

3

Laboratório de Termometria do Inmetro

O Laboratório de Termometria do Inmetro (Later) pertence à Divisão de Metrologia Térmica (Diter) e tem por principais atribuições:

- a guarda, a manutenção, a conservação e a reprodução dos padrões metrológicos nacionais de temperatura e a disseminação e padronização da grandeza temperatura no País;
- a manutenção da rastreabilidade de seus padrões a padrões internacionais através de comparações com laboratórios nacionais de outros países que possuam assegurada rastreabilidade ao BIPM em seus padrões, como o Nist, o PTB e o NPL, por exemplo;
- a realização da calibração de padrões e instrumentos de medição de terceiros;
- a realização de pesquisas em termometria, visando o desenvolvimento de técnicas de medição, inovadoras ou não, para dar suporte à indústria nacional, seja de forma direta ou através dos laboratórios credenciados ao Inmetro.

3.1

Visão geral do Later

O Later possui instrumentação e padrões para a realização dos pontos fixos da ITS-90 compreendidos entre o ponto do argônio ($-189,3442^{\circ}\text{C}$) e o ponto do cobre ($1084,62^{\circ}\text{C}$), ou seja, todos os pontos da ITS-90 exceto os pertencentes à faixa criogênica, que serão realizados pelo Laboratório de Criogenia do Inmetro, quando implantado, e à faixa de termometria de radiação, que são realizados atualmente pelo Laboratório de Pirometria da Divisão de Metrologia Térmica do Inmetro.

As incertezas, com 95,45% de nível de confiança, obtidas nas calibrações primárias de TRP de 25Ω realizadas no Later vão de aproximadamente $\pm 0,5$ mK a $\pm 5,5$ mK na faixa que vai do ponto do argônio até o ponto do zinco. Entre o ponto do zinco e o ponto da prata, as incertezas estão entre ± 6 mK e ± 15 mK.

O Later possui grande parte dos seus equipamentos conectada a computadores, com programas desenvolvidos pela própria equipe do laboratório,

possibilitando aquisição automática de dados, minimizando possibilidades de erros de leitura e aumentando de forma considerável a quantidade de dados obtidos em uma calibração ou processo. Será feita uma abordagem desse assunto no capítulo 5 deste trabalho.

3.2 Pontos fixos de definição

Ponto fixo de definição é o padrão primário de temperatura e corresponde ao equilíbrio entre duas ou três fases físicas de um material idealmente puro ao qual um valor de temperatura é designado, sendo esse valor considerado exato por definição.

Os pontos fixos do Later são, em sua maioria, de metais (as exceções são argônio e água) com pureza superior a 99,999% acondicionados em cadinhos de grafite de alta pureza no interior de tubos individuais de quartzo selados, contendo gás inerte (normalmente argônio). Esses conjuntos de tubo, cadinho e metal são conhecidos como células seladas de pontos fixos de temperatura e são construídos de forma que na temperatura da transição entre as fases físicas sólida e líquida do metal, a pressão interna seja próxima de 101325 Pa, na maior parte das células. A exceção entre as células de metal é a célula do mercúrio, que apresenta a pressão do ponto triplo desse metal. As células do Later são consideradas padrões de referência de temperatura do País, ou seja, padrões nacionais de temperatura.

Cada célula de ponto fixo contém um tubo que penetra no material cujas fases físicas estão em equilíbrio, para que um termômetro seja nele inserido objetivando a sua calibração. Esse tubo possui a extremidade inferior fechada, para que não haja contato do termômetro com o material interno da célula e recebe o nome de poço termométrico. A figura 1 mostra os detalhes de uma célula de ponto fixo de temperatura de um metal de alta pureza.

As células são usadas normalmente em fornos verticais, que dependendo do ponto, são equipados com controle por zonas (principal e auxiliares) ou com camisa isotérmica (*heat pipe*), para homogeneização da temperatura e redução de gradientes térmicos na região de utilização.

Devido à difusão de impurezas nos metais que constituem as células, estas apresentam maior repetitividade em processo de solidificação do que em processo

de fusão, exceto o mercúrio, no qual é realizado o ponto triplo, e o gálio, que apresenta melhor desempenho no processo de fusão. Porém, dependendo do nível de incerteza almejado, podem ser utilizadas da mesma forma tanto a fusão quanto a solidificação do metal como o mesmo ponto fixo de temperatura [2].

Ao longo dessa pesquisa, foram colhidos dados tanto em fusão quanto em solidificação em uma célula da prata e os resultados comprovam essa diferença de comportamento no que se refere à repetitividade dos resultados. Esse assunto será abordado com mais detalhes no capítulo 6 deste trabalho.

