

RECOMENDAÇÃO CNQ 4/99

Exemplos de períodos iniciais de calibração de instrumentos de medição

1 Introdução

Quando um instrumento de medição é utilizado pela primeira vez, é necessário proceder à sua calibração, a fim de confirmar que ele cumpre as especificações metrológicas exigidas para o correcto desempenho do serviço em causa.

A periodicidade de calibração inicial deverá ser, então, fixada em função de diversos factores, tais como o tipo de instrumento, as recomendações do fabricante, a especificidade das condições de operação e a frequência de utilização previsível.

Para o equipamento utilizado em análise química convém distinguir entre calibração instrumental, calibração analítica e verificação operacional.

Todos os instrumentos, que requerem calibração analítica como parte da sua operação normal (ex. cromatógrafos, espectrómetros, espectrofotómetros), devem ser calibrados com materiais de referência de composição conhecida (soluções de compostos puros, p. ex.).

Na definição dos períodos iniciais de calibração instrumental de equipamento de análise química deve ter-se em conta o tipo de amostragem, o seu manuseamento e preparação, a possibilidade de contaminação e a taxa de recuperação em processos de extracção. Deve ainda ter-se em conta que a calibração instrumental só se torna necessária quando a grandeza em questão influencia significativamente o resultado da medição e a sua incerteza.

No que respeita aos analisadores de composição e, de uma forma geral, aos instrumentos utilizados em química analítica, as medições devem ser, sempre que possível, rastreáveis à quantidade de matéria (mole, no SI), ou a um material de referência certificado, de qualidade metrológica elevada.

2 Objectivo e campo de aplicação

O presente documento tem por objectivo dar a conhecer aos laboratórios de calibração e de ensaio uma lista com exemplos de períodos iniciais de calibração de padrões de referência, padrões de trabalho e instrumentos de medição em geral. A sua aplicação na actividade industrial deve tomar em consideração que as condições de utilização são, em geral, mais

severas do que nos referidos laboratórios. O documento visa suprir, para um determinado tipo de instrumento, a dificuldade de escolha do período inicial de calibração, sempre que não se possua experiência sobre o seu comportamento e, por outro lado, o fabricante seja omissivo em relação a este assunto.

A aplicação dos exemplos constantes deste documento deve ter sempre em conta os princípios e metodologias estabelecidos na norma NP EN 30012-1, no que se refere à determinação dos períodos de calibração.

Relativamente aos instrumentos de análise química, o presente documento refere-se à calibração instrumental, pressupondo-se que a calibração analítica é feita de acordo com as normas ou procedimento de ensaio. Para as verificações operacionais recomenda-se o uso do CITAC Guide 1.

3 Referências

- CITAC Guide 1 – International Guide to Quality in Analytical Chemistry – An Aid to Accreditation, (1995).
- VIM - Vocabulário Internacional de Metrologia
- NP EN 30012-1
- Doc. Nº10 OIML e apêndice

4 Definições e terminologia

Os termos,

- Instrumento de medição
- Calibração
- Padrão de referência
- Padrão de trabalho
- Incerteza
- Resolução

devem ser interpretados de acordo com o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM).

- Calibração instrumental – calibração efectuada no equipamento de medição e ensaio, relativa a grandezas físicas.

- Calibração analítica – calibração efectuada recorrendo a padrões químicos (e/ou materiais de referência), geralmente por intermédio de uma recta (ou curva) de calibração.

- Verificação operacional – conjunto de operações efectuadas a fim de constatar e confirmar que o instrumento de medição satisfaz as respectivas especificações, permitindo saber se os erros estão dentro das tolerâncias.

