

Relatório Final da Comparação
Interlaboratorial com Termopar tipo K
de -40 a 300 °C



Inmetro
Diretoria de Metrologia Científica e Industrial

PEP-Dimci

Programa de ensaios de proficiência em metrologia científica e industrial

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL COM TERMOPAR

TIPO K DE -40 A 300 °C

RELATÓRIO FINAL – Nº 007/11

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO



Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro

Diretoria de Metrologia, Científica e Industrial - Dimci

Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias

RJ – Brasil – CEP: 25250-020

E-mail para contato: pep-dimci@inmetro.gov.br

COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO

Dameres da Silva Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)

Hamilton Davidson Vieira (Inmetro/Dimci/Diter)

Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci)

Renato Nunes Teixeira (Inmetro/Dimci/Diter)

COMITÊ TÉCNICO

Hamilton Davidson Vieira (Inmetro/Dimci/Diter)

Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

Renato Nunes Teixeira (Inmetro/Dimci/Diter)

SUMÁRIO

1. Introdução	2
2. Preparação dos Itens de Comparação	2
3. Homogeneidade e Estabilidade dos Itens de Comparação	3
3.1. Homogeneidade	3
3.2. Estabilidade.....	5
4. Procedimentos Utilizados na Comparação Interlaboratorial.....	7
5. Análise dos Resultados	8
6. Resultados e Discussão	10
7. Conclusões	17
8. Laboratórios Participantes	19

1. Introdução

Temperatura é uma das grandezas de maior necessidade de ser medida para controle de processos que assegurem a qualidade final do produto nas áreas industriais. Assim, a disseminação de instrumentos capazes de realizar medições de temperatura com rastreabilidade e internacionalmente harmonizadas é vital em qualquer economia desenvolvida.

Neste sentido a participação de laboratórios em comparações interlaboratoriais (CI) é fundamental para evidenciar a competência técnica destes laboratórios para calibrar os diferentes tipos de termômetros. Os laboratórios nacionais estão cientes desta importância e, através da Comissão Técnica de Temperatura e Umidade (CT-11) da Divisão de Acreditação de laboratórios (Dicla) do Inmetro envidam esforços para a realização de comparações com os mais diferentes instrumentos da área da metrologia térmica.

Este relatório apresenta os resultados da avaliação de desempenho dos laboratórios participantes da Comparação Interlaboratorial com termopar tipo K de -40 °C a 300 °C, promovido pela Diretoria de Metrologia Científica e Industrial (Dimci), através do Laboratório de Termometria (Later) da Divisão de Metrologia Térmica (Diter) do Inmetro, com o apoio da Comissão Técnica de Temperatura e Umidade da Dicla (CT-11).

2. Preparação dos Itens de Comparação

Para as medições de temperatura foram utilizados 4 (quatro) termopares tipo K. Isto foi necessário para atender as especificidades dos laboratórios participantes que tinham equipamentos que permitiam a calibração na faixa de -40 a 300 °C. Os termopares, de isolamento mineral com bainha metálica de aço inox de 3 mm de diâmetro e 500 mm de comprimento, foram montados com um pote de resina e cabo de extensão com 1000 mm de comprimento. Os termopares foram identificados como K4, K5, K6 e K7.

A comparação foi realizada enquanto os termopares apresentaram a capacidade de manter uma estabilidade da força eletromotriz (fem) na temperatura máxima da comparação, 300 °C. Antes do início da comparação os termopares passaram por um tratamento térmico de recozimento na temperatura de 310°C em uma imersão de 420 mm. Após esse tratamento o termopar era calibrado e a estabilidade testada na temperatura de 300 °C. O termopar foi considerado estável quando a variação da fem, medida em 300 °C, em 3 medições consecutivas não foi maior que 0,05 °C.

A homogeneidade dos termopares foi testada após o processo de estabilização através do teste de imersão a 300 °C. Estes testes foram realizados em banhos termostáticos de temperatura constante, variando-se a profundidade de imersão de 2 a 40 cm em intervalos de 2 cm.

Os sensores utilizados na comparação foram calibrados nos pontos -40 °C, 0 °C, 100 °C, 200 °C e 300 °C e repetido no ponto -40 °C. Em todas as medições a junção de referência foi mantida em um banho de gelo, a 0°C (com imersão de 200 mm). Em todos os pontos de calibração, a profundidade de imersão utilizada foi individualizada como especificado abaixo:

- Termopar K4: 200 mm
- Termopar K5: 150 mm
- Termopar K6: 100 mm
- Termopar K7: 180 mm

Estas imersões foram definidas em função dos resultados dos testes de homogeneidade de cada termopar.

3. Homogeneidade e Estabilidade dos Itens de Comparação

O estudo da homogeneidade e estabilidade dos itens de comparação foi realizado de acordo com os procedimentos descritos abaixo.

3.1. Homogeneidade

Cada item de comparação foi submetido a testes de imersão em banhos térmicos no Laboratório para determinar a homogeneidade dos itens. Este teste consistiu em imergir o termopar num banho termostático, ajustado numa temperatura fixa, em passos de 2 cm. Após a estabilização da resposta do sensor, observada num multímetro digital com placa de aquisição de dados e ligado a um computador, as leituras eram feitas automaticamente. Assim, em cada profundidade de imersão, era obtido um valor médio da fem gerada pelo termopar. A temperatura do banho era determinada por um termômetro padrão de resistência de platina lido num termômetro digital. Desse modo, ao final do teste, resultou um conjunto de valores de temperatura e fem. Para visualização da homogeneidade os valores das fem foram convertidos para temperatura pela tabela do termopar. Então foram feitos os gráficos de cada teste.

Os testes de imersão foram realizados em duas ocasiões distintas, em 2008 e 2009. As figuras seguintes apresentam os gráficos com os resultados dos testes de imersão.

A profundidade de imersão em que cada termopar seria usado nas calibrações pelos laboratórios participantes foi definida de modo que ficasse dentro de uma região em que há pequena ou nenhuma variação da temperatura com a imersão, tomando-se como base os primeiros testes (gráficos das figuras 1, 3, 5 e 7). As profundidades de imersão estão declaradas nos gráficos das figuras de 1 a 8.

A comparação da resposta dos termopares nos testes de imersão feitos em anos diferentes, nos gráficos das figuras, mostra que os termopares sofreram pouca mudança (a fem está no mesmo patamar) no comportamento com o uso nas calibrações e, portanto, os resultados das comparações são válidos.

