

Gilberto Carlos Fidélis

Guia Prático

Orientações
para a
Implantação da
NBR ISO/IEC
17025

CECT

Florianópolis

2010

© 2010 CECT

Direitos desta edição reservados ao
CECT - Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicacoes@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Guia Prático – Orientações para a Implantação da NBR
ISO/IEC 17.025 - Florianópolis – SC, 2010
1ª Edição - CECT

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pelas leis vigentes no país.

Agradecimentos

Agradeço a Deus, que me dá todas as coisas e que me permitiu mais esta conquista.

Agradeço a todos os alunos dos mais de 800 cursos que já ministrei e que tanto me ajudaram e incentivaram a aprender, a ensinar e persistir.

Agradeço ao leitor que me privilegia com a leitura deste livro.

*Este livro é dedicado a minha esposa
Rosângela e aos meus filhos
Monique, Michelle e Matheus.*

Sumário

1. NBR ISO/IEC 17025: Os Laboratórios Sobreviverão sem ela?.....	09
O primeiro princípio para o sucesso.....	09
Três funções importantes.....	11
O segundo princípio para o sucesso.....	16
As grandes diferenças da NBR ISO/IEC 17025 em relação à NBR ISO 9000.....	16
Aspectos importantes da implantação da NBR ISO/IEC 17.025.....	17
Tempo para a implantação da norma.....	18
Os benefícios da implantação de um sistema da qualidade segundo a NBR ISO/IEC 17025.....	19
Medições, ensaios e calibrações de má qualidade não deveriam existir.....	20
2. A Competência no Contexto da NBR ISO/IEC 17025...	21
3. Os Tipos de Documentos Usados em Sistemas de Gestão da Qualidade.....	26
O que é um documento?.....	26
Os tipos de documentos.....	26
4. Como Elaborar o Manual da Qualidade.....	29
O documento de referência.....	29
O manual da qualidade deve ser livro de cabeceira.....	30
Aspectos Gerais de um Manual da Qualidade.....	31
Formato e Estrutura do Manual.....	34
Como Elaborar as seções 4 e 5 do manual da qualidade...	37
Um exemplo de seção do manual da qualidade.....	40

5. Os Métodos de Auditoria Interna.....	43
6. Será que Realmente é uma Não Conformidade?.....	49
7. Melhoria Contínua.....	52
O ciclo PDCA no contexto da melhoria contínua.....	53
Anomalias e falhas.....	56
Estratégias para a eliminação de anomalias.....	58
O ciclo DMAIC.....	58
8. A Importância do Treinamento e Como Avaliar a sua Eficácia.....	68
A empresa que treina e aprende.....	69
Treinamento versus formação escolar.....	70
O treinando.....	71
O instrutor.....	72
Treinamentos in company versus aberto.....	74
Identificação das necessidades de educação e capacitação das pessoas.....	74
Avaliação da eficácia de treinamento.....	75
9. Diretrizes para Treinamento Segundo a NBR ISO 10.015.....	80
Treinamento: um processo em quatro estágios	81
Estágio 1: definição das necessidades de treinamento....	83
Estágio 2: projeto e planejamento do treinamento	87
Estágio 3: execução do treinamento.....	91
Estágio 4: Avaliação dos resultados do treinamento.....	93
10. Como Elaborar Procedimentos Técnicos que Atendam a Norma.....	97
Métodos normalizados.....	99
Métodos não normalizados e a validação de métodos.....	103
Controle dos procedimentos.....	108
Conteúdo recomendado para procedimentos técnicos.....	109

11. A Validação de Métodos de Medição, Calibração ou Ensaio.....	110
Definições.....	110
Em que casos devemos validar um método.....	111
Planejamento da validação.....	113
Parâmetros de desempenho de métodos.....	114
Documentação da validação.....	114
Avaliação da tendência do método.....	116
Incerteza de medição.....	120
12. A validação de Softwares.....	122
Princípios gerais a utilizar na validação.....	124
Atividades do ciclo de vida do software.....	128
Considerações para as planilhas de cálculo.....	129
Documentação da validação.....	131
Validação de planilhas Eletrônicas.....	132
13. Como Obter a Rastreabilidade Metrológica.....	133
O que entendemos por rastreabilidade metrológica?....	133
Por que são necessárias as calibrações e a rastreabilidade.....	136
Os elementos que compõem a rastreabilidade.....	137
Hierarquia das calibrações.....	139
14. Participação em Comparações Interlaboratoriais.....	143
Os principais objetivos de uma comparação interlaboratorial.....	144
A consistência de Resultados.....	144
Planejamento do programa.....	147
Guias Práticos de Metrologia e Qualidade Publicados pelo CECT.....	153

Prefácio

Era maio de 1995. Costumava dormir 2 horas em média em cada dia antes do evento: um seminário internacional de metrologia e qualidade. Sala com mais de 50 pessoas, todas querendo saber o que era o tal ISO Guia 25, embora não fosse novidade em outros países. Naquela sala, em 8 h de apresentação em um ritmo acelerado, ministrei sobre os requisitos para um sistema da qualidade laboratorial exigido pela ISO Guia 25, que em 1999 transformou-se na ISO/IEC 17.025.

No dia seguinte, mais exausto ainda, estava em outra sala a ministrar sobre auditorias internas em laboratórios, uma das seções do Guia 25. No fim deste dia, o cansaço era tal que depois do evento literalmente “despenquei” sobre a cama e dormi o mais precioso dos sonos.

