os custos associados ao processo de confirmação metrológica bem como, evitar erros humanos e possíveis consequências que daí poderiam advir.

Apresenta-se o desenvolvimento do sistema adaptado a certificados de calibração, implementável em XML ou JSON, exemplifica-se com um certificado de calibração e, a terminar, os resultados obtidos são disponibilizados a todos os interessados.

**PALAVRAS-CHAVE:** Calibração; Certificado digital; CALIBRATION 4.0; Sistema de informação; XML, JSON;

29 de novembro

Sessão 6 - Klaus von KLITZING (séc. XX - )

## PROCESSO DE CALIBRAÇÃO DE DISTANCIÓMETROS LASER

David Manaia<sup>1</sup>

<sup>1</sup>: Instituto de Soldadura e Qualidade (ISQ)

[dfmanaia@isq.pt](mailto:dfmanaia@isq.pt)

### RESUMO

Um distanciómetro LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) é um medidor de distância que tem como base de cálculo a medição do tempo que um pulso de luz laser emitido leva para refletir num alvo e retornar ao detetor. É a evolução natural da fita métrica.

Até agora, para se efetuar a calibração de um distanciómetro, isto é, para se determinar o erro e a incerteza expandida de medição destes equipamentos, era necessário recorrer a padrões de referência complexos e de difícil retorno financeiro. Estes padrões são geralmente bancos micrométricos, que integram uma escala graduada, normalmente metálica e geralmente limitada a uma dezena de metros, cuja utilização abrange diversas outras calibrações de natureza dimensional.

O processo de calibração desenvolvido pelo ISQ, através do Labmetro, tem como base a ISO16331-1, norma relativamente recente que possui como princípio a determinação da performance do equipamento sob determinadas condições atmosféricas e de luminosidade. O procedimento patenteado (Patente Nacional No. 109459) adotado pelo laboratório recorre a uma comparação direta entre percursos óticos (OPL – *Optical Path Length*) em *check-points* normativos. Na ótica, o OPL é o produto entre a distância percorrida pela luz ( $l$ ) no meio e o índice de refração ( $n$ ) do mesmo. Este índice varia com as condições ambientais, nomeadamente, temperatura ( $t$ ), humidade relativa ( $RH$ ) e pressão atmosférica ( $p$ ). Esta variação pode ser determinada matematicamente recorrendo à equação de Edlén simplificada [1]:

$$n = 1 + 7.86 \cdot 10^{-4} p / (273 + t) - 1.5 \cdot 10^{-11} RH (t^2 + 160)$$

Por conseguinte, verifica-se uma melhoria na precisão do processo, uma vez que todos os percursos óticos (equipamento vs padrão) são influenciados da mesma forma pelas condições ambientais presentes e segundo os mesmos modelos matemáticos, algo que a metrologia tradicional anteriormente descrita não contemplava. Os alcances também são maiores, dependendo apenas da capacidade do padrão para o efeito.

Este método, com as suas devidas diferenças dependendo da instalação e requisitos metrológicos, está também em desenvolvimento atualmente em laboratórios primários como o CEM em Espanha ou VSL na Holanda. O Labmetro requereu assim ao VSL um teste de proficiência (PT Report ILC-192:2017) onde, com incertezas expandidas bastante semelhantes (de base sub-milimétrica), obteve erro normalizado conforme ( $E_n \leq 1$ ). Com isto, a metodologia foi posteriormente alvo, com sucesso, de acreditação pelo IPAC.

**PALAVRAS-CHAVE:** LASER; ISO16331; Edlén; Distanciómetro; IPAC; Patente

### REFERÊNCIAS

[1] B. Edlén, "The refractive index of air," *Metrologia* 2, (1966),71-80.

**ASME B89.1.14-2018 – CALIPERS  
INFORMAÇÃO COMPLEMENTAR COMPARATIVAMENTE AO REFERENCIAL  
NORMATIVO ISO 13385-1:2011  
Isabel Perfeito**

CATIM - Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica, Porto

[isabel.perfeito@catim.pt](mailto:isabel.perfeito@catim.pt)

**RESUMO**

Encontramos paquímetros em ambiente industrial com elevada frequência, em diversos ramos, seja em laboratórios ou em chão de fábrica. Ainda que aparentemente de utilização fácil quando comparado com as novas tecnologias disponíveis na Metrologia dimensional, e porque o paquímetro nos seus variados modelos possibilita diversos tipos de medição, este instrumento continua a motivar o acompanhamento da temática “Calibração de paquímetros” por parte das diversas entidades de publicações normativas. Sendo a ISO a organização não-governamental independente com maior intervenção mundial no desenvolvimento de normas voluntárias, é interessante entender o que poderá trazer de novo a edição da norma de paquímetros da Sociedade Americana de Engenheiros Mecânicos, ASME B89.1.14 – Calipers [1] editada em fevereiro deste ano.