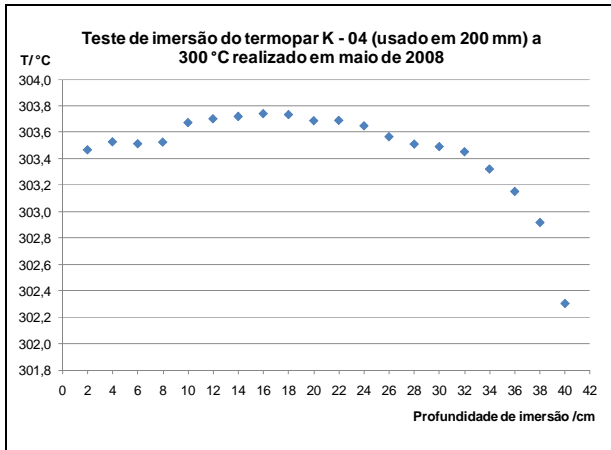


Figura 1: Teste de imersão do termopar K-04

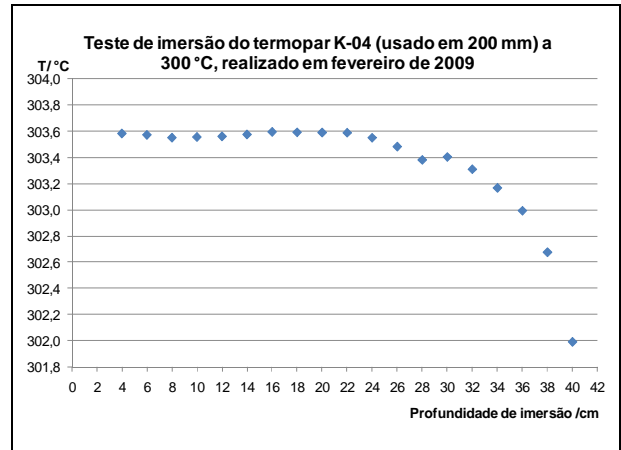


Figura 2: Teste de imersão do termopar K-04

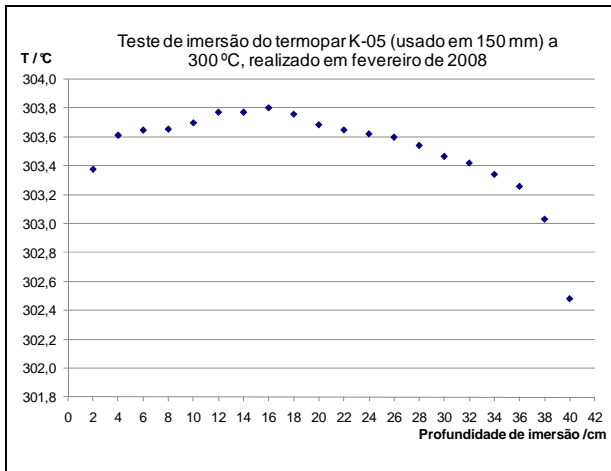


Figura 3: Teste de imersão do termopar K-05

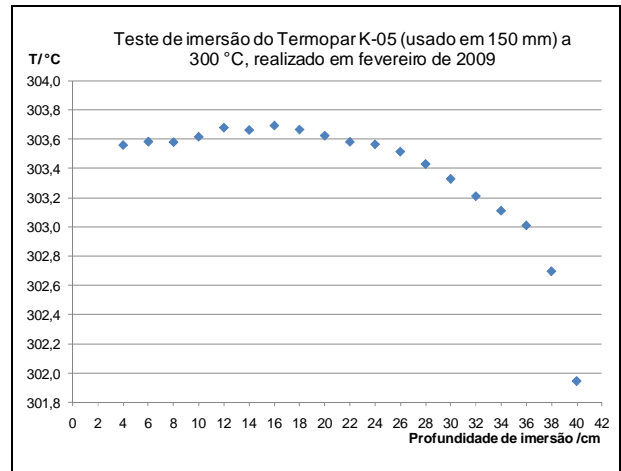


Figura 4: Teste de imersão do termopar K-05

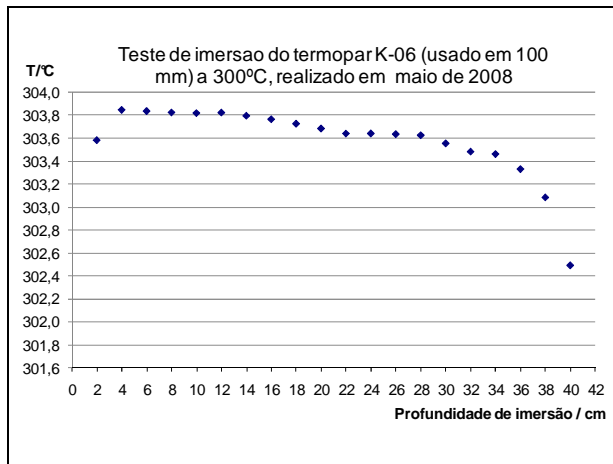


Figura 5: Teste de imersão do termopar K-06

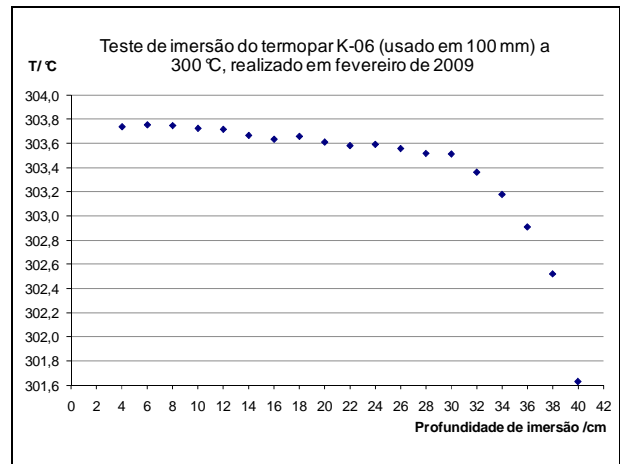


Figura 6: Teste de imersão do termopar K-06

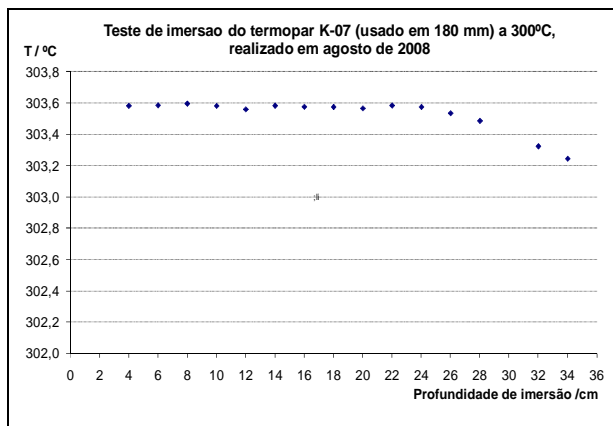


Figura 7: Teste de imersão do termopar K-07

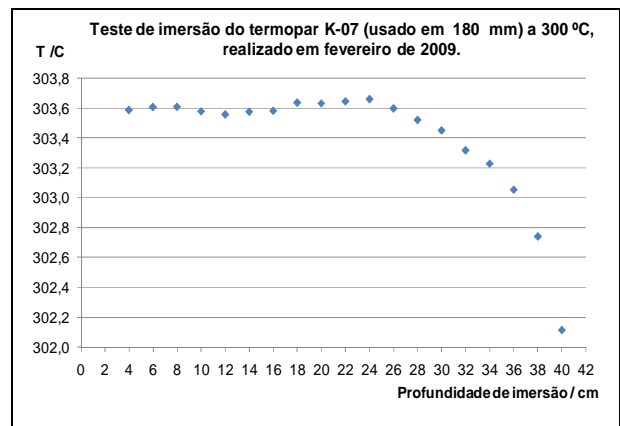


Figura 8: Teste de imersão do termopar K-07

3.2. Estabilidade

A estabilidade está definida segundo a ISO Guia 30 [6] como sendo a capacidade do Material de Referência (MR) em manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período de tempo pré-estabelecido, quando estocado nas condições especificadas e visando identificar se há uma repetitividade em medições da amostra ao longo do tempo. No caso de um instrumento de medição, a estabilidade é determinada pela deriva do instrumento determinada em calibrações sucessivas.