Praticamente 15 anos já se passaram, mas lembro-me como se fosse hoje. Embora já tivesse experiência de mais de 10 anos como instrutor de cursos, naquele primeiro evento sobre o Guia 25 estava muito preocupado e nervoso. Minha idéia era levar uma mensagem da importância de seguirmos padrões internacionais de qualidade, de mostrar a oportunidade de crescimento da metrologia a partir daquele momento, pois havia, finalmente, requisitos definidos e documentados sobre como os laboratórios deveriam operar.

Este livro difere dos demais principalmente por dois motivos: apresenta aplicação direta nos laboratórios e foi elaborado de forma a ser didático, sem medo de ensinar. Além disso, colocamos neste livro nossa experiência de mais de 15 anos na implantação de sistemas de gestão da qualidade em laboratórios.

Nosso objetivo é ajudar alunos e profissionais atuantes em laboratórios de medição, calibração e ensaio, a implantarem adequadamente a norma NBR ISO/IEC 17.025 para melhorar a confiabilidade dos resultados das calibrações, medições e ensaios.

Chamo a atenção de que procuramos abordar neste livro os aspectos mais importantes na implantação da norma. Embora a norma seja muito extensa, tenho a certeza que depois de uma leitura cuidadosa deste livro você passará a ter uma visão mais clara sobre os objetivos e como atender alguns dos requisitos exigidos pela norma.

Quero agradecer a todos os nossos alunos, pois eles nos ensinaram muito e foram fundamentais no incentivo a este trabalho.

Agradeço a Deus por me permitir realizar este trabalho.

Florianópolis, Janeiro de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

Gilberto Carlos Fidélis

Guia Prático

Estatística Aplicada nas Calibrações, Medições e Ensaaios.

CECT

Florianópolis

2010

© 2010 CECT

Direitos desta edição reservados ao
CECT - Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicacoes@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Guia Prático – Estatística Aplicada nas Calibrações,
Medições e Ensaios - Florianópolis – SC, 2010.
1ª edição, CECT.

ISBN 978-85-63790-01-9

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pelas leis vigentes no país.

Agradecimentos

Agradeço a Deus, que me dá todas as coisas e que me permitiu mais esta conquista.

Agradeço a todos os alunos dos mais de 800 cursos que já ministrei e que tanto me ajudaram e incentivaram a aprender, a ensinar e persistir.

Agradeço ao leitor que me privilegia com a leitura deste livro.

*Este livro é dedicado a minha esposa
Rosângela e aos meus filhos
Monique, Michelle e Matheus.*

Sumário

1.	A Importância da Distribuição de Probabilidade Normal na Metrologia e Qualidade.....	07
	A medição como um experimento aleatório.....	07
	A média e o desvio padrão.....	10
	Obtendo a melhor estimativa – média das medições.....	10
	Desvio padrão experimental.....	11
	A distribuição normal.....	14
	As probabilidades de abrangência mais utilizadas em metrologia.....	16
	Curiosidade Metrológica.....	19
2.	A Distribuição t de Student e os Graus de Liberdade....	20
	Amostra versus população.....	20
	A família t de Student.....	22
	O desvio padrão e os graus de liberdade.....	24
	Relação com a curva normal.....	28
	Uma aplicação importante.....	28
	Exemplo de determinação do desvio padrão experimental e sua interpretação.....	29
3.	A Repetitividade e Reprodutibilidade.....	34
	A variabilidade dos resultados.....	34
	Condição de repetitividade.....	34
	Condição de reprodutibilidade.....	36
4.	A Identificação e Rejeição de Outliers em Medições, Calibrações e Ensaios.....	41
	A importância da identificação de outliers.....	41
	Os grandes pensadores.....	42
	As fases de estudo dos outliers.....	43
	A influência de um outlier sobre a média e o desvio padrão experimental.....	45
	O teste de Dixon para a identificação de outliers.....	47
	As etapas do teste de Dixon.....	49

Teste de Grubbs.....	51
O teste de Chauvenet.....	56
Qual o melhor teste para a rejeição de Outliers?.....	59
5. Testes para a Comparabilidade de Resultados.....	60
Teste de Cochran.....	60
Teste F de Snedecor.....	63
Teste t entre duas médias.....	68
Erro Normalizado.....	75
Exemplos de aplicação do Erro Normalizado.....	77
6. Correlação Linear.....	82
Aplicação na Metrologia.....	82
Coeficiente linear de Pearson (r).....	82
Como determinar o coeficiente de correlação.....	86
Exemplo de cálculo do valor r.....	88
Coeficiente de determinação (r^2).....	90
7. Estimativa da Incerteza de Medição na Regressão Linear.....	91
Regressão linear.....	92
Expressão da reta de regressão.....	93
Coeficientes da reta e respectivas incertezas.....	96
Combinação das incertezas do coeficiente linear e angular.....	98
Incerteza da interpolação de um novo valor “y” a partir de um “x”	100
Exemplo de avaliação de incerteza de medição na regressão linear.....	102
Guias Práticos de Metrologia e Qualidade Publicados pelo CECT.....	106

Prefácio

A estatística sempre assustou muita gente, principalmente quando mal ensinada. Considerada uma ciência, assim como a metrologia, a estatística geralmente é uma disciplina nas escolas e universidades brasileiras, onde nem sempre é compreendida.