Os benefícios da normalização são claros e sobejamente conhecidos. A normalização leva à criação de uma linguagem técnica comum a todas as organizações e contribui para a livre circulação de produtos industriais. No mercado global, promove a competitividade dos negócios e a qualidade dos produtos. No entanto, as práticas implementadas nas indústrias dos diversos países têm levado à criação de normas por parte dos seus organismos nacionais que, apesar de se encontrarem alinhadas com as normas ISO (International Organization for Standardization) relativamente às características metrológicas, aparentemente não vão ao encontro das necessidades destas indústrias. Este é o caso de algumas normas atualmente editadas sobre paquímetros e sua calibração.

As normas de calibração de paquímetros desenvolvidas pela Organização Internacional de Normalização, ISO, são aplicadas nos Estados Unidos, mas estas parecem não atender a todas as necessidades da indústria Americana, nomeadamente no que diz respeito à utilização de mais do que um sistema de unidades.

O ANSI (American National Standards Institute) aprovou a norma ASME B89.1.14-2018 que pretende ser consistente com a norma ISO 13385-1:2011 [2] mas adicionalmente pretende ser um complemento a esta, disponibilizando informação adicional nomeadamente sobre especificações, verificação e calibração de paquímetros. Esta contribuição irá focar essencialmente a informação complementar constante na norma ASME B89.1.14 – 2018 comparativamente com a norma ISO 13385-1:2011. Tem como objetivo possibilitar a transferência de conhecimento técnico e normativo na área da Metrologia com particular enfoque na indústria, fornecendo informação de uma forma estruturada e contribuir para a melhoria das boas práticas na calibração de paquímetros na indústria.

**PALAVRAS-CHAVE:** Metrologia dimensional; Paquímetro; Calibração; ASME B89.1.14-2018

**REFERÊNCIAS**

[1] ASME B89.1.14 – 2018 - Calipers

[2] ISO 13385-1:2011 - Geometrical product specifications (GPS) -- Dimensional measuring equipment -- Part 1: Callipers; Design and metrological characteristics

## **ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DA CÂMARA CLIMÁTICA DE DUAS PRESSÕES UTILIZADA NA CALIBRAÇÃO DE INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO DE HUMIDADE RELATIVA**

**A. Sousa<sup>1</sup>, I. Loio<sup>2</sup>, J. Alves e Sousa<sup>2</sup>, H. Navas<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa; <sup>2</sup>Instituto Português da Qualidade, I.P.

<sup>1</sup>: Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

<sup>2</sup>: Instituto Português da Qualidade, I.P., Rua António Gião, 2 2829-513 Caparica

[acq.sousa@campus.fct.unl.pt](mailto:acq.sousa@campus.fct.unl.pt)

### **RESUMO**

No Laboratório de Temperatura (LTE) do IPQ, a calibração de instrumentos de medição de humidade relativa [3] é efetuada pelo método de comparação com um padrão de referência num meio controlado. Na incerteza associada à calibração de instrumentos de humidade, é fundamental contabilizar a contribuição associada à utilização da câmara climática de duas-pressões, sendo relevante a sua caracterização.

O estudo das componentes de incertezas da câmara climática de duas-pressões, nomeadamente as incertezas de medição de pressão e de temperatura dos respetivos sensores da câmara, assim como as componentes de incerteza devidas à uniformidade e a estabilidade em temperatura e humidade relativa no volume interno de medição, são fundamentais para esta avaliação.

Esta comunicação apresenta o estudo destas componentes de incerteza e discussão da importância desta contribuição na incerteza total de medição [1] da humidade relativa bem como os critérios de boa utilização deste tipo de equipamento. A natureza não linear do modelo matemático implicou a validação do método convencional de avaliação de incertezas por um método de Monte-Carlo adequado a esse propósito [2].

A caracterização da câmara de duas-pressões permitiu otimizar a sua utilização, através da medição dos valores de temperatura e humidade no seu volume útil. Os valores de estabilidade e uniformidade obtidos para as duas grandezas serão utilizados como contribuição de incerteza no balanço final da incerteza.

