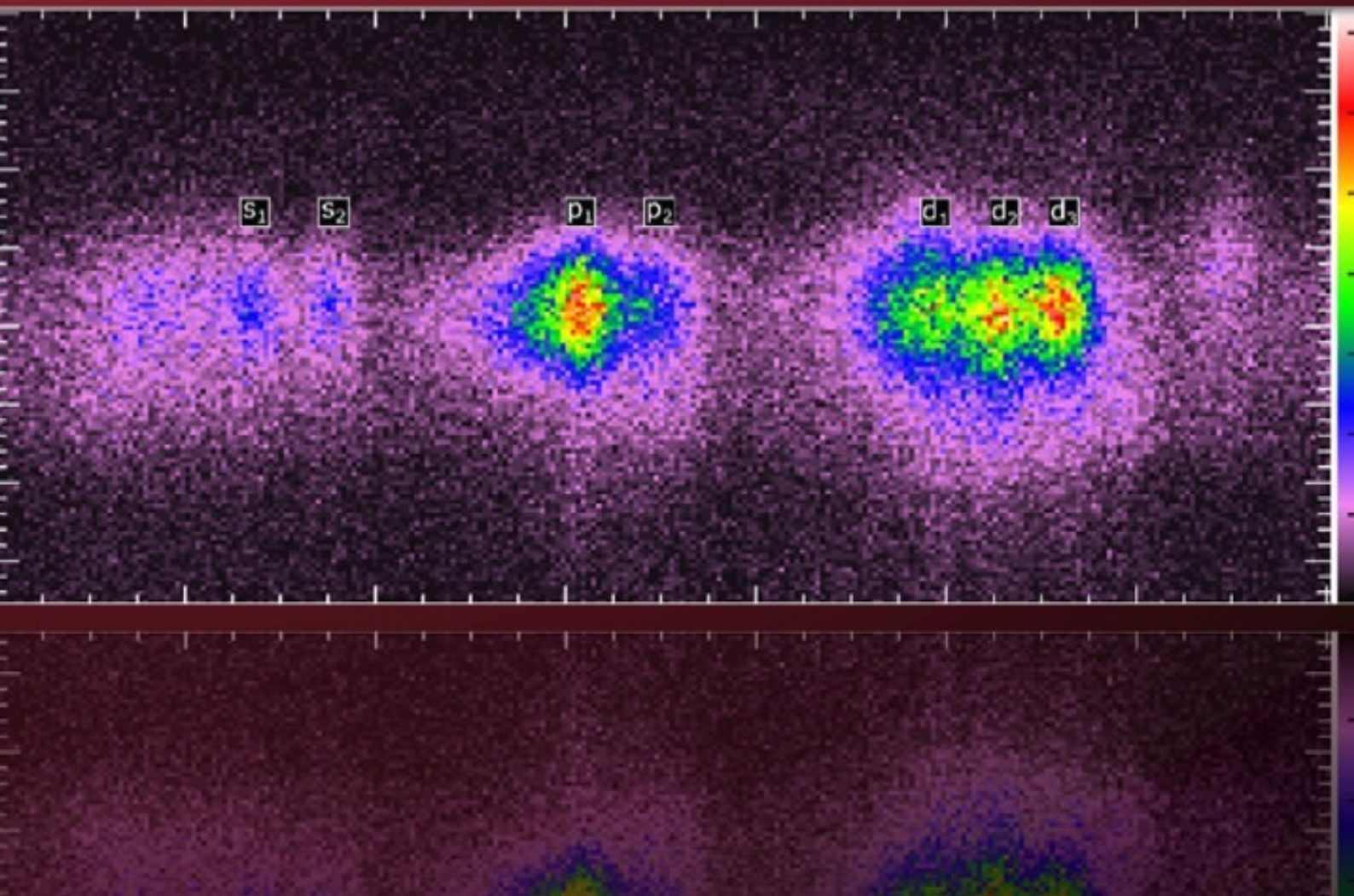
ISSN 2182 - 5424 • Número 16 • Março de 2022

Revista
MEDIÇÕES E ENSAIOS

www.spmet.pt

SPMet

Sociedade Portuguesa de Metrologia



SPMet
Sociedade Portuguesa de Metrologia

Conselho Editorial

Eduarda Filipe
Luís Ribeiro
Isabel Godinho
Olivier Pellegrino

Propriedade e Redação
Sociedade Portuguesa de Metrologia

Contactos
Estrada do Paço do Lumiar
Campus do Lumiar - Edifício D,
1.º andar, 1649-038 Lisboa
Portugal
N.I.F. 506 461 696
geral@spmet.pt
www.spmet.pt

Secretariado:
spmet.contabilidade@sapo.pt
TLM: +351 965 030 950

Periodicidade
Quadrimestral

Distribuição
Eletrónica

ISSN 2182-5424
Os artigos assinados são da responsabilidade dos seus autores.

Índice

EDITORIAL 2

MEDIÇÃO DE PROCESSOS DE COLISÃO ELETRÓNICA EM FE XVII DE INTERESSE ASTROFÍSICO

F. Grilo[1], P. Amaro[1], C. Shah[2,3], J. P. Marques[4,1], J. P. Santos[1], J. R. Crespo López-Urrutia[3]

[1]: Laboratory of Instrumentation, Biomedical Engineering and Radiation Physics (LIBPhys-UNL), Department of Physics, NOVA School of Science and Technology, NOVA University Lisbon, 2829-516 Caparica, Portugal
[2]: NASA Goddard Space Flight Center, 8800 Greenbelt Rd., Greenbelt, MD 20771, USA
[3]: Max-Planck-Institut für Kernphysik, Saupfercheckweg 1, D-69117 Heidelberg, Germany
[4]: Laboratório de Instrumentação e Física Experimental de Partículas (LIP) and Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Portugal 3

MÉTODOS DE CALIBRAÇÃO APLICADOS ÀS MEDIÇÕES DE VOLUME

Elsa Batista

Instituto Português da Qualidade 13

O PESO DA LEI IMPRESSA – APONTAMENTOS SOBRE UMA REFORMA METROLÓGICA DIFUNDIDA PELA "NOBRE ARTE DA IMPRESSÃO"

António Neves

Instituto Português da Qualidade, ... 24

METROLOGIA NO QUOTIDIANO

Luís Ribeiro

Instituto Português da Qualidade.. 38

***CLICKS* METROLÓGICOS**

Luís Ribeiro

Instituto Português da Qualidade 39

A QUÍMICA DAS MEDIÇÕES

Ricardo Bettencourt da Silva

Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa..... 40

NOTÍCIAS 43

EVENTOS 44

MONOGRAFIAS 48

LIVROS 49

Editorial

Caro/a leitor/a,

Votos de um bom e melhor ano!

Retomamos a publicação da Revista "Medições e Ensaios", desejando que esta retoma corresponda a um regresso à normalidade possível nestes tempos conturbados.

Este número publica trabalhos efetuados pela nossa comunidade da Metrologia, secções diversas que incluem notícias e pequenas notas sobre os próximos eventos, publicações de documentos de interesse para a nossa comunidade, a "Metrologia no quotidiano", *Clicks* Metrológicos e ainda "A Química das Medições"

A Comissão Redatora agradece aos autores que nos facultaram os seus trabalhos e ao Conselho Científico da SPMet que desde sempre tem zelado pela qualidade das nossas publicações.

Desejamos uma leitura proveitosa deste número cheio de interesse da Revista "Medições e Ensaios" e que essa leitura suscite outras contribuições para os próximos números da nossa revista.

Eduarda Filipe
Presidente do Conselho Diretivo da SPMet

SPMet
Sociedade Portuguesa de Metrologia

SPMet

ISSN 2182-5424
| n.º 16 | março de 2022

FAÇA-SE SÓCIO

A SPMet tem quatro categorias de associados:

- **ASSOCIADOS HONORÁRIOS** - pessoas singulares ou coletivas às quais, pela sua categoria científica, a SPMet entenda dever conferir este testemunho de consideração.
- **ASSOCIADOS EFETIVOS** - pessoas singulares cuja atividade se processe no domínio da Metrologia ou das Ciências.
- **ASSOCIADOS INSTITUCIONAIS** - as entidades com atividade no domínio do ensino, da investigação, da indústria ou outros de algum modo relacionados com a Metrologia
- **ASSOCIADOS ESTUDANTES** - as pessoas singulares que frequentam o ensino superior e se interessam pelo estudo da Metrologia ou das Ciências afins

O número de associados de qualquer das categorias mencionadas nos números anteriores não será limitado.

Estão disponíveis no seguinte endereço http://www.spmet.pt/inscricao_1024.htm

As respetivas fichas de inscrição que, depois de devidamente preenchidas e enviadas para o secretariado de direção, serão analisadas para validação.

MEDIÇÃO DE PROCESSOS DE COLISÃO ELETRÓNICA EM FE XVII DE INTERESSE ASTROFÍSICO

F. Grilo[1], P. Amaro[1], C. Shah[2,3], J. P. Marques[4,1], J. P. Santos[1], J. R. Crespo López-Urrutia[3]

[1]: Laboratory of Instrumentation, Biomedical Engineering and Radiation Physics (LIBPhys-UNL), Department of Physics, NOVA School of Science and Technology, NOVA University Lisbon, 2829-516 Caparica, Portugal
[2]: NASA Goddard Space Flight Center, 8800 Greenbelt Rd., Greenbelt, MD 20771, USA
[3]: Max-Planck-Institut für Kernphysik, Saupfercheckweg 1, D-69117 Heidelberg, Germany
[4]: Laboratório de Instrumentação e Física Experimental de Partículas (LIP) and Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Portugal
pdamaro@fct.unl.pt

Resumo

A análise de espectros de raios-X de alta resolução obtidos em observatórios espaciais requer uma boa compreensão dos processos físicos, nomeadamente os atómicos, que governam a emissão e dinâmica dos plasmas. O complexo de emissão Fe-L de Fe XVII, formado por riscas 3d→2p e 3s→2p, é frequentemente utilizado na referida análise e como diagnóstico de várias propriedades físicas como temperatura, opacidade e densidade do plasma. Neste trabalho, medimos as secções eficazes dos processos de colisão que levam à formação destas riscas, tanto as não-ressoantes (excitação por colisão), como ressoantes (recombinação dieletrónica). Acresce que os dados experimentais obtidos permitem uma validação dos valores teóricos destes processos atómicos.

Abstract

High resolution x-ray spectra analysis relies on a good understanding of the underlying physical processes, namely the atomic ones, which dictate the emission and plasma dynamics. The Fe-L emission complex of Fe XVII, formed by 3d→2p and 3s→2p lines, is usually used in this kind of analysis to probe several physical properties of the plasma, like its temperature, opacity and density. In this work, we measured the cross sections of the collisional processes that lead to the emission of these lines, both non resonant (collisional excitation), as well as resonant (dielectronic recombination). The experimental data was also used to benchmark the theoretical values of these atomic processes.

Palavras-chave: Astrofísica em laboratório; Física Atómica; Recombinação dieletrónica.

Keywords: Laboratory astrophysics; Atomic physics; Dielectronic recombination.

1. Introdução

A espectroscopia de raios-X de alta resolução é uma das principais ferramentas utilizadas na exploração da física dos corpos celestes e das leis fundamentais da cosmologia. Os espectrómetros a bordo do Chandra, XMM-Newton e Hitomi [1-3], permitem que se realize uma espectroscopia de alta resolução de todos os tipos de fontes cósmicas que emitem raios-X, permitindo o conhecimento de uma ampla gama de processos físicos, desde a fonte de aquecimento na coroa de uma estrela até a formação da estrutura bariónica à escala galáctica.

O estudo destas fontes astrofísicas envolve a análise de espectros por forma a obter parâmetros de diagnóstico de plasma, tais como a densidade, a temperatura, os estados de ionização, a composição química, a dinâmica das turbulências e a fonte de energia subjacente, entre outras grandezas físicas. A referida análise requer um enorme banco de dados de grandezas atómicas, incluindo níveis de energia, probabilidades de transição e seções eficazes de colisão de ionização, excitação ou absorção.

Observações recentes revelaram discrepâncias que podem ser atribuídas a dados atómicos imprecisos ou incompletos, que foram obtidos principalmente por meio de cálculos teóricos. Um exemplo foi demonstrado recentemente pelo satélite Hitomi [4] com o qual se mediu o conteúdo ferro no aglomerado de galáxias Perseus com uma precisão de 1 %, e onde os resultados obtidos com os melhores códigos espectrais disponíveis diferem em 15 % dos

valores medidos. Estas falhas dos modelos devem-se, essencialmente, deficiências nos dados atómicos, as quais são responsáveis por incertezas sistemáticas muito maiores que as devidas à calibração do instrumento ou às incertezas estatísticas nas medições.

Entre as várias regiões importantes do espectro de raios-X, destaca-se a região de 15 Å a 18 Å, a qual é dominada pelo complexo de emissão Fe-L. Este complexo é composto por uma gama de transições radiativas para a camada L de estados ionizados de Fe com as configurações eletrónicas do Mg (Fe^{14+}), do Na (Fe^{15+}) e principalmente do Ne (Fe^{16+}), que são alimentadas por múltiplos canais de excitação, recombinação e ionização (mais detalhes na seção 2.1). A prevalência deste estado de carga de Fe^{16+}, usualmente denominado Fe XVII, deve-se à sua elevada estabilidade por ter uma configuração eletrónica de camada fechada com um limiar de ionização relativamente alto (1260 eV). As riscas observadas mais intensas 3d→2p partem dos estados $[2p_{1/2}^5 3d_{3/2}]_{J=1}$ e $[2p_{3/2}^5 3d_{5/2}]_{J=1}$ para o estado $[2p^6]_{J=0}$ (onde *J* é o momento angular total) e denominam-se de 3C e 3D, respetivamente. Analogamente, as transições 3d→2p partem dos estados $[2p_{1/2}^5 3s_{1/2}]_{J=1}$, $[2p_{3/2}^5 3s_{1/2}]_{J=1}$ e $[2p_{1/2}^5 3s_{1/2}]_{J=2}$, e denominam-se de 3F, 3G e M2. Estas riscas de Fe são muito brilhantes, tornando-as excelentes diagnósticos da temperatura, densidade, abundância química, turbulências do gás e opacidade de raios-X [5]. A utilização destas riscas tem sido, no entanto, dificultada devido às diversas discrepâncias entre as observações laboratoriais e os cálculos teóricos realizados ao longo dos anos. Medições realizadas num laser de raios-X de eletrões livres (do inglês "free-electron laser") [6] e, mais recentemente, em sincrotrão [7], demonstram que o estado da arte da teoria atómica ainda sobrestima o rácio entre as riscas 3C e 3D em 5 desvios padrões. Estas riscas são acompanhadas de riscas menos intensas de recombinação dieletrónica (DR) que, sendo um processo ressoante, podem também ser utilizadas em processos de diagnóstico de plasma.

Com o objetivo de estudar em detalhe os vários processos de colisão eletrão-ião para o Fe XVII que levam à emissão do complexo L-Fe, foram feitas medições de raios-X resultantes da incidência de um feixe de eletrões num plasma constituído por ião e formado num EBIT (do inglês Electro Beam Ion Trap). Concretamente, foram utilizados os conjuntos 3s e 3d, compostos pelas riscas 3F + 3G + M2 e 3C + 3D + 3E [8], respetivamente, dando enfase à estrutura de recombinação dieletrónica destas riscas [9]. Foi ainda medida a dinâmica temporal do espectro de raios-X para estudar a população de estados de carga [9]. Neste artigo, serão fornecidos mais detalhes do processo de ajuste descrito no artigo [9]. Os dados experimentais obtidos neste processo de ajuste são comparados com cálculos atómicos provenientes de vários códigos que implementam diferentes métodos de cálculo de estrutura atómica.

2. Cálculos teóricos e simulações

2.1 Processos atómicos

Os principais processos atómicos que levam à emissão de raios-X estão ilustrados na Figura 1. Aqui consideramos apenas os processos de colisão por eletrões, o que corresponde às condições de plasmas com densidade eletrónica média e alta (≥10^8 cm^{-3}): os plasmas nestas condições constituem a maior parte dos objetos astrofísicos. Assim, evitamos o caso de plasmas fotoionizados, onde elevadas densidades fotónicas levam a que fotões de altas energias sejam os principais responsáveis para a produção do plasma e respetiva emissão de raios-X.