Agora, imagine a combinação: metrologia com estatística. Se ambas forem ensinadas de forma inadequada os resultados poderão ser catastróficos.

Este livro difere dos demais livros de estatística principalmente por dois motivos: apresenta aplicação direta na metrologia e foi elaborado de forma a ser didático, sem medo de ensinar. Além disso, colocamos neste livro nossa experiência de mais de 30 anos de ensino da metrologia.

Nosso objetivo é ajudar alunos e profissionais atuantes na área da qualidade, em especial aqueles da metrologia, a aplicarem adequadamente a estatística para melhorar a confiabilidade dos resultados das calibrações, medições e ensaios.

Quero agradecer a todos os nossos alunos, pois eles nos ensinaram muito e foram fundamentais no incentivo a este trabalho.

Florianópolis, Janeiro de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

Gilberto Carlos Fidélis

Guia Prático

Incerteza de Medição para Iniciantes



Florianópolis

2010

© 2010 CECT

Direitos desta edição reservados ao
CECT - Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicacoes@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Guia Prático – Incerteza de Medição para Iniciantes -
Florianópolis – SC, 2010. 1ª edição, CECT.

ISBN 978-85-63790-02-6

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pelas leis vigentes no país.

Agradecimentos

Agradeço a Deus, que me dá todas as coisas e que me permitiu mais esta conquista.

Agradeço a todos os alunos dos mais de 800 cursos que já ministrei e que tanto me ajudaram e incentivaram a aprender, a ensinar e persistir.

Agradeço ao leitor que me privilegia com a leitura deste livro.

*Este livro é dedicado a minha esposa
Rosângela e aos meus filhos
Monique, Michelle e Matheus.*

Sumário

1. Fundamentos da Metrologia	9
A Medição.....	11
2. O que é o Mensurando?.....	12
3. A Incerteza de Medição.....	19
O que é Incerteza de Medição.....	19
Como Caracterizar a Incerteza de Medição.....	20
Qual a Origem da Incerteza de Medição?.....	21
Por que a Incerteza de Medição é Importante?.....	22
Documentos de Referência para a Avaliação da Incerteza de Medição.....	25
4. Erro Versus Incerteza de Medição.....	27
5. As Principais Distribuições de Probabilidade.....	29
A Medição como um Experimento Aleatório.....	29
A Média e o Desvio Padrão.....	31
Obtendo a Melhor Estimativa – Média das Medições.....	31
Desvio Padrão Experimental.....	33
A Distribuição Normal.....	35
As Probabilidades de Abrangência mais Utilizadas em Metrologia.....	37
A Distribuição de Probabilidade Retangular.....	40
6. A Distribuição t de Student e os Graus de Liberdade	43
Amostra Versus População.....	43
A Família “t” de Student.....	44
O Desvio Padrão Experimental e os Graus de Liberdade...	46
Desvio Padrão Experimental (s).....	47
Os Graus de Liberdade.....	49
Relação da Distribuição “t” com a Normal.....	51
Exemplo de Determinação do Desvio Padrão Experimental e sua Interpretação.....	51

7. Incerteza Padrão, Incerteza Padrão Combinada e Incerteza Expandida.....	56
A Incerteza de Medição Padrão (u).....	57
A Incerteza de Medição Padrão Combinada (u_c).....	58
A Incerteza de Medição Expandida (U).....	61
Como Transformar Incertezas Expandidas em Incertezas Padrão.....	62
Incertezas Padrão para Outras Distribuições de Probabilidade.....	64
8. Avaliação do Tipo A da Incerteza de Medição.....	66
O Teorema do Limite Central (TLC).....	68
A Incerteza da Média é uma Incerteza Padrão.....	70
O que Você deve Guardar Sobre a Avaliação da Incerteza do Tipo A.....	71
Como Reduzir o Valor da Incerteza da Média.....	72
9. A incerteza do Padrão de Calibração ou do Instrumento Usado na Medição.....	73
10. A Deriva Instrumental como Componente de Incerteza.....	77
11. A Resolução como Componente de Incerteza.....	80
O Quanto a Resolução Contribui com a Incerteza?.....	83
Os Graus de Liberdade de uma Distribuição Retangular.	86
12. O Desvio de Linearidade como Componente de Incerteza.....	87
13. A Componente de Incerteza de Medição Devido ao Efeito da Temperatura.....	93
O Efeito da Temperatura na Medição.....	94
Erro de Medição Devido à Temperatura.....	96
Componente de Incerteza Devido ao Efeito Temperatura	99
Componente de Incerteza da Temperatura sem Correção de Erros.....	101

14. Como Relatar o Resultado de Medição.....	103
Os 5 Elementos de um Resultado de Medição.....	104
Um Exemplo de Resultado da Medição a partir da Correção de Erros de Medição.....	105
Um Exemplo de Resultado da Medição sem Correção de Erros de Medição.....	107
15. Graus de Liberdade de uma Avaliação do Tipo B e Graus de Liberdade Efetivos.....	108
A Avaliação do Tipo B da incerteza de Medição.....	108
Graus de Liberdade de uma Avaliação do Tipo B.....	109
O Número de Graus de Liberdade Efetivos.....	110
16. A Metodologia de Avaliação da Incerteza de Medição.....	112
17. Um Exemplo de Avaliação de Incerteza em uma Calibração.....	116
Quantificação das Componentes de Incerteza.....	117
Quantificação da Incerteza Padrão Combinada.....	121
Quantificação do Número de Graus de Liberdade Efetivos.....	122
Quantificação da Incerteza Expandida (U).....	122
18. Um Exemplo de Avaliação de Incerteza em uma Medição.....	127
Quantificação das Componentes de Incerteza.....	127
Quantificação da Incerteza Padrão Combinada.....	133
Quantificação do Número de Graus de Liberdade Efetivos.....	133
Quantificação da Incerteza Expandida (U).....	134
O Resultado da Medição com Correção da Tendência.....	137
O Resultado da Medição sem a Correção da Tendência..	139
19. ISO 14253 – Procedimento para Gerenciamento da Incerteza (PUMA)	141