Para avaliar a deriva dos artefatos utilizados nesta CI foram realizadas calibrações antes e após a calibração de cada artefato em um determinado laboratório participante. As figuras de 9 a 16 seguintes apresentam os gráficos da estabilidade de cada artefato. As tabelas de 1 a 4 seguintes apresentam os valores da deriva dos termopares entre as calibrações sucessivas realizadas pelo Later. Nelas as mudanças superiores a 0,05 °C, em módulo, estão em vermelho. Estes valores não podem ser atribuídos exclusivamente a uma mudança sofrida pelo artefato em decorrência de ter sido calibrado por um laboratório. Mas uma diferença desta magnitude poderia prejudicar o desempenho do laboratório.

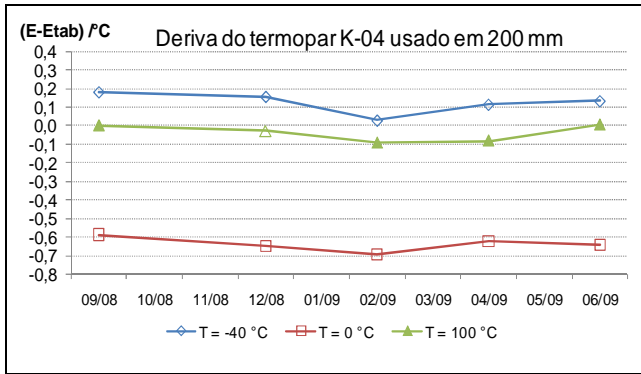


Figura 9: Estabilidade do termopar K-04

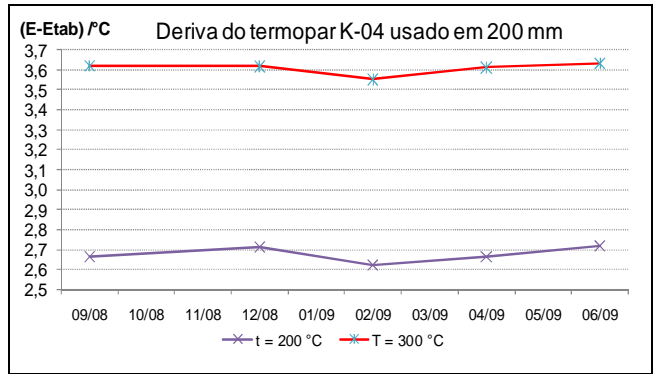


Figura 10: Estabilidade do termopar K-04

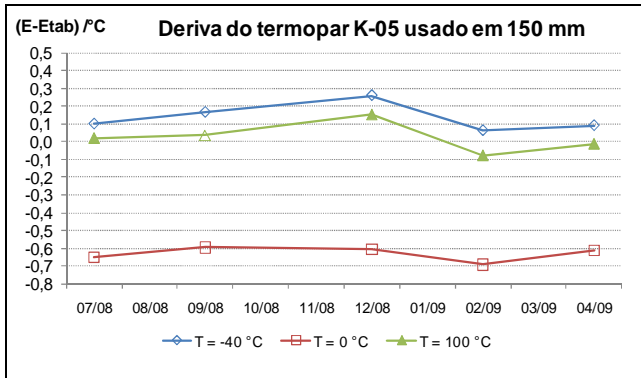


Figura 11: Estabilidade do termopar K-05

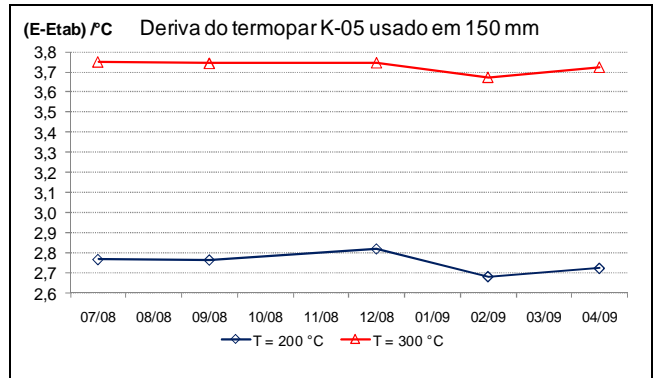


Figura 12: Estabilidade do termopar K-05

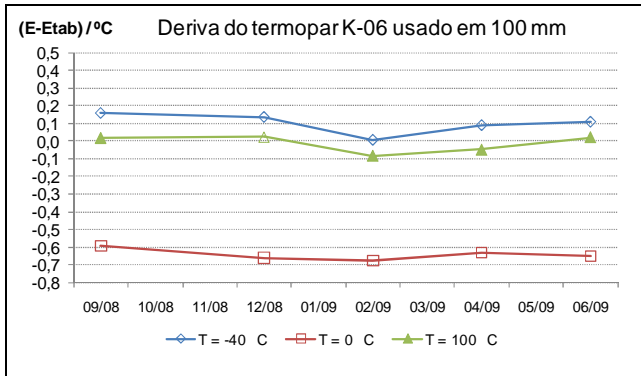


Figura 13: Estabilidade do termopar K-06

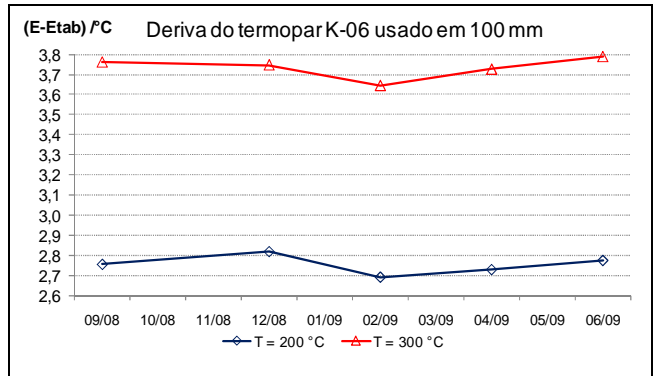


Figura 14: Estabilidade do termopar K-06

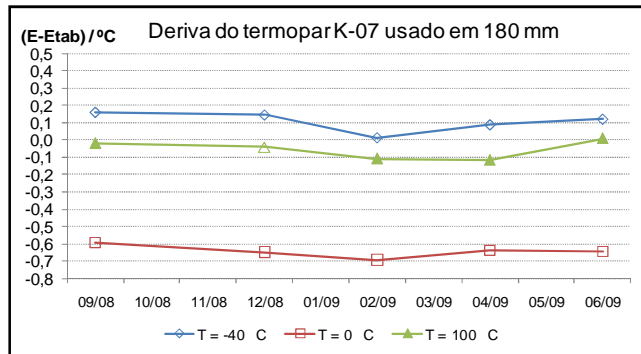


Figura 15: Estabilidade do termopar K-07

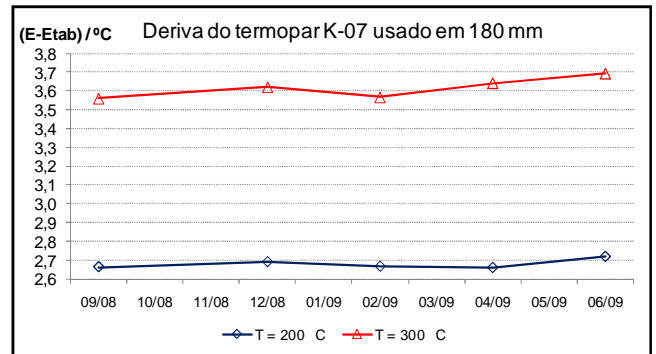


Figura 16: Estabilidade do termopar K-07

Tabela 1: Estabilidade do termopar K-04

Termopar K-04 (usado em 200 mm)				
t	Deriva entre calibração antes e depois			
°C	°C	°C	°C	°C
-40	0,03	0,13	-0,09	-0,02
0	0,06	0,04	-0,07	0,02
100	0,03	0,06	-0,01	-0,09
200	-0,05	0,09	-0,04	-0,06
300	0,00	0,07	-0,06	-0,02