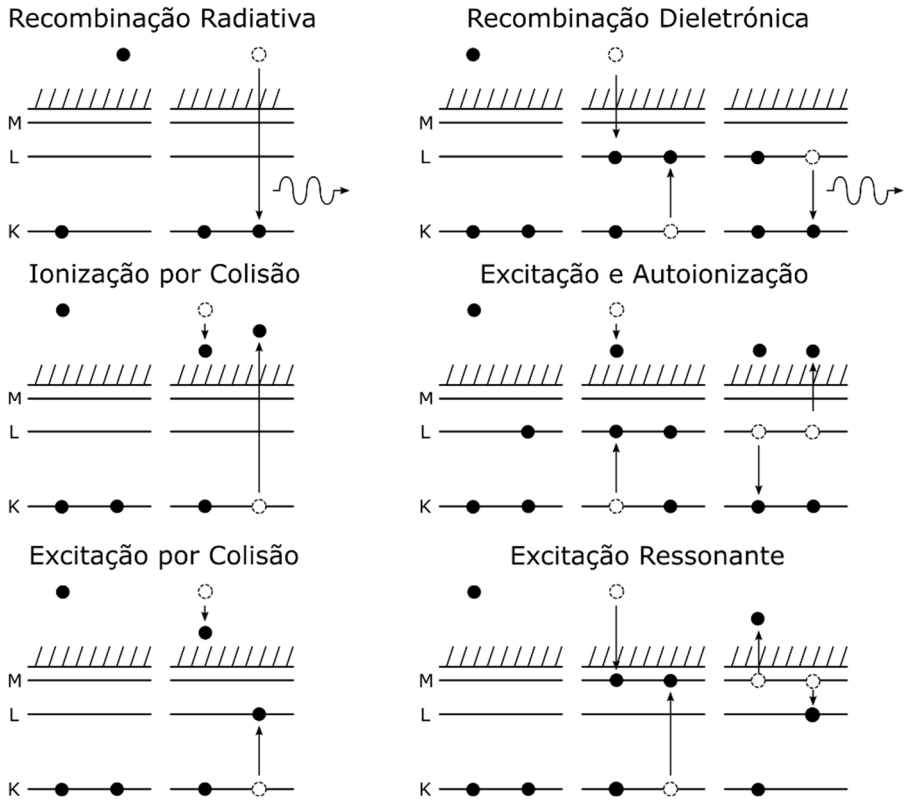


Figura 1 – Esquema simples de processos de colisão eletrónica. Estão representados os processos de recombinação dieletrónica e radiativa, excitação e autoionização e ionização por colisão e excitação ressoante e por colisão.

Estes processos incluem ambos os processos não-ressoantes como excitação por colisão (CE) ou ionização por colisão (CI), e ressoantes, onde o eletrão incidente têm energia igual a uma transição atómica, como a excitação ressoante (RE) ou a recombinação dieletrónica (DR). Para o caso do ião de Fe XVII, a Figura 2 contém um mapa da dependência destes vários processos atómicos com a energia dos eletrões incidentes e a energia dos fotões resultantes. Neste caso concreto, pode-se observar a emissão e respetiva energia das riscas 3C, 3D, 3F, 3G e M2 previamente mencionadas. Estas riscas, maioritariamente resultantes da CE, estão representados pelas linhas horizontais, indicando que as emissões deste processo têm sempre a mesma energia independentemente da energia dos eletrões incidentes. Têm também alguma contribuição do processo de DR representado na Figura 2 pelos vários picos isolados e identificados pela serie LMn. Esta série corresponde a uma captura de um eletrão numa camada n com excitação de um eletrão da camada L (n=2) para a camada M (n=3) e subsequente transição radiativa L-M (n=3→n=2). Contêm também uma contribuição menor de recombinação radiativa representada pelas linhas diagonais.

O mapa elaborado na Figura 2 foi obtido através de cálculos teóricos de seções eficazes de colisão eletrão-ião realizados no programa de cálculo de estrutura atómica *Flexible Atomic Code* (FAC) [10]. Foram também realizados cálculos para as seções eficazes de DR com o programa *Multiconfiguration Dirac Fock General Matrix Element* (MCDFGME) [11]. Os cálculos de FAC foram ainda aprimorados utilizando a opção de teoria de perturbação a vários corpos (MBPT) por forma a obter as previsões finais de energias e forças de ressonância. Os detalhes do cálculo de estrutura atómica podem ser consultados em [8] e [9].

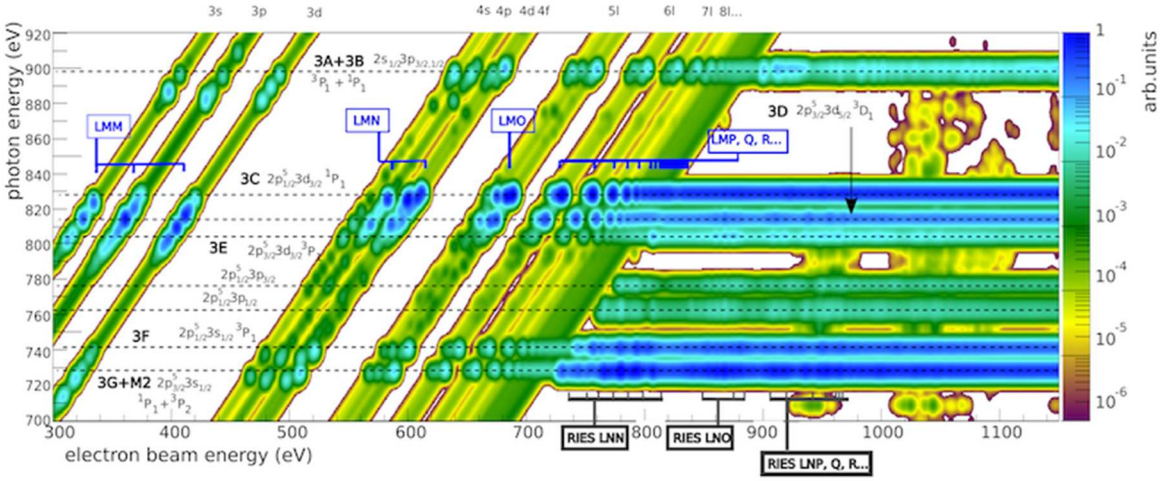


Figura 2 – Cálculo teórico da emissão de raios-X de Fe XVII em função da energia dos fotões emitidos e dos eletrões incidentes.

3. Medições em laboratório

As medições dos processos de colisão eletrónica foram efetuadas em dois sistemas de EBIT distintos: FLASH-EBIT e PolarX-EBIT. Em geral, um EBIT permite gerar e capturar populações de iões altamente carregados para serem estudados durante longos intervalos de tempo (esquema genérico na Figura 3). Desta forma, é possível estudar a emissão de iões em condições similares que se encontram em plasmas de altas temperaturas.

Neste tipo de aparelhos, um feixe de eletrões é comprimido por um campo magnético intenso (no FLASH-EBIT produzido por bobinas supercondutoras, no PolarX-EBIT por magnetos permanentes), tendo geralmente um diâmetro na região central da ordem das dezenas de micrómetros. Na região central é injetada a espécie que se pretende ionizar, sendo esta sucessivamente ionizada por colisão com os eletrões do feixe. A elevada densidade de corrente eletrónica permite, não só aumentar o rendimento do processo de ionização, como também gerar um elevado espaço de carga que aprisiona os iões gerados radialmente. Estes iões são ainda aprisionados ao longo do eixo do feixe através de um pequeno poço de potencial gerado por tubos de deriva cilíndricos. O próprio feixe eletrónico pode ainda ser utilizado como sonda, fazendo variar a sua energia periodicamente e observando os raios-X emitidos pelo sistema.

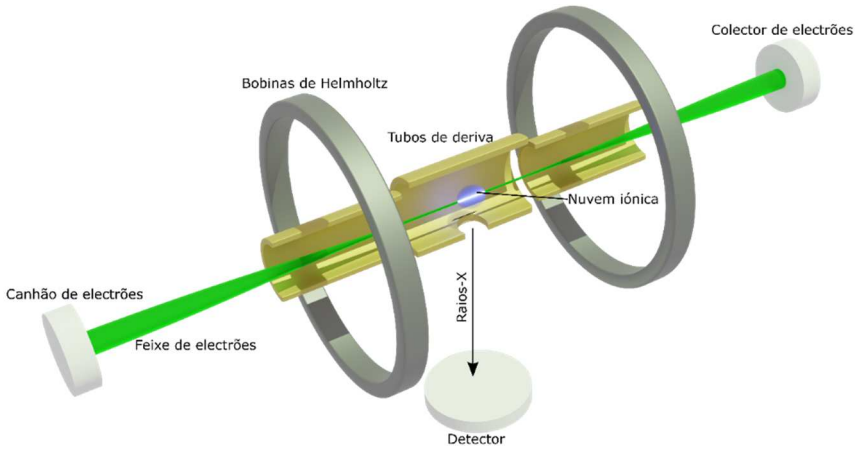


Figura 3 – Representação artística de um EBIT.

No presente trabalho, o elemento Fe foi injetado nos tubos de deriva através de um feixe de pentacarbonilo de ferro. Em ambos os sistemas foram produzidos iões de Fe XVII que foram estudados ao varrer a energia do feixe eletrónico e observando os raios-X resultantes através de um detetor do tipo *Silicon Drift Detector* (SDD) com resolução de cerca de 120 eV a 6 keV de energia de fotão. Isto permitiu obter um espectro de intensidade em função das energias de feixe eletrónico e de fotão de forma semelhante ao espectro representado na Figura 2.

As medições com o FLASH-EBIT foram efetuadas no *Max-Planck-Institut für Kernphysik*, em Heidelberg. Nesta experiência, o ciclo energético do feixe consistiu num varrimento entre 300 eV e 1100 eV, descendente e ascendente, com um período de 80 ms, seguido de um período de 1 s a 1150 eV, de modo a manter uma população de iões maioritariamente constituída por Fe XVII. Foram observados os processos de DR LMn entre 300 eV e 800 eV, seguidos dos processos de CE com transições L-M e L-N, sobrepostos de processos de RE. Adicionalmente, foi possível observar o processo de recombinação radiativa (RR) e, com menos intensidade, a série LNn de DR. Todos estes processos podem ser observados no espectro bidimensional apresentado na Figura 4.

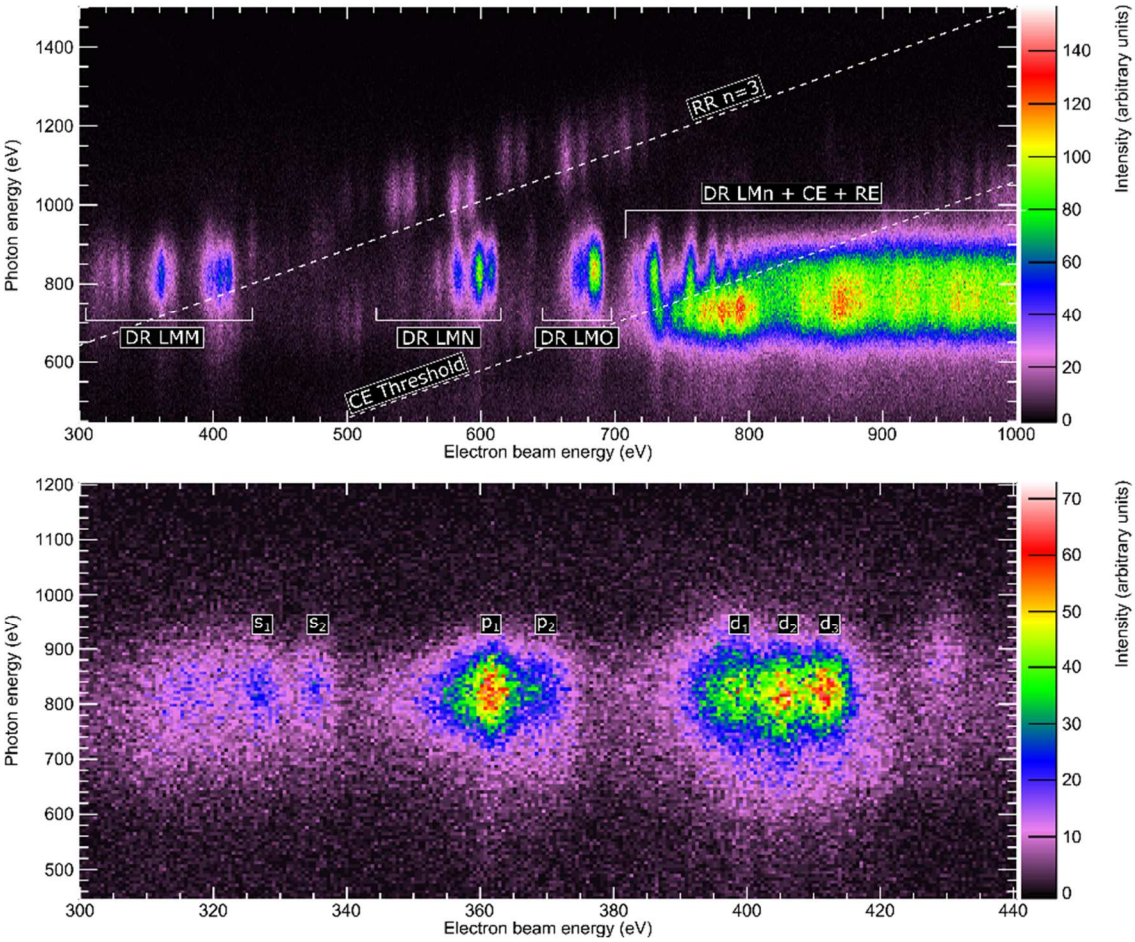


Figura 4 – Medições experimentais da intensidade em função das energias de feixe eletrónico e de fotão adquiridas no FLASH-EBIT. Topo: Medição completa. Fundo: Zoom da região de DR-LMM.

Na Figura 4 encontra-se ainda representada uma ampliação da estrutura de DR LMM. Existem 3 regiões de estruturas destintas entre 300 eV e 340 eV, 340 eV e 380 eV e 380 eV e 420 eV,

apelidadas neste trabalho de s, p e d. Na sua maioria, estas regiões são originadas por DR com os estados finais $1\mathrm{s}^2 2\mathrm{s}^2 2\mathrm{p}^6 3\mathrm{s}$, $1\mathrm{s}^2 2\mathrm{s}^2 2\mathrm{p}^6 3\mathrm{p}$ e $1\mathrm{s}^2 2\mathrm{s}^2 2\mathrm{p}^6 3\mathrm{d}$.

No caso do PolarX-EBIT, as medições foram efetuadas no PETRA III, *Deutsches Elektronen-Synchrotron* (DESY), em Hamburgo. Apesar de terem sido realizadas neste local, o sincrotrão não foi utilizado. Neste caso, o ciclo energético baseou-se numa onda quadrada com período de 4 s, onde a energia superior foi de 1200 eV e a energia inferior foi variando lentamente entre $300\,\mathrm{eV}$ e 500 eV. Este tipo de medições permitiu, não só obter um espectro de intensidade em função das energias do feixe e de fotão, como também do tempo, onde é possível observar indiretamente a dinâmica dos estados de carga para cada energia de feixe. O intervalo de energias foi escolhido para estudar a estrutura LMM de DR em mais detalhe, pelo que é o único processo que se observa em $t = 0$ s. Para tempos superiores, observa-se o decaimento desta estrutura e, consequentemente, o crescimento de estruturas de DR de Fe XVI, XV e XIV.

4. Resultados e análise de dados

Muitos dos resultados e conclusões podem ser seguidos em publicações anteriores [8,9]. Passamos a descrever em detalhe o processo de ajuste utilizado em [9] e a apresentar uma comparação das energias e amplitudes obtidas com os respetivos valores teóricos. Abordaremos também processo de DR LMM.

4.1 Processos atómicos

Dado o elevado número de ressonâncias (mais de 200), foi utilizada como função de ajuste uma combinação linear de funções gaussianas com largura igual à dispersão de energia do feixe eletrónico, onde o número e posições das mesmas são dadas pelos cálculos teóricos feitos com o método MBPT do programa FAC. O processo segue os seguintes passos:

1. Agruparam-se as ressonâncias teóricas de forma a criar um histograma teórico com largura de barra ("bin") igual à largura a meia altura da dispersão de energia de feixe;
2. Para cada *barra*, acrescentou-se à função de ajuste principal uma função gaussiana centrada na posição média das ressonâncias do *bin* correspondente, deixando a amplitude de cada função gaussiana como parâmetro de ajuste;
3. Fez-se o ajuste da função total aos dados experimentais. Este ajuste resultou em oito gaussianas dominantes com pelo menos 70 % de contribuição para a amplitude das respetivas ressonâncias;
4. Nestas funções gaussianas colocou-se a sua posição como parâmetro livre de ajuste, mantendo-se as restantes fixas em posições aleatórias dentro de um intervalo de 4 eV, de forma a obter-se um ajuste estável;
5. De forma a otimizar o ajuste, repetiu-se o processo em mil iterações e escolheu-se como ajuste final aquele que apresentou o χ^2 mínimo;
6. As incertezas do ajuste foram estimadas considerando a diferença entre os resultados com o χ^2_{min} e todos os resultados com χ^2 no interior da banda entre χ^2_{min} e $\chi^2_{min} + 3$. As incertezas estimadas com este procedimento correspondem a uma probabilidade de expansão de 99 %.