**PALAVRAS-CHAVE:** Higrometria, Componentes de incerteza, Padrões

### **REFERÊNCIAS**

- [1] JCGM 100:2008 GUM 1995 with minor corrections. Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement.
- [2] JCGM 101:2008, Evaluation of measurement data - Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" - Propagation of distributions using a Monte Carlo method
- [3] "Humidity- Part1: Terms, definitions and formulae," BS 1339-1, 2002
- [4] "Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors," EN 60751, 2008.
- [5] S. A. Bell, "The Beginner's Guide to Humidity." 2012.
- [6] GT06, "Guia RELACRE 19 - Câmaras Térmicas." 2004
- [7] EURAMET, Calibration Guide No. 20: "Guidelines on the Calibration of Temperature and / or Humidity Controlled Enclosures", Version 5.0, 09/2017

## AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DA VELOCIDADE DO AR NO TÚNEL AERODINÂMICO N.º 1 DO LNEC

Luís Lages Martins<sup>1</sup>, Álvaro Silva Ribeiro<sup>1</sup>, Ricardo Cardoso Mendes<sup>1</sup>

<sup>1</sup>: Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P., Av. do Brasil, 101, 1700-066 Lisboa

[lfmartins@lnec.pt](mailto:lfmartins@lnec.pt)

### RESUMO

A medição da grandeza velocidade do ar abrange diversos setores de atividade com impacto relevante para a nossa sociedade, contribuindo para a sua segurança e qualidade de vida. Referem-se, como exemplos, as medições efetuadas no contexto da navegação aérea e marítima, da meteorologia, das emissões gasosas industriais, da ventilação de edifícios e do estudo aerodinâmico das construções. Em acréscimo, salienta-se que a medição da velocidade do ar suporta, por vezes, a determinação indirecta da grandeza caudal volumétrico ou mássico de ar [1]. O conhecimento da qualidade da medição da velocidade do ar é assim uma matéria de interesse, onde importa desenvolver, consolidar e disseminar os aspetos da rastreabilidade ao SI de Unidades e da avaliação da incerteza de medição.

A presente comunicação tem por objetivo descrever o processo de avaliação da incerteza de medição da velocidade do ar no túnel aerodinâmico n.º 1 (TV1) do LNEC. Esta infraestrutura experimental apoia a realização de estudos aerodinâmicos de modelos reduzidos de construções ou de componentes à escala real, sendo igualmente utilizada no contexto da atividade de calibração de anemómetros, recentemente inserida no Sistema Português da Qualidade.

Na comunicação são descritas as relações funcionais estabelecidas entre as grandezas de entrada, modelos matemáticos e a grandeza de saída, sendo promovida a identificação e a formulação das respetivas componentes de incerteza e sua propagação pelo processo de determinação indirecta da velocidade do ar. Neste contexto, é apresentada a formulação matemática associada à aplicação da abordagem GUM [2] e a validação dos resultados obtidos com recurso à simulação numérica pelo Método de Monte Carlo [3]. Por último, são elaboradas as conclusões sobre a exatidão da medição da velocidade do ar no TV1 do LNEC, sendo identificadas as principais contribuições para a incerteza de medição obtida.

**PALAVRAS-CHAVE:** Incerteza de medição; Velocidade do ar; Aerodinâmica.

### REFERÊNCIAS

- [1] ISO 3966:2008 “Measurement of fluid flow in closed conduits – Velocity area method using Pitot static tubes”, ISO – International Organization for Standardization, (2008);
- [2] BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML “JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections) – Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement” JCGM/WG1 – Joint Committee for Guides in Metrology / Working Group 1, 1<sup>st</sup> edition, (2008);
- [3] BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML “JCGM 101:2008 – Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the Guide to the expression of uncertainty in measurement – Propagation of distributions using a Monte Carlo method” JCGM – Joint Committee for Guides in Metrology, 1<sup>st</sup> edition, (2008).