Tabela 2: Estabilidade do termopar K-05

Termopar K-05 (usado em 150 mm)				
t	Deriva entre calibração antes e depois			
°C	°C	°C	°C	°C
-40	0,04	0,06	-0,03	-0,01
0	0,01	0,09	-0,08	0,04
100	0,01	0,10	-0,07	-0,03
200	0,04	0,05	-0,04	-0,04
300	0,04	0,03	-0,05	-0,03

Tabela 3: Estabilidade do termopar K-06

Termopar K-06 (usado em 100 mm)				
t	Deriva entre calibração antes e depois			
°C	°C	°C	°C	°C
-40	0,02	0,13	-0,08	0,02
0	0,07	0,02	-0,04	-0,02
100	-0,01	0,10	-0,03	0,07
200	0,00	0,06	-0,04	0,05
300	0,01	0,10	-0,08	0,06

Tabela 4: Estabilidade do termopar K-07

Termopar K-07 (usado em 180 mm)				
t	Deriva entre calibração antes e depois			
°C	°C	°C	°C	°C
-40	0,02	0,13	-0,08	-0,03
0	0,06	0,05	-0,05	0,00
100	0,02	0,07	0,01	-0,12
200	-0,03	0,02	0,01	-0,06
300	-0,06	0,05	-0,08	-0,05

Observe que a deriva foi calculada, em cada ponto de calibração, pela diferença entre os valores das fem convertida para temperatura.

Assim, a incerteza para os valores da deriva não precisava ser calculada, uma vez que este valor só foi usado para se definir como seria calculado o valor de referência e, este sim, precisa ter sua incerteza determinada.

4. Procedimentos Utilizados na Comparação Interlaboratorial

Para a determinação do desempenho de cada laboratório, nesta CI, os participantes utilizaram o método de calibração que cada laboratório emprega rotineiramente. De acordo com a orientação do protocolo, cada laboratório realizou a calibração do artefato na profundidade de imersão com que costuma realizar as calibrações rotineiras. Para isto os participantes informaram previamente a imersão que seus banhos e fornos permitiam e foram empregados quatro artefatos diferentes um para cada imersão que se adequasse ao laboratório.

Os laboratórios também só realizaram os pontos que seus equipamentos permitiam. Os resultados das calibrações de cada laboratório foram apresentados em um certificado de calibração emitido pelo laboratório e enviado para a coordenação desta CI.

5. Análise dos Resultados

Os resultados dos laboratórios foram analisados através de planilhas no Excel. Em uma planilha como a da figura 17, foram digitados: o nome do laboratório, o número do certificado, a data da calibração, os dados referentes aos pontos de calibração e os dados da calibração do Inmetro.

Nome do Laboratório					Lab	INMETRO 1		INMETRO 2		Análise das calibrações Inmetro					
Nº do Certificado de calibração do laboratório						Certificado DIMCI		Certificado DIMCI		Deriva entre calibração antes e depois	Compatibilidade dos resultados do Inmetro				
Seeback e t da tabela		Data de calibração dos certificados			Lab	Val ref		E	inc		E	inc	En	En	En
S	t	E	inc	Imersão	En	E	inc	E	inc	E	inc	En	En	En	
µV/°C	°C	µV	°C	mm		µV	°C	µV	°C	µV	°C	°C	-	-	-
36,7	-40														
39,5	0														
41,4	100														
40,0	200														
41,4	300														
Valores medidos pelo laboratório					Planilha preparada e conferida por Joyce e Paulo					LEGENDAS					
t	t	E	inc	Imersão	Dados conferidos por Paulo em 22/01/2009					Células para serem preenchidas					
°C	°C	µV	°C	mm						Deriva superior a 0,05°C e valor de referência = média das calibrações antes e depois					
-40					Lab não mediu					Células com fórmulas. Não digite nelas					
0					Lab não mediu					NA Não aplicável					
100					Lab não mediu										
200					Lab não mediu										
300					Lab não mediu										
OBSERVAÇÕES:															

Figura 17: Planilha de análise dos resultados

A planilha da figura 17 contém formatação condicional que muda cor de algumas células conforme o resultado das fórmulas nelas contidas. Os dados só são digitados nas células de cor verde. Todos os outros campos sem cor contêm fórmulas.

Quando o laboratório reportava no certificado de calibração valores de temperatura diferentes do valor da temperatura do ponto de calibração, por exemplo, 100,02°C; a planilha calcula o valor ajustado da fem reportada para o valor exato da temperatura t = 100 °C, colocando este valor na célula de cor branca correspondente.

A análise do desempenho dos laboratórios foi feita com base no documento DOQ-CGCRE-005 empregando o valor do erro normalizado En definido pela equação abaixo:

$$En = \frac{|femlab - femref|C_i}{\sqrt{U_{lab}^2 - U_{ref}^2}}$$

Onde: fem lab é a fem medida pelo laboratório

fem ref é a fem do valor de referência

C_i é um coeficiente de sensibilidade para converter µV para °C

U_{lab} é a incerteza do laboratório

U_{ref} é a incerteza do valor de referência

O valor de referência é calculado a partir dos valores das calibrações realizadas pelo Later, antes e depois da calibração pelo laboratório participante. Na planilha estes resultados ficam, respectivamente, nas colunas "INMETRO 1" e "INMETRO 2". O valor de referência é determinado pela média entre as duas calibrações sempre que o valor absoluto da diferença entre os valores antes e depois é maior do que 0,05 °C. Caso contrário o valor de referência corresponde ao valor da última calibração do Later, laboratório de referência.

A incerteza do valor de referência, quando a deriva entre a calibração antes e depois > 0,05 °C, foi calculada pela combinação quadrática dos valores das incertezas das correspondentes calibrações e, portanto, seu valor é superior aos valores individuais de cada calibração.

A regra acima, para definir o valor de referência, não foi usada em três casos. Devido a problemas com equipamentos no Later, na análise dos laboratórios 5, 14 e 25 só havia a primeira calibração, correspondente ao INMETRO 1. Como não houve possibilidade da segunda calibração ser realizada num intervalo de tempo que justificasse sua utilização, a análise do desempenho destes dois participantes foi feita comparando seus resultados com os dados da calibração feita no Later antes do participante.

Quando os dados das calibrações realizadas pelo Later são digitados respectivamente nos campos das colunas "INMETRO 1" e "INMETRO 2", são calculados e preenchidos os campos das colunas: "Deriva entre as calibrações antes e depois" e, conforme o caso, as colunas abaixo do rótulo "Compatibilidade dos resultados do Inmetro". Há dois casos:

- (1) Quando o valor de referência é o da última calibração, INMETRO 2
(Deriva menor ou igual a 0,05°C).

Neste caso apenas a primeira coluna é preenchida com o valor do erro normalizado, E_n , entre as duas calibrações. Nas outras colunas aparece apenas a indicação de não aplicável em vermelho "NA".

- (2) Quando o valor de referência é a média das calibrações antes e depois
(Deriva maior do que 0,05°C)

Neste caso as três colunas são preenchidas respectivamente com os valores dos erros normalizados E_n :

- Entre os valores das calibrações antes e depois;
- Entre os valores do valor de referência e da calibração antes;
- Entre os valores do valor de referência e da calibração depois.

Em apenas um caso o valor de E_n excedeu a 1. Isto ocorreu na temperatura de -40 °C, entre as calibrações realizadas pelo Later em 17/12/2008 e 11/02/2009.