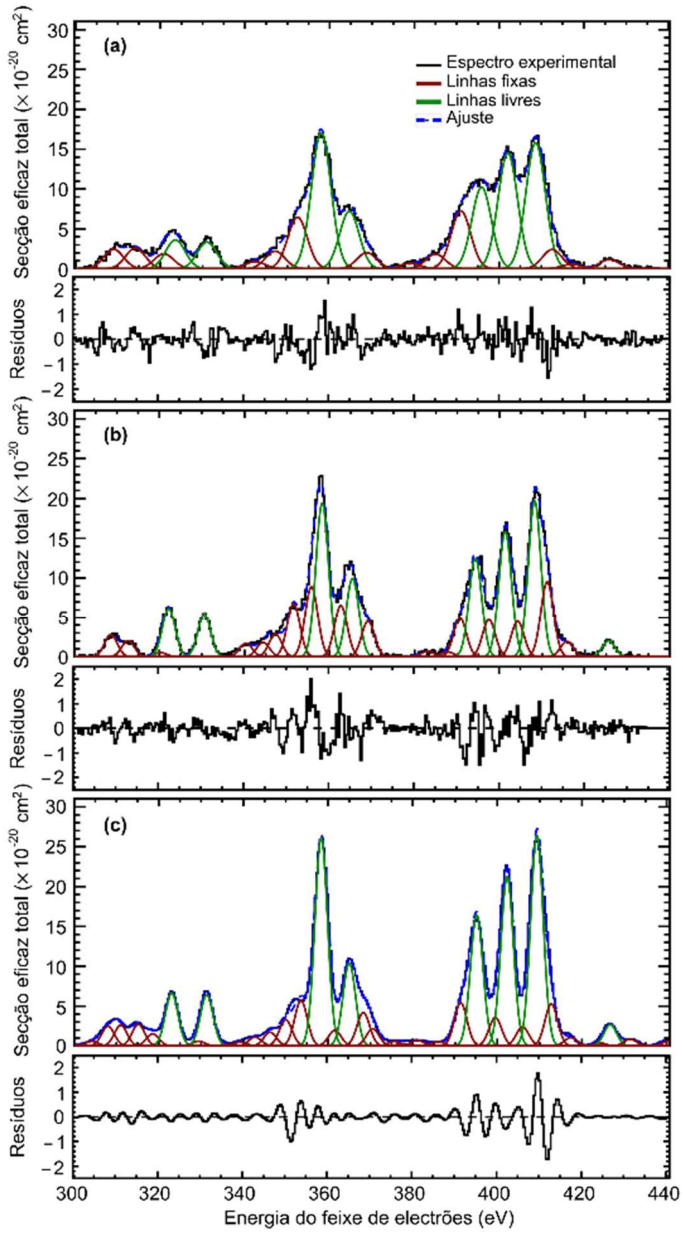


Figura 5 – Ajuste ao espectro experimental de DR-LMM para (a) FLASH-EBIT, (b) Polar-X e (c) espectro de TSR [12].

Os resultados finais do processo de ajuste encontram-se representados graficamente na Figura 5.

4.2 Energias e forças de ressonância de DR experimentais

O processo de ajuste foi utilizado tanto nos espectros experimentais como em espectros sintetizados a partir de dados teóricos. Através deste processo foi possível determinar a posição experimental da função gaussiana que mais contribui para cada estrutura e comparar diretamente a mesma grandeza com a resultante dos cálculos teóricos. Os dados experimentais foram calibrados em energia, individualmente a cada um dos cálculos teóricos, e calculou-se a diferença relativa entre as posições experimentais e teóricas. As posições das riscas livres experimentais e teóricas encontram-se representadas no Quadro 1.

No geral, todos os cálculos teóricos apresentam uma boa correspondência com os resultados experimentais. No caso do FAC, as maiores diferenças encontram-se presentes nas estruturas s_2 e p_2 com uma diferença relativa máxima de $1{,}25\ \%$, enquanto a diferença relativa para os restantes valores é inferior a $1\ \%$. Os cálculos com o programa FAC-MBPT apresentam resultados mais concordantes, com uma diferença relativa máxima de $0{,}25\ \%$ para d_2 e inferior a de $0{,}01\ \%$. para as estruturas s_1, s_2, p_2 e d_1 Os cálculos com o programa MCDF apresentam na maior parte dos casos diferenças relativas entre os valores dados pelo FAC e FAC-MBPT, mas evidencia, no entanto, alguns desvios das posições relacionadas com as estruturas s_1, s_2 e p_2.

Quadro 1 – Energias de ressonância (em eV) da estrutura DR LMM experimentais e teóricas, calculadas com FAC, FAC-MBPT e MCDF.A energia experimental EEXP é dada pelas médias ponderadas das energias ressoantes do FLASH-EBIT, PolarX-EBIT e TSR. Os valores entre parenteses representam a diferença relativa entre os resultados teóricos e os dados experimentais calibrados pelos respetivos dados teóricos.

	E_{FLASH}	E_{PolarX}	E_{TSR}	E_{EXP}	CE_{FAC}	$CE_{FAC\text{-}MBPT}$	CE_{MCDF}
s_1	323,4 ±0,9	322,01 ±0,03	323,16 ±0,04	322,45 ±0,02	325,64 (-0,99 %)	322,24 (-0,07 %)	
s_2	331,2 ±0,3	330,55 ±0,03	331,19 ±0,09	330,63 ±0,03	334,75 (-1,25 %)	330,65 (-0,01 %)	
p_1			358,34 ±0,03	358,34 ±0,02	361,52 (-0,89 %)	357,8 (-0,15 %)	359,6 (-0,35 %)
p_2	364,7 ±0,3	365,25 ±0,02	364,7 ±0,1	365,15 ±0,02	369,18 (-1,1 %)	365,31 (-0,05 %)	364,93 (-0,06 %)
							371,52 (-5,87 %)
d_1	396,3 ±0,4	394,7 ±0,03	394,72 ±0,05	394,71 ±0,02	397,71 (-0,76 %)	394,44 (-0,07 %)	395,95 (-0,32 %)
d_2	402,5 ±0,3	402,16 ±0,02	402,58 ±0,04	402,33 ±0,02	404,87 (-0,63 %)	401,32 (-0,25 %)	402,95 (-0,15 %)
d_3			409,14 ±0,03	409,14 ±0,02	412,37 (-0,79 %)	408,55 (-0,14 %)	410.18 (-0,25 %)

Este processo de análise foi também utilizado para comparar as forças de ressonância dadas pelos vários cálculos teóricos, cujos resultados se encontram apresentados no Quadro 2. Tal como no caso anterior, os obtidos com o programa FAC-MBPT apresentam uma maior concordância com os valores experimentais do que os valores obtidos com o FAC, ficando os valores obtidos com MCDF numa situação intermédia. Todos os cálculos apresentam dificuldades em representar a estrutura p_2 de forma satisfatória. Este é um problema para o qual ainda não foi encontrada uma explicação viável. De forma a fazer uma comparação mais completa, foram ainda incluídos os resultados teóricos de Nilsen [13], que apresentam resultados próximos dos obtidos com o FAC-MBPT. Embora as posições e forças de ressonância das riscas livres do processo de ajuste sejam características convenientes para a comparação dos dados experimentais com os vários resultados teóricos, estas não têm

nenhum significado físico inerente. De forma a providenciar valores mais significativos, foram também tabelados os integrais das regiões entre 300 eV e 340 eV, 340 eV e 380 eV e 380 eV e 420 eV, referidos no Quadro 2 como s, p e d, respetivamente.

Quadro 2 – Forças de ressonâncias experimentais (10^{-20} cm^2 eV) comparadas com os valores obtidos com FAC, FAC-MBPT, MCDF e de Nilsen [13]. Os resultados experimentais apresentados foram calibrados através dos resultados de FAC-MBPT. Os valores entre parenteses representam a diferença relativa entre os resultados teóricos e os dados experimentais calibrados pelos respetivos dados teóricos. Os termos s, p e d referem-se às regiões entre 300 eV e 340 eV, 340 eV e 380 eV, e entre 380 eV e 420 eV, respetivamente.

	S_{FLASH}	S_{PolarX}	S_{TSR}	S_{EXP}	S_{FAC}	$S_{FAC-MBPT}$	S_{MCDF}	S_{Nilsen}
s_1	23 ±5	26 ±4	28 ±6	25 ±3	33,99 (-31 %)	28,72 (-13 %)	8,17 (-71 %)	38,41 (-33 %)
s_2	18 ±4	21 ±4	25 ±5	21 ±2	27,87 (-31 %)	23,28 (-12 %)	26,27 (-10 %)	24,48 (-2 %)
s	80 ±10	65 ±9	100 ±10	80 ±6	104,27 (-30 %)	97,77 (-22 %)	62,66 (-22 %)	106,25 (-32 %)
p_1	87 ±16	82 ±13	98 ±20	87 ±9	96,62 (-8 %)	85,18 (-2 %)	84,4 (-15 %)	100,37 (-1 %)
p_2	34 ±7	41 ±8	35 ±7	37 ±4	29,53 (-21 %)	24,12 (-34 %)	73,94 (-83 %)	21,34 (-47 %)
p	210 ±30	230 ±20	230 ±50	220 ±20	201,18 (-15 %)	198,34 (-11 %)	202.89 (-25 %)	174.3 (-20 %)
d_1	53 ±10	48 ±8	54 ±11	50 ±5	41,67 (-20 %)	47,29 (-7 %)	53,63 (-6 %)	37,69 (-35 %)
d_2	76 ±14	63 ±11	64 ±13	67 ±7	74,29 (-9 %)	68,44 (-3 %)	60,2 (-19 %)	76,32 (-2 %)
d_3			90 ±18	87 ±9	88,76 (-0,3 %)	86,4 (-1 %)	101,96 (-4 %)	102,99 (-4 %)
d	300 ±40	280 ±30	330 ±70	290 ±20	271,76 (-13 %)	283,43 (-4 %)	270,29 (-25 %)	306,67 (-5 %)

5. Conclusões

Neste trabalho efetuou-se uma validação dos processos de colisão de eletrões com iões de Fe XVII que conduzem à emissão de riscas de raios-X que são de grande interesse em astrofísica. Para esse fim, efetuou-se medições de seções eficazes de colisão para uma ampla região de energias de eletrões incidentes, com recurso a dois EBIT. Efetuaram-se também cálculos extensos de seções eficazes de colisão para a gama de processos atómicos relevantes para a produção destas riscas. Descreveu-se o processo de ajuste e apresentou-se os resultados experimentais para o processo de DR LMM. Verificou-se uma boa

correspondência entre os dados experimentais e os valores calculado com o MCDF e o FAC-MBPT, com resultados particularmente positivos neste último método.

6. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio da Fundação para a Ciência e Tecnologia com o projeto No. UID/FIS/04559/2020 (LIBPhys) e dos contratos SFRH/BPD/92329/2013 e UI/BD/151000/2021.

7. Referências

[1] JANSEN F., LUMB D., ALTIERI B., *et al*. "XMM-Newton observatory", Astronomy & Astrophysics, 365(1), L1–L6, (2001);

[2] TAKAHASHI T., KOKUBUN M., MITSUDA K., *et al*. "The ASTRO-H (Hitomi) x-ray astronomy satellite", Space Telescopes and Instrumentation 2016: Ultraviolet to Gamma Ray, 9905, 99050U, (2016);

[3] WEISSKOPF M. "Chandra X-Ray Observatory" John Wiley & Sons, Van Nostrand's Scientific Encyclopedia, (2005), 1-6;

[4] AHARONIAN F., HITOMI Collaboration, AKAMATSU H., *et al*. "Atomic data and spectral modeling constraints from high-resolution X-ray observations of the Perseus cluster with Hitomi*", Publications of the Astronomical Society of Japan, 70(2), (2018);

[5] PAERELS F. B. S., KAHN S. M. "High-Resolution X-Ray Spectroscopy with Chandra and XMM-Newton", Annual Review of Astronomy and Astrophysics, 41(1), 291–342, (2003);

[6] BERNITT S., BROWN G., RUDOLPH V., *et al*. "An unexpectedly low oscillator strength as the origin of the Fe xvii emission problem", Nature, 492(7428), 225–228, (2012);

[7] KÜHN S., SHAH C., LOPEZ-URRUTIA J. R. C., *et al*. "High Resolution Photoexcitation Measurements Exacerbate the Long-Standing Fe XVII Oscillator Strength Problem", Physical Review Letters, 124(22), 225001, (2020);

[8] SHAH C., LOPEZ-URRUTIA J. R. C., GU M. F., *et al*. "Revisiting the Fe xvii Line Emission Problem: Laboratory Measurements of the 3 s –2 p and 3 d –2 p Line-formation Channels", The Astrophysical Journal, 881(2), 100, (2019);

[9] GRILO F., SHAH C., KÜHN S., et al. "Comprehensive Laboratory Measurements Resolving the LMM Dielectronic Recombination Satellite Lines in Ne-like Fe xvii Ions", The Astrophysical Journal, 913(2), 140, (2021);

[10] GU M. F. "The flexible atomic code", Canadian Journal of Physics, 86(5), 675–689, (2008);

[11] DESCLAUX J. P. "A multiconfiguration relativistic Dirac-Fock program", Computer Physics Communications, 35, C-288, (1984);

[12] SCHMIDT E. W., BERNHARDT D., HOFFMANN J., *et al*. "Experimental rate coefficient for dielectronic recombination of neonlike iron forming sodiumlike iron", Journal of Physics: Conference Series, 163, 012028, (2009);

[13] NILSEN J. "Dielectronic satellite spectra for neon-like ions", Atomic Data and Nuclear Data Tables, 41(1), 131–177, (1989).

MÉTODOS DE CALIBRAÇÃO APLICADOS ÀS MEDIÇÕES DE VOLUME

Elsa Batista

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

ebatista@ipq.pt

Resumo

O volume é uma grandeza fundamental 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 estejam calibrados por entidades competentes, através de métodos e padrões adequados. Existem vários métodos para calibração de instrumentos de medição de volume: o método gravimétrico, o método fotométrico, o método volumétrico e o método geométrico. Neste artigo, serão descritos em detalhe cada método, aplicação e incerteza associada.

Abstract

Volume is a fundamental quantity in industry, healthcare and chemical laboratories. In order to obtain reliable results with high accuracy, it is necessary that the volume measuring instruments are calibrated by competent entities, using appropriate methods and standards. There are several methods for calibrating volume measuring instruments: the gravimetric method, the photometric method, the volumetric method and the geometric method. In this paper, each method, application and associated uncertainty will be described in detail.

Palavras-Chave: Volume, Calibração, Incerteza, métodos

Keywords: Volume, Calibration, Uncertainty, methods

1. Introdução

Os instrumentos volumétricos são essenciais para quaisquer laboratórios químicos, clínicos, indústria transformadora e hospitais, que pretendam uma correta medição do volume, podendo ter uma grande influência nos resultados finais de uma medição onde o volume é apenas uma pequena componente.

A calibração de instrumentos volumétricos, visando a quantificação de diferenças, entre o valor nominal e o valor verdadeiro, é do ponto vista tecnológico de grande interesse, porque contribui para a compreensão dos erros sistemáticos do processo analítico de medição onde estes instrumentos são utilizados.

Existem vários tipos de instrumentos de medição de volume, nomeadamente, buretas, pipetas, picnómetros, balões volumétricos, provetas, micropipetas, recipientes graduados, recipientes volumétricos, recipientes rasantes, reservatórios de instalação fixa, entre outros. A calibração de cada um destes instrumentos obedece a procedimentos técnicos e condições específicas que dependem do volume do instrumento e do grau de exatidão pretendido.

O material volumétrico com função de medir (figura 1) é essencial para qualquer laboratório ou indústria que pretenda uma correta medição do volume, podendo por vezes ter uma grande influência no resultado final principalmente se for um ensaio quantitativo e sejam utilizadas muitas etapas de medição de volume.

Figura 1 – Material volumétrico de vidro

Figura 2 – Recipiente graduado utilizados na verificação metrológica de contadores de água

A verificação metrológica de alguns instrumentos tais como contadores de água e gás também está diretamente relacionada com o volume. Os contadores de água e gás são calibrados/verificados utilizando recipientes volumétricos (figura 2) previamente calibrados.

A verificação metrológica dos sistemas de medição distribuidores de combustíveis (SMDC), vulgarmente conhecidas como bombas de gasolina é efetuada utilizando recipientes graduados (figura 3) previamente calibrados.

Figura 3 – Recipientes graduados utilizados na verificação metrológica dos sistemas de medição distribuidores de combustíveis

A verificação de contadores de líquidos que não água e reservatórios de armazenamento de combustíveis (figura 4) é efetuada utilizando recipientes graduados previamente calibrados ou através do método geométrico dependendo da capacidade do reservatório.

Figura 4 – Reservatório de instalação fixa vertical

2. Método gravimétrico

A gravimetria é um método primário que permite a determinação da massa de água escoada (figura 5) 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].

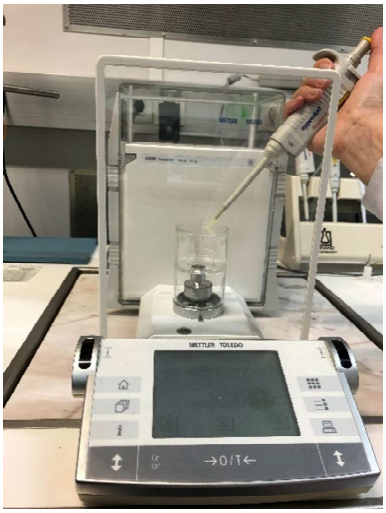


Figura 5 – Calibração de uma micropipeta pelo método gravimétrico

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 a 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 o caudal determinados à temperatura de ensaio para 20 °C, que é a temperatura de referência.

Para determinar qual o volume correspondente à massa escoada ou contida dos instrumentos de medição, utiliza-se a fórmula seguinte descrita na ISO 4787 [1]:

$$V_{20} = (I_{\mathrm{L}} - I_{\mathrm{E}}) \times \frac{1}{\rho_{\mathrm{W}} - \rho_{\mathrm{A}}} \times \left(1 - \frac{\rho_{\mathrm{A}}}{\rho_{\mathrm{B}}}\right) \times [1 - \gamma(t - 20)] \qquad (1)$$

Onde:

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);

ρ_{W} - massa volúmica da água à temperatura de calibração *t*, em g/mL (obtida através da fórmula de Tanaka [3]);

ρ_{A} - massa volúmica do ar, em g/mL (obtida através da fórmula simplificada do CIPM [4]);

ρ_{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);

γ - coeficiente de expansão térmica cúbico do material de que é feito o instrumento calibrado, em °C^{-1};

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

Para a determinação de incerteza foi utilizada a metodologia descrita no GUM [6] sendo que o modelo matemático corresponde à equação 1. Os componentes de incerteza e a sua correspondente avaliação encontram-se descritos no quadro 1 [7].

