

# METODOLOGIA DE AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE OPERADORES NA CALIBRAÇÃO DE PENETRADORES UTILIZADOS NA DUREZA VICKERS DE MATERIAIS METÁLICOS<sup>1</sup>

Sérgio Pinheiro de Oliveira<sup>2</sup>

Jorge Trota Filho<sup>3</sup>

Renato Reis Machado<sup>4</sup>

Cláudio Afonso Koch<sup>5</sup>

Celso Ricardo da Silva Azeredo<sup>6</sup>

## Resumo

Os materiais metálicos são utilizados nas indústrias siderúrgica, automobilística, aeronáutica, linha-branca etc., e têm as suas propriedades mecânicas, entre elas a dureza, avaliadas ao longo do processo produtivo. Dentre as variáveis que controlam um ensaio de dureza Vickers está o penetrador de diamante piramidal de base quadrada, que tem influência decisiva na qualidade de medição desejada, ou seja, com erro experimental e incerteza de medição pequenos. Este trabalho objetiva disseminar a metodologia desenvolvida pelo Inmetro para avaliar a influência de uma determinada variável sobre o sistema e/ou processo de medição que obtém valores de dureza Vickers, abordagem aplicada em comparações interlaboratoriais. Para demonstrar a aplicabilidade da metodologia, será apresentado estudo de caso acerca da influência do(s) operador(es) sobre o processo de calibração de um penetrador de dureza Vickers no Inmetro.

**Palavras-chave:** Materiais metálicos; Dureza Vickers; Penetrador Vickers; Comparação interlaboratorial.

## METHODOLOGY FOR EVALUATING THE OPERATORS' INFLUENCE ON THE INDENTERS CALIBRATION USED IN VICKERS HARDNESS OF METALLIC MATERIALS

### Abstract

Metallic materials are among others used in the steel, automotive, aerospace and white line appliances industries, whose mechanical properties, including hardness, are continuously measured along the production process. The indenter, a pyramidal diamond one with a square base, is amongst the variables that can be used to control a Vickers hardness test, having a decisive influence on the quality desired of the measurement e.g., with both small experimental error and measurement uncertainty. This paper aims to disseminate the methodology developed by Inmetro to evaluate the influence of a particular variable on the system and/or measurement process that provides Vickers hardness values which is an approach applicable to interlaboratory comparisons. In order to demonstrate the applicability of the method this work will present a case study of the influence on the operators in the calibration of a Vickers indenter at Inmetro.

**Key words:** Metallic materials; Vickers hardness, Vickers indenter; Interlaboratory comparison.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67<sup>o</sup> Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Doutor em Ciências, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro.

<sup>3</sup> Mestre em Ciências, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, Inmetro.

<sup>4</sup> Doutor em Ciências, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, Inmetro.

<sup>5</sup> Técnico em Mecânica, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, Inmetro.

<sup>6</sup> Técnico em Mecânica, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial, Inmetro.

## 1 INTRODUÇÃO

Os materiais metálicos compõem diversas partes de produtos e equipamentos fabricadas, entre outras, pelas indústrias metal-mecânica, siderúrgica, metalúrgica, aeronáutica, automobilística, de máquinas-ferramenta e de eletrodomésticos. Para a produção destas peças faz-se necessário o conhecimento e controle das propriedades mecânicas, das quais a mais conhecida, disseminada e realizada é a dureza. Esta pode ser definida como a resistência à deformação plástica permanente, ao risco ou à penetração de um material mais macio por outro mais duro. A medição de dureza é utilizada diversas vezes na linha de produção com o intuito de garantir a qualidade de diversos itens produzidos, amostragens no meio de processos produtivos e nos ensaios de recebimento. Os resultados de dureza são também utilizados durante os projetos de desenvolvimento de novos materiais, produtos, processos, métodos e tecnologias inovadoras. As práticas recomendadas para a obtenção da incerteza de medição em ensaios de dureza são descritas em normas ISO, ASTM e brasileiras (ABNT NBR),<sup>(1-3)</sup> assim como no Guia de Calibração em Dureza da Euramet<sup>(4)</sup> (*European Association of National Metrology Institutes*).

As escalas de dureza por penetração mais conhecidas e utilizadas em materiais metálicos são a Brinell, a Vickers e a Rockwell.<sup>(1,5)</sup> A determinação da dureza é feita em relação à profundidade de penetração, no caso da escala Rockwell, ou ao tamanho da impressão resultante, no caso das escalas Brinell (impressão circular) e Vickers (impressão quadrada)

A confiabilidade (“confiabilidade metrológica”) de uma medição é o grau de qualidade com que uma medição é realizada num “mensurando” (propriedade e/ou característica que está sendo medida num objeto, aparato ou instrumento específico) – qual é o seu erro (“exatidão”) e/ou qual é a sua dispersão (“precisão”).