Com os resultados da calibração de 17/12/2008 (antes) e da calibração de 11/02/2009 (depois), no ponto -40 °C, o valor de $En = 1,57$, evidenciou uma incompatibilidade entre resultados das calibrações do Later. Contudo os outros valores de En calculados são:

- o valor de referência e da calibração antes, $En = 0,64$ e;
- o valor de referência e da calibração depois, $En = 0,64$ e;
- o valor de referência e do laboratório participante 22, $En = 0,2$.

Assim, a incompatibilidade não prejudicou o desempenho do laboratório participante, embora a incerteza do mesmo seja tão baixa quanto 0,3 °C. Após esta ocorrência o artefato ainda foi calibrado por dois outros laboratórios.

Esta análise é necessária visto que o critério de desempenho dos laboratórios participantes é:

- $En \leq 1$ – resultado do laboratório compatível;
- $En > 1$ – resultado do laboratório incompatível;

6. Resultados e Discussão

As tabelas de 5 a 22 seguintes apresentam os resultados dos laboratórios participantes. Nas tabelas, aparece o símbolo **NM** significando que o laboratório não mediu aquele ponto. As calibrações foram realizadas entre 15/09/2008 e 22/09/2009.

Tabela 5: Resultados do laboratório 1

t	Tabelado		Later			Laboratório 1					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p $En \leq 1$	p $En > 1$		mm
-40	-1526,9	36,67	-1521,2	0,09	0,2	-1524,0	0,21	0,1		0,3	200
0	0,0	39,45	-24,4	0,12	-0,6	-27,8	0,21	-0,7		0,4	200
100	4096,2	41,37	4095,0	0,09	0,0	4093,7	0,22	-0,1		0,1	200
200	8138,5	39,97	8246,9	0,10	2,7	8241,0	0,22	2,6		0,6	200
300	12208,6	41,45	12358,5	0,09	3,6	12425,0	1,00		5,2	1,6	200

Tabela 6: Resultados do laboratório 2

t	Tabelado		Later			Laboratório 2					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p $En \leq 1$	p $En > 1$		mm
-40	-1526,9	36,67	-1523,5	0,2	0,1	-1519,0	0,60	0,2		0,2	200
0	0,0	39,45	-27,3	0,1	-0,7	-26,2	0,60	-0,7		0,0	200
100	4096,2	41,37	4093,7	0,2	-0,1	4096,0	0,60	0,0		0,1	200
200	8138,5	39,97	8245,1	0,2	2,7	8243,3	0,60	2,6		0,1	200
300	12208,6	41,45	12357,1	0,2	3,6	12357,4	0,60	3,6		0,0	200

Tabela 7: Resultados do laboratório 3

t	Tabelado		Later			Laboratório 3					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1524,3	0,2						NM	
0	0,0	39,45	-25,9	0,2						NM	
100	4096,2	41,37	4092,9	0,1	-0,1	4096,7	0,20	0,0		0,4	200
200	8138,5	39,97	8245,0	0,1	2,7	8246,5	0,20	2,7		0,2	200
300	12208,6	41,45	12357,0	0,2						NM	0

Tabela 8: Resultados do laboratório 4

t	Tabelado		Later			Laboratório 4					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,1	0,1	0,1					NM	
0	0,0	39,45	-25,3	0,1	-0,6					NM	
100	4096,2	41,37	4094,7	0,1	0,0	4097,5	0,40	0,0		0,2	200
200	8138,5	39,97	8246,1	0,1	2,7	8139,2	0,40		0,0	6,5	200
300	12208,6	41,45	12359,0	0,1	3,6	12208,1	0,40		0,0	9,0	200

Tabela 9: Resultados do laboratório 5

t	Tabelado		Later			Laboratório 5					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,1	0,1	0,1	-1520,3	0,2	0,2		0,2	230
0	0,0	39,45	-25,3	0,1	-0,6	24,4	0,2		0,6	5,9	190
100	4096,2	41,37	4096,5	0,1	0,0	4093,2	0,2	-0,1		0,4	220
200	8138,5	39,97	8247,2	0,1	2,7	8240,8	0,3	2,6		0,5	220
300	12208,6	41,45	12359,0	0,1	3,6	12334,2	1,7	3,0		0,4	200

Tabela 10: Resultados do laboratório 10

t	Tabelado		Later			Laboratório 10					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,3	0,1	0,1			-		NM	150
0	0,0	39,45	-23,9	0,1	-0,6	-30,5	0,40	-0,8		0,4	150
100	4096,2	41,37	4097,2	0,1	0,0	4087,9	0,40	-0,2		0,6	150
200	8138,5	39,97	8247,6	0,1	2,7	8242,2	0,80	2,6		0,2	150
300	12208,6	41,45	12362,1	0,1	3,7	12349,4	0,80	3,4		0,4	150

Tabela 11: Resultados do laboratório 11

t	Tabelado		Later			Laboratório 11					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1523,5	0,1	0,1	-1523,0	0,30	0,1		0,0	150
0	0,0	39,45	-25,6	0,1	-0,6	-27,0	0,30	-0,7		0,1	150
100	4096,2	41,37	4095,1	0,1	0,0	4093,0	0,30	-0,1		0,2	150
200	8138,5	39,97	8245,7	0,1	2,7	8240,0	0,30	2,5		0,5	150
300	12208,6	41,45	12360,8	0,1	3,7	12352,0	0,30	3,5		0,7	150

Tabela 12: Resultados do laboratório 12

t	Tabelado		Later			Laboratório 12					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1523,6	0,1	0,1	-1524,0	0,20	0,1		0,1	150
0	0,0	39,45	-25,7	0,1	-0,7	27,0	0,10		0,7	8,8	150
100	4096,2	41,37	4094,3	0,1	0,0	4095,1	0,10	0,0		0,1	150
200	8138,5	39,97	8247,4	0,1	2,7	8240,0	0,20	2,5		0,9	150
300	12208,6	41,45	12361,9	0,1	3,7	12359,1	0,20	3,6		0,3	150

Tabela 13: Resultados do laboratório 13

t	Tabelado		Later			Laboratório 13					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1523,3	0,1	0,1	-1521,0	0,40	0,2		0,2	150
0	0,0	39,45	-25,6	0,1	-0,6	-28,1	0,40	-0,7		0,2	150
100	4096,2	41,37	4097,0	0,1	0,0	4100,3	0,40	0,1		0,2	150
200	8138,5	39,97	8249,1	0,1	2,8	8246,7	0,55	2,7		0,1	150
300	12208,6	41,45	12364,0	0,1	3,8	12343,2	0,76	3,2		0,7	150

Tabela 14: Resultados do laboratório 14

t	Tabelado		Later			Laboratório 14					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1523,3	0,1	0,1					NM	mm
0	0,0	39,45	-25,6	0,1	-0,6	-26,6	0,25	-0,7		0,1	0
100	4096,2	41,37	4097,0	0,1	0,0	4097,1	0,25	0,0		0,0	150
200	8138,5	39,97	8249,1	0,1	2,8	8241,4	0,25	2,6		0,7	150
300	12208,6	41,45	12364,0	0,1	3,8	12355,2	0,25	3,5		0,8	150

Tabela 15: Resultados do laboratório 18

t	Tabelado		Later			Laboratório 18					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,0	0,1	0,1	-1514,8	0,30	0,3		0,6	100
0	0,0	39,45	-24,7	0,1	-0,6	-21,9	0,30	-0,6		0,2	100
100	4096,2	41,37	4097,1	0,1	0,0	4100,8	0,30	0,1		0,3	100
200	8138,5	39,97	8248,6	0,1	2,8	8256,3	0,30	2,9		0,6	100
300	12208,6	41,45	12363,8	0,1	3,7	12339,4	0,33		3,2	1,8	100