Quadro 1 – Componentes de incerteza na calibração gravimétrica

Componente de incerteza	Incerteza-padrão	Avaliação tipo	Distribuição
Massa			
↳ *Drift*	$u(m)$	B	Retangular
↳ Incerteza da balança		B	Normal
↳ Resolução		B	Retangular
Massa volúmica da água			
↳ Formula	$u(\rho_W)$	B	Retangular
↳ Temperatura		B	Retangular
↳ Pureza		B	Retangular
Massa volúmica do ar			
↳ Formula	$u(\rho_A)$	B	Retangular
↳ Temperatura		B	Normal
↳ Humidade		B	Normal
↳ Pressão atmosférica		B	Normal
Massa volúmica das massas	$u(\rho_B)$	B	Retangular
Temperatura da água e do instrumento			
↳ Incerteza do termómetro	$u(t)$	B	Normal
↳ "Drift"		B	Retangular
↳ Variação entre a temperatura da água e do ar		B	Retangular
↳ Resolução do termómetro		B	Retangular
↳ Variação da temperatura da água no instrumento de medição		B	Retangular
Coeficiente de expansão térmica cúbico	$u(\gamma)$	B	Retangular
Efeito do operador		B	Retangular
↳ Menisco	$u(\delta V_{op})$	B	Retangular
↳ Manuseamento		B	Retangular
Evaporação	$u\ (\delta V_{evap})$	B	Retangular

Repetibilidade	$u\,(\delta V_{rep})$	A	Normal

A incerteza combinada foi determinada de acordo com:

$$u(V_{20}) = \left[\left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m}\right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w}\right)^2 u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_A}\right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_B}\right)^2 u^2(\rho_B) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \gamma}\right)^2 u^2(\gamma) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t}\right)^2 u^2(t) + u^2(\delta V_{op}) + u^2(\delta V_{evap}) + u^2(\delta V_{rep})\right]^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza combinada pelo factor de expansão *k* determinado para uma probabilidade de expansão de 95 % (*k* = 2), Eq. (3).

$$U = k \times u(V_{20}) \quad (3)$$

Este método é utilizado para todo o tipo de instrumentos volumétricos num intervalo de medição de 1 µL a 1500 L. O valor da incerteza expandida obtido pelo método gravimétrico é de 0,01 %.

3. Método fotométrico

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

No método fotométrico, são utilizadas duas soluções colorimétricas e um fotómetro de alta resolução (figura 6) para determinar o volume escoado de uma micropipeta.

Figura 6 – Espectrofotómetro e soluções colorimétricas

Os princípios básicos do modelo matemático deste método consistem na conservação da massa, a conservação de volume e a lei de Lambert-Beer. Cada solução possui um pico de absorbância espectral com um comprimento de onda específico. O procedimento consiste em

adicionar um volume desconhecido de solução vermelha num recipiente que contem uma solução azul, de volume e concentração conhecidos. Depois de misturadas as soluções, o volume pode ser determinado pela variação da absorbância espectral da mistura, utilizando a fórmula seguinte [8], [9]:

$$V_S = V_B \left(\frac{\frac{A_S}{A_B}}{K - \frac{A_S}{A_B}} \right) \quad (4)$$

A_S/A_B - razão das absorbâncias espectrais medidas no fotómetro;

K - fator de calibração das soluções coloridas;

V_B - volume da solução azul;

Vs - volume escoado da micropipeta.

Para a determinação de incerteza foi utilizada a metodologia descrita no GUM [6]. Os componentes de incerteza e a sua correspondente avaliação encontram-se descritos no quadro 2 [9].

Quadro 2 – Componentes de incerteza na calibração fotométrica

Componente de Incerteza	Incerteza-padrão	Avaliação tipo	Distribuição
Soluções padrão	$u(S_p)$	B	Retangular
Instrumento	u(PCS)	B	Retangular
Repetibilidade	$u\,(\delta V_{rep})$	A	Normal

A incerteza combinada foi determinada de acordo com:

$$u(V) = \left[u^2(S_P) + u^2(\mathrm{PCS}) + u^2\left(\delta V_{\mathrm{rep}}\right)\right]^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza combinada pelo fator de expansão k determinado para uma probabilidade de expansão de 95 % (k = 2), Eq. (3).

Este método é utilizado para a calibração de micropipetas num intervalo de medição de 1 µL a 1000 µL. Os valores da incerteza expandida obtidos pelo método fotométrico são de 0,4 % a 2,7 %.

4. Método volumétrico

O método volumétrico consiste no transvasamento de uma determinada quantidade de água de um padrão volumétrico calibrado, para dentro de um recipiente com escala amovível (figura 7), sendo o método mais utilizado para a calibração de recipientes graduados de capacidade até 10 000 L [10].

Figura 7– Calibração de um recipiente graduado por volumetria

O modelo matemático que suporta a determinação do volume de água de um recipiente graduado, à temperatura de referência de 20 °C, é o seguinte [8]:

$$V_{20} = V_0[1 - \gamma_P(t_0 - t_\mathrm{P}) + \beta_\mathrm{L}(t_\mathrm{R} - t_\mathrm{P}) + \gamma_\mathrm{R}(t_{0\mathrm{R}} - t_\mathrm{R})] + \partial V_{\mathrm{menP}} + \partial V_{\mathrm{menR}} + \partial V_{\mathrm{rep}} + \partial V_{\mathrm{evap}} \quad (6)$$

Onde:
V_{20} – volume, à temperatura de 20 °C, em L;

V_0 – volume obtido através do padrão volumétrico, à temperatura de referência, em L;

γ_P – coeficiente de expansão cúbica do material do padrão, em °C^{-1};

t_0 – temperatura de referência do padrão, igual a 20 °C;

t_P – temperatura da água no padrão, em °C;

β_L – coeficiente de expansão térmica da água, em °C^{-1}

t_R – temperatura da água no recipiente, em °C;

γ_R – coeficiente de expansão cúbica do material do recipiente, em °C^{-1};

t_{0R} – temperatura de referência do recipiente, igual a 20 °C;

δV_{menP} - volume do menisco do padrão, em mL;

δV_{menR} - volume do menisco do recipiente, em mL;

δV_{rep} - repetibilidade do volume, em mL;

δV_{evap} - volume da evaporação, em mL.

Para a determinação de incerteza foi utilizada a metodologia descrita no GUM [6] sendo que o modelo matemático corresponde à Eq. 7. Os componentes de incerteza e a sua correspondente avaliação encontram-se descritos no quadro 3.

Quadro 3 – Componentes de incerteza na calibração volumétrica

Componente de Incerteza	Incerteza padrão	Avaliação Tipo	Distribuição
Padrão volumétrico	$u(V_0)$	B	Normal
Coeficiente de expansão térmica cúbico do material do padrão	$u(\gamma_P)$	B	Retangular
Temperatura da água no Padrão	$u(t_P)$		
↳ -Repetibilidade		A	Normal
↳ -Incerteza do termómetro		B	Normal
↳ -*Drift*		B	Retangular
↳ -Gradiente de temperatura		B	Retangular
Coeficiente de expansão térmica da água	$u(\beta_L)$	B	Retangular
↳ Temperatura da água no recipiente	$u(t_R)$		
↳ Repetibilidade		A	Normal
↳ Incerteza do termómetro		B	Normal
↳ *Drift*		B	Retangular
↳ Gradiente de temperatura		B	Retangular
Coeficiente de expansão térmica cúbico do material do recipiente	$u(\gamma_R)$	B	Retangular
Menisco do padrão, caso seja aplicável	$u\,(\delta V_{menP})$	B	Retangular
Menisco do recipiente a calibrar	$u\,(\delta V_{menR})$	B	Retangular
Repetibilidade do ensaio	$u\,(\delta V_{rep})$	A	Normal
Perdas de água por evaporação ou gotas perdidas	$u\,(\delta V_{evap})$	B	Retangular
Quantidade de água adicionada ou removida	$u\,(\delta V_{add})$	B	Normal

A incerteza combinada foi determinada de acordo com:

$$u(V_{20}) = \left[\left(\frac{\partial v}{\partial V_0}\right)^2 \times \left(u(V_0)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial t_R}\right)^2 \times \left(u(t_R)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial t_P}\right)^2 \times \left(u(t_P)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial \gamma_R}\right)^2 \times \left(u(\gamma_R)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial \gamma_P}\right)^2 \times \left(u(\gamma_P)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial \beta_L}\right)^2 \times \left(u(\beta_L)\right)^2 + u^2(\delta V_{menR}) + u^2(\delta V_{menP}) + u^2(\delta V_{evap}) + u^2(\delta V_{rep}) + u^2(\delta V_{add})\right]^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza combinada pelo fator de expansão *k* determinado para uma probabilidade de expansão de 95 % (*k* = 2), Eq. (3).

Este método é utilizado na calibração de recipientes graduados num intervalo de medição de 1 L a 10000 L. O valor da incerteza expandida obtido pelo método volumétrico é de 0,02 %.

5. Método geométrico

O método geométrico consiste na determinação do volume de um reservatório, horizontal, vertical ou esférico, normalmente de instalação fixa, através de medição das suas dimensões

externas e internas, sendo o método mais utilizado para a calibração de instrumentos volumétricos de capacidade superior a 10 000 L.

Existem vários procedimentos que podem ser utilizados para a medição das dimensões do reservatório, nomeadamente a utilização de uma fita métrica [11], a utilização de um teodolito [12], ou a utilização de um contador para enchimento do reservatório [13]. O procedimento é escolhido dependendo da localização, tipo de reservatório e condições ambientais de ensaio.

Como exemplo deste método indica-se o modelo matemático utilizado na determinação do volume de água contido num reservatório vertical pelo procedimento da fita métrica, à temperatura de ensaio [11]:

$$V = V_{\mathrm{b}} + [A_{1\mathrm{c}} \times (h_1 - \Delta h)] + (A_{2\mathrm{c}} \times h_2) + \cdots + [A_{n\mathrm{c}} \times (L + \Delta h - h_1 - h_2 \ldots . - h_n)] \quad (8)$$

Onde:

h_1, $A_{1\mathrm{c}}$, h_2, $A_{2\mathrm{c}}$, …. - alturas e áreas de seção das virolas, medidos no interior do tanque, em m;
L - nível acima da placa de imersão para o qual o volume é calculado, em m;
Δh - diferença entre o ponto de referência de imersão e o ponto de referência da calibração, em m;
V_{b} - volume do fundo, em m^3.

Para a determinação de incerteza foi utilizada a metodologia descrita no GUM [6] sendo que o modelo matemático corresponde à Eq. 8. Os componentes de incerteza e a sua correspondente avaliação encontram-se descritos no quadro 4.

Quadro 4 – Componentes de incerteza na calibração geométrica

Componente de Incerteza	Incerteza padrão	Avaliação Tipo	Distribuição
Incerteza na medição do corpo cilíndrico (volume do corpo)	$u(V_{\mathrm{r}})$	B	Retangular
Incerteza na medição do fundo (volume de fundo)	$u(V_{\mathrm{b}})$	B	Retangular
Incerteza do volume do teto flutuante	$u(V_{\mathrm{dis}})$	B	Retangular
Incerteza da forma do tanque	$u(V_{\mathrm{sh}})$	B	Retangular
Incertezas adicionais	$u(V_{\mathrm{ad}})$		
↳ Incerteza da deformação provocada pela inclinação do recipiente		B	Retangular
↳ Incertezas de outras deformações		B	Retangular
↳ Aproximações numéricas		B	Retangular
↳ Gradiente de temperatura		B	Retangular
↳ Repetibilidade	$u(\delta V_{\mathrm{rep}})$	A	Normal

A incerteza combinada foi determinada de acordo com:

$$u(V) = \left[u^2(V_{\mathrm{r}}) + u^2(V_{\mathrm{b}}) + u^2(V_{\mathrm{dis}}) + u^2(V_{\mathrm{sh}}) + u^2(\delta V_{\mathrm{ad}}) + u^2\left(\delta V_{\mathrm{rep}}\right)\right]^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

A incerteza expandida é obtida multiplicando a incerteza combinada pelo fator de expansão *k* determinado para uma probabilidade de expansão de 95 % ($k = 2$), Eq. (3).
Este método é utilizado para a calibração de reservatórios num intervalo de medição de 10 000 L a 100 000 L. O valor da incerteza expandida obtido pelo método geométrico é de 0,1 %.

6. Conclusão

Os instrumentos volumétricos com função de medir (ex. recipientes, micropipetas, balões volumétricos, etc.) são fundamentais para laboratórios químicos, analíticos e indústria, um pouco por todo o mundo.

Existem vários métodos para determinação do volume escoado ou contido de um instrumento volumétrico. A escolha do método adequado depende do tipo de instrumento de medição, da exatidão pretendida e das condições de calibração disponíveis. O método com melhor exatidão utilizado para a calibração de instrumentos volumétricos é o método gravimétrico, mas existem limitação de uso, nomeadamente devido ao tamanho dos instrumentos de medição a calibrar, pelo que devem ser utilizados outros métodos alternativos, nomeadamente o método volumétrico ou o método geométrico que permitem a medição de grandes volumes com a exatidão necessária.

As condições inéditas vividas pelas instituições de saúde pública devido à crise pandêmica da COVID-19 obrigaram os laboratórios clínicos a realizar, diariamente, uma vasta quantidade de testes diagnósticos, utilizando micropipetas para a manipulação das amostras. Neste cenário a exatidão e estado de manutenção das micropipetas são críticos para uma avaliação adequada do resultado do teste, este é apenas um exemplo da importância de instrumentos volumétricos para a sociedade.

7. 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] PICARD A., DAVIS, R.S. GLASER M. and FUJII, K “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

[6] GUM - JCGM 100, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1st ed., 2008

[7] EURAMET guide cg 19 - Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration, 2019

[8] RODRIGUES, R. Bias and transferability in standards methods of pipette calibration, Artel, June 2003

[9] BATISTA, E., GODINHO, I. RODRIGUES, G., Validation of the photometric method used for micropipette calibration, Measure, vol 13, n.º 1 2021

[10] EURAMET guide cg 21 - Guidelines on the Calibration of Standard Capacity Measures using the Volumetric Method, 2020

[11] ISO 7507-1 (2006) – Petroleum and liquid petroleum products – calibration of vertical cylindrical tanks – part 1: strapping method

[12] ISO 7507-3 (2006) – Petroleum and liquid petroleum products – calibration of vertical cylindrical tanks – part 3: Optical - triangulation method

[13] ISO 4269 (2001) – Petroleum and liquid petroleum products – Tank calibration by liquid measurement

O PESO DA LEI IMPRESSA – APONTAMENTOS SOBRE UMA REFORMA METROLÓGICA DIFUNDIDA PELA "NOBRE ARTE DA IMPRESSÃO"

António Neves

Instituto Português da Qualidade, Rua António Gião, 2, 2829-513 Caparica
aneves@ipq.pt

Resumo

Até final do séc. XV, as leis sobre metrologia ou qualquer outro assunto eram registadas na Corte e divulgadas através de cópias (traslados) registadas localmente e apregoadas periodicamente.

A reforma metrológica pensada por D. João II e levada a cabo por D. Manuel I é contemporânea do início da utilização da imprensa em Portugal. Esta nova "arte", que permitia criar inúmeros exemplares dos mesmos documentos e distribuí-los por todo o país, foi utilizada por D. Manuel I e seus sucessores. A primeira compilação legislativa inclui legislação sobre metrologia, que continua a estar presente nas posteriores Ordenações do Reino, o que contribuiu para a sua rápida divulgação.

Abstract

Until the end of the 15th century, legislation on metrology or any other matter was registered at the Court and disseminated through copies, registered locally and proclaimed periodically.

The metrological reform conceived by King João II and carried out by King Manuel I is contemporary with the beginning of the use of the press in Portugal. This new "art", which made it possible to create numerous copies of the same documents and distribute them throughout the country, was used by King Manuel I and his successors. The first legislative compilation includes legislation on metrology. This subject continues to be present in later Kingdom Ordinances, which contributed to its rapid dissemination.

Palavras-Chave: Metrologia; Imprensa; Legislação; D. Manuel I; História da Metrologia.

Keywords: Metrology; Press; Legislation; King Manuel I; History of Metrology.

1. Introdução

Quando D. Manuel I foi aclamado rei, em 1495, Portugal era um país em profunda mudança, que enfrentava agora novos desafios, decorrentes de mudanças políticas, sociais e económicas que encontravam paralelo noutras partes da Europa.

Este "novo" país começou a ser construído no reinado do "Príncipe Perfeito". D. João II iniciara diversas reformas, assentes numa visão centralizadora do poder, que ele preconizava. Mandara recolher os forais, para os atualizar e, no que respeita ao âmbito da metrologia, iniciara também diligências no sentido de uniformizar os pesos e medidas, os quais variavam de terra para terra, apesar de diversas tentativas de uniformização relativamente ineficazes de alguns monarcas anteriores (nomeadamente D. Pedro I).