**Sessão 7 - Rolf SIEVERT (séc. XIX - XX) - TUTORIAIS**

**LABORATÓRIO DE METROLOGIA DAS RADIAÇÕES IONIZANTES:  
GRANDEZAS, UNIDADES E PADRÕES**

**L. Santos, J. Alves, G. Carvalho, M. Caldeira**

CTN-IST (Campus Tecnológico e Nuclear do Instituto Superior Técnico), Universidade de Lisboa, Bobadela

[lsantos@ctn.tecnico.ulisboa.pt](mailto:lsantos@ctn.tecnico.ulisboa.pt)

**RESUMO**

Em Portugal, o Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes (LMRI) é responsável pela rastreabilidade e manutenção dos padrões nacionais na área das radiações ionizantes, sendo reconhecido pelo IPQ como Instituto Designado. Decorrente desta atividade, as capacidades metrológicas do LMRI são periodicamente avaliadas e reconhecidas pelo BIPM (Bureau International des Poids et Mesures) através do CIPM MRA (Mutual Recognition Agreement).

O sistema de grandezas para as radiações ionizantes organiza-se em grandezas dosimétricas, operacionais e de proteção. Partindo das grandezas dosimétricas (grandezas físicas como o kerma, dose absorvida e fluência), derivam-se as grandezas operacionais (de medida) e as grandezas de proteção (em função das quais se estabelecem os limites de dose).

A relação entre as grandezas e os campos de radiação de referência são garantidas num laboratório de metrologia.

As grandezas dosimétricas caracterizam os campos de radiação e são realizadas por instrumentos de referência (padrões primários ou secundários).

As grandezas de proteção são definidas pela ICRP (International Commission on Radiological Protection), adotadas pela Comissão Europeia em Diretivas, e conseqüentemente transpostas para legislação nacional. No entanto, não são mensuráveis pelo que a ICRP e a ICRU (International Commission on Radiation Units and Measurements) estabeleceram as grandezas operacionais, definidas a partir das grandezas dosimétricas, que sobrestimam as grandezas de proteção.

Na prática, as grandezas operacionais derivam das grandezas dosimétricas através da aplicação de coeficientes de conversão apropriados e são usadas na calibração e verificação metrológica de instrumentos de medição de radiações ionizantes.

Nesta sessão apresenta-se o LMRI, o sistema de grandezas para as radiações ionizantes, respetivas unidades, e os correspondentes instrumentos de referência (padrões primários e secundários).

O Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes (LMRI-DI) está inserido no Laboratório de Proteção e Segurança Radiológica (LPSR) do Instituto Superior Técnico (IST).

## **GRANDEZAS E UNIDADES DO SISTEMA INTERNACIONAL DE PROTEÇÃO RADIOLÓGICA E PERSPETIVAS FUTURAS**

**Louis Branco, Pedro Gomes**

ISQ (Instituto de Soldadura e Qualidade), Oeiras

[pagomes@isq.pt](mailto:pagomes@isq.pt)

Neste tutorial serão apresentadas as unidades e as grandezas dosimétricas no contexto da exposição humana às radiações ionizantes, como o kerma no ar livre e a dose absorvida, as grandezas de proteção radiológica – a dose equivalente num órgão ou tecido e a dose efetiva – utilizadas para o estabelecimento dos limites de dose, e as grandezas operacionais – o equivalente de dose ambiental, direcional e individual – definidas de forma a fornecerem uma estimativa conservadora das grandezas de proteção (*safe side*) e utilizadas para efeitos de monitorização dos trabalhadores expostos e membros do público.

No âmbito das perspetivas futuras, serão abordados os princípios inerentes à micro- e nanodosimetria e as respetivas novas grandezas consideradas, de natureza estocástica, como a dose lineal, a energia específica e o tamanho dos “clusters” de ionização, com o objetivo de colmatarem as atuais lacunas das grandezas em uso, de natureza determinista, no que respeita à sua correlação com a eficiência biológica.

**Sessão 8 - James Prescott JOULE (séc. XIX)**

**AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE EM MATERIAIS DE REFERÊNCIA  
CERTIFICADOS (MRC)**

**Florbela A. Dias, Carlos Costa**

Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2, 2629-531 Caparica, Portugal

[florbelad@ipq.pt](mailto:florbelad@ipq.pt)

**RESUMO**

A produção de Materiais de Referência Certificados (MRC), segundo a norma internacional ISO 17034:2016<sup>1</sup>, tem vindo a desempenhar um papel cada vez mais importante nas atividades de medição e na acreditação de entidades/laboratórios, com especial incidência na área dos ensaios químicos, biológicos, clínicos e de propriedades físicas. Os MRC são um importante meio de disseminação das unidades de grandezas do SI e são também um suporte na credibilidade e confiança duma medição ou de um laboratório. Têm aplicação na calibração de equipamentos, validação de métodos analíticos e controle da qualidade de medições. São também usados nas comparações interlaboratoriais permitindo aos laboratórios evidenciar a suas melhores capacidades de medição e calibração (CMC). O uso de MRC é também um importante meio de validar um método e avaliar a exatidão e a precisão das medições efetuadas, estabelecendo a rastreabilidade metrológica dos resultados obtidos.