A ideia da disseminação da confiabilidade começa no nível “0” da definição das unidades do Sistema Internacional de Unidades (SI), cuja confiança é disseminada para um nível abaixo, o dos padrões internacionais do BIPM (Birô Internacional de Pesos e Medidas, que é a “ONU” das medições), que, por sua vez, passa a confiança para o nível inferior seguinte, aquele dos padrões e instrumentos de referência dos INMs, os quais, por sua vez, disseminam para o nível abaixo, o dos laboratórios que calibram instrumentos credenciados (no Brasil, pelo Inmetro), que daí em diante disseminam a confiança para o nível mais baixo seguinte, onde estão os laboratórios de ensaios acreditados pelo Inmetro, que, por fim, disseminam a confiança para o usuário final (empresas e universidades). Isto é o que se chama de “cadeia de rastreabilidade”<sup>(6)</sup> (Figura 1), que vem a ser uma cadeia contínua de comparações verticais, onde quem está em cima dissemina a confiabilidade para quem está embaixo, o que significa que quem está num nível inferior se rastreia a alguém que ocupa um nível superior. Cada uma destas comparações possui, devido à aleatoriedade (variabilidade) inerente a qualquer medição (já que há várias causas para isso), as incertezas de medição calculadas (após ter todas as suas respectivas fontes/componentes de erro determinadas).

É a norma ABNT NBR ISO/IEC-17025<sup>(7)</sup> que o Inmetro utiliza para atestar que as medições realizadas nas várias instâncias da cadeia de rastreabilidade possuem confiabilidade e rastreabilidade.

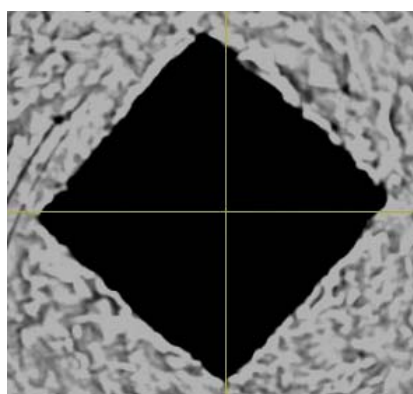
Logo, todas as medições de dureza de produtos metálicos em siderúrgicas e na indústria automobilística, por exemplo, são asseguradas se seguirem a metodologia técnico-científica descrita. Esta metodologia precisa ser evidenciada de maneira

objetiva, que é a abordagem deste trabalho: mostrar a metodologia estatística e matemática prescrita pelo Inmetro, e a discussão correspondente, para levar em conta a influência de diferentes técnicos (“operadores”) nas medições de dureza. Então, em relação à Figura 1, todo o desenvolvimento realizado pelo Inmetro e outros INMs para assegurar a disseminação da confiabilidade e rastreabilidade no nível de “padrões dos INMs” (objetivo deste trabalho) refletirá obrigatoriamente no aumento da qualidade dos artefatos de materiais metálicos produzidos pelo usuário final (nível de “padrões de trabalho, do chão de fábrica, de centros de P&D e de universidades”). Na Figura 1 aparece a “incerteza de medição”<sup>(8)</sup> (que está relacionada com a dispersão dos resultados, em geral o “desvio padrão” e/ou a “variância”) que aumenta à medida que se desce na cadeia, assim como a noção de “comparabilidade”. Esta mostra a noção de que comparações (“comparações entre laboratórios” ou “intercomparações laboratoriais” ou “comparações interlaboratoriais”) só podem ocorrer horizontalmente, entre empresas ou laboratórios no mesmo nível da cadeia.



**Figura 1.** Cadeia de rastreabilidade de Dureza, que poderia ser aplicada a outra grandeza qualquer, mostrando o interrelacionamento entre rastreabilidade, comparabilidade, disseminação da confiabilidade nas medições e incerteza de medição.<sup>(6)</sup>

O penetrador Vickers é confeccionado na forma de uma pirâmide de diamante de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces opostas. A Figura 2 mostra a morfologia superficial de uma impressão de dureza Vickers típica obtida no laboratório de metrologia de dureza do Inmetro.



**Figura 2.** Morfologia superficial de uma impressão de dureza Vickers típica com 200x de aumento, observada em microscopia ótica no laboratório de metrologia de dureza do Inmetro.