Nas cortes que tiveram início em Elvas em 1481 e acabaram no ano seguinte em Viana, o rei determinara, a pedido dos povos, que todas as medidas fossem da mesma capacidade. Pouco depois, em 1487, D. João II constatou que "ha causa primçipall donde o desvaryo dos ditos pesos veeo foy aveer hy duas maneiras d'onças, s. omça do marco de Colonha, que foy ordenado pera se pesar per elle ouro e prata, e omça de marco de marçaria" [1]. Assim, nesse mesmo ano, o rei pediu à câmara de Lisboa e aos procuradores dos mesteres que se pronunciassem sobre a ideia de passar a usar, para todos os produtos, marcos de um único tipo ("*do marco de colonha ou do marco de marcaria*") e um sistema de pesos com a seguinte estrutura:

- onça = 6 grãos;

- marco = 8 onças;
- arrátel = 2 marcos = 16 onças;
- arroba = 32 arráteis;
- quintal = 4 arrobas.

Em 1488, D. João II determinou que se deixasse de usar o marco de Tria (de Troyes), passando a usar o de Colónia, e nas Cortes de 1490, na sequência do pedido de alguns concelhos, aceitou que parte do país utilizasse as medidas do Porto e não as de Santarém. Contudo, apesar da atenção dedicada a esta questão, D. João II faleceu em 1495 sem ter aplicado a reforma do sistema de pesos baseado no arrátel de 16 onças que tinha proposto.

2. A legislação em finais do séc. XV

As leis continuavam a ser divulgadas de forma tradicional: registo central e disseminação de cópias (traslados), registadas localmente e apregoadas periodicamente [2].

As questões relativas aos pesos e medidas, e sua aferição, eram também objeto de regulamentação local, nomeadamente em posturas municipais. Os forais também mencionavam as medidas, relevantes para o cálculo das quantidades de produtos (cereais, vinho) a pagar de imposto.

Quando D. Manuel I chegou ao trono, estavam em vigor as Ordenações do tempo de Afonso V, que vieram a ser conhecidas por Ordenações Afonsinas. Estas Ordenações determinavam, no Livro I, Título 5, do *Corregedor da Corte*, que este oficial, que acompanhava o rei nas suas deslocações pelo país, deveria levar consigo os pesos e medidas "que ordenadas som", com o objetivo de aferir as que se utilizavam localmente. Se os pesos e medidas não tivessem a marca do concelho, mesmo que corretos e concordantes com o padrão municipal, pagar-se-ia uma multa; se além de não terem marca, estivessem em desacordo com os padrões, além da multa, poderiam aplicar-se castigos corporais [3].[1]

É interessante notar que, se nas Ordenações Afonsinas, a responsabilidade de transportar os padrões nacionais e por eles aferir os pesos era do *Corregedor da Corte*, a partir de determinado momento, essa competência passou a ser exercida pelo *Almotacé-Mor*, como vemos pelas reclamações e pela posterior ação deste Oficial.

Assim, ainda no reinado de D. João II (1484-5), encontramos o *Regimento de Pesos e Medidas* do Almotacé-Mor, Rui de Sousa, com uma estrutura semelhante à que virá a ser incluída na legislação posterior, nomeadamente nas Ordenações Manuelinas. Como habitualmente, este documento é mandado copiar a nível local e lido periodicamente.[2]

[1] Apesar da Ordenação permitir antever uma gradual harmonização das medidas, como resultado da aferição com os pesos e medidas a cargo do Corregedor, tal se não verificou, em virtude de reclamações dos povos a que o monarca entendeu dar provimento. Assim, nas cortes de Lisboa de 1455, os Procuradores das Cidades e Vilas da Comarca da Beira protestaram, porque anteriormente tinham medidas "grandes e boas" [4] e o Almotacé Mor as tinha mandado destruir e substituir por outras mais pequenas, aferidas pelos padrões que trazia. O rei determinou então que cada povoação deveria seguir um determinado padrão, referindo explicitamente os de Santarém, Porto, Guimarães, Ponte de Lima ou Lisboa [5]. Segundo Magalhães Basto, alguns locais recusaram obedecer, "porque, em 1462 o Almotacé-Mor, Pero Lourenço de Almeida, mandou que esses e outros lugares e vilas por êle expressamente citados adoptassem os padrões da cidade do Pôrto" [6].

[2] "E mando ao escrj/uam da camara que ora he E aos que ao diante forem / que treladem todo este rregimento em o liuro da camara ou liuros/sse em cada huum ano ou por tempo majs liuros sse fezerem/E que em começo de cada huum ano quando entrarem os ho/ffiçiaaes o dito escrjuam lhe mostre E leea logo o dito /Regimento para o mandarem compryr E nom alegarem jno/rançia que nom sabyam dello parte (…)" [7].

Foi por uma destas transcrições, existente na Câmara do Porto, que se conheceu a provisão de 14 de outubro de 1488, pela qual D. João II "mandou igualar todos os pesos pelo marco de Colonia, «cessando o uso do outro marco por onde se pesava o oiro e a prata»", segundo diz Gama Barros [8]. É hoje claro que esse outro marco era o marco de Troys, habitualmente designado em Portugal como "marco de Tria".[3]

3. A imprensa

A criação da imprensa, baseada na utilização de prensa móvel, é normalmente atribuída a Gutenberg, que, em meados do séc. XV imprimiu a famosa ***Bíblia de Gutenberg***. Embora tal crédito não deva ser-lhe totalmente atribuído,[4] o seu sucesso foi decisivo para a rápida e crescente divulgação da imprensa na Europa.

Em Portugal, a primeiro livro terá sido impresso em 1487, saído do prelo de Samuel Gacon, editor judeu fugido de Espanha, que montou tipografia em Faro: trata-se de *o Pentateuco*, escrito com caracteres hebraicos.

Em finais do séc. XV, produziram-se cerca de três dezenas de incunábulos, provenientes de tipografias espalhadas pelo país, do norte ao sul, criadas por "artistas" estrangeiros [9], mas toda a legislação continuava a ser manuscrita e divulgada de forma tradicional.

4. As primeiras leis impressas em Portugal

Quando D. Manuel I chegou ao trono, em 1495, deparou-se com uma reforma em andamento, ou, pelo menos, planeada, e com a possibilidade de difundir por todo o país, de uma forma nunca usada pelos seus antecessores, qualquer medida legislativa.

A questão dos pesos e medidas tinha sido objeto da atenção de D. João II, mas o assunto estava ainda pendente, pois o rei acabou por falecer sem uniformizar todas as medidas. D. Manuel I deu imediata continuidade à reforma iniciada pelo seu antecessor: "Em 10 de Março de 1497 foram expedidas aos principais concelhos do reino cartas régias a convocar os seus representantes para em Lisboa informarem acerca dos pesos que eram usados, visto constar existirem pesos de muitas qualidades" [10]. [5]

No mesmo ano, em 22 de novembro, determinou que os concelhos que ainda não tinham enviado os seus forais à Corte, o fizessem, reforçando o pedido original de D. João II.

Sabemos que, no virar do século, as primeiras decisões relativas aos pesos estavam tomadas, porque, em 1499, o rei mandou fabricar padrões baseados no sistema proposto por D. João II e em 1502 emitiu uma ordenação, dando aplicação a um "*Regimento dos Pesos*" que referia já os padrões mandados executar na Flandres, no sistema ponderal que iria vigorar durante séculos: "Item. Huũ quintal que pesa çento e vintoyto arrateẽs e tem em sy desaseis peças.s.a major peça que he a caxa com sua cobertura do mesmo metal que pesa meio

[3] A versão da circular de D. João II existente no Porto levou a alguns equívocos, mas a existência de outro exemplar na Biblioteca de Évora permite concluir que se trata mesmo do "marco de Tria".

[4] Considera-se hoje que esta arte é bem mais antiga. Efetivamente, parece que 600 anos antes de Gutenberg já se usavam blocos de madeira para imprimir, na China, Japão e Coreia. A maior inovação de Gutenberg foi a utilização de caracteres de metal, o que lhes conferia uma durabilidade considerável.

[5] Transcrição desta carta pode ser encontrada em [11] e foi também transcrita por Trigoso [12].

quintal (…)" [13].[6] Como anteriormente, a Ordenação deveria ser registada na chancelaria da corte, apregoada e copiada (traslado) nos livros das câmaras de cada concelho.[7]

Até aqui, parecia estar a seguir-se o procedimento habitual. O próprio *Regimento dos Pesos* previa que, junto com os padrões que seriam distribuídos, seguisse o "*trelado da dita ordenaçam*" para que fosse conhecido por quantos o deviam aplicar [13].

Contudo, pouco tempo depois, apareceu impressa uma coletânea de legislação chamada *Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos*, que incluia diversas leis relevantes para a metrologia: o "*Titulo dos almotaçees e cousas que a seus ofícios pertence*" e os já referidos "*Regimento dos Pesos*" e "*Trellado da ordenaçam*".[8] Tanto quanto sabemos hoje, tratar-se-á "do primeiro ensaio de utilização da imprensa em Portugal para publicação e divulgação das leis gerais do reino" [16].[9]

Trata-se de um marco histórico. Não mais a divulgação das leis pelo país ficava dependente da sua transcrição, sujeita a erros, omissões, gralhas, esquecimentos e do pregão periódico de um qualquer oficial da corte ou da administração local.

Como concluiu João Alves Dias, "Se a divulgação de um corpo de leis, durante a Idade Média, demorava tempo, dada a morosidade das cópias, a nova invenção permitia dotar todo o País, quase simultaneamente, da legislação necessária ao bom governo e à justa prestação da justiça - D. João II talvez tenha sido tentado pela ideia; D. Manuel I concretizou-a" [18].

Quanto à reforma metrológica propriamente dita, o *Regimento dos Pesos* uniformiza o sistema de pesos, de acordo com a proposta que D. Manuel I herdou do seu antecessor, indica que pesos devem ter as pessoas que deles necessitam para os seus ofícios e determina que os padrões "sejam leuados e postos nas çidades villas e lugares de nossos regn*os* onde e quantos nos pareçeo necessário a cada huũ lugar" [19], acompanhados do treslado da ordenação, devendo ser afinados de dois em dois meses e mercados com as marcas dos concelhos ou do Almotacé mor, estabelecendo penas para quem não cumpra a lei. Inclui a determinação já anterior (existente, no Regimento de Pesos e Medidas de Rui de Sousa, Almotacé-Mor, de 1483) [6] de que os padrões deveriam ser guardados numa arca ou armário em cada concelho, não podendo ser cedidos ou emprestados, o que prova que os municípios deviam ter padrões próprios.

A *Ordenação*, cujo traslado se segue logo ao *Regimento*, trata de confirmar a utilização dos pesos atrás indicados, promovendo a uniformidade, e indica que um padrão ficará na Torre do Tombo, como salvaguarda, para o caso de os padrões se danificarem.

A publicação desta coletânea legislativa destinada aos concelhos parece ter correspondido aos desejos do monarca, dando-lhe incentivo para promover uma reforma legislativa de âmbito geral.[10]

---

[6] O sistema tem 16 peças, desde a caixa pesando duas arrobas, a duas peças com o mesmo peso: "meya oitaua cada hũa".

[7] "E mãdam*os* a todoll*os* corregedores das comarcas e ouuidores das terras das ordeẽs q*ue* logo façã apregoar esta nossa ordenaçã em todallas çidades villas e lugares de suas correições e ouuidorias e façã trelladar nos liuros das camaras de cada cõcelho pera a todos ser notorio. (…) E mãdam*os* (…) ao nosso chãçaller moor q*ue* logo faça pubricar esta nossa ordenaçam em sua audiençia e na chançallaria da nossa corte" [14].

[8] Segundo João Alves Dias, "Em 22 de fevereiro de 1503, se não antes, já se encontrava impresso o *Regimento dos ofiçiaaes das çidades villas e lugares destes Regnos*, por Valentim Fernandes, que dele fez nova edição, *circa* 29 de março de 1504, de que igualmente não se conhece ainda nenhum exemplar" [15].

[9] Como refere Angélica Barros Gama, "D. Manuel I foi o primeiro monarca português a servir-se das vantagens da produção tipográfica para expor a sua política governativa" [17].

[10] "Talvez graças ao «sucesso» e ao êxito que constituiu a publicação deste conjunto de regulamentos, o Rei desejou dotar rapidamente o País do novo «sistema» de Ordenações. Acelerando os trabalhos para revisão das mesmas e pedindo à comissão encarregue da revisão a sua concretização com maiores esforços e rapidez" [20].

5. As primeiras Ordenações do Reino impressas

Em 1505 ou 1506, estavam já a trabalhar na revisão das Ordenações vários juristas, aos quais o rei solicitou, em carta régia, que tivessem em conta algumas disposições existentes nas cartas de foral, que estavam também em fase de revisão, prevenindo assim eventuais contradições entre ambas.[11] A tarefa era complexa e só terá ficado concluída em 1510 ou 1511, ano em que se terá iniciado a impressão.

O primeiro livro a sair do prelo foi o Quinto Livro das Ordenações, concluído a 30 de março de 1512, mas só em 17 de dezembro de 1512 se acabou de imprimir o Livro Primeiro, o qual respeitava à administração (central, regional e local). Nele, se incluem as disposições relativas aos pesos e medidas e aos oficiais que tinham competência nesta área. Assim, encontramos, em primeiro lugar, o Almotacé-Mor, cujo Regimento constituía o Título XII. O Título XXXVII era o "*Dos almotaçees e cousas que a seus officios pertencē*" [23] que tinham competência a nível local, em cada concelho.

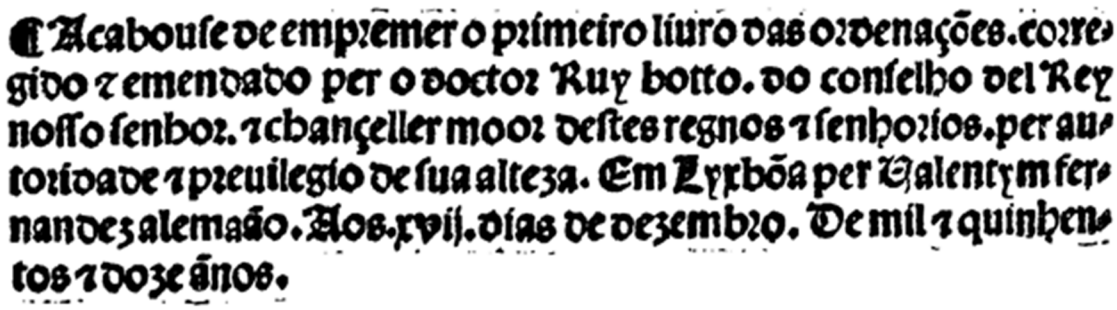

¶ Acabouse de emprẽmer o primeiro liuro das ordenações. corregido & emendado per o doctor Ruy botto. do conselho del Rey nosso senhor. & chançeller moor destes regnos & senhorios. per autoridade & preuilegio de sua alteza. Em Lyxbõa per Valentym fernandez alemão. Aos. xvij. dias de dezembro. De mil & quinhentos & doze ãnos.

Figura 1 – Indicação, no Primeiro Livro, da data em que acabou de ser impresso: 17 de dezembro de 1512

O último volume a ser impresso, o Livro Segundo, só apareceu em 19 de novembro de 1513. Em 1514, foi publicada uma nova edição por João Pedro Buonomini de Cremona com atualização dos privilégios relativos aos altos oficiais da Casa do Cível, mas nada alterando no que respeita a pesos e medidas.

6. A regulamentação dos pesos e medidas nas Ordenações de 1512-13 e 1514

No que respeita à regulamentação no âmbito da metrologia, encontramos matérias já legisladas no início do século e incluídas na primeira coletânea de legislação impressa, o *Regimento dos Oficiais*…, mas com algumas atualizações.

Assim, como já acontecia nessa coletânea, as Ordenações referiam:

- Que padrões deviam seguir as diversas zonas do país;
- Os padrões (pesos e medidas) que cada concelho deveria ter;
- As pessoas que "por razão de seus ofícios" deveriam ter determinados pesos ou medidas;
- Os prazos de verificação e aferimento;
- As penas aplicáveis aos infratores (e a quem se destinavam os valores das multas);
- Como utilizar e onde guardar os padrões municipais.

[11] A carta de D. Manuel I, de 9 de fevereiro de 1506, foi publicada por José Anastácio de Figueiredo [21] e transcrita por João Alves Dias [22].

O “padrão nacional do peso” era o já descrito no *Regimento dos Pesos*, que adotava o sistema proposto por D. João II, baseado no marco “de Cologna“, com o novo arrátel a valer 2 marcos, ou seja, 16 onças.

As Ordenações de 1512-13 e 1514 referem que as povoações de Entre Douro e Minho, Beiras, Trás-os-Montes, Algarve e Setúbal seguiriam as medidas (padrões) do Porto e o resto do país basear-se-ia nas medidas de Santarém. Em todo o caso, as medidas deveriam ser todas iguais, baseadas nos padrões então mandados fazer pelo rei [24].