O LNM é responsável pela produção de vários tipos de MRC, nomeadamente de padrões de misturas gasosas de etanol em nitrogénio (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH/N<sub>2</sub>), pelo método gravimétrico de acordo com a norma internacional ISO 6142-1:2015<sup>2</sup>, e certificação por espectroscopia de infravermelho não dispersivo (NDIR) de acordo com a norma ISO 6143:2001<sup>3</sup>. De acordo com a norma ISO 17034:2016, estas misturas têm de ser avaliadas no que respeita à sua homogeneidade, sendo esta um dos requisitos fundamentais na produção de MRC.

Nesta comunicação vamos apresentar os resultados do estudo de homogeneidade em padrões de misturas gasosas de etanol de acordo com procedimentos de medição validados, por forma a garantir a rastreabilidade às unidades SI e também no sentido de dar resposta aos requisitos da norma internacional ISO 17034:2016 e do guia ISO Guide 35<sup>4</sup>.

Segundo o guia ISO Guide 35, um material é aceite como sendo homogéneo, para uma determinada característica, se a diferença entre os valores de duas ou mais partes for desprezável quando comparada com a incerteza de caracterização do componente. As medições neste estudo de homogeneidade foram realizadas em condições de repetibilidade. Este estudo foi realizado com dez misturas de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH/N<sub>2</sub> com frações molares entre 50×10<sup>-6</sup> mol/mol e 500×10<sup>-6</sup> mol/mol. As misturas, após preparação, foram sujeitas a três ciclos de rolamento e análise, correspondendo a diferentes tempos de homogeneização. Posteriormente foram igualmente analisadas ao longo do tempo, em diferentes dias, durante três semanas. O tratamento estatístico dos dados será apresentado através da análise de variância ANOVA.

**PALAVRAS-CHAVE:** Homogeneidade; Rastreabilidade metrológica; ANOVA; Materiais de referência certificados.

**REFERÊNCIAS:**

1. ISO 17034:2016 - *General requirements for the competence of reference material producers*
2. ISO 6142-1:2015 – *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures*
3. ISO 6143:2001 - *Gas analysis — Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*
4. ISO Guide 35:2006 – *Reference materials – General and statistical principles for certification*

## **QUANTIFICAÇÃO DA INCERTEZA DA DETERMINAÇÃO VISUAL DO PONTO FINAL DE UMA TITULAÇÃO**

**Miguel Barros, Diogo Ferreira, Cristina Oliveira, Ricardo B. da Silva**

Centro de Química Estrutural- Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,

Edifício C8, Campo Grande, 1749-016, Lisboa - Portugal

[miguel.barros.96.mb@gmail.com](mailto:miguel.barros.96.mb@gmail.com)

### **RESUMO**

Numa titulação manual a incerteza da determinação visual do ponto final pode ser uma componente de incerteza relevante. Não existindo um consenso na forma como esta deve ser estimada, muitas vezes ela nem sequer é considerada. Frequentemente procede-se a uma avaliação “top-down” da incerteza da titulação o que, apesar de ser uma solução prática, não disponibiliza informação sobre o impacto das referências usadas nem das etapas analíticas na qualidade da medição. Neste trabalho é proposta uma avaliação “bottom up” da incerteza da medição onde se quantifica individualmente cada componente da incerteza da determinação da dureza da água por titulação visual, utilizando para tal uma solução de EDTA, previamente padronizada, contra uma solução de cálcio. A incerteza inerente à determinação do ponto final é calculada após serem definidos dois parâmetros referentes à precisão da deteção dos pontos finais da padronização do EDTA e da titulação da amostra de água, respetivamente. Esta fonte de incerteza é calculada de forma indireta após uma ponderação cuidadosa recorrendo a componentes de incerteza facilmente modeladas, tais como as referentes a medições de massa e volume, e à dispersão de valores da análise replicada de um Material de Referência Certificado (MRC) obtidos em condições de repetibilidade [1]. A metodologia desenvolvida poderá ser adaptada e aplicada a outras titulações ou outros tipos de ensaios onde não se consiga quantificar diretamente uma componente de incerteza. A incerteza combinada da dureza estimada de uma amostra de água foi calculada recorrendo à lei da propagação de incertezas (LPI), método de Kragten e simulações de Monte Carlo (MMC). Foram calculadas as contribuições percentuais das componentes de incerteza de modo a verificar quais são as maioritárias, tendo-se concluído que a incerteza do ponto final pode contribuir com 3 % a 18 % da incerteza da medição. A contribuição desta componente varia com o número de medições replicadas produzidas. Foi também confirmada a inexistência de erros sistemáticos na identificação do ponto final.