5 Exemplos de períodos iniciais de calibração

| INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO | PERIODICIDADE (MESES) |
|--|--------------------------|
| Acústica | |
| Calibradores de nível sonoro | 12 |
| Dosímetros de ruído | 12 |
| Microfones | 12 |
| Pistonfones | 12 |
| Sonómetros | 12 |
| Binário | |
| Chaves dinamométricas | 6 |
| Medidores de binário | 12 |
| Calorimetria | |
| Analísadores térmicos diferenciais | 12 |
| Calorímetros diferenciais Outros calorímetros | 24 |

Comprimento, superfície e ângulo

| | |
|-----------------------------------|----|
| Blocos padrão | 12 |
| Calibres passa/não passa | 12 |
| Comparadores | 12 |
| Esquadros e réguas geométricas | 12 |
| Interferômetros laser | 12 |
| Máquinas de medir por coordenadas | 12 |
| Micrómetros | 12 |
| Microscópios de medição linear | 12 |
| Níveis de metrologia | 12 |
| Paquímetros | 12 |
| Planímetros | 12 |
| Planos ópticos | 12 |
| Projectores de perfis | 12 |
| Sutas | 12 |
| Transdutores de deslocamento | 12 |
| Transdutores e sensores de ângulo | 12 |
| Autocolimadores | 24 |
| Padrões de circularidade | 24 |
| Padrões de rugosidade | 24 |
| Planos de metrologia | 24 |
| Pratos divisores | 24 |
| Réguas graduadas | 24 |

Electricidade e magnetismo

| | |
|---|----|
| Amperímetros | 12 |
| Atenuadores padrão de alta frequência | 12 |
| Caixas de resistências | 12 |
| Condensadores padrão | 12 |
| Contadores de energia eléctrica | 12 |
| Conversares térmicos de tensão e corrente | 12 |
| Coulómetros | 12 |
| Divisores capacitivos de tensão | 12 |
| Divisores resistivos de tensão | 12 |
| Fasímetros | 12 |
| Galvanómetros | 12 |
| Gaussímetros | 12 |
| Geradores e analisadores de sinal | 12 |
| Impedâncias de alta frequência | 12 |
| Indutâncias padrão | 12 |
| Ohmímetros | 12 |
| Padrões de ruído eléctrico | 12 |
| Pilhas padrão | 12 |
| Pontes de Wheatstone, impedância e capacitância | 12 |
| Potenciômetros | 12 |
| Resistências padrão | 12 |
| Voltímetros | 12 |
| Wattímetros | 12 |
| Transformadores de medição | 36 |

| INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO | PERIODICIDADE [MESES] |
|-------------------------|--------------------------|
|-------------------------|--------------------------|

Equipamentos e dispositivos médicos

| | |
|--|----|
| Audiômetros de sons puros | 12 |
| Aparelhos para audiometria da voz | 12 |
| Aparelhos para medição da resposta humana às vibrações | 12 |
| Electrocardiógrafos | 12 |
| Electroencefalógrafos | 12 |
| Esfigmomanômetros | 12 |
| Focômetros | 12 |
| Sistemas bioeléctricos e ultra-sónicos | 12 |
| Sonómetros | 12 |
| Termómetros clínicos, eléctricos | 12 |

Força

| | |
|--|----|
| Anéis dinamométricos | 12 |
| Células de força | 12 |
| Equipamento hidráulico de medição de força | 12 |
| Máquinas de ensaios mecânicos (sistemas de medição de força) | 12 |

Humidade

| | |
|-----------------------|----|
| Higrómetros absolutos | 12 |
| Higrómetros relativos | 6 |
| Psicrómetros | 12 |

Massa, volume e densidade

| | |
|--|----|
| Instrumentos de pesagem de funcionamento não automáticos | 12 |
| Massas padrão | 12 |
| Picnómetros de vidro | 12 |
| Densímetros | 24 |
| Hidrómetros | 24 |
| Picnómetros de metal | 24 |
| Sólidos de imersão | 24 |
| Medidas materializadas de volume | 12 |
| Material volumétrico de laboratório | 36 |

Medições em fluxos

| | |
|--|----|
| Anemómetros | 6 |
| Contadores volumétricos para líquidos | 12 |
| Medidores de caudal mássico | 12 |
| Medidores de Venturi | 12 |
| Medidores de caudal de orifício calibrado | 24 |
| Contadores volumétricos para gases e gases liquefeitos | 24 |
| Tubos de Pitot | 24 |
| Tubos padrão | 24 |
| Rotâmetros | 24 |
| Medidores de coluna de mercúrio | 36 |