O penetrador é um dos componentes essenciais para a medição metrologicamente rastreável da grandeza Dureza de um determinado material metálico. Estão relacionados com o processo de medição os parâmetros: (i) ângulo da pirâmide de diamante; e (ii) quadratura (que é definida pela diferença permitida entre uma seção de planos e a forma quadrada). A Figura 3 mostra um desenho esquemático onde são mostradas as faixas aceitáveis para aprovação de uso com que podem se apresentar os parâmetros ângulo e quadratura do penetrador Vickers. A alteração desses parâmetros influenciará de forma decisiva o valor de dureza do material e do bloco padrão durante o processo de medição de dureza. O último fator que deve ser averiguado durante o processo de calibração dos penetradores Vickers é a “influência do operador” durante o processo de calibração.

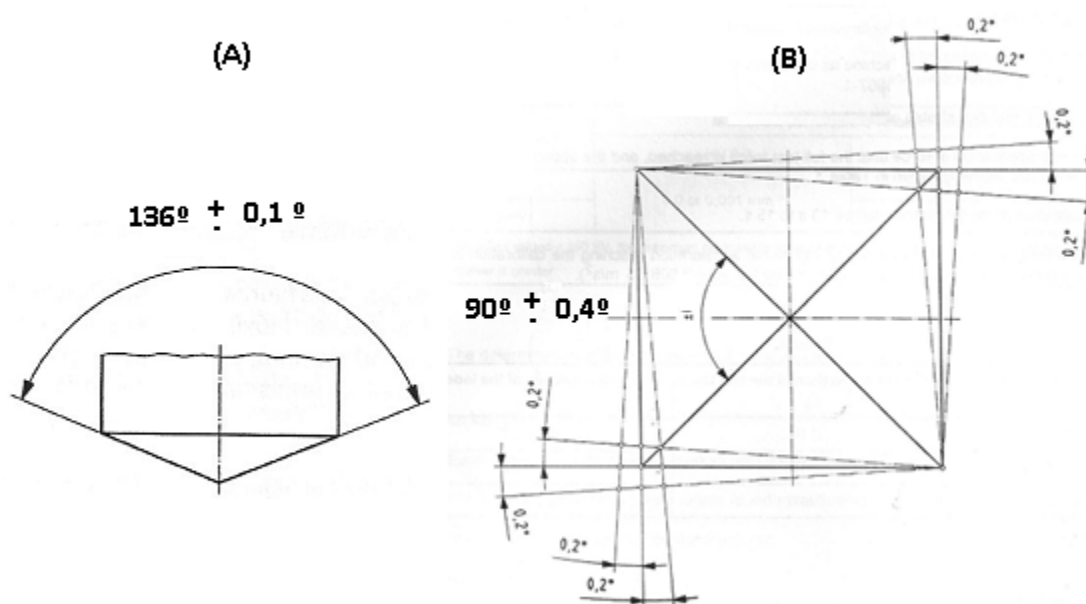


Figura 3. Parâmetros importantes do penetrador Vickers: (a) ângulo; e (b) quadratura.

O objetivo deste trabalho é determinar a influência do operador sobre o processo de calibração (medição de dureza e comparação com o valor de referência de um bloco de dureza) de um penetrador Vickers. Foram utilizados dois critérios para avaliação:<sup>(9)</sup> o erro normalizado e o "Z-score", que são tipicamente utilizados para comparar o desempenho entre entes de uma comparação interlaboratorial. Este é o caso aqui, pois os operadores realizaram diferentes medidas no mesmo equipamento. Além disso, utilizando esta metodologia foi possível determinar em quais parâmetros os resultados dos operadores apresentaram menor diferença em relação ao valor de referência e em qual deles ocorreu uma maior discrepância indicando a necessidade de re-treinamento.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização das medições de dureza com confiabilidade metrológica foi utilizado o padrão metrológico Gal-Indent, que permite a medição do ângulo e da quadratura dos penetradores Vickers. A Figura 4 mostra uma vista frontal do no laboratório de metrologia de dureza do Inmetro.



**Figura 4.** Sistema Primário para calibração de penetradores de Dureza Rockwell e Vickers do Inmetro (Gal-Indent).

A calibração do penetrador é sem dúvida uma das etapas mais importantes a ser realizada antes do processo de medição de dureza Vickers. O penetrador que não estiver com as medições dentro dos limites pré-estabelecidos pelas normas ABNT NBR ISO 6507-2<sup>(2)</sup> e 6507-3,<sup>(3)</sup> não deveria ser utilizado para realização de ensaios e calibração de blocos padrão de dureza.

O número de operadores foi estabelecido em 4 e o valor de referência foi um quinto operador, considerado o mais experiente e que treinou os demais.

Para avaliação da influência dos operadores durante o processo de calibração de penetradores Vickers foi utilizada metodologia do erro normalizado (Equação 1).<sup>(9)</sup>

$$E_n = \frac{X_i - X_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Onde:

- $E_n$  - erro normalizado;
- $X_i$  - valor médio determinado para as medições de ângulo ou da quadratura realizadas por um operador específico;
- $X_{ref}$  - valor de referência para o ângulo ou para a quadratura do penetrador;
- $U_i$  - incertezas de medição referentes ao ângulo ou à quadratura provenientes de um determinado operador; e
- $U_{ref}$  - incerteza do valor de referência para o ângulo ou para a quadratura do penetrador.