Este trabalho foi realizado no âmbito da cadeira “Metrologia e Examinologia em Química” do Mestrado em Química da Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa para assegurar que os alunos adquirem competências avançadas em metrologia química.

**PALAVRAS-CHAVE:** Ponto final de titulação; Combinação de incertezas; Dureza

### **REFERÊNCIAS**

- [1] M. E. Viana da Silva, R. J. N. Bettencourt da Silva, M. F. G. F. C Camões, “Optimization of the determination of chemical oxygen demand in wastewaters”, Anal. Chim. Acta, 699 161-169 (2011).

## UNIFICAÇÃO DE ESCALAS DE pH- UnipHied

Raquel Quendera<sup>1</sup>, M. Filomena Camões<sup>2</sup>

1: IPQ, R. António Gião, 2, Caparica

2: CQE, FCUL, Campo Grande, Lisboa

[rquendera@ipq.pt](mailto:rquendera@ipq.pt)

### RESUMO

Os iões hidrogénio, H<sup>+</sup>, desempenham um importante papel na generalidade dos processos materiais e o pH de soluções é considerado o conceito químico mais largamente utilizado, com a inerente realização de estudos interdisciplinares. A medição rigorosa de pH em meios diversificados, como sejam água, outros solventes, misturas de solventes, ou dispersões, é uma tarefa importante.

A definição e a medição de pH ( $= -\lg a_{H^+}$ ) são de utilização corrente em soluções aquosas diluídas. Valores de actividade hidrogeniónica ( $a_{H^+}$ ) em diferentes meios estão relacionados através da energia livre de Gibbs de transferência dos protões entre solventes em causa. No entanto, mesmo ao nível teórico, a comparabilidade válida dos valores de pH, tem-se revelado impossível. Valores medidos em solventes diferentes, estão apenas fracamente correlacionados, o que impede as respectivas conversões com a qualidade desejada. Em 2010, com a introdução do conceito unificado de acidez (pHabs) [1], a partir do potencial químico dos iões hidrogénio, a comparação de valores de pH entre fases torna-se possível, embora a respetiva realização experimental se tenha revelado de enorme dificuldade. Avanços no conhecimento das grandezas envolvidas e no desenvolvimento de células potenciométricas diferenciais [2] apropriadas permitiram ultrapassar dificuldades associadas nomeadamente aos eléctrodos sensíveis a H<sup>+</sup> e aos potenciais de junção líquida entre as soluções.

Com o objectivo de obter um método prático e fiável para medir e exprimir a acidez (pHabs) de qualquer meio em termos de uma escala universal assente num estado padrão independente do solvente, incluindo o desenvolvimento de padrões de calibração para medições de rotina em sistemas criteriosamente seleccionados pelo seu interesse sócio-económico, foi constituída uma rede de NMI e Universidades que vem desenvolvendo o projecto europeu (17FUN09)-UnipHied, com financiamento do programa EMPIR, dos países participantes e do programa de investigação e inovação Horizonte 2020. Outras entidades que apresentaram manifestações de interesse, integram uma comissão consultiva internacional que, inclusivamente em reuniões conjuntas, fomentará a colaboração interinstitucional, levando em conta os interesses dos utilizadores finais.