Tabela 16: Resultados do laboratório 19

t	Tabelado		Later			Laboratório 19					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1524,4	0,1	0,1	-1526,9	0,20	0,0		0,3	mm
0	0,0	39,45	-26,7	0,1	-0,7	0,0	0,20		0,0	2,9	100
100	4096,2	41,37	4095,0	0,1	0,0	4096,2	0,20	0,0		0,1	100
200	8138,5	39,97	8247,4	0,1	2,7					NM	100
300	12208,6	41,45	12361,7	0,1	3,7					NM	0

Tabela 17: Resultados do laboratório 20

t	Tabelado		Later			Laboratório 20					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1525,2	0,1	0,0	-1524,7	0,26	0,1		0,0	mm
0	0,0	39,45	-25,0	0,1	-0,6	-27,0	0,26	-0,7		0,2	100
100	4096,2	41,37	4094,2	0,1	0,0	4092,4	0,26	-0,1		0,2	100
200	8138,5	39,97	8247,6	0,1	2,7	8237,5	0,26	2,5		0,9	100
300	12208,6	41,45	12361,3	0,1	3,7	12349,7	0,30	3,4		0,8	0

Tabela 18: Resultados do laboratório 21

t	Tabelado		Later			Laboratório 21					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1525,2	0,1	0,0	-1527,8	0,20	0,0		0,3	180
0	0,0	39,45	-25,0	0,1	-0,6	-25,9	0,20	-0,7		0,1	180
100	4096,2	41,37	4094,2	0,1	0,0	4093,6	0,20	-0,1		0,1	180
200	8138,5	39,97	8247,6	0,1	2,7	8230,9	0,30		2,3	1,4	180
300	12208,6	41,45	12361,3	0,1	3,7	12344,0	0,30		3,3	1,3	180

Tabela 19: Resultados do laboratório 22

t	Tabelado		Later			Laboratório 22					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1524,1	0,1	0,1	-1521,9	0,30	0,1		0,2	mm
0	0,0	39,45	-27,4	0,1	-0,7	-27,8	0,30	-0,7		0,0	180
100	4096,2	41,37	4093,2	0,1	-0,1	4088,8	0,30	-0,2		0,3	180
200	8138,5	39,97	8245,0	0,1	2,7	8240,8	0,50	2,6		0,2	180
300	12208,6	41,45	12357,5	0,1	3,6	12354,8	0,60	3,5		0,1	180

Tabela 20: Resultados do laboratório 23

t	Tabelado		Later			Laboratório 23					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1525,2	0,1	0,0					NM	mm
0	0,0	39,45	-26,3	0,1	-0,7	-29,0	0,40	-0,7		0,2	0
100	4096,2	41,37	4091,5	0,1	-0,1	4092,7	0,40	-0,1		0,1	180
200	8138,5	39,97	8244,8	0,1	2,7	8242,0	0,40	2,6		0,2	180
300	12208,6	41,45	12357,9	0,1	3,6	12358,0	0,40	3,6		0,0	180

Tabela 21: Resultados do laboratório 24

t	Tabelado		Later			Laboratório 24					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,6	0,1	0,1					NM	mm
0	0,0	39,45	-25,4	0,1	-0,6	-25,5	0,11	-0,6		0,0	180
100	4096,2	41,37	4094,0	0,1	-0,1	4092,5	0,12	-0,1		0,2	180
200	8138,5	39,97	8246,0	0,1	2,7	8242,8	0,12	2,6		0,5	180
300	12208,6	41,45	12360,6	0,1	3,7	12351,9	0,16		3,5	1,1	180

Tabela 22: Resultados do laboratório 25

t	Tabelado		Later			Laboratório 25					
	Etab	S	valor ref		desvio	E	inc	desvio = E - Etab /°C		En	imers
°C	µV	µV/°C	E (µV)	inc(°C)	°C	µV	°C	p En≤1	p En>1		mm
-40	-1526,9	36,67	-1522,6	0,1	0,1	-1524,7	0,15	0,1	-	0,4	180
0	0,0	39,45	-25,4	0,1	-0,6	-30,0	0,15	-0,8		0,7	180
100	4096,2	41,37	4096,6	0,1	0,0	4088,7	0,33	-0,2		0,6	180
200	8138,5	39,97	8247,2	0,1	2,7	8234,8	0,62	2,4		0,5	180
300	12208,6	41,45	12361,6	0,1	3,7	79016,8	0,65		1611,9	2463,8	180

As figuras de 18 a 22 seguintes apresentam os gráficos com o desempenho dos laboratórios. Nos gráficos a linha vermelha representa os valores de referência. Os pontos, por razão de clareza, estão omitidos; eles foram unidos através da linha contínua.

No gráfico da figura 22 a seta vermelha indica que o resultado ficou fora do gráfico.

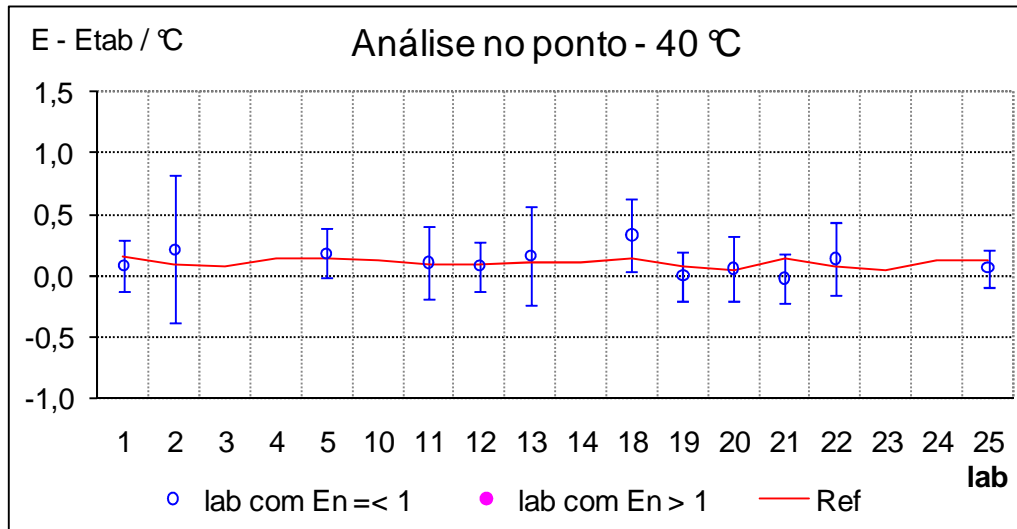


Figura 18: Gráfico da análise na temperatura -40 °C

Os laboratórios 3, 4, 14, 10, 14, 23 e 24 não mediram este ponto.