A metodologia do erro normalizado é muito utilizada para revelar se há compatibilidade dos resultados em relação a uma determinada referência. Este valor tomado como referência é o que retrata com maior fidelidade o resultado da medição. Considera-se como resultado compatível quando os valores apresentam  $E_n$  entre 1 e -1, dependendo se o valor em análise é menor ou maior do que o valor de referência. Além disso, foi utilizada a metodologia "Z-score" para determinação da avaliação da compatibilidade de cada resultado apresentado por cada operador com um valor representativo do conjunto de dados (média aritmética). A Equação 2 descreve a metodologia "Z-score".<sup>(9)</sup>

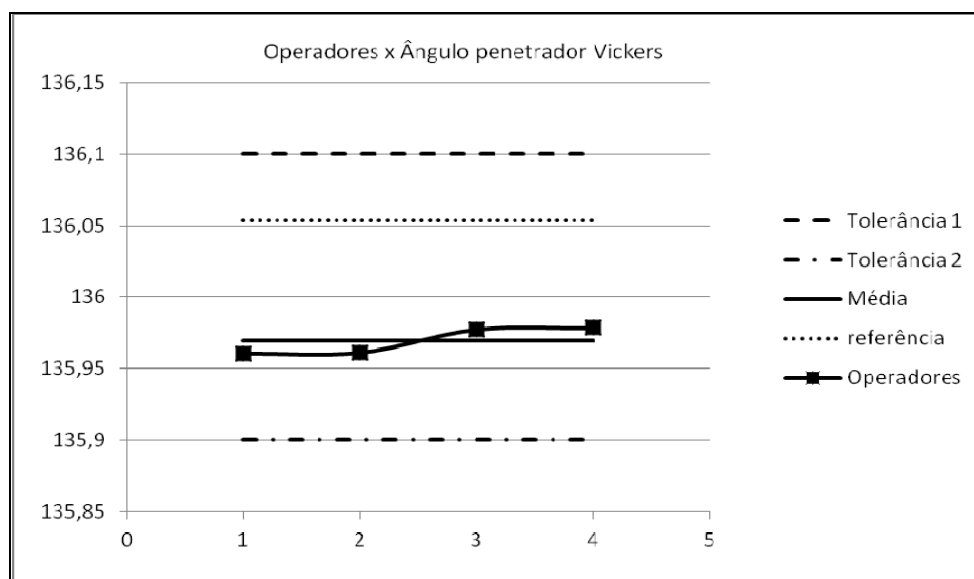
$$z = \frac{x - \bar{X}}{s} \quad (2)$$

Onde:

- $z$  – valor de Z-score;
- $x$  – valor do ângulo ou da quadratura obtido por um determinado operador;
- $X$  – valor médio levando em consideração as medições realizadas pelos operadores para ângulo e para quadratura do penetrador Vickers; e
- $s$  – desvio-padrão em relação às medições realizadas por cada operador para ângulo e para quadratura do penetrador Vickers.

### 3 RESULTADOS

A Figura 5 mostra a medida de cada operador (linha com marcadores quadrados) e o valor de referência (linha pontilhada) em relação à medição do ângulo do penetrador, os limites superior (linha tracejada) e inferior (linha tracejada e pontilhada) de tolerância, assim como a média (linha sólida) das medidas realizadas pelos quatro operadores. Observa-se que não há uma variabilidade muito acentuada entre os valores encontrados pelos operadores. Embora o resultado tenha ficado dentro do limite de aprovação do penetrador, em relação ao ângulo é possível constatar que há uma discrepância entre os valores obtidos pelos operadores e o de referência.