**PALAVRAS-CHAVE:** PHABS, Solventes diferentes, Escala universal, Rede europeia.

### REFERÊNCIAS

- [1] Himmel, D.; Goll, S. K.; Leito, I.; Krossing, I. *Angew. Chem. Int. Ed.* 2010, 49, 6885–6888
- [2] Suu, A.; Jalukse, L.; Liigand, J.; Kruve, A.; Himmel, D.; Krossing, I.; Rosés, M.; Leito, I. *Anal. Chem.* 2015, 87, 2623-2630

Sessão 9 - Heinrich HERTZ (séc. XIX)

**MEDIÇÃO DE PROCESSOS DE COLISÃO ELECTRÓNICA EM FE XVII DE INTERESSE ASTROFÍSICO**

P. Amaro<sup>1</sup>, C. Shah<sup>2</sup>, S. Dobrodey<sup>2</sup>, J. Marques<sup>3</sup>, J. P. Santos<sup>1</sup>,

T. Pfeifer<sup>2</sup>, e J. R. Crespo López-Urrutia<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratório de Instrumentação, Engenharia Biomédica e Física da Radiação (LIBPhys-UNL), Departamento de Física, Faculdade de Ciências e Tecnologia, FCT, Universidade Nova de Lisboa, P-2829-516 Caparica, Portugal

<sup>2</sup> Max-Planck-Institut für Kernphysik, D-69117 Heidelberg, Germany

<sup>3</sup> BioISI - Biosystems & Integrative Sciences Institute, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,

Campo Grande, C8, 1749-016 Lisboa, Portugal

[pdamaro@fct.unl.pt](mailto:pdamaro@fct.unl.pt)

**RESUMO**

A emissão de raios-x de ferro altamente ionizado ( $\text{Fe}^{15+}$  a  $\text{Fe}^{26+}$ ) está presente em todas as observações de fontes astrofísicas que geram plasmas de altas temperaturas (1 MK a 70 MK), nomeadamente estrelas, galáxias activas e discos de acreção. As linhas características medidas em satélites como CHANDRA ou HITOMI [1] são utilizadas como diagnóstico de propriedades dessas fontes como temperatura, densidades electrónica e elemental, assim como opacidades de raios-x. Seções eficazes de colisões são necessárias para esta modelação, que presentemente, consistem maioritariamente em valores teóricos que necessitam de ser validados.

Apresentamos medições de seções eficazes de colisão e emissão de raios-x para uma ampla gama de energia, realizadas em laboratório num plasma gerado por um feixe de electrões ultra-compresso de  $\sim 10^3$  A/cm<sup>2</sup> (EBIT). Processos atómicos como excitação electrónica e recombinação dielectrónica relevantes para formação de linhas características presentes em espectros de fontes astrofísicas, são observados e comparados com previsões teóricas.

A experiência e resultados mais recentes serão apresentados, dando destaque ao seu impacto na análise de espectros de fontes astrofísicas.

**PALAVRAS-CHAVE:** Plasmas, EBIT, iões altamente carregados; Espectroscopia de raios-x em astrofísica;

**REFERÊNCIAS**

[1] G. Brown, et al., Phys Rev Lett, 96, 253201 (2006).

**TOP-DOWN EVALUATION OF MEASUREMENTS BASED ON CALIBRATORS  
SUBJECT TO SAMPLE PREPARATION:  
DETERMINATION OF CONTAMINANTS IN NATURAL WATERS**

**Rocío Mateos,<sup>1</sup> María Paz San Andrés<sup>1</sup>, Ana María Díez-Pascual,<sup>1</sup> Soledad Vera-López<sup>1</sup>,  
Cristina Oliveira<sup>2</sup>, Ricardo Bettencourt da Silva<sup>2</sup>.**

<sup>1</sup>: *Department of Analytical Chemistry, Physical Chemistry and Chemical Engineering, Faculty of Biology, Environmental Sciences and Chemistry, University of Alcalá, Madrid, Spain*

<sup>2</sup>: *Centro de Química Estrutural – Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, Edifício C8, Campo Grande, 1749-016 Lisboa*

[rocio.mateosm@edu.uah.es](mailto:rocio.mateosm@edu.uah.es)

## RESUMO

The analysis of organic contaminants in natural waters is challenging due to the low efficiency of the most frequently used sample preparation techniques and due to matrix effects that can vary with the regional and seasonal variability of the water. The compensation of any loss of analyte from the sample preparation stage can be performed by correcting the measurement result using the recovery observed from the analysis of sample with known levels of analyte (e.g. spiked samples) or by subjecting the calibrators to the same preparation performed on unknown samples. Both approaches are expected to produce similar estimations of the levels of analytes in the samples, however, since the procedures are significantly different, the quality of results can also differ considerably.

The objective of assessment of the levels and evolution of the contamination of environmental water depends on the quality of the measured values quantified by their uncertainty. The evaluation of the measurement uncertainty must take into account all physical and chemical phenomena and processes that affect the quantity of the estimation of the measurement.