20. Os Algarismos Significativos e Arredondamento de Resultados.....	143
Mudança de Unidades.....	145
Potência de Dez.....	146
Zeros à Esquerda do Primeiro Algarismo Significativo...	146
Zeros à Direita do Primeiro Algarismo Significativo.....	147
Zero Situado entre Algarismos Significativos.....	147
Critérios de Arredondamento.....	148
Operações com Algarismos Significativos.....	148
Algarismos Significativos no Resultado de uma Medição.....	150
21. O Sistema Internacional de Unidades- SI	152
Nome, Símbolo (como Escrever as Unidades SI) e Formação do Plural.....	153
A Pronúncia Correta.....	154
Símbolo.....	154
Unidade Composta.....	155
O Grama.....	155
Prefixo Quilo.....	156
Medidas de Tempo.....	156
Principais Unidades SI.....	157
Algumas Unidades em Uso com o SI, sem Restrição de Prazo.....	158
Algumas Unidades Fora do SI, Admitidas Temporariamente.....	158
Prefixos das Unidades SI.....	159
Guias Práticos de Medtologia e Qualidade Publicados pelo CECT.....	160

Prefácio

O tema Incerteza de Medição sempre assusta. Minha sorte foi ter começado na área de Metrologia em 1981 já a conhecendo. É verdade que a forma como a determinamos atualmente é bem diferente e mais trabalhosa do que naquela época. Com “certeza” foi o tema que muito evoluiu conceitualmente nos últimos anos.

Este livro apresenta aplicação direta aos laboratórios e para a indústria e foi elaborado de forma a ser didático, sem medo de ensinar. Minha meta foi criar uma referência para alunos de cursos técnicos e universitários, tão carentes de boas bibliografias neste tema. Coloquei neste livro minha experiência de quase 30 anos de instrutor da metrologia. Procurei apresentar-lhe uma sólida base teórica para que você possa, a partir dos exemplos deste livro, extrapolar para as suas aplicações específicas.

Meu objetivo foi ajudar alunos, professores e profissionais atuantes em laboratórios a implantarem adequadamente a avaliação da incerteza de medição para melhorar a confiabilidade dos resultados das calibrações, medições e ensaios. Nada é mais importante na metrologia do que conhecermos as incertezas dos nossos resultados de uma forma consistente. Resultados sem incertezas não deveriam mais ser aceitos.

Agradeço a grande maioria dos meus alunos, pois eles me desafiaram e incentivaram a levar adiante este trabalho.

Florianópolis, Janeiro de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

Gilberto Carlos Fidélis

Guia Prático

Metrologia para Iniciantes



Centro de Educação, Consultoria e Treinamento.

© 2010 CECT

Direitos desta edição reservados ao
CECT - Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicacoes@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Guia Prático – Metrologia para Iniciantes -
Florianópolis – SC, 2010. 1ª. Edição, CECT.

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pela Lei n. 5.988 de 14 de dezembro de 1973, artigos 122-130.

Agradeço a Deus por me permitir realizar este trabalho.

*Este livro é dedicado a minha esposa
Rosângela e aos meus filhos Monique,
Michelle e Matheus.*

Sumário

1. Um Breve Histórico da Metrologia	1
A Metrologia na Antiguidade.....	1
A Evolução na Definição do Metro.....	5
A Criação do Sistema Internacional de Unidades – SI.....	8
2. As Características Desejadas para o Metrologista....	11
O Metrologista.....	11
O Perfil do Metrologista.....	12
Honestidade.....	12
Competência.....	13
Bom Senso.....	17
Observador.....	18
Analítico.....	18
Escritor.....	19
3. O Erro Grosseiro.....	20
4. Fundamentos da Metrologia.....	27
A Medição.....	30
Utilize o Termo Precisão com Cuidado.....	33
5. Erro ou Desvio.....	34
Como Quantificar o Erro de Medição.....	38
6. Os Tipos de Erros de Medição.....	42
Os Tipos de Erros.....	45
Erros Instrumentais.....	45
Erros de Método.....	47
Erros Devido as Grandezas de Influência Externa.....	48
Erros Devidos ao Observador.....	49
Erros Matemáticos.....	49
7. O que é Exatidão.....	51