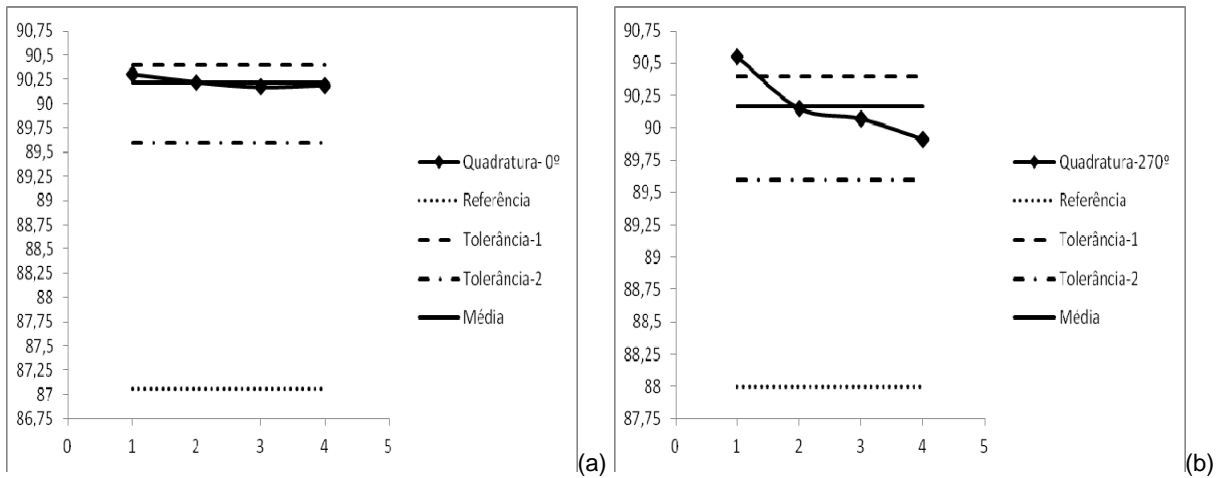


**Figura 5.** Medições do ângulo do penetrador por quatro operadores diferentes.

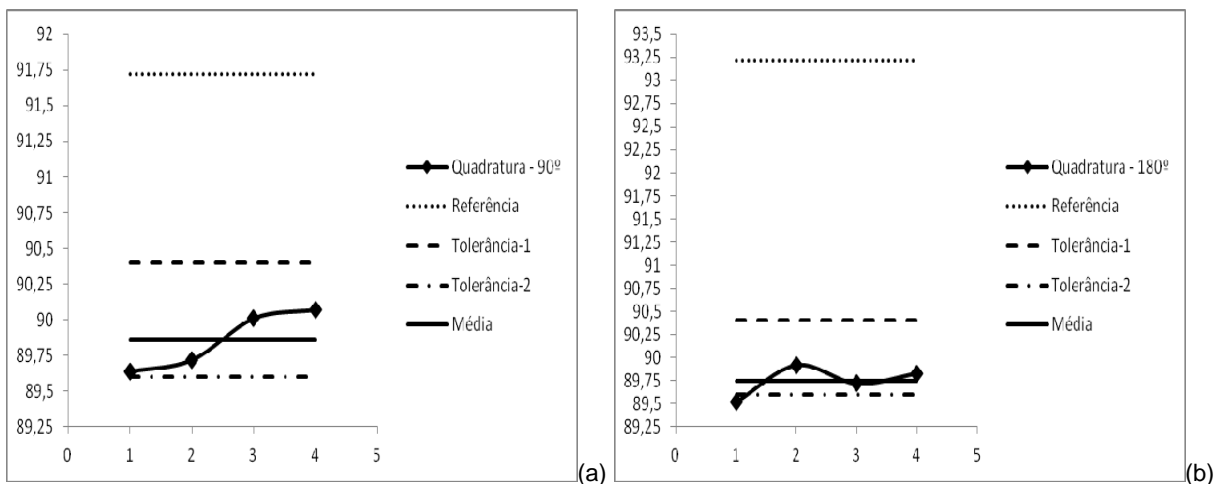
A Figura 6 mostra o comportamento da quadratura da medição realizada para a quadratura a  $0^\circ$  e  $270^\circ$ , onde se observa as medidas de cada um dos operadores, os limites de superior e inferior tolerância, a média das medições dos operadores e a medida de referência. Através da análise da Figura 6 observa-se um comportamento semelhante em relação ao comportamento da referência e dos valores da quadratura encontrados pelos operadores. Sendo que o valor de referência para a medição da quadratura a  $0^\circ$  e  $270^\circ$  apresentou-se abaixo do limite inferior de tolerância. Além disso, observa-se que o operador 1 apresentou o valor da quadratura a  $270^\circ$  fora do limite superior de tolerância.

A Figura 7 mostra os detalhes das medições das quadraturas nos ângulos de  $90^\circ$  e  $180^\circ$  realizada através dos quatro operadores. Sendo que é possível constatar que há uma semelhança morfológica no comportamento das calibrações da quadratura

do penetrador Vickers. A Figura 7 mostra que apesar dos operadores apresentarem resultados dentro dos limites de tolerância (exceto o operador 1 que apresentou um ângulo de quadratura ligeiramente menor do que  $89,6^\circ$ ) todas as medidas ficaram distantes do valor de referência.



**Figura 6.** Comportamento da quadratura do penetrador, medida por quatro operadores diferentes nas seções: (a)  $0^\circ$ ; e (b)  $270^\circ$ .



**Figura 7.** Comportamento da quadratura do penetrador medida por quatro operadores diferentes nas seções: (a)  $90^\circ$ ; e (b)  $180^\circ$ .