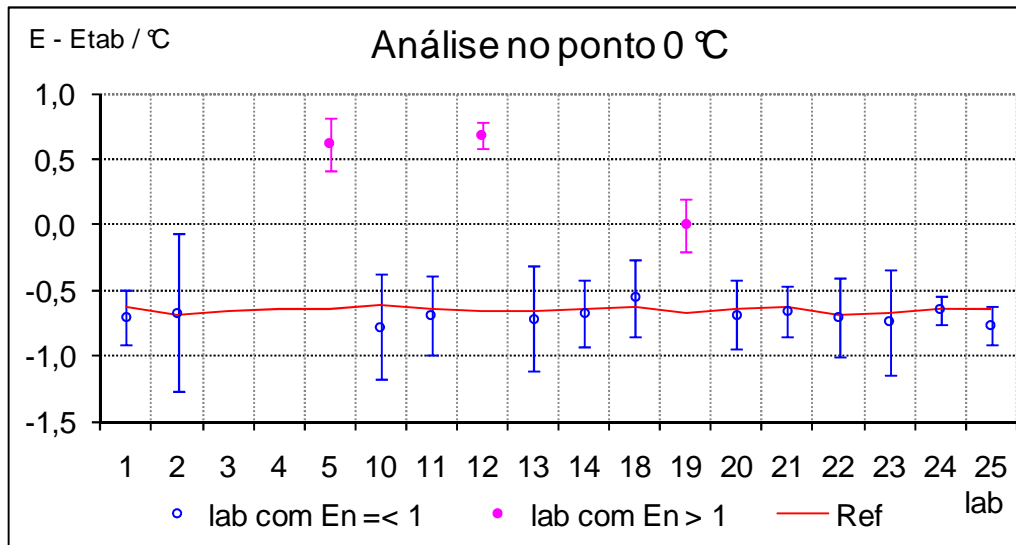


Figura 19: Gráfico da análise na temperatura 0 °C

Os laboratórios 3 e 4 não mediram este ponto.

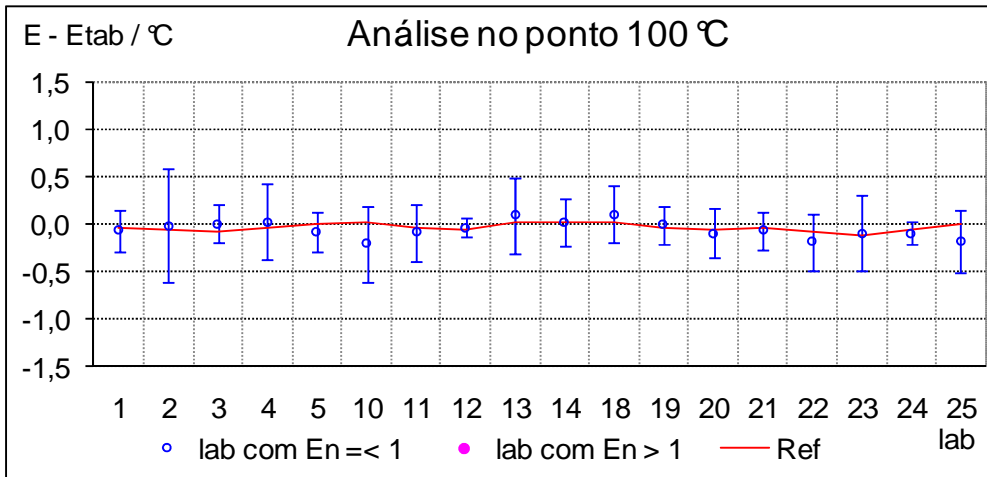


Figura 20: Gráfico da análise na temperatura 100 °C

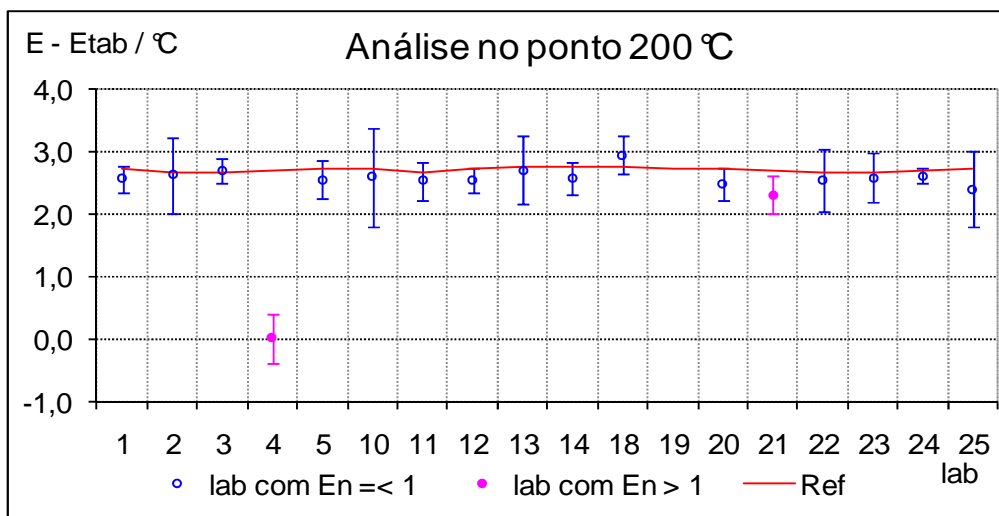


Figura 21: Gráfico da análise na temperatura 200 °C

Apenas o laboratório 19 não mediu este ponto.

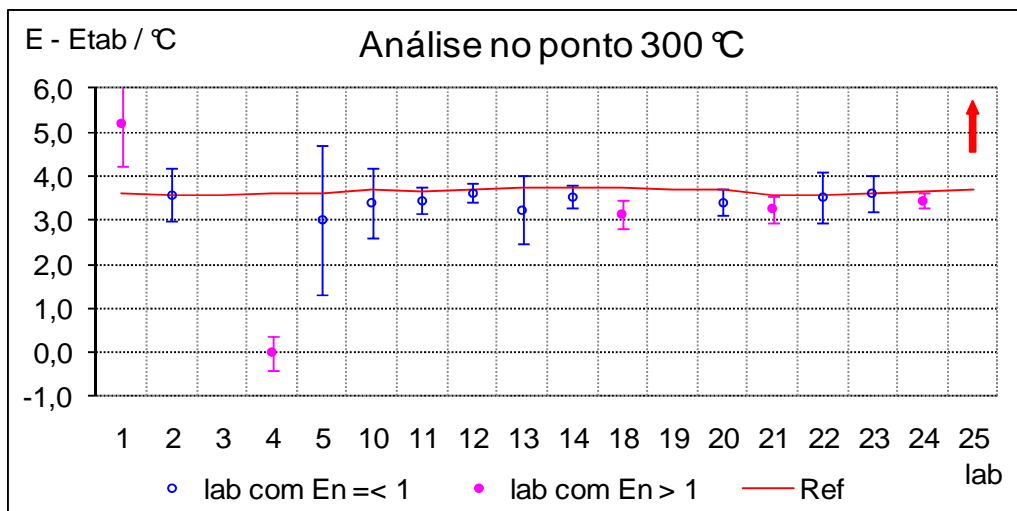


Figura 22: Gráfico da análise na temperatura 300 °C

Os laboratórios 3 e 19 não mediram este ponto.

7. Conclusões

Dos vinte cinco laboratórios inscritos, efetivamente participaram desta CI dezoito laboratórios, como evidenciado acima. Pelos resultados apresentados na seção anterior, podemos inferir que a disseminação da grandeza temperatura, no que se refere a calibração de termopar tem uma situação bastante satisfatória, como veremos nestas conclusões. Contudo alguns laboratórios carecem de algumas ações corretivas ainda. As conclusões a seguir serão feitas a partir dos 18 laboratórios que realizaram as calibrações.

Dos 18 laboratórios, 9 (50 %) deles tiveram $En < 1$ em todos os pontos que mediram.

Contudo, destes apenas cinco laboratórios (lab. 2, lab. 11, lab. 13, lab. 20 e lab. 22) fizeram a calibração nos 5 pontos (-40 °C, 0 °C, 100 °C, 200 °C e 300 °C) com $En < 1$.