8. Os Algarismos Significativos e Arredondamento de Resultados.....	54
Mudança de Unidades.....	56
Potência de Dez.....	57
Zeros à Esquerda do Primeiro Algarismo Significativo...	57
Zeros à Direita do Primeiro Algarismo Significativo.....	58
Zero Situado entre Algarismos Significativos.....	59
Critérios de Arredondamento.....	59
Operações com Algarismos significativos.....	60
Algarismos Significativos no Resultado de uma Medição.....	62
9. O que é o Mensurando?.....	63
10. O que é a Resolução?.....	72
11. O que é uma Calibração?.....	75
12. Como Obter a Rastreabilidade Metrológica.....	81
O Que Entendemos por Rastreabilidade Metrológica?.....	81
Por que são Necessárias as Calibrações e a Rastreabilidade?.....	83
Os Elementos que Compõem a Rastreabilidade.....	85
Hierarquia das Calibrações.....	86
13. Como Relatar o Resultado de uma Medição.....	90
14. A Incerteza de Medição.....	95
O que é Incerteza de Medição?.....	95
Como Caracterizar a Incerteza de Medição.....	96
Qual a Origem da Incerteza de Medição?.....	97
Por que a Incerteza de Medição é Importante?.....	98
Documentos de Referência para a Avaliação da Incerteza de Medição.....	100

15. O Sistema Internacional de Unidades- SI	103
Nome, Símbolo (como Escrever as Unidades SI) e Formação do Plural.....	104
A Pronúncia Correta.....	105
Símbolo.....	105
Unidade Composta.....	106
O grama.....	106
Prefixo Quilo.....	107
Medidas de Tempo.....	107
Principais Unidades SI.....	108
Algumas Unidades em Uso com o SI, sem Restrição de Prazo.....	109
Algumas Unidades fora do SI, Admitidas Temporariamente.....	109
Prefixos das Unidades SI.....	110

Prefácio

A metrologia se desenvolveu muito na área mecânica e pouco nas outras. Mesmo naquela área ainda existem cursos em escolas técnicas e universidades que não dispõem de uma disciplina de metrologia ou de qualidade.

A situação ainda é pior nas áreas de física, química, elétrica e saúde. Esta última vem sendo ‘atacada’ fortemente no Brasil, com uma série de eventos regulares que tentam evidenciar ao pessoal que existe uma diferença entre o equipamento médico funcionar e funcionar corretamente.

Muitas vezes terminei uma calibração e cheguei a conclusão que deveria refazer parte ou totalmente o trabalho. Ao analisar os dados obtidos na calibração procurava verificar se havia algum número “meio estranho” que pudesse comprometer a calibração. Por que? Ficava preocupado com a qualidade dos resultados e com o cliente. A responsabilidade de entregar ao cliente resultados tecnicamente corretos sempre foi a minha política.

Ser um metrologista exige muita atenção e cuidado. Neste livro traçamos o perfil do metrologista, embora que de forma simples. Muitas outras características ainda podem ser acrescentadas pelo leitor. Abordamos as características que, embora possam ser desenvolvidas, são trazidas, em geral, de berço ou fazem parte da educação da pessoa. Metrologia pode ser aprendida na Escola ou Universidade, mas as “virtudes” para ser um bom metrologista são intrínsecas a pessoa.

Quando comecei meu estágio em metrologia, em 1981, na Universidade Federal de Santa Catarina-UFSC, costumava registrar tudo o que fazia para lembrar depois. Por que fazia assim? O motivo era a evidente falta de experiência e o tempo que gastava para estudar, entender e executar os experimentos de calibração que realizava. Às vezes uma calibração era repleta de

detalhes que, com certeza, teria dificuldade para lembrá-los sem o que denominava de “memorial”.

Naquela época não havia as máquinas digitais para registrar as imagens das montagens que realizávamos. Era tudo na base do desenho a mão ou fotos, muitas vezes ruins pela qualidade dos equipamentos que tínhamos na época.

Aqueles memoriais nos ajudaram, pois continham informações preciosas e relevantes para diversos tipos de calibrações. Ajudaram-nos também a comprovar que era importante não confiar apenas na memória humana, mas documentar tudo que era aprendido pela prática e experiência.

Quando resolvemos montar nossos procedimentos de calibração, visando acreditar o laboratório ao Inmetro, tínhamos muitas informações disponíveis para nos ajudar nesse processo.

Esses antigos “memoriais” me ajudaram a criar uma competência fabulosa que me fomenta até hoje nos treinamentos que ministro, bem como nos capítulos que escrevo para os livros. Agradeço a minha teimosia em ser pragmático e desconfiado em não acreditar que um dia iria lembrar de tudo sem a ajuda das minhas valiosas anotações.

Agradeço a grande maioria dos meus alunos, pois eles me desafiaram e incentivaram a levar adiante este trabalho.

Florianópolis, Junho de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

Gilberto Carlos Fidélis

Guia Prático

Metrologia para Química Analítica

CECT

Centro de Educação, Consultoria e Treinamento.

© 2010 CECT

Direitos desta edição reservados ao
Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicações@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Guia Prático – Metrologia para Química Analítica
Florianópolis – SC, 2010

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pela Lei n. 5.988 de 14 de dezembro de 1973, artigos 122-130.