This work describes the top-down evaluation of the uncertainty of measurements of four polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in natural waters using graphene (G) /sepiolite (sep) mixtures as sorbents. For the solid phase extraction, the extraction was realized in dispersive mode (dSPE) [1]. The HPAs were analysed by HPLC with fluorescence detection where the chromatograph is calibrated using calibrators produced by diluting a stock solution of the analyte or after further subjecting these solutions to a pre-treatment equivalent to the samples one.

A tutorial for the assessment of the uncertainty of the compared measurement strategies is described, where the analytical range is divided in several intervals of the mass concentration of the analyte. [2]

The magnitudes of the measurement uncertainties are compared with target values and the reliability of the uncertainty estimated is assessed by the compatibility between the estimated and reference values of spiked samples.

**PALAVRAS-CHAVE:** Incerteza; Ensaio químicos; Contaminantes da água

## REFERÊNCIAS

- [2] R. Mateos, S. Vera-López, A.M Díez-Pascual, M. P. San Andrés “Dispersive solid phase extraction/fluorescence analysis of riboflavin using sepiolite as sorbent”. *Applied Clay Science*. 163, 279-290, (2018)
- [3] C. Palma, V. Morgado, R. J. N. Bettencourt da Silva, “Top-down evaluation of matrix effects uncertainty”, *Talanta* 192, 278-287, (2018).

## **ENSAIOS DE APTIDÃO - EM CONSTANTE DESAFIO**

**Cláudia Silva<sup>1</sup>, Ana Duarte<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>: RELACRE, Estrada do Paço do Lumiar - Campus do Lumiar - Edifício D, 1º Andar, 1649 - 038 LISBOA

[claudia.silva@relacre.pt](mailto:claudia.silva@relacre.pt)

### **RESUMO**

No contexto atual, os laboratórios enfrentam novos desafios: produtividade e competitividade. Para além de obterem e/ou consolidarem a acreditação, terão que se adaptar aos desenvolvimentos tecnológicos e normativos e ainda valorizar junto dos seus mercados a sua competência técnica e a garantia da qualidade dos seus serviços.

Assim, os Laboratórios procuram os diversos meios disponíveis para evidenciar perante os clientes a sua competência e a capacidade de manutenção de uma qualidade de nível elevado, sendo a participação em Ensaios de Aptidão (EAp) um dos instrumentos.

A RELACRE, sendo conhecedora da importância desta ferramenta para os laboratórios e empenhada em ir ao encontro das necessidades dos mesmos, decidiu apostar na organização de EAp, tendo iniciado em 2005 mais um desafio, os Ensaios de Aptidão no âmbito da calibração.

Esta etapa foi iniciada pela RELACRE com ensaios na área da eletricidade, dimensional, volume e caudal, passando pela temperatura e humidade, massa, pressão, momento, força, pH e dureza e, mais recentemente, tempo e frequência.

Todos os anos a RELACRE divulga um plano de EAp de calibração e ao longo destes 13 anos, foram realizados 94 ensaios, nas diversas áreas já referidas, e tivemos a participação de 788 laboratórios. Nem sempre, é possível a concretização de todos os ensaios planeados, embora a RELACRE se esforce para dar cumprimento aos mesmos e se preocupe com o constante aperfeiçoamento das suas competências.

Esta prática sistemática de realização de EAp, ao longo destes anos, nas diversas áreas, tem permitido à RELACRE uma aprendizagem constante e uma aproximação à comunidade dos Laboratórios, fatores de motivação para a procura continuada da melhoria da resposta às solicitações dos laboratórios, tendo como um dos objetivos principais o apoio aos seus associados.

A RELACRE vai continuar a investir na organização de Ensaios de Aptidão e a procurar incessantemente novas áreas onde os ensaios sejam de aplicação vantajosa para os laboratórios, contando para isso com o interesse e a participação dos seus associados e da comunidade laboratorial em geral, e ainda concluir um desafio, já iniciado, a acreditação e consequentemente a internacionalização.

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

**PALAVRAS-CHAVE:** Laboratório, Ensaios de aptidão; Calibração.

### **REFERÊNCIAS**

- [1] ISO/IEC 17043:2010 – *Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.*
- [2] NP EN ISO/IEC 17025:2017 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e de Calibração.
- [3] OGC001, 2010-03-30 - Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025, IPAC.
- [4] DRC005, 2012-04-10 - Procedimento para Acreditação de Laboratórios, IPAC.