Figura 2 – Imagem das Ordenações impressas por João Pedro Buonomini de Cremona em 1514

Nestas Ordenações, além do padrão de peso comum, os concelhos deveriam ter os padrões de peso de ouro, de comprimento (côvado e vara), de volumes de secos (fanga, alqueire, meio alqueire e quarta), de volumes de líquidos, para o vinho (almude, meio almude, canada, meia canada, quartilho e meio quartilho) e, no caso específico do azeite, usavam-se o alqueire e meio alqueire e quarta e “outras medidas meudas segũdo se costumã nos lugares” [25].

A lei indicava também os particulares que eram obrigados a ter pesos ou medidas e os prazos em que as devem afinar: normalmente, de dois em dois meses, exceto os tecelães, tintureiros e tecedeiras que só eram obrigados a afinar os seus pesos uma vez por ano.

Os padrões deviam ter a marca do concelho e ser guardados numa arca ou armário, com duas chaves, a cargo do escrivão e do procurador do concelho, como já estava definido no *Regimento dos Pesos* de 1502 e, mesmo antes, no *Regimento de Pesos e Medidas* de Rui de Sousa, Almotacé Mor, datado de 1483. No entanto, encontramos uma mudança significativa: se neste Regimento do Almotacé Mor se não indicava a pena para quem utilizasse indevidamente os padrões aí guardados, no Regimento dos Pesos de 1502 a multa era bastante avultada (4000 reais) e, quando esta determinação foi incluída nas Ordenações, em 1512, passou para metade (2000 reais).

7. A versão definitiva da reforma metrológica de D. Manuel I

A versão final das Ordenações do Reino promulgadas por D. Manuel I é datada do ano do seu falecimento: 1521. Até finais do séc. XX, qualquer referência às Ordenações hoje conhecidas como Manuelinas, se aplicava a esta edição e às que se lhe seguiram "com quatro edições e diferentes reimpressões de cada uma delas, entre 1521 e 1603" [26].

A partir de 1993, passou a referir-se se se tratava da primeira versão, (a de 1512-13, e 1514) ou da segunda, (cuja primeira edição é a de 1521). A necessidade de referir estes dois "sistemas"[12] tem uma explicação simples. As compilações editadas em 1521 e anos subsequentes tinham o mesmo conteúdo, o qual não coincidia com o que tinha aparecido em 1512-13 e 1514 e a organização legislativa também não era a mesma.[13]

No que respeita à metrologia, se há disposições que permaneceram inalteradas, encontramos também algumas medidas atrás referidas, tomadas no início do reinado e/ou nos primeiros anos do séc. XVI, que diferem das acabaram por perdurar por séculos e que apareceram, pela primeira vez, no sistema de 1521.

A maior alteração constitui um marco no que respeita à história da metrologia em Portugal. Pela primeira vez, a lei determinava claramente que todos os pesos e medidas deviam seguir um mesmo ***padrão nacional***: as medidas de Lisboa.[14]

A outra alteração mais significativa era a determinação de que o padrão de peso que cada concelho devia ter passava a depender do número de habitantes: assim, em vez de todos terem que adquirir (e pagar) um padrão de um quintal, semelhante ao padrão nacional, só os concelhos com 400 famílias (vizinhos) tinham essa obrigação; os concelhos demograficamente situados entre 200 e 400 vizinhos podiam ter um padrão que, no conjunto, pesava metade, ou seja, duas arrobas, e os mais pequenos, com menos de 200 vizinhos, eram autorizados a possuir um padrão de apenas uma arroba.

Figura 3 – Exemplares de padrões manuelinos de 1 quintal, 2 arrobas (aberto) e 1 arroba

[12] Na referência às compilações legislativas que foram editadas em 1512-13 e 1514 e as que acabaram por ser as definitivas, primeiramente editadas em 1521, utilizaram-se várias expressões: versão, compilação ou sistema. Esta última expressão, "sistema", foi a que acabou por vingar, sendo que nesta altura os historiadores se referiam ao primeiro sistema ou ao segundo e definitivo.

[13] Segundo João Alves Dias, "O novo sistema modificou o conteúdo dos diferentes cinco livros, para além de novos títulos, deslocou diferentes artigos de uns volumes para os outros" [27].

[14] "E mandamos que todas as medidas, e pesos, e varas, e covados sejam tamanhas como as da Nossa Cidade de Lixboa, e nom sejam maiores nem menores" [28].

Quanto ao resto, a verificação dos pesos e medidas deixava de ser de dois em dois meses e passava a ocorrer duas vezes por ano (em janeiro e julho), salvo algumas exceções; incluíam-se algumas novas profissões cujos titulares tinham que ter pesos ou medidas; deixava de ser pagar multa no momento da aferição, caso as medidas não estivessem corretas e, por fim, a multa para os oficiais das câmaras que dessem uso errado aos padrões passava para metade do que estava no sistema anterior e um quarto do inicialmente definido: "apenas" 1000 reais.

Basicamente, parece existir um aperfeiçoamento resultante da prática de alguns anos, com correções, acrescentos e clarificações que visavam contemplar situações antes não previstas, clarificar outras em que a prática ia contra o espírito da lei ou até responder a queixas ou pedidos que o rei entendeu terem fundamento.

Esta redação perdurou durante vários séculos, nas futuras compilações, nomeadamente as resultantes da iniciativa de Filipe I que, sendo promulgadas pelo seu filho Filipe II em 11 de janeiro de 1603, iriam ser conhecidas como Ordenações Filipinas.[15]

8. A lei impressa – vantagens… e desafios

A possibilidade de imprimir, de uma vez, centenas ou milhares de exemplares de uma compilação legislativa como as Ordenações do Reino parece reunir um conjunto de vantagens que saltam à vista: a divulgação das leis deixou de depender de pregões públicos e transcrições (traslados) passíveis de erro ou da diligência dos oficiais que a nível central, regional ou local, deveriam encarregar-se dessas tarefas.

Figura 4 – Capa do Livro Primeiro (Primeiro Sistema: 1512-13)

[15] Uma síntese sobre a evolução das medidas no âmbito metrológico do reinado de D. Manuel I, ou seja, as que constam da primeira coletânea legislativa, o Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos, as que aparecem no primeiro sistema das Ordenações Manuelinas (saídas do prelo em 1512-13 e 1514) e as que acabaram por se tornar definitivas na redação que apareceu, pela primeira vez no ano da morte do monarca, em 1521, pode ser encontrada em [29].

Os próprios livros onde antes se fariam os traslados deveriam, pela raridade e relevância dos diplomas aí transcritos, ser manuseados com cuidado, pois a sua perda podia ser irreparável. A existência de cópias iguais, em número muito superior aos dos concelhos, permitia que, caso um exemplar se extraviasse, se pudesse obter outro igual. Não se colocavam também eventuais dúvidas sobre erros de transcrição ou interpretação de uma ou outra palavra ou letra mais ilegível.

Embora a generalidade das pessoas fosse iletrada, com a imprensa, passou a ser mais fácil fazer chegar a lei a quem tinha que a aplicar, em qualquer parte do reino.

Contudo, a utilização da imprensa, nomeadamente na elaboração de compilações tão volumosas, colocou também novos problemas, como, por exemplo, o elevado custo da impressão.[16]

Outra questão prende-se com eventuais alterações ocorridas após a impressão de determinado volume, como ocorreu logo com a primeira versão das Ordenações.

O que fazer? Reimprimir de novo o livro em causa, quando as matrizes já tinham sido desmanchadas? Sabemos qua a solução foi pedir a Valentim Fernandes que imprimisse o que estava em falta, compensando-o pelo investimento feito e fazer nova encomenda dos 5 livros a outro tipógrafo, João Pedro Buonomini de Cremona, com o texto atualizado, em papel e também um exemplar em pergaminho.

Se esta alteração, num título único existente no Livro Terceiro, teve custos elevados, como resolver os problemas causados por alterações mais significativas na legislação e nos diversos órgãos responsáveis pela sua aplicação ou fiscalização, que acompanhou todo o reinado de D. Manuel I, resultantes de uma "revolução administrativa" assente numa produção legislativa nunca antes vista, que ocupou todo o reinado de D. Manuel I, culminando com o último sistema de ordenações, editado no ano da sua morte?

Leis alteradas, novos Regimentos e Regulamentos, títulos que constavam de um Livro e passam a outro, tudo isto tem uma consequência óbvia: uma lei recentemente publicada rapidamente se pode tornar obsoleta, por estar em contradição com outra. Poderão coexistir versões diferentes da mesma lei? Certamente que não. Estando as leis impressas em compilações, não seria exequível apagar, substituir, rasurar, sem colocar em causa todo o volume.

A solução foi promover uma nova edição e ordenar a destruição das anteriores.

Sabemos hoje que, entre o sistema de 1512-13 e 1514 e o final, de 1521, existiu um outro, datado de 1518-1519, revelado publicamente em 2012 por João Alves Dias. Não o referimos com detalhe em virtude de os poucos fragmentos entretanto descobertos não estarem relacionados com a metrologia e dele se saber, efetivamente, muito pouco.[17]

Assim, por alvará régio de 1521, se determina que "dentro de três meses, qualquer pessoa que tiver as Ordenações da impressão velha a rompa e desfaça de maneira que não se possa ler", sob pena de multa de 100 cruzados e degredo de dois anos.[18]

[16] Nestes primeiros tempos da imprensa, muitas vezes a publicação de uma obra estava associada a uma encomenda específica (que garantia a cobertura do investimento) ou a mecenas que patrocinavam essa mesma obra. No caso das Ordenações, sabemos que Valentim Fernandes foi compensado pelo seu investimento na primeira edição" [30].

[17] Este Segundo Sistema foi apresentado por João Alves Dias, com documentos inéditos, em [31] e posteriormente desenvolvido em [32].

[18] [31] e [33]

Sendo o papel ainda relativamente raro, e os custos de produção muito elevados, as recentes descobertas revelam uma prática que deve ter sido comum: reutilizaram-se folhas dos volumes destruídos, colando-as com cola, para servir de miolo nas capas de outras obras.[19]

O desconhecimento, até relativamente tarde na historiografia nacional, de sistemas anteriores ao de 1521 e, a descoberta, recente, da existência de uma versão intermédia, impressa em 1518-19 (o "segundo sistema"), do qual dispomos apenas de fragmentos de muito poucos fólios do Primeiro e Segundo Livros, demonstram que a determinação real de destruir os volumes antigos deve ter sido cumprida, com muito poucas exceções.

Assim, é natural que, durante muitos anos, as referências de historiadores à reforma metrológica de D, Manuel I se baseassem exclusivamente na versão final, ignorando o conteúdo diferente das anteriores, mandadas destruir pelo rei.

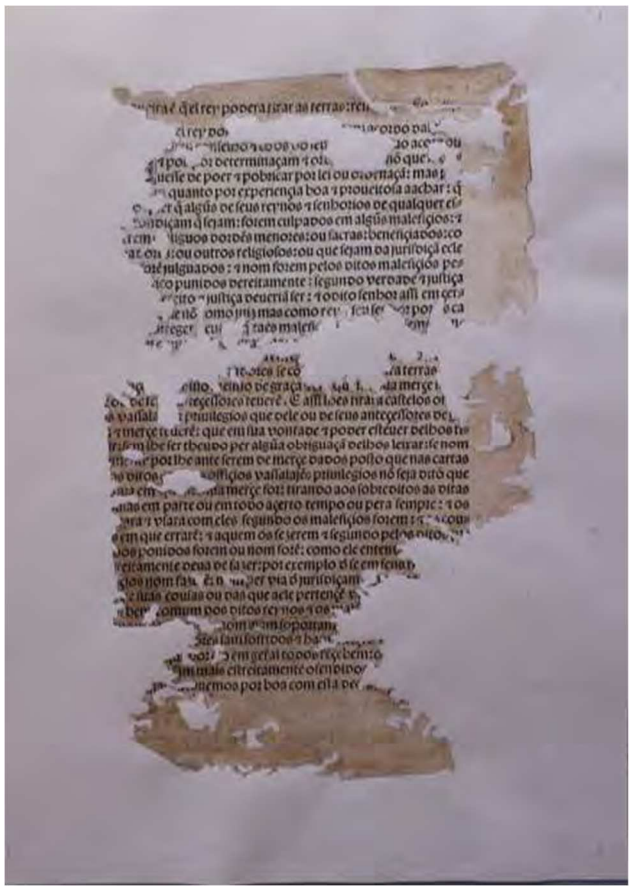


Figura 5 – fragmento de página do Segundo Sistema das Ordenações (1518-19)

9. Conclusão

A partir de D. Manuel I, a imprensa passou a ser uma ferramenta ao serviço da política real, centralizadora, burocrática, típica de um Estado Moderno. Contudo, sendo necessário continuar a legislar, não era fácil atualizar as coletâneas de legislação (ou seja, destruir e reimprimir de novo), sempre que se produzia um novo diploma.

A produção legislativa continuou a servir-se de textos manuscritos, com seus traslados, eventualmente alterando o que estava definido nos Livros das Ordenações, como aconteceu

[19] O processo de descoberta é detalhadamente descrito por João Alves Dias em [34].

com a lei "Sobre o igualamento das medidas dos sólidos e líquidos", promulgada por D. Sebastião em 1575, a qual constitui uma verdadeira reforma das medidas de volume que complementa as Ordenações do seu bisavô. A existência dessas novas leis posteriores às últimas Ordenações impressas (as chamadas "Leis Extravagantes") levou à necessidade de nova recompilação, como entendeu fazer Filipe I, um século depois da primeira experiência bem sucedida de D. Manuel I.

Estas "Ordenações Filipinas", que acabaram por ser publicadas já no reinado de Filipe II de Portugal, em 1603, mantiveram-se muito fiéis ao que constava no último sistema promulgado por D. Manuel I no que respeita aos pesos e medidas, tendo revogado algumas medidas no âmbito da metrologia definidas por D. Sebastião, no que respeitava à medição do azeite.[20] Trata-se da coletânea legislativa que mais tempo esteve em vigor no nosso país: foi utilizada, em Portugal, até ao séc. XIX, e, no Brasil, até ao séc. XX.

A normalização da utilização da imprensa como veículo difusor das Ordenações do Reino é uma evidência clara da visão de D. Manuel I que, em carta régia passada em 20 de fevereiro de 1508 a Jacob Cromberger, reconhecia "*quam neçessaria he a nobre arte da ympressam nelles pera o bom governo porque com mais facellidade e menos despesa os ministros de justiça possam vzar de nossas leys e ordenações (…)*" [36].

O relativo sucesso da reforma metrológica de D. Manuel, cujas medidas se mantiveram estáveis ao longo de séculos (exceto no volume), não pode dissociar-se da sua divulgação pela imprensa, que as fez chegar a todo o país, em compilações sucessivamente reimpressas.

O facto de as medidas presentes nas Ordenações de 1521 mostrarem uma atualização do que fora determinado no início do reinado demonstra também que não é correto atribuir uma data específica à reforma metrológica de D. Manuel I: ela foi evoluindo ao longo de todo o reinado.

10. Referências

[1] LOPES, L. Seabra – Sistemas Legais de Medidas de Peso e Capacidade, do Condado Portucalense ao Século XVI. (Publicado em: Portugália, Nova Série, vol. XXIV, FL/Univ. Porto, 2003, p. 113-164), citando "FREIRE DE OLIVEIRA,1885-1910, XVII, p. 372, nota; Posturas Diversas. p. 46". [Em linha] [Consult. 3 abril 2018]. Disponível em WWW: <https://ler.letras.up.pt/uploads/ficheiros/3876.pdf>, p. 119.

[2] NEVES, António Manuel - A Regulamentação da Metrologia no Tempo dos Pregões e Traslados. Medições e Ensaios: SPMet - Sociedade Portuguesa de Metrologia, Número 15, 2019, p. 25-37.

[3] Ordenações Afonsinas. [Em linha] [Consult. 17 setembro 2018]. Disponível em WWW: <http://www.ci.uc.pt/ihti/proj/afonsinas/>; estas disposições encontram-se a partir da página 54: <http://www.ci.uc.pt/ihti/proj/afonsinas/l1p54.htm>.

[4] TRIGOSO, S.F.M. - Memória sobre os pesos e medidas portuguesas e sobre a introdução do sistema metro-decimal, Memórias Económicas da Academia Real das Ciências de Lisboa, V, Lisboa, 1815, p. 357.

[20] D. Manuel determinara que as medidas do azeite eram o alqueire, meio alqueire e quarta e as medidas mais pequenas habituais em cada lugar. Na Lei de Almeirim de 1575, D. Sebastião decidira que as medidas de azeite seriam as mesmas usadas para os outros líquidos: "as medidas do azeite, e das cousas liquidas se chamarão também: almude, meyo almude: canada: meya canada: quartilho: meyo quartilho: das quaes medidas mando, que sejão feitos padrões pelos verdadeiros, de que ora se usa na Cidade de Lisboa (…)" [35]. Nas Ordenações Filipinas, segue-se o estabelecido anteriormente por D. Manuel I, voltando a utilizar-se o alqueire.

[5] TRIGOSO, S.F.M. - Memória sobre os pesos e medidas portuguesas e sobre a introdução do sistema metro-decimal, Memórias Económicas da Academia Real das Ciências de Lisboa, V, Lisboa, 1815, p. 358-359.

[6] BASTO, A. Magalhães – Livro Antigo de Cartas e Provisões dos Senhores Reis D. Afonso V., D. João II e D. Manuel do Arquivo Municipal do Porto (Documentos e Memórias para a História do Porto, V). Porto. Câmara Municipal do Porto, 1940, p. 176.