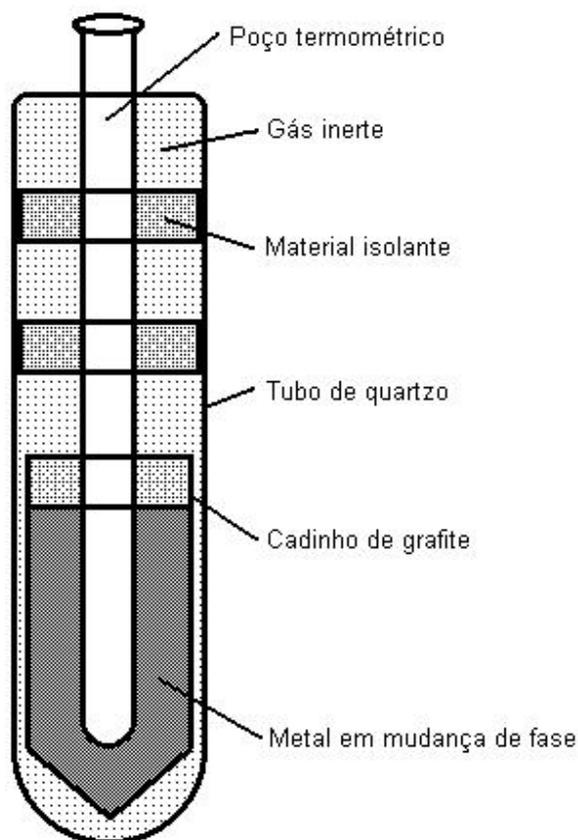


Figura 1 – Célula selada de ponto fixo de temperatura – metal

3.3 Laboratórios credenciados

Com a globalização comercial e econômica dos mercados, a padronização tornou-se fundamental para a viabilização e intensificação do comércio internacional, pois é crescente a demanda por produtos e serviços que atendam às especificações relacionadas à saúde e a segurança da população e, o não atendimento aos requisitos técnicos constitui-se cada vez mais em sinônimo de

barreira não tarifária ao comércio entre países.

No âmbito de sistemas genéricos de garantia da qualidade, o padrão mundialmente aceito está descrito nas normas da série ISO 9000, mas com relação a laboratórios de calibração e ensaios, o adequado é o que está descrito na norma ISO/IEC 17025, que em 1999 substituiu o ISO/IEC guia 25.

Uma das conseqüências mais importantes do uso dos serviços de um laboratório que adote a ISO/IEC 17025 é, sem dúvida, a facilidade proporcionada para a negociação e o livre comércio entre signatários de acordos bilaterais ou multilaterais, beneficiando empresas e usuários que operam nesses mercados, principalmente eliminando barreiras técnicas e reduzindo custos ao eliminar a necessidade de duplicidade de ensaios em produtos por importadores e exportadores.

Credenciamento é o procedimento pelo qual um organismo autorizado reconhece formalmente que um organismo ou pessoa é competente para desenvolver tarefas específicas [5]. Para um laboratório de calibração/ensaios, pode-se definir credenciamento como sendo o reconhecimento formal da sua capacitação técnica para a realização de ensaios ou calibrações específicas, respaldado por um sistema da qualidade formalmente avaliado e documentado segundo critérios internacionalmente reconhecidos e utilizados.

O credenciamento é de natureza voluntária e facultado a qualquer laboratório envolvido com a calibração de padrões, medidas materializadas e instrumento de medição, em atendimento à própria demanda interna ou de terceiros, independente ou vinculado a outra organização, pública ou privada, nacional ou estrangeira, independentemente do seu porte, sendo concedido para uma determinada lista de serviços de calibração e/ou ensaios. No contexto da lógica e da prática internacional, apenas um único organismo de credenciamento de laboratórios deve existir por país. No caso do Brasil, o organismo de credenciamento é o Inmetro, que coordena a Rede Brasileira de Laboratórios de Calibração e a Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio, formadas por laboratórios que são avaliados de acordo com os requisitos da ISO/IEC 17025. O Inmetro, por sua vez, segue as diretrizes do ISO/IEC Guia 58 para garantir o reconhecimento e a aceitação internacionais dos laboratórios credenciados e a permanência do País em blocos de cooperação e reconhecimento, como o por exemplo o bloco chamado *International Laboratory Accreditation Cooperation*

(ILAC) que é atualmente o principal fórum mundial para questões de credenciamento ou reconhecimento [6]. Na *homepage* do Inmetro podem ser visualizados e consultados os catálogos com as listas de serviço dos laboratórios de calibração [7] e de ensaios [8] credenciados pelo Inmetro, juntamente com as suas melhores capacidades de medição, quando esta informação for pertinente.

3.4 Rastreabilidade das medições

Os laboratórios de calibração credenciados ao Inmetro, calibram seus padrões nos laboratórios de referência do País, que possuem os padrões nacionais e conseqüentemente as menores incertezas de medição, com rastreabilidade a padrões internacionalmente aceitos. Sempre que possível, essas calibrações são executadas por método primário, que é reconhecidamente o de menor incerteza para uma dada grandeza. Em seus serviços de calibração, os laboratórios credenciados partem desses valores de incerteza para os cálculos das incertezas dos seus serviços, utilizando planilhas onde são agrupadas as grandezas de influência para esses cálculos.

O Later, que é um dos laboratórios de referência do País, mantém harmonizados os seus padrões primários, que são as células de pontos fixos de definição, com padrões internacionalmente aceitos, através de comparações internacionais, realizadas tanto nas suas dependências quanto em institutos de outros países que tenham tais padrões sob a sua guarda. Cada uma dessas comparações é normalmente realizada entre vários países ao mesmo tempo e as informações obtidas são gerenciadas e analisadas por um instituto de reconhecida competência técnica como o Nist, o NPL ou o PTB por exemplo, que lidera a comparação. Tal instituto, ao liderar uma comparação, recebe o nome de Piloto e é responsável ainda pela publicação a nível internacional dos resultados obtidos em tal comparação.

Os resultados obtidos nesta pesquisa estão harmonizados com padrões internacionais, pois as células de pontos fixos de temperatura utilizadas foram submetidas a comparações internacionais e o instrumento indicador, calibrado por um outro laboratório de referência, responsável no País pela padronização e pela rastreabilidade da grandeza tensão elétrica.