A partir dos resultados demonstrados nas Figuras 5 a 7 foi possível estabelecer os critérios de avaliação de compatibilidade dos operadores. Na Figura 8 observar-se um gráfico onde  $E_n$  em relação a medição do ângulo do penetrador Vickers é uma função dos quatro operadores.

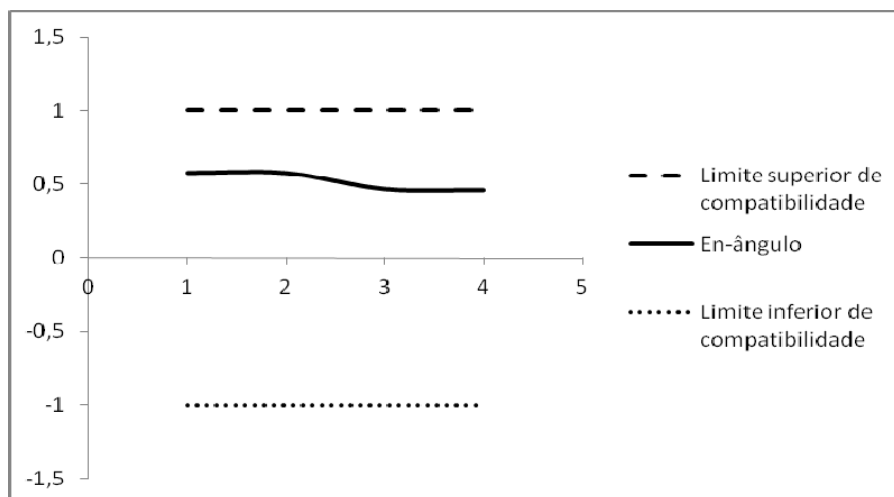


Figura 8.  $E_n$  relativo a medição do ângulo em função dos quatro operadores.

Analisando a Figura 8, nota-se que apesar dos operadores 1 e 3 apresentarem valores de  $E_n$  um pouco maiores do que os valores encontrados para os operadores 2 e 4, todos os resultados ficarão dentro do limite de compatibilidade.

Na Figura 9 observa-se que os  $E_n$  em relação às medições das quadraturas nas posições angulares de  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  e  $270^\circ$  onde é possível observar a influência do operador.

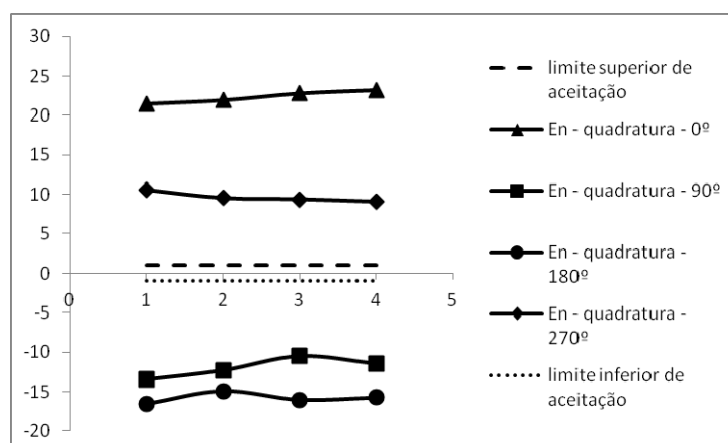


Figura 9.  $E_n$  relativo à medição da quadratura nas posições  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  e  $270^\circ$  em função dos quatro operadores.

É importante ressaltar que em relação à medição da quadratura todos os operadores ficaram distantes do valor de referência. Ou seja, o  $E_n$  reflete a concordância com o valor de referência que neste caso, diferentemente do que aconteceu com a medição do ângulo do penetrador Vickers, não apresentou a compatibilidade esperada.

Diante disso, será utilizado o critério "Z-score" para avaliação da compatibilidade dos quatro operadores entre si, ou seja, neste caso não uma referência que não pertence ao processo de medição. Para realizar esta avaliação as médias das medições e o seu desvio-padrão são considerados de acordo com a Equação 2. A Figura 10 mostra o comportamento de "Z-score" em relação a medição do ângulo do penetrador Vickers.