*Este livro é dedicado a minha esposa
Rosângela e aos meus filhos Monique,
Michelle e Matheus.*

Sumário

1. Fundamentos da Metrologia	01
A medição	04
Evite Utilizar o Termo Precisão	06
2. Erro ou Desvio	07
Como Quantificar o Erro de Medição	11
3. Os Tipos de Erros de Medição	14
O Erro Grosseiro	16
Os Tipos de Erros	18
4. O que é Exatidão	23
5. Os Algarismos Significativos e Arredondamento de Resultados	26
Mudança de Unidades	28
Potência de Dez	29
Zeros à Esquerda do Primeiro Algarismo Significativo ...	29
Zeros à Direita do Primeiro Algarismo Significativo	30
Zero Situado entre Algarismos Significativos	30
Critérios de Arredondamento	31
Operações com Algarismos Significativo	31
Algarismos Significativos no Resultado de uma Medição	33
6. O que é o Mensurando?	35
7. O que é a Resolução?	42
8. O que é uma Calibração?	45
Aspectos Importantes da Calibração na Química Analítica	50
O Uso de Materiais de Referência Certificado como Padrão de Calibração	53

9. Como Obter a Rastreabilidade Metrológica	57
O Que Entendemos por Rastreabilidade Metrológica?	57
Por que são Necessárias as Calibrações e a Rastreabilidade?	59
Os Elementos que Compõem a Rastreabilidade	61
Hierarquia das Calibrações	62
10. Como Relatar o Resultado de uma Medição	65
11. Aspectos Metrológicos Importantes na Medição de pH	69
O Conceito de pH	70
O pHmetro	72
Os Eletrodos de Vidro	72
Potencial de Assimetria	75
O Erro Alcalino	75
Soluções Tampão	77
A Cadeia de Medição de um Medidor de pH	79
Como Calibrar e Ajustar o Medidor de pH	81
Manutenção dos Eletrodos de pH	87
O Efeito da Temperatura sobre o Valor do pH	88
O Efeito da Temperatura da Solução a ser Medida	91
12. Os Cuidados Básicos na Medição de Massa	92
Local	92
Condições Ambientais.....	93
Ar em Movimento e Mudanças de Pressão	95
Vibração	95
Bancadas de Trabalho	96
Interferências Elétricas	96
Operações com Balanças	97

13. Causas de Erros nas Medições de Volume	
Manipular Bem a Vidraria Volumétrica	101
Inspeccionar e/ou Calibrar a Vidraria Volumétrica	103
Instrumentos Volumétricos Acionados por Êmbolo	104
Conselhos para Utilizar bem as suas Micropipetas	106
14. Incerteza de Medição	108
O que é a Incerteza de Medição?	108
Como Caracterizar a Incerteza de Medição	109
Qual a Origem da Incerteza de Medição?	110
Por que a Incerteza de Medição é Importante?	111
Documentos de Referência para a Avaliação da Incerteza de Medição	113
15. Como Avaliar o Erro e a Incerteza de Medição	
Devido ao Efeito da Temperatura	115
O Efeito da Temperatura na Medição	115
Influência da Temperatura na Medição do Volume	122
16. Equipamentos Básicos Utilizados em Química	
Analítica	125
Equipamentos para Serviços Gerais	125
Equipamento Volumétrico e Instrumentos de Medição	126
Padrões de Medida Física	127
Limpeza de Vidraria	128
17. O Sistema Internacional de Unidades – SI	129
Nome, Símbolo (como Escrever as Unidades SI) e Formação do Plural	130
A Pronúncia Correta	131
Símbolo	131

Unidade Composta	132
O Grama	132
Prefixo Quilo.....	133
Medidas de Tempo	133
Principais Unidades SI	134
Algumas Unidades em Uso com o SI, sem Restrição de Prazo	135
Prefixos das Unidades SI	136
Causo Metrológico: Quanto é 80 kg em quilos?	137

Prefácio

As escolas e universidades brasileiras não ensinam metrologia nos cursos de química e engenharia química. O profissional desta área que começa a sua vida profissional diretamente trabalhando em laboratório e, portanto, com medições, seja de massa, volume, temperatura ou outras grandezas, sente a falta de capacitação devido ao pouco ou nenhum conhecimento em metrologia.

Buscamos trazer neste livro as informações básicas para alertar estes profissionais de que medir não é apenas obter um número de um equipamento de medição. Medir envolve entender e interpretar certificados de calibração, saber que erros e incertezas de medição existem e são fundamentais para a qualidade dos resultados, entre outros aspectos técnicos importantes abordados para a confiabilidade de resultados na química analítica.

Este livro difere dos demais principalmente por dois motivos: apresenta aplicação direta nos laboratórios e foi elaborado de forma a ser didático, sem medo de ensinar. Além disso, colocamos neste livro nossa experiência de mais de 30 anos na área de metrologia.

Quero agradecer a todos os nossos alunos, pois eles nos ensinaram muito e foram fundamentais no incentivo desta publicação.

Agradeço a Deus por me permitir realizar este trabalho.

Florianópolis, Janeiro de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

Gilberto Carlos Fidélis

Metrologia

Técnicas para Assegurar Resultados Confiáveis



Florianópolis

2010

Direitos desta edição reservados ao
CECT - Centro de Educação, Consultoria e Treinamento em Metrologia,
Sistema da Qualidade e Desenvolvimento de Pessoal Ltda.

Rua José Chafi Chein Chaia, 61
Bairro João Paulo
CEP 88030-650 Florianópolis – SC

Fone 48 3234 3920
publicacoes@cect.com.br
www.cect.com.br

Fidélis, Gilberto Carlos
Metrologia, Técnicas para Assegurar Medições Confiáveis.
Florianópolis – SC, 2010. 1ª. Edição, CECT.

ISBN 978-85-63790-00-2

É proibida a Reprodução

Nenhuma parte desta obra poderá ser reproduzida, copiada, transcrita ou mesmo transmitida por meios eletrônicos ou gravações, sem a permissão por escrito do editor. Os infratores serão punidos pelas leis vigentes no país.