Óptica, fotometria, colorimetria e radiometria

| | |
|-------------------------------------|----|
| Analísadores de sinal óptico | 12 |
| Atenuadores ópticos | 12 |
| Fontes de sinal óptico (laser, led) | 12 |
| Fotómetros | 12 |
| Medidores de comprimento de onda | 12 |
| Medidores de potência óptica | 12 |
| Reflectómetros | 12 |

| INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO | PERIODICIDADE [MESES] |
|--|--------------------------|
| Bolómetros | 24 |
| Colorímetros | 24 |
| Lâmpadas padrão | 24 |
| Medidores de intensidade luminosa | 24 |
| Medidores térmicos de cor | 24 |
| Monocromadores | 24 |
| Espectro-radiómetros | 48 |
| Padrões de cor | 48 |
| Pressão | |
| Barómetros | 12 |
| Manómetros | 12 |
| Vacuómetros | 12 |
| Balanças manométricas | 24 |
| Quantidade de Matéria | |
| Cromatógrafos | |
| - Grandezas medidas pelo detector (absorvância, condutibilidade, etc...) | 6 |
| - Sistema de aquecimento / termostatação | 6 |
| Difractómetro de raios X e de neutrões | |
| - Calibração do detector (massa, ppm, comprimento de onda, frequência, absorvância, transmitância, largura de banda, intensidade) | 12 |
| Espectrómetros, espectrofotómetros, incluindo absorção atômica, fluorescência, plasma acoplado induzido (ICP), emissão óptica, infravermelhos, luminescência, massa, Raman, ressonância magnética nuclear, ultra-violeta/visível, fluorescência de raios X, colorímetros | |
| - Grandezas da fonte de radiação (comprimento de onda, intensidade, largura de banda,...) | 12 |
| - Grandezas medidas pelo detector (absorvância, transmitância, largura de banda, intensidade) | 6 |
| Sistemas electroquímicos, incluindo condutibilidade, pH e iões selectivos | |
| - Sinal eléctrico | 12 |
| Analísadores amperimétricos e coulométricos (intensidade de corrente e carga eléctrica) | 12 |
| Aparelhos de determinação de depressão crioscópica | 12 |
| Ebuliómetros | 12 |
| Polarímetros (poder rotatório específico) | 6 |
| Radiações ionizantes | |
| Dosímetros | 12 |
| Fontes de radiação ionizante | 12 |
| Temperatura | |
| Termopares com compensação electrónica da junção de referência | 6 |
| Pirómetros | 12 |
| Sensores térmicos | 12 |
| Termómetros em geral | 12 |
| Termopares em metais nobres | 24 |
| Tempo e frequência | |
| Contadores de impulsos | 12 |
| Cronómetros | 12 |
| Frequencímetros | 12 |

| INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO | PERIODICIDADE [MESES] |
|-------------------------------------|--------------------------|
| Velocidade e aceleração | |
| Acelerómetros | 12 |
| Estroboscópios | 12 |
| Frenómetros | 12 |
| Medidores de vibração | 12 |
| Taquímetros | 12 |
| Viscosidade – Reometria | |
| Viscosímetros de corpo em queda | 6 |
| Reómetros | 6 |
| Viscosímetros de escoamento capilar | 12 |
| Viscosímetros de rotação | 12 |

Nota I - Os Padrões de Referência, pelo facto de normalmente não estarem sujeitos a condições de utilização adversas e de, regra geral, terem uma frequência de utilização menor do que os instrumentos de medição em geral, podem ter periodicidades de calibração mais alargadas, desde que devidamente justificadas.

Nota II - Os Instrumentos de Medição que não são utilizados em Laboratório têm, em geral, condições de utilização mais severas, pelo que a definição da sua periodicidade de calibração deve ter em conta a sua aplicação na actividade em causa. Regra geral terão uma periodicidade de calibração menor.

Nota III - A calibração ao nível do ppb (parte por bilião 1:10⁹) deve ser objecto de cuidados especiais, devendo os períodos iniciais de calibração serem reduzidos a metade dos propostos, excepto quando a calibração faz parte do procedimento normal de análise. Quando um teste é utilizado para medição de uma propriedade empírica de uma dada amostra, como o ponto de inflamação, a turvação, o ponto de orvalho, etc..., o procedimento de ensaio deve ser validado com materiais de referência rastreáveis, com um método de referência ou normalizado, ou através de ensaios interlaboratoriais.