[7] BASTO, A. Magalhães – Livro Antigo de Cartas e Provisões dos Senhores Reis D. Afonso V., D. João II e D. Manuel do Arquivo Municipal do Porto (Documentos e Memórias para a História do Porto, V). Porto. Câmara Municipal do Porto, 1940, p. 175.

[8] BARROS, Henrique da Gama – História da Administração Pública em Portugal nos séculos XII a XV por Henrique da Gama Barros, Tomo IV. Lisboa. Typographia Castro Irmão, 1922, p. 348.

[9] GAMA, Angélica Barros – As Ordenações Manuelinas, a tipografia e os descobrimentos: a construção de um ideal régio de justiça no governo do Império Ultramarino português, Navigator [Em linha]. Vol. 7. Nº 13. [Consult. 10 outubro 2018]. Disponível em WWW: <http://portaldeperiodicos.marinha.mil.br/index.php/navigator/article/view/418/407>, p. 25-26.

[10] CAETANO, Marcello - Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos: Edição facsimilada do texto impresso por Valentim Fernandes em 1504, reimpresso pela Fundação da Casa de Bragança com Prefácio do Professor Doutor Marcello Caetano. Lisboa, 1955, p. 19.

[11] BASTO, A. Magalhães – Livro Antigo de Cartas e Provisões dos Senhores Reis D. Afonso V., D. João II e D. Manuel do Arquivo Municipal do Porto (Documentos e Memórias para a História do Porto, V). Porto. Câmara Municipal do Porto, 1940, p. 15.

[12] TRIGOSO, S.F.M. - Memória sobre os pesos e medidas portuguesas e sobre a introdução do sistema metro-decimal, Memórias Económicas da Academia Real das Ciências de Lisboa, V, Lisboa, 1815, p. 366, nota de rodapé.

[13] CAETANO, Marcello - Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos: Edição facsimilada do texto impresso por Valentim Fernandes em 1504, reimpresso pela Fundação da Casa de Bragança com Prefácio do Professor Doutor Marcello Caetano. Lisboa, 1955, “Regimento dos pesos”, fol. lxxvij.

[14] CAETANO, Marcello - Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos: Edição facsimilada do texto impresso por Valentim Fernandes em 1504, reimpresso pela Fundação da Casa de Bragança com Prefácio do Professor Doutor Marcello Caetano. Lisboa, 1955, “Trellado da ordenaçam”, fol. lxxx verso.

[15] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 25.

[16] CAETANO, Marcello - Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos: Edição facsimilada do texto impresso por Valentim Fernandes em 1504, reimpresso pela Fundação da Casa de Bragança com Prefácio do Professor Doutor Marcello Caetano. Lisboa, 1955, p. 21.

[17] GAMA, Angélica Barros - As Ordenações Manuelinas, a tipografia e os descobrimentos: a construção de um ideal régio de justiça no governo do Império Ultramarino português, Navigator [Em linha]. Vol. 7. Nº 13. [Consult. 10 outubro 2018]. Disponível na internet: http://portaldeperiodicos.marinha.mil.br/index.php/navigator/article/view/418/407, p. 28.

[18] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 24.

[19] CAETANO, Marcello - Regimento dos Oficiais das Cidades, Vilas e Lugares destes Reinos: Edição facsimilada do texto impresso por Valentim Fernandes em 1504, reimpresso pela Fundação da Casa de Bragança com Prefácio do Professor Doutor Marcello Caetano. Lisboa, 1955, “Regimento dos pesos”, fol. lxxvj verso e lxxvij.

[20] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 27.

[21] FIGUEIREDO, José Anastácio – Synopsis Chronologica de subsidios ainda os mais raros para a historia e estudo critico da legislação portugueza: mandada publicar pela Academia Real das Sciencias de Lisboa e ordenada por Joze Anastasio de Figueiredo, correspondente do Numero da mesma Academia. Tomo I. Lisboa : na Officina da mesma Academia, 1790, p. 161-162.

[22] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 28.

[23] Ordenações Manuelinas: Livros I a V : Reprodução em fac-símile da edição de Valentim Fernandes (Lisboa, 1512-1513) [...] / Introdução e descrição Codicológica de João José Alves Dias. – Lisboa : Centro de Estudos Históricos da Universidade Nova de Lisboa, 2002. 290x220 mm. 5 volumes. – Livro primeiro, fol. lxxviij.

[24] Ordenações Manuelinas: Livros I a V : Reprodução em fac-símile da edição de Valentim Fernandes (Lisboa, 1512-1513) [...] / Introdução e descrição Codicológica de João José Alves Dias. – Lisboa : Centro de Estudos Históricos da Universidade Nova de Lisboa, 2002. 290x220 mm. 5 volumes. – Livro primeiro, fol. xxxiij.

[25] Ordenações Manuelinas: Livros I a V : Reprodução em fac-símile da edição de Valentim Fernandes (Lisboa, 1512-1513) [...] / Introdução e descrição Codicológica de João José Alves Dias. – Lisboa : Centro de Estudos Históricos da Universidade Nova de Lisboa, 2002. 290x220 mm. 5 volumes. – Livro primeiro, fol. xxxiiii.

[26] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p.117.

[27] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p.129.

[28] N.º 24 do Título XV, Do Almotace Moor, Ordenaçoens do Senhor Rey D. Manuel. Livro I, p. 119. [Em linha]. [Consult. 10 outubro 2018]. Disponível em WWW:<http://www1.ci.uc.pt/ihti/proj/manuelinas/l1p119.htm>.

[29] NEVES, António Manuel – A Reforma Metrológica nas Ordenações Manuelinas [Em linha]. [Consult. 2018-09-25]. Comunicação apresentada no Encontro ”Ordenações Manuelinas: 500 anos depois”. Disponível em WWW: <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/historico_eventos/Documents/500anos/Antonio%20Neves.pdf>

[30] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 41.

[31] DIAS, João José Alves – Fragmentos de um Sistema Desconhecido [Em linha]. [Consult. 2018-09-20]. Comunicação apresentada no Encontro ”Ordenações Manuelinas: 500 anos depois”. Disponível em WWW: <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/historico_eventos/Documents/500anos/JAD_o%20segundo.pdf>

[32] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 117 e seg.

[33] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 177.

[34] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012.

[35] Anuário de Pesos e Medidas, Nº 8, Ano de 1947, p. 14.

[36] DIAS, João Alves – Ordenações Manuelinas 500 anos depois, Lisboa: Biblioteca Nacional de Portugal: Centro de Estudos Históricos - Universidade Nova de Lisboa, 2012, p. 29 e transcrita por José Anastácio de Figueiredo – Synopsis Chronologica, vol. 1, p. 165.

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

[37] GOMES, João Rodrigues da Costa – A Lei de 26 de Janeiro de 1575. Unificação das Medidas de Capacidade. Anuário de Pesos e Medidas. Nº 8: Ministério da Economia, Direcção Geral da Indústria, Repartição de Pesos e Medidas, Ano de 1947.

[38] Ordenaçoens do Senhor Rey D. Manuel. Livro I, Collecçaõ da Legislaçaõ Antiga e Moderna do Reino de Portugal, Parte I da Legislação Antiga, Por Resoluçaõ de S. Magestade de 2 de Setembro de 1786, Coimbra: Na real Imprensa da Universidade, Anno de MDCCLXXXXVII (1797)

[39] Ordenações Filipinas, Livro I; Nota de Apresentação de Mário Júlio de Almeida Costa. Fundação Calouste Gulbenkian. 1985. Esta edição é uma reprodução «fac-simile» da edição feita por Candido Mendes de Almeida, Rio de Janeiro, 1870.

Podemos definir o quotidiano como o conjunto das atividades habituais e permanentes que uma pessoa desenvolve no decorrer do seu dia-a-dia. Todos aqueles que desenvolvem atividades no domínio da metrologia reconhecem que o produto do seu trabalho está também ele relacionado com as atividades profissionais, culturais e individuais do dia-a-dia de qualquer cidadão.

Mas… será possível definir uma lista dessas atividades em que a ação da metrologia seja de preponderante importância enquanto ciência da medição?

Não será certamente fácil enumerar todas as atividades onde a metrologia esteja presente e esgotar toda a lista de intervenção.

O Vocabulário Internacional de Metrologia define-a, muito sinteticamente, como a "ciência da medição e suas aplicações" e estabelece que a medição é o "processo de obtenção experimental dum ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza".

Eu gostaria de apresentar uma definição mais abrangente e "quotidiana": a metrologia é a infraestrutura que garante que, a toda a hora e em qualquer lugar, haja uma medição e um resultado que é determinado, tratado, validado e usado para quantificar uma grandeza permitindo explicar e prever o comportamento de objetos ou sistemas reais em todas as disciplinas científicas, desde física e química até ecologia e ciências da Terra.

Faltaria agora enumerar todas as atividades de aplicação, aqui deixo a minha lista:

- Avaliar o valor da transação de uma mercadoria, de um objeto, de um dispositivo;
- Controlar o comportamento de proprietários de sistemas tecnológicos e de distribuição que devem cumprir regulamentos oficiais;
- Estudar, compreender e prever fenómenos naturais;
- Dar confiança em desempenhos desportivos;
- Estabelecer diagnósticos médicos de forma inequívoca;
- Desenvolver e disponibilizar medicação controlada e apropriada;
- Auxiliar os sentidos humanos;
- Melhorar a eficiência de ferramentas tecnológicas;
- Caracterizar aspetos e estética de objetos;
- Estabelecer e fortalecer o comércio e as suas trocas;
- Reunir, quantificar e descrever fenómenos socias;
- Construir indicadores em sistemas de qualidade;
- Estudar emoções e capacidades intelectuais.

Boas medições!
Luís Ribeiro

Esta rúbrica, que se pretende permanente, tem por objetivo propor um endereço que mereça um *click* dos nossos leitores.

A evolução da nossa sociedade está centrada no desenvolvimento da tecnologia que possa suportar e apoiar uma economia aberta, sustentável, justa e competitiva; é reconhecido que este objetivo só pode ser alcançado através de uma transformação digital dos processos estabelecidos.

A nível internacional, a comunidade metrológica também não está alheia a esta realidade e tem em desenvolvimento um conjunto alargado de projetos, grupos de trabalho e conferências já realizadas, que visam estabelecer estratégias para o futuro digital da Metrologia.

Aspetos relacionados com o SI digital, a gestão de dados resultantes dos trabalhos de investigação e desenvolvimento, a emissão de certificados digitais de calibração, de ensaios e de avaliação de conformidade, a metrologia para a IoT (*internet* das coisas) e redes de sensores e a colaboração na *European Open Science Cloud* são alguns dos exemplos onde a comunidade metrológica está envolvida a nível internacional.

Deixo aqui alguns *links* para que possam navegar nesta matéria:

- Representação digital do Sistema Internacional de Unidades (SI)
- Transformação do Sistema Internacional de Unidades para o mundo digital
- A transformação digital na metrologia legal
- Grupo de trabalho EURAMET “Metrologia para a transformação digital”

Boas leituras.
Luís Ribeiro

A Química das Medições

Celebrar o passado e o futuro da Metrologia em Química

Após a publicação do número anterior da revista "Medições e Ensaios", em janeiro de 2019, celebraram-se datas importantes para a Metrologia em Química e ocorram mudanças na gestão internacional das medições em química que importa destacar.

Esse ano de 2019 foi o Ano Internacional da Tabela Periódica dos elementos químicos de Mendeleev que comemorou os 150 anos da publicação da primeira versão desta tabela. Em 1869, Mendeleev propôs a disposição sistemática dos elementos químicos que hoje é usada para os organizar de acordo com a equivalência de propriedades e características atómicas. Esta comemoração coincidiu com a celebração do primeiro século de história da 'União Internacional de Química Pura e Aplicada' (IUPAC).

Mendeleev terá também sido um dos pioneiros da Metrologia em Química, tendo dirigido um dos Institutos de Metrologia Russos, hoje designado 'Instituto de Metrologia D. I. Mendeleev', e atuado como membro do Comité Internacional dos Pesos e Medidas (CIPM) entre 1895 e 1901. O CIPM é um dos três organismos internacionais criados pela Convenção do Metro, em 1875, que, com o *Bureau* Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) e a Conferência Geral dos Pesos e Medidas, têm como objetivo garantir a uniformidade, em todo o mundo, das unidades de medida.

No entanto, depois de Mendeleev, as medições em química beneficiaram de grandes avanços. Hoje em dia, os métodos instrumentais de análise conseguem determinar elementos químicos e seus compostos nas mais diversas matrizes com uma seletividade e sensibilidade não imaginados por Mendeleev. Estas capacidades de medição contribuíram decisivamente para a evolução das mais diversas áreas do conhecimento e da qualidade de vida das populações. No entanto, a comunidade internacional demorou a reunir esforços para promoção da qualidade e comparabilidade dos resultados de medição em química de modo a assegurar que estas cumpram o seu papel de uma forma adequada.

A Eurachem (www.eurachem.org), Fórum Europeu para a promoção da qualidade das análises químicas, foi pioneira, em 1989, ao agregar as energias e competências de peritos para a promoção destas análises. A Eurachem, que resultou da iniciativa de Alex Williams, Químico do Governo do Reino Unido entre 1987 e 1991, celebrou, em maio de 2019, o seu trigésimo aniversário. Nesse ano, também se celebrou o vigésimo quinto aniversário do 'Comité Consultivo da Quantidade de Matéria: Metrologia em Química e Biologia' (CCQM) do BIPM que, depois da criação da Eurachem e da sua organização espelho de âmbito mundial, a Cooperação Internacional para a Rastreabilidade em Química Analítica, CITAC (www.citac.cc), colocou as medições em química na lista de prioridades do BIPM no que respeita à promoção da comparabilidade dos resultados de medição [1].

Como diz o poeta que clama saudades do futuro, mais importante do que celebrar o passado é olhar para o que falta fazer ao nível das medições em química.

Por mais estruturantes e inovadores que sejam os progressos científicos, só quando estes se generalizam é que ficam ao serviço de todos e se tornam realmente importantes.

No início de 2019, começou a ser aplicada a nova edição da norma ISO/IEC 17025 [2], usada na acreditação internacional de laboratórios, que define critérios de competência organizacional e técnica de laboratórios de ensaio e calibração. A terceira edição desta norma

e a sua interpretação pela 'Cooperação Internacional em Acreditação de Laboratórios' (ILAC), expressa nos critérios de acreditação, vão assegurar que os cidadãos tiram mais proveito dos mais recentes avanços da metrologia em química. A introdução dos novos critérios de acreditação vai também, certamente, forçar evoluções nos sectores analíticos menos dinâmicos.

As novidades mais relevantes dos requisitos de competência técnica seguidos em Portugal são a obrigatoriedade da apresentação dos resultados dos ensaios quantitativos (i.e. medições) com incerteza e a gestão do risco de decisões de conformidade erradas. Esta evolução vai exigir aos laboratórios a apresentação sistemática de toda a informação relevante para a interpretação objetiva dos resultados e, caso o laboratório reporte decisões de conformidade, estas avaliações ficarão mais transparentes.

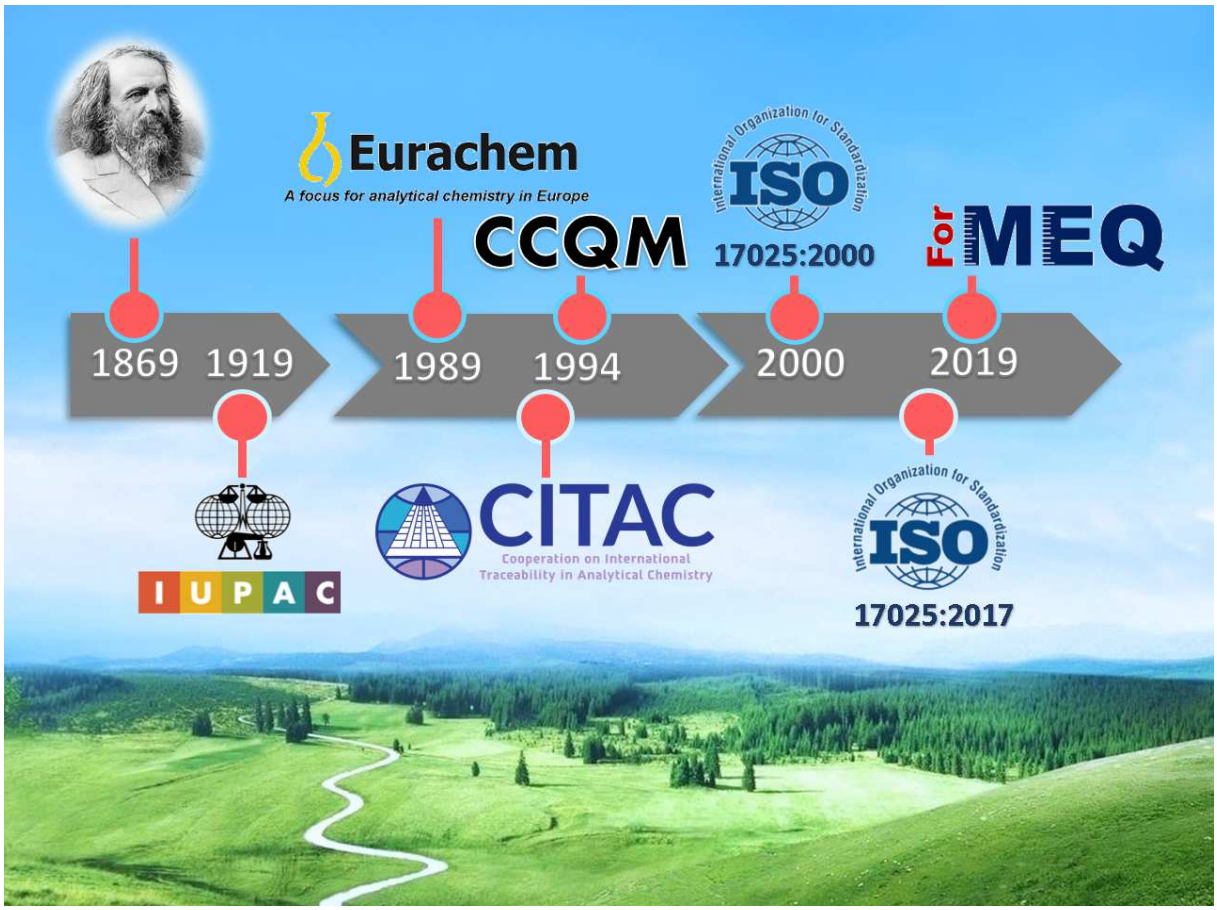
Quando a incerteza da medição não é considerada na avaliação da conformidade, o risco de decisões erradas pode ser até 50 %. A perceção deste valor de risco pode levar à revisão da regra de decisão para minimizar o risco do interesse do produtor ou do consumidor ser afetado [3, 4].