Agradecimentos

Agradeço a Deus, que me dá todas as coisas e que me permitiu mais esta conquista.

Agradeço a todos os alunos dos mais de 800 cursos que já ministrei e que tanto me ajudaram e incentivaram a aprender, a ensinar e persistir.

Agradeço ao leitor que me privilegia com a leitura deste livro.

Agradeço a Aferitec, na pessoa dos seus idealizadores, Reginaldo, Silvio, Evaldo e Henrique, exemplos de honestidade, perseverança, trabalho e dedicação, pela confiança e apoio na publicação desta obra.

Dedicatória

Este livro é dedicado a quatro pessoas que amo muito:

- Minha querida esposa Rosângela, na certeza de que o nosso amor está presente em todas as realizações de nossas vidas e

- Aos meus filhos maravilhosos Monique, Michelle e Matheus, presentes de Deus para a minha e vida, para os quais desejo um futuro brilhante.

Sumário

1. Um Breve Histórico da Metrologia	12
A Metrologia na Antiguidade.....	12
A Evolução na Definição do Metro.....	16
A Criação do Sistema Internacional de Unidades – SI.....	19
Causo Metrológico: Quanto é 80 Quilos em Quilogramas?.	22
2. Fundamentos da Metrologia.....	23
A Medição.....	26
Utilize o Termo Precisão com Cuidado.....	29
3. Os Algarismos Significativos e Arredondamento de Resultados.....	30
Mudança de Unidades.....	32
Potência de Dez.....	33
Zeros à Esquerda do Primeiro Algarismo Significativo.....	33
Zeros à Direita do Primeiro Algarismo Significativo.....	34
Zero Situado entre Algarismos Significativos.....	35
Critérios de Arredondamento.....	35
Operações com Algarismos significativos.....	36
Algarismos Significativos no Resultado de Medição.....	38
4. As Características Desejadas para o Metrologista.....	40
O Metrologista.....	40
O Perfil do Metrologista.....	41
Honestidade.....	41
Competência.....	42
Bom Senso.....	46
Observador.....	47
Analítico.....	47
Escritor.....	48
5. O Erro Grosseiro.....	49
Causo Metrológico: O Açougue do Seu Bigode.....	56

6.	O Erro de Medição.....	57
	Erro ou Desvio?.....	57
	Como Quantificar o Erro de Indicação de Um Instrumento de Medição.....	62
	O Resultado Corrigido.....	64
	Erros de Medição Absolutos Versus Relativos.....	65
7.	Os Tipos de Erros de Medição.....	68
	Os Tipos de Erros.....	70
	Erros Instrumentais.....	70
	Erros de Método.....	72
	Erros Devido as Grandezas de Influência Externa.....	73
	Erros Devidos ao Observador.....	74
	Erros Matemáticos.....	75
8.	O que é Exatidão?.....	76
9.	O que é o Mensurando?.....	79
10.	O que é a Resolução?.....	87
11.	O que é uma Calibração?.....	90
	Calibração Versus Ajuste Versus Aferição.....	93
	Quando os Instrumentos e Padrões Devem ser Calibrados.....	95
	Dicas para a Seleção de Fornecedores de Calibração.....	96
	Os Registros de Calibração.....	98
12.	Como Obter a Rastreabilidade Metrológica.....	100
	O Que Entendemos por Rastreabilidade Metrológica?.....	100
	Por que são Necessárias as Calibrações e a Rastreabilidade?.....	102
	Os Elementos que Compõem a Rastreabilidade.....	104
	Hierarquia das Calibrações.....	105
	Causo Metrológico: Novinho em Folha.....	109

13. Como Relatar o Resultado de Medição.....	111
Os Cinco Elementos de um Resultado de Medição.....	112
Um exemplo de Resultado de Medição a partir da Correção de Erros de Medição.....	113
Um Exemplo de Resultado de Medição sem Correção de Erros de Medição.....	115
14. A Incerteza de Medição.....	117
O que é Incerteza de Medição?.....	117
Como Caracterizar a Incerteza de Medição.....	118
Qual a Origem da Incerteza de Medição?.....	119
Por que a Incerteza de Medição é Importante?.....	120
A Incerteza de Medição na Avaliação de Conformidade de Produtos.....	122
Documentos de Referência para a Avaliação da Incerteza de Medição.....	126
Relação entre Erros e Incerteza de Medição.....	128
15. A Importância da Correção no Resultado da Medição.....	132
16. Como Analisar Criticamente um Certificado de Calibração.....	142
Um Exemplo de Certificado de Calibração.....	142
A Tendência Instrumental.....	144
Qual o Significado da Incerteza de Medição Expressa na Calibração?.....	145
O Erro Máximo Admissível.....	146
O Erro Máximo do Instrumento de Medição.....	149
Intervalo de Indicações e Intervalo de Medição.....	153
17. O Uso da Verificação para Assegurar Confiabilidade de Resultados.....	154
Por que Verificar os Instrumentos de Medição Periodicamente.....	157
Calibração Versus Verificação.....	160