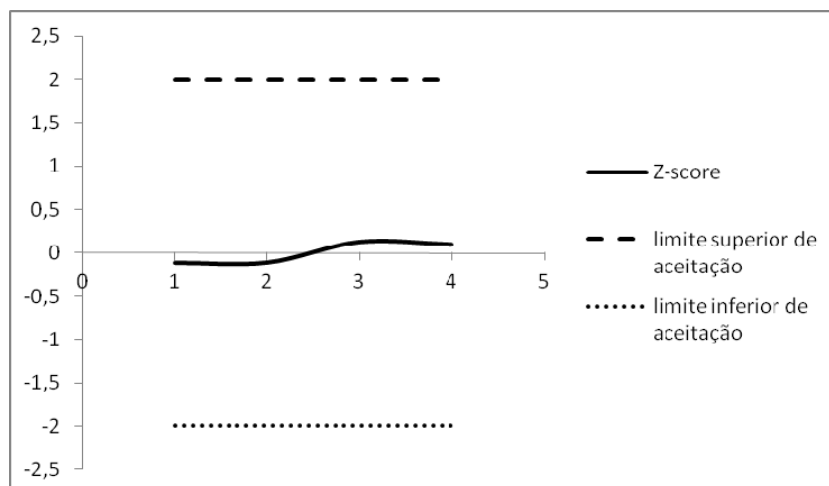


Figura 10. Z-score dos quatro operadores em relação à medida do ângulo do penetrador.

O observa-se (Figura 10) que os quatro operadores apresentaram compatibilidade entre si, o que já era esperado devido à boa exatidão e precisão dos resultados mostrados na Figura 1. Da mesma forma, na Figura 11 observa-se o valor de "Z-score" para todas as medidas das quadraturas do penetrador Vickers por cada um dos quatro operadores.

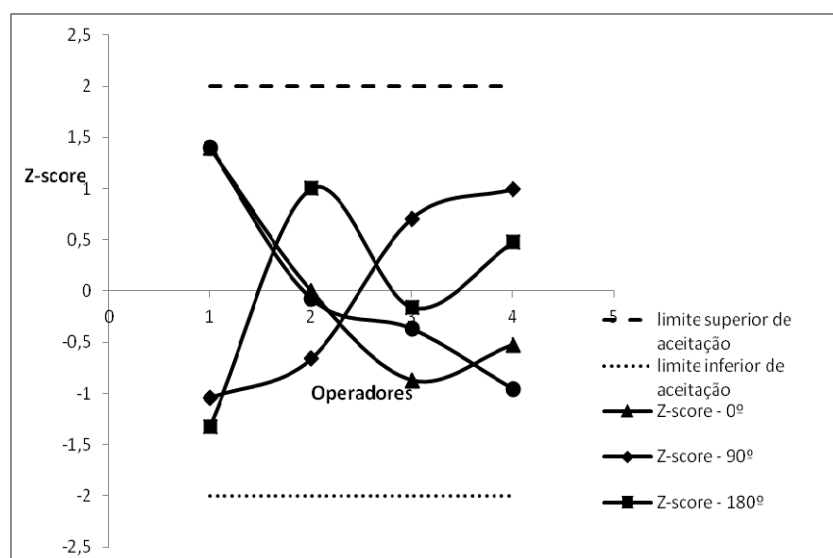


Figura 11. Z-score dos quatro operadores em relação a medição da quadratura do penetrador.

Na Figura 11 apesar dos valores de "Z-score" demonstrarem uma variabilidade considerável, ratificando alta dispersão dos resultados obtidos para a quadratura do penetrador Vickers, os mesmos se encontram dentro dos limites de compatibilidade. Ou seja, os quatro penetradores apresentaram resultados equivalentes entre si.

#### 4 DISCUSSÃO

Quando se realiza um ensaio em qualquer tipo de material metálico para se obter o valor de dureza Vickers é necessário avaliar se os parâmetros ângulo e quadratura do penetrador estão dentro das tolerâncias estabelecidas por normas ISO. No caso do ângulo, para que um penetrador seja considerado adequado para ser utilizado, é necessário<sup>(3)</sup> que o mesmo apresente um valor dentro do intervalo 135,9° a 136,1°.

Como foi mencionado anteriormente, a quadratura do penetrador é um parâmetro muito importante para medição da dureza Vickers de materiais metálicos por estar diretamente relacionada com a simetria dos vértices opostos. Ou seja, valores que não estão inseridos no intervalo de tolerância estabelecido pela norma ABNT NBR NM ISO 6507-3<sup>(3)</sup> poderão apresentar um erro acentuado de leitura das diagonais da impressão acarretando em um erro grosseiro da medição de dureza Vickers. De acordo com a metodologia recomendada pela norma, todas as quatro seções (0°, 90°, 180° e 270°) do penetrador piramidal de base quadrada necessitarão ser calibradas.

Os resultados apresentados nas Figuras de 5 a 11 demonstram que o operador é uma peça-chave durante o processo de medição dos parâmetros mais importantes (ângulo e quadratura) a serem considerados durante uma calibração de penetrador Vickers. Ou seja, o operador poderia até mesmo aprovar um penetrador considerado reprovado.