A grande maioria dos analistas reconhece a relevância do conceito de incerteza de medição mas estes veem com preocupação a necessidade de apresentar tal informação nos relatórios de ensaio, ou de a considerarem na avaliação da conformidade, porque os laboratórios que subestimarem a incerteza podem ganhar vantagens económicas e distorcer o mercado analítico ou até dos produtos testados. Este risco poderá ser real nalguns sectores, mas o acompanhamento da competência técnica dos avaliadores técnicos pelos organismos de acreditação deverá minimizá-lo permitindo que todos usufruam desta evolução da acreditação.

Em 2019, a Comunidade de Países Lusófonos também presenciou o início do ForMEQ, Fórum para a Metrologia e Examinologia em Química (formeq.org) que tem como objetivo promover a qualidade das análises químicas realizadas nos e para os países lusófonos. O ForMEQ pretende contribuir para este objetivo através da produção de conteúdos em língua portuguesa sobre como gerir a qualidade destas análises. Deseja-se que esta iniciativa seja útil para os laboratórios e, consequentemente, para os utilizadores finais do respetivo trabalho que somos todos nós.

Desta forma, não nos devemos ficar pelas celebrações do passado porque muito ainda está por fazer! No entanto, neste momento, já são claros os caminhos futuros e a pertinência dos mesmos serem trilhados.

Ricardo Bettencourt da Silva



Referências

[1] WILLIAMS A., EURACHEM – the first ten years (Part 1), Eurachem 10th Anniversary Meting, Helsinki, June 1999.

[2] ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, ISO, 2017.

[3] BETTENCOURT DA SILVA R., DADAMOS T. (Eds), Guia Eurachem/CITAC: Utilização de informação da incerteza na avaliação de conformidade (Versão em Português), ForMEQ, 2019 (ISBN – 978-989-8928-28-3).

[4] BETTENCOURT DA SILVA R., DADAMOS T., LOURENÇO F. (Eds), Folha de cálculo ǁ planilha para gestão de avaliação da conformidade (Versão em Português & Versão em Inglês), ForMEQ, 2020.

NOTÍCIAS

Autores

Pedro M. Ramos
Professor Associado com agregação no Departamento de Engenharia Eletrotécnica e de Computadores do Instituto Superior Técnico, da Universidade de Lisboa.
Responsável pelas disciplinas Instrumentação e Medidas da Licenciatura em Engenharia Eletrotécnica e de Computadores e Aquisição de Sinais da Licenciatura em Engenharia Eletrónica, onde leciona as matérias incluídas neste livro.

Pedro Silva Girão
Professor Catedrático no Departamento de Engenharia Eletrotécnica e de Computadores do Instituto Superior Técnico, da Universidade de Lisboa.
Leciona Instrumentação e Medidas da Licenciatura em Engenharia Eletrotécnica e de Computadores, unidade curricular que criou em 1991 e de que foi responsável desde esse ano até 2007. Criou e foi responsável por várias unidades curriculares de licenciatura e mestrado onde se lecionam matérias abordadas neste livro.

Esta obra, que aborda diversos temas da Metrologia, nomeadamente elétrica, dirige-se a todos os engenheiros e técnicos com interesses nessa área, nomeadamente a engenheiros eletrotécnicos, engenheiros eletrónicos, engenheiros aeroespaciais e engenheiros físicos. Os diversos assuntos são tratados de uma forma eminentemente objetiva com o suporte teórico que se considera essencial para um leitor com conhecimentos básicos em circuitos e sistemas elétricos e eletrónicos. Destacam-se os principais temas abordados:

- Conceitos metrológicos fundamentais
- Instrumentos digitais e analógicos
- Aquisição de sinais
- Medição de grandezas
- Sistemas automáticos de medida

Pretende-se, também, que esta publicação sirva de suporte ao ensino a cursos de licenciatura e mestrado em Engenharia Eletrotécnica e de Computadores e afins. Nesse sentido, a generalidade dos capítulos propõe problemas com soluções e, no final do livro, apresentam-se exemplos de exames, e respetivas soluções, de Instrumentação e Medidas, unidade curricular do Curso em Engenharia Eletrotécnica e de Computadores do Instituto Superior Técnico.

ORDEM DOS ENGENHEIROS

Lançamento do Livro “Engenharia XXI”, que decorrerá no próximo dia 15 de março, pelas 18:00, no Auditório da Sede Nacional da Ordem dos Engenheiros, Avenida António Augusto de Aguiar, N.º 3-D, em Lisboa.

Esta obra, publicada pela Ordem dos Engenheiros (OE), faz uma síntese dos projetos mais relevantes da engenharia portuguesa nos primeiros 21 anos do século XXI. Contém três trabalhos inovadores, no âmbito da Metrologia: “Padrão para Medição de Microcaudal de Fluidos”, por Elsa Batista, Rui Martins e Eduarda Filipe, “Metrologia Ótica Aplicada à Observação Dimensional Terrestre de Infraestruturas em Regime Dinâmico”, por Luís Martins e Álvaro Ribeiro, e “Sistema ótico do *Coudé Train* do Espectrógrafo ESPRESSO”, por Alexandre Cabral e Manuel Abreu. Entre esses autores, contam-se vários associados da SPMet. Mais, recorde-se que a OE tem, entre os seus órgãos nacionais, a Especialização em Metrologia, outorgando o título de Especialista neste domínio aos engenheiros cujo percurso profissional preencha os requisitos legalmente definidos para o efeito.

EVENTOS

Workshop ***Quality Assurance Challenges of Measurements from Field to Laboratory with a Focus on ISO/IEC 17025:2017 Requirements***

Eurachem
A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Organização: Eurachem, Geórgia

Evento *online,* de 16 a 18 de maio de 2022

Mais informação em: https://gelab.org.ge/en/Event/Eurachem_2022

2022 MetroAlimentos
Simpósio de Metrologia para a Gestão da Qualidade de Alimentos

Organização:
REMESP - Rede Metrológica do Estado de são Paulo, Brasil

Evento *online*, de 16 a 19 de maio de 2022

Mais informação em: https://www.remesp.org.br

Organização:
- ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto
- IEP - Instituto Electrotécnico Português
- CATIM - Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica
- CHUSJ - Centro Hospitalar Universitário de São João

8.° SIMPMET - Simpósio de Metrologia Medições para a Transição Digital e Energética

Porto, Auditório do ISEP, a 18 de maio de 2022

Mais informação em: https://www.isep.ipp.pt/simpmet/

20 de maio de 2022:

Dia Mundial da Metrologia 2022

Organização:
- BIPM - *Bureau* Internacional de Pesos e Medidas
- OIML - Organização Internacional de Metrologia Legal

Mais informação em: https://www.worldmetrologyday.org/

3.° Congresso de Ensaios e Experimentação em Engenharia Civil

Organização:
- FCT NOVA - NOVA School of Science & Technology
- RELACRE - Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal
- IST - Instituto Superior Técnico

TEST&E 2022
Tecnologias Inteligentes
Smart Technologies

Campus da Caparica da FCT NOVA, de 21 a 23 de junho de 2022
Mais informação em:
https://sites.google.com/fct.unl.pt/teste2022/in%C3%ADcio?authuser=0~

ENCONTROS DE TRÓIA
Qualidade, Investigação e Desenvolvimento

XII Encontro de Investigadores da Qualidade

Organização:
RIQUAL - Rede de Investigadores da Qualidade

Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, a 24 de junho de 2022

Mais informação em: https://encontros.riqual.org/

Simpósio conjunto IMEKO TC 1 + TC 7 + TC 13 + TC 18 + MATHMET
Cutting-edge measurement science for the future

Organização:
- IMEKO - Confederação Internacional da Medição
  - TC 1 - *Education and Training in Measurement and Instrumentation*
  - TC 7 *Measurement Science*
  - TC 13 - *Measurements in Biology and Medicine*
  - TC 18 - *Measurements in Human Functions*
- EMN MATHMET - Rede Europeia de Metrologia da Matemática e da Estatística
- RELACRE - Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal
- ISEP - Instituto Superior de Engenharia do Porto
- IPQ - Instituto Português da Qualidade

Porto, de 31 de agosto a 2 de setembro de 2022

Mais informação em: https://www2.isep.ipp.pt/imekotc7-mathmet-2022/

25.º Simpósio Internacional IMEKO TC 4 - *Measurement of electrical quantities* e 23.º Workshop Internacional em "ADC and DAC Modelling and Testing (IWADC)"

Organização:
- IMEKO - Confederação Internacional da Medição
  - TC 4 - *Measurement of electrical quantities*

Brescia, Itália, de 12 a 14 setembro de 2022
Mais informação em: https://www.imeko-tc4-2022.org/

10th Eurachem *Workshop on Proficiency Testing in Analytical Chemistry, Microbiology and Laboratory Medicine*

Organização: Eurachem

Windsor, Reino Unido, de 26 a 29 de setembro de 2022
Mais informação em: https://eurachem-pt2022.org/

Workshop **Metrology for Climate Action**

Organização:
- BIPM - *Bureau* Internacional de Pesos e Medidas
- WMO - Organização Meteorológica Mundial

Evento *online* e presencial, Sèvres, França de 26 a 30 setembro de 2022
Mais informação em:
https://www.bipm.org/en/-/2021-10-07-climate-ws-announcement

Conferência conjunta internacional IMEKO, TC 3 + TC 5 + TC 16 + TC 22

Organização:
- IMEKO - Confederação Internacional da Medição
  - TC 3 - *Measurement of Force, Mass and Torque*
  - TC 5 - *Measurement of Hardness*
  - TC 16 - *Pressure and Vacuum Measurement*
  - TC 22 - *Vibration Measurement*

Cavtat-Dubrovnik, Croácia, de 11 a 13 outubro de 2022

Mais informação em: https://conferences.imeko.org/event/1/

Conferência IMEKO, TC 11 + TC 24 e EUROLAB *Chemical measurements towards a sustainable future*

Organização:
- EUROLAB - *European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories*
- IMEKO - Confederação Internacional da Medição
  - TC 11 - *Measurement in Testing, Inspection and Certification*
  - TC 24 - *Chemical measurements*

Evento *online* e presencial, Dubrovnik, Croácia, de 16 a 20 de outubro de 2022

Mais informação em: https://www.imekotc11-2022.com/
https://www.imekotc24-2022.com/
https://www.eurolab.org/

IMEKOFOODS 6 Conference "Food on a global market – opportunities or threats"

Organização:
- EUROLAB - *European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories*
- IMEKO - Confederação Internacional da Medição
  - TC 23 - *Metrology in Food and Nutrition*

Evento *online* e presencial, Dubrovnik, Croácia, de 7 a 9 de novembro de 2022

Mais informação em: www.imekofoods.com
https://www.eurolab.org/

MONOGRAFIAS

No sítio *internet* do BIPM estão disponíveis em inglês e, por vezes em francês, documentos elaborados pelo Grupo de Trabalho 1 (JCGM-WG1) responsável pelo Guia para a expressão da incerteza de medição (GUM) e pelo Grupo de Trabalho 2 (JCGM-WG2) responsável pelo Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM).

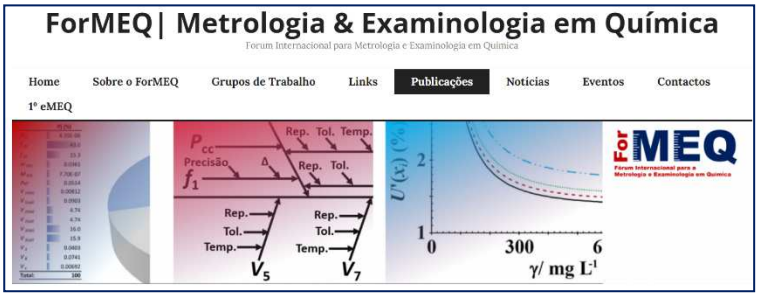
https://www.bipm.org/fr/committees/jc/jcgm/publications

No sítio *internet* da RELACRE, está disponível o GUIA EURACHEM / CITAC "Incerteza da medição resultante da amostragem: um guia para métodos e abordagens", a versão em língua portuguesa do “Measurement uncertainty arising from sampling: A guide to methods and approaches. Second edition (2019)”.

https://www.relacre.pt/assets/relacreassets/files/commissionsandpublications/Guia%20EURACHEM_CITAC_Publicacao%20Oficial%20Portuguesa.pdf

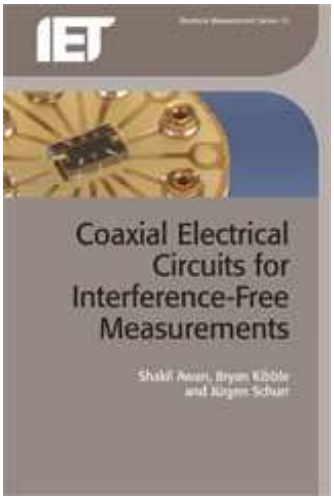
Finalmente, no sítio *internet* do ForMEQ, encontra-se também uma série de publicações em língua portuguesa, desde traduções de guias, até Notas Técnicas originais e muito úteis.

https://formeq.org/publicacoes/

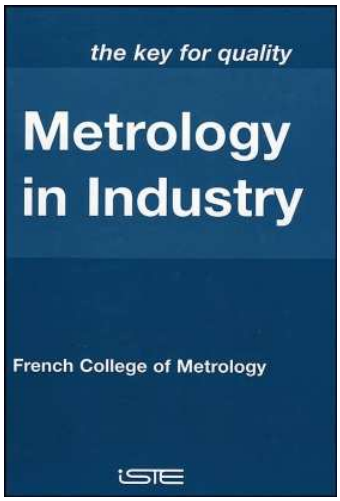


LIVROS

Coaxial Electrical Circuits for Interference-Free Measurements
Shakil Awan, Bryan Kibble, Jürgen Schurr, 2011
Editor: IET Digital Library
350 páginas
ISBN: 9781849190695
e-ISBN: 9781849190701



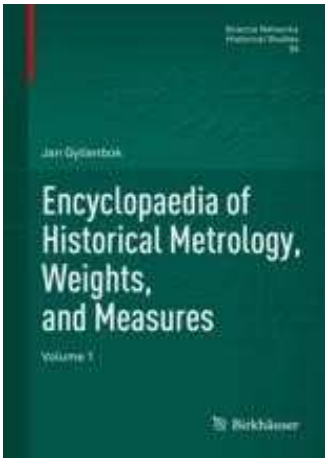
Este livro, preparado por um conjunto de cientistas que dedicaram a sua vida a preparar novas abordagens tecnológicas para a manutenção do Sistema Internacional de Unidades (SI), aborda os detalhes necessários para o projeto de sistemas de medição, descrevendo exemplos que demonstram a elegância, flexibilidade e utilidade de redes coaxiais para a eliminação de interferências nas medições de tensão, corrente e potência elétricas.



Metrology in Industry - The Key for Quality
French College of Metrology
March 2006
272 páginas
Wiley-ISTE
ISBN-13: 978-1905209514

Este livro apresenta os resultados de trabalhos de investigações desenvolvidas por cientistas do Colégio Francês de Metrologia, com capítulos escritos por uma gama de especialistas de vários países europeus, apresentando um tratamento abrangente e internacional sobre matérias transversais à metrologia, sendo especialmente dedicado a académicos e técnicos envolvidos em atividades de metrologia nas empresas.

Encyclopaedia of Historical Metrology Weights and Measures
Jan Gyllenbok
Editor: Springer International Publishing
Edição de 2018
677 páginas
ISBN: 9783319575988



Este livro, constituído por um conjunto de 3 volumes, é apresentado numa configuração enciclopédica e aborda as unidades de medida que surgiram ao longo dos tempos, desde os pesos usados por culturas antigas até as unidades científicas do mundo moderno, através de uma abordagem de listagem ordenada alfabeticamente de nomenclaturas e unidades, incluindo variantes de grafias, abreviações, símbolos e acrónimos usados em metrologia.

SPMet

Sociedade Portuguesa de Metrologia

ISSN 2182-5424

| n.º 16 | março de 2022

www.spmet.pt