Intervalos de Verificação.....	161
Gerenciando os Resultados das Verificações	163
O Erro Normalizado na Análise dos Resultados da Verificação.....	166
Os Métodos de Verificação.....	167
A Verificação como Ferramenta Gerencial das Calibrações.....	174
A Verificação não é Evidência de Rastreabilidade Metrológica.....	176
O que Fazer se um Instrumento de Medição não é Aprovado na Verificação?.....	177
Situação em que uma Verificação não Programada é Importante.....	177
18. Definição e Gerenciamento dos Intervalos de Calibração.....	178
Os Fatores Básicos para Estabelecer os Intervalos de Calibração.....	179
Recomendações de Intervalos Iniciais de Calibração.....	181
Um Método para a Determinação do Primeiro Intervalo de Calibração.....	184
O Método de Schumacher para Gerenciar os Intervalos de Calibração.....	191
19. Quem Vai Medir: João ou Pedro?.....	196
Repetir Bem é Fundamental.....	196
A Reprodutibilidade de Resultados.....	199
Reproduzir Bem é Medir Bem?.....	203
20. A Atuação das Grandezas de Influência no Comportamento do instrumento de Medição.....	205
As Grandezas de Influência mais Comuns.....	210
21. O Efeito da Temperatura na Medição.....	212
A Temperatura Atuando sobre o Instrumento de Medição.	213
Erro de Medição Devido a Temperatura.....	215
O Efeito Temperatura sobre o Mensurando.....	218

22. A Importância dos Procedimentos Técnicos na Confiabilidade Metrológica.....	222
Métodos Normalizados.....	225
A Confirmação do Método.....	229
Métodos Não Normalizados e a Validação de Métodos.....	230
Requisitos para os Procedimentos.....	235
Causo Metrológico: É Fácil Fazer um Bolo?.....	237
23. As Principais Normas de Gestão da Qualidade.....	239
ISO 10012 – Sistema de Gerenciamento da Medição.....	242
ISO 14253 – Regras de Decisão para Promover Conformidade ou Não Conformidade com Especificações	244
ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração.....	247
ISO/IEC 17025: O Primeiro Princípio para o Sucesso.....	249
ISO/IEC 17025: O Segundo Princípio para o Sucesso.....	251
As Grandes Diferenças da NBR ISO/IEC 17025 em Relação à NBR ISO 9001.....	251
ISO/IEC 17025: Medições, Ensaio e Calibrações de Má Qualidade não Deveriam Acontecer.....	253
Referências Bibliográficas.....	254
Guias Práticos de Metrologia e Qualidade Publicados pelo CECT.....	256

Prefácio

Era agosto de 1981. Havia recém concluído a sétima fase do curso técnico de mecânica na então Escola Técnica Federal de Santa Catarina, atualmente denominada de Instituto Federal de Santa Catarina – IF-SC, em Florianópolis. Para concluir o curso técnico e receber o diploma como tal era necessário passar por um estágio. Mas onde iria fazer um estágio na área de mecânica em Florianópolis? Florianópolis não era e ainda não é uma cidade industrial. Desejava ficar na cidade para fazer curso superior em engenharia química, uma paixão de aluno secundarista.

Descobri que a Universidade Federal de Santa Catarina oferecia estágios e que poderia haver algum na minha área. Fui, cheio de esperança, conversar com o coordenador do curso de Engenharia Mecânica da UFSC. Na conversa ele comentou que havia uma vaga no laboratório de metrologia. Insisti em saber se realmente não havia outras oportunidades “melhores” e ele confirmou que não. Confesso que deixei naquela reunião todas as minhas esperanças em realizar o estágio pretendido. Fiquei pensando comigo: metrologia, essa não! É muito chato. Pensava que seria um grande sacrifício, pois não havia gostado de metrologia durante o curso técnico. Resolvi aceitar a vaga depois de tanto procurar “algo mais interessante” e não encontrar. Havia uma grande vantagem em fazer o estágio na UFSC. Era próximo da minha casa. Poderia ir a pé, sem custo de transporte e permaneceria na minha cidade natal.

O estágio começou em Setembro de 1981. Somente após ter participado de um curso de Calibração de Instrumentos de Medição é que comecei a olhar para a metrologia com outros olhos. Fui designado na época para trabalhar com calibração de instrumentos na área de dimensional, força e pressão.

Muitas vezes terminei uma medição ou uma calibração e cheguei a conclusão que deveria refazer parte ou totalmente o trabalho. Ao analisar os dados obtidos procurava verificar se havia algum número “meio estranho” que pudesse comprometer o resultado. Por que? Ficava preocupado com a qualidade da informação e com o cliente.

Praticando e conhecendo melhor a metrologia percebi o seu potencial e a sua importância para a sociedade. Mesmo assim, havia decidido fazer vestibular para engenharia química. Passei no vestibular de 1982 e comecei o curso em março daquele ano. Pensei em abandonar a metrologia, mas esta passou a ser prazerosa em minha vida profissional a ponto de eu tomar uma decisão antes nunca imaginada. Iria tentar outro vestibular para engenharia mecânica. Em março de 1984 ingressei no curso de engenharia mecânica. A paixão não era mais exclusividade da química.

Depois de muitos serviços prestados e cursos ministrados para as indústrias, percebi que a “surpreendente” metrologia me ensinou muito. Com a metrologia aprendi a ser persistente, paciente, observador, metuculoso, detalhista e ter amor pela verdade.

Ah!....Como foi bom e importante conseguir aquele estágio!

Florianópolis, Julho de 2010.

Gilberto Carlos Fidélis
gcfidelis@cect.com.br

*Levítico, 19-36: Seja justa a balança e justos os pesos;
seja justo o alqueire e justa a medida*