Três (lab. 10, lab. 14 e lab. 23) fizeram a calibração em 4 pontos (0 °C, 100 °C, 200 °C e 300 °C). e o laboratório 3 realizou a calibração em apenas 2 pontos (100 °C e 200 °C) com $En < 1$. Estes laboratórios deveriam se equipar para realizar a calibração em toda a faixa de temperatura desta CI, pois é que concentra a maior demanda por calibração.

Dos 18 laboratórios, 7 (39 %) deles tiveram apenas um resultado com $En > 1$.

Cinco laboratórios realizaram a calibração nas cinco temperaturas, mas obtiveram um valor de $En > 1$ (o lab. 1, o lab. 18 e o lab 25 no ponto 300 °C, e, o lab. 5 e o lab. 12 no ponto 0 °C).

O laboratório 24 realizou a calibração nas temperaturas 0 °C, 100 °C, 200 °C e 300 °C, mas obteve um valor de $En > 1$ no ponto 300 °C.

O laboratório 19 realizou a calibração nas temperaturas -40 °C, 0 °C e 100 °C, mas obteve um valor de $En > 1$ no ponto 0 °C.

Finalmente, dos 18 laboratórios 2 (11 %) deles obtiveram $En < 1$ em dois pontos de calibração.

O laboratório 4 realizou a calibração nas temperaturas 100 °C, 200 °C e 300 °C, mas obteve um valor de $En > 1$ nos pontos 200 °C e 300 °C.

O laboratório 21 realizou a calibração em todas as temperaturas (-40 °C, 0 °C, 100 °C, 200 °C e 300 °C), mas obteve $En > 1$ nos pontos 200 °C e 300 °C.

Deve-se observar ainda que, no ponto de calibração 300 °C, o laboratório 25 deve ter cometido um erro grosseiro, visto que a fem declarada no certificado de calibração emitido pelo laboratório levou a

um desvio em relação a tabela, respectivamente de 1611,9 °C (ver tabela 22). É recomendado que os laboratórios ao realizar a calibração de um termopar ou termorresistência investiguem os desvios dos sensores em relação a uma tabela de referência. Um resultado que apresente um valor de desvio muito alto deve ser examinado com atenção pelo laboratório, visto que não é usual um termopar desviar-se tanto da tabela de referência.

Resumindo o aproveitamento dos laboratórios podemos verificar que se todos os laboratórios tivessem realizado a calibração em todos os pontos teriam sido realizadas 90 medições. Mas como no total 11 pontos não foram realizados, temos um total de 79 resultados para analisar.

Destes 68 pontos ou 86 % dos 79 obtiveram $En \leq 1$ e conseqüentemente 11 pontos ou 14 % dos 79 tiveram $En > 1$. Estes resultados são apresentados na tabela seguinte.

Tabela 23: Consolidação dos valores de En por ponto de calibração da CI

t / °C	Nº de pontos com $En \leq 1$	Nº de pontos com $En > 1$	% com $En > 1$ / ponto
-40	12	0	0 %
0	13	3	19 %
100	18	0	0 %
200	15	2	12 %
300	10	6	38 %
Total de pontos 79	68 (86 %)	11 (14 %)	

Na tabela acima, o percentual dos laboratórios que obtiveram $En > 1$ no ponto de calibração foi calculado considerando o número de laboratórios que mediram o ponto de calibração, razão pela qual a soma não dá 100 %. Esta coluna na tabela mostra que, percentualmente, o problema dos laboratórios está na temperatura mais elevada, 300 °C e na realização da temperatura do ponto do gelo, 0°C.

8. Laboratórios Participantes

A participação nesta comparação interlaboratorial foi direcionada a todos os laboratórios de participantes da Comissão Técnica de Temperatura e Umidade, CT-11, da Divisão de Acreditação de Laboratórios, Dicla, da Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro.

O Inmetro, através da Dicep, recebeu a inscrição de vinte e cinco laboratórios, porém somente dezoito laboratórios enviaram resultados. Estes laboratórios são apresentados na Tabela 24.

Os resultados desta Comparação Interlaboratorial são confidenciais, isto é, cada laboratório foi identificado por códigos individuais. Este código somente é conhecido pelo próprio laboratório, pela coordenação da CI e por responsável pela área de acreditação do Inmetro. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo Inmetro respeitando-se a confidencialidade dos laboratórios.

É importante ressaltar que a numeração da tabela é apenas indicativa do número de laboratórios inscritos na CI, não estando, em hipótese alguma, associada à identificação dos laboratórios na apresentação dos resultados.

Tabela 24. Laboratórios Participantes.

Instituição	
1.	CEIME – Comércio e Metrológica Ltda CEIME
2.	Companhia Siderúrgica de Tubarão – CST Laboratório de Calibração ArcelorMittal Tubarão (CST)
3.	Consistec Controles e Sistemas de Automação Ltda Laboratório de Termometria
4.	Contemp Indústria Comércio e Serviços Ltda Laboratório de Metrologia Contemp
5.	Escala Produtos e Serviços de Calibração Escala Produtos
6.	Faculdades Católicas do Rio de Janeiro – PUC-RIO Laboratório de Pressão e Temperatura – LPT/ITUC/PUC-RIO
7.	Fundação Centros de Referência em Tecnologias Inovadoras – CERTI Laboratório de Temperatura e Umidade – LATU
8.	Fundação de Ciência e Tecnologia – CIENTEC Laboratório de Termometria – LAT
9.	Heraeus Sensor Technology Ltda Laboratório de Termometria da HST

10.	IFM Serviços Tecnológicos Ltda Laboratório de Metrologia Industrial
11.	Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. Laboratório de Metrologia Mecânica
12.	IOPE – Instrumentos de Precisão Ltda Laboratório IOPE
13.	NAKA Comércio e Indústria de Instrumentos Ltda LANAME
14.	RCQ Controle de Qualidade Ltda RCQ
15.	Salcas Indústria e Comércio Ltda Laboratório de Termometria da Salcas
16.	Sergio Luiz Lenzi K&L Laboratório de Metrologia
17.	Sociedade Educacional de Santa Catarina Laboratório de Metrologia Sociesc
18.	UBEA/PUCRS Laboratórios Especializados em Eletro Eletrônica – LABELO

Total de participantes que receberam o artefato para calibração: 18 laboratórios.

Os laboratórios listados na Tabela 25 embora inscritos na comparação, não fizeram as calibrações porque os artefatos não tinham mais condições de serem medidos, impedindo a continuação da comparação.

Tabela 25. Laboratórios que não Realizaram as Medições.

Instituição	
1.	Comando Geral de Tecnologia Aeroespacial Instituto de Fomento e Coordenação Industrial Div. de Confiab. Metrológica Aeroespacial / Lab. de Metrologia Física – Temperatura
2.	ECIL Produtos e Sistemas de Medição e Controle Ltda Laboratório de Metrologia ECIL
3.	Equipe Equipamentos de Automação e Controle Ltda Laboratório LATEQ
4.	Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC Laboratório de Termometria LabKELVIN
5.	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE Laboratório Integração Testes – LIT / Laboratorio de Metrologia Física – MTF
6.	Presertec Serviços de Calibração Ltda
7.	Setting Calibrações e Ensaios Ltda EPP Setting Calibration Laboratories



Programa de Ensaios de Proficiência da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - PEP Dimci
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém / Duque de Caxias - RJ - Brasil CEP: 25250 - 020
Fax: +55 21 2679-9745 / www.inmetro.gov.br / pep-dimci@inmetro.gov.br