Conforme as Figuras 6 e 7, observa-se que os resultados da quadratura não estão compatíveis com o valor de referência. Este fato é observado na Figura 9 onde o  $E_n$  fica completamente fora dos limites de tolerância, confirmando assim a incompatibilidade dos resultados fornecidos pelos quatro operadores e o valor de referência.

Ao observar as Figuras 10 e 11 com o valor "Z-score" para as medidas do ângulo e da quadratura do penetrador, é possível constatar que existe compatibilidade total entre os resultados. Ou seja, os resultados das medições para os quatro operadores são compatíveis entre si. Embora isto indique uma uniformização no grau de conhecimento e desempenho dos quatro operadores não significa que a medida dos mesmos está metrologicamente correta. Na verdade, o interesse metrológico reside em encontrar um resultado de medição que seja um retrato fiel do mensurando, ou seja, da grandeza específica que se encontra em medição.

Esse conjunto de resultados revela que todos os operadores estão capacitados para fazer a medição do ângulo do penetrador sem que ocorra divergências entre o resultado encontrado e um valor de referência. Entretanto, em se tratando de quadratura, todos os quatro operadores precisarão intensificar os treinamentos para que possam medir corretamente o valor da quadratura em todas as seções.

## 5 CONCLUSÕES

- Na área industrial que lida com materiais metálicos ferrosos e não ferrosos a utilização da dureza Vickers é uma ferramenta de grande utilizada.
- o penetrador Vickers é um dos componente essenciais para a realização da medição de dureza Vickers em qualquer tipo de material;
- os parâmetros que influenciam diretamente o resultado de medição de dureza Vickers são o ângulo e a quadratura do penetrador que possuem limites estabelecidos por normas internacionais;
- os operadores do sistema de calibração dos penetradores Vickers são cruciais para que o resultado da medição seja o mais próximo possível da realidade. Utilizando os critérios de erro normalizado ( $E_n$ ) e o "Z-score" (Z-sco) é possível avaliar a compatibilidade dos resultados obtidos pelos operadores em relação a um determinado valor de referência e avaliar a compatibilidade dos mesmos resultados entre si, respectivamente; e
- foi observado que os operadores estão preparados para realizar a calibração dos ângulos dos penetradores. Entretanto, necessitam de mais treinamento

para se tornarem aptos para a realização da calibração da quadratura nas suas quatro seções.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro), pela bolsa de apoio à pesquisa concedida ao técnico Celso Ricardo da Silva Azeredo, e também ao Inmetro (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial), onde atuam no Laboratório de Força (que lida com as áreas de força, torque, dureza e impacto), pelo apoio a este trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 Norma ABNT NBR NM ISO 6507-1:2008 Materiais Metálicos – Ensaio de Dureza Vickers – Parte 1: Método de Ensaio. São Paulo e Rio de Janeiro/Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008.
- 2 Norma ABNT NBR NM ISO 6507-2:2008 Materiais Metálicos – Ensaio de Dureza Vickers – Parte 2: Verificação e Calibração de Máquinas de Ensaio. São Paulo e Rio de Janeiro/Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008.
- 3 Norma ABNT NBR NM ISO 6507-3:2008 Materiais Metálicos – Ensaio de Dureza Vickers – Parte 3: Calibração de Blocos de Referência. São Paulo e Rio de Janeiro/Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008.
- 4 KOCH, C.A.; OLIVEIRA, S.P. (Trad.) Guia de Calibração INMETRO DIMEC/gc-04/v.00: Guia para a Estimativa da Incerteza em Medições de Dureza. Duque de Caxias/Brasil: Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, 2008, tradução para o português do “Calibration Guide EURAMET/cg-16/v.01: Guidelines on the Estimation of Uncertainty in Hardness Measurements”. Braunschweig/Alemanha: European Association of National Metrology Institutes, 2007. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/mecanica/pdf/medicoesDureza.pdf>> Acesso em: 29/05/2012.
- 5 SOUZA, S.A. Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos Teóricos e Práticos. São Paulo/Brasil: Editora Edgard Blücher Ltda, 2000.
- 6 Hierarquia do Sistema Metrológico. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/estrutura.asp>>. Acesso em: 29/05/2012.
- 7 Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração. São Paulo e Rio de Janeiro/Brasil: ABNT, 2005.
- 8 BIPM-JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections): Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Sèvres/França: Bureau International des Poids et Mesures, 2008. Disponível em: <[http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM\\_100\\_2008\\_E.pdf](http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf)> Acesso em: 29/05/2012.
- 9 Orientação sobre Validação de Métodos Analíticos. Disponível em: <[http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/Cgcre/DOQ/DOQ-Cgcre-8\\_04.pdf](http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/Cgcre/DOQ/DOQ-Cgcre-8_04.pdf)> Acesso em: 29/05/2012.