

A PARTICIPAÇÃO DO LABORATÓRIO DE MARINGÁ DO IPEM-PR EM ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA DE PESO PADRÃO DE 500 kg

1. INTRODUÇÃO

A participação de laboratórios de calibração em programas interlaboratoriais é uma prática importante para o desenvolvimento científico e tecnológico em metrologia, com resultados imediatos nas áreas de indústria, comércio e defesa do consumidor, dentre outras. Esta atividade permite a um laboratório melhorar a qualidade das medições, detectar e reduzir erros sistemáticos, além de motivar as equipes técnicas envolvidas. É, também, uma forma de validar metodologias de medições e de registrar a confiabilidade dos resultados gerados pelos laboratórios participantes.

Há mais de 20 anos, o laboratório de Maringá – LAMAR vem realizando trabalhos de calibrações em instrumentos de medição na área de massa, dispondo de equipamentos e padrões rastreados aos padrões nacionais mantidos pelo INMETRO. O LAMAR executa calibrações de pesos padrão de 50 a 2.000 kg, balanças até 300 kg e medições de peças diversas de 50 até 5.000 kg.

O Laboratório de Maringá mantém o seu sistema da qualidade operando em conformidade com o sistema de gestão da qualidade dos laboratórios da Gerência de Calibração e Ensaio do IPEM-PR – GECEN e com a norma NBR ISO/IEC 17025/2017. Como parte deste processo e visando manter a acreditação dos seus serviços de calibração, o LAMAR tem participado regularmente de programas de intercomparação laboratorial promovidos por provedores acreditados pela Coordenadoria de Acreditação do INMETRO – CGCRE.

2. PARTICIPAÇÃO DO LABORATÓRIO DE MARINGÁ EM PROGRAMAS DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA

Segundo o INMETRO, Ensaio de Proficiência (EP) é um conjunto de procedimentos técnicos para a determinação do desempenho de laboratórios de calibração ou de ensaios, por meio de comparações interlaboratoriais. A participação do laboratório em atividades de EP é um dos mecanismos indispensáveis para avaliação da sua competência técnica. Além disso é um

mecanismo para identificar falhas e possibilitar a tomada de ações preventivas ou corretivas e prática essencial para aumentar a confiabilidade, auxiliando no controle da qualidade dos resultados das medições previstos na norma NBR ISO/IEC 17025.

Com o propósito de aumentar a confiabilidade dos resultados de suas medições e avaliar a sua competência técnica o Laboratório de Maringá participa regularmente em programas de intercomparação laboratorial promovidos por provedores acreditados pela Coordenação Geral de Acreditação do INMETRO – CGCRE. Dentre os programas em que o Laboratório de Maringá vem participando nos últimos 5 anos, destacam-se aqueles realizados com a Rede Metrológica do estado de São Paulo – REMESP e a Rede Paranaense de Metrologia e Ensaio – Paraná Metrologia. Neste trabalho, são apresentados os programas de ensaio de proficiência de calibração na área de massa – Peso Padrão de grande capacidade promovidos pela REMESP nas edições de 2016 e 2020 com o objetivo de confirmar que o método utilizado na calibração de pesos padrão de 500 kg são apropriados aos objetivos do sistema de gestão.

3. BENEFÍCIOS DA PARTICIPAÇÃO EM PROGRAMAS DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Os benefícios resultantes desta participação em ensaios de proficiência incluem:

- O laboratório participante dispõe de uma avaliação externa regular e independente da qualidade de seus resultados de ensaios e calibrações;
- O laboratório pode comparar o seu desempenho com o de outros laboratórios semelhantes;
- Os dados obtidos servem de subsídio para a implementação de ações preventivas para melhoria dos procedimentos do laboratório;
- Alguns estudos podem fornecer informação sobre as características de desempenho de métodos analíticos;
- O laboratório pode obter do organizador do programa uma fonte de assessoria técnica e orientação sobre problemas analíticos e nos procedimentos de medição e calibração.

O fluxograma básico para a execução de um Ensaio de Proficiência atendendo aos requisitos da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 é apresentado na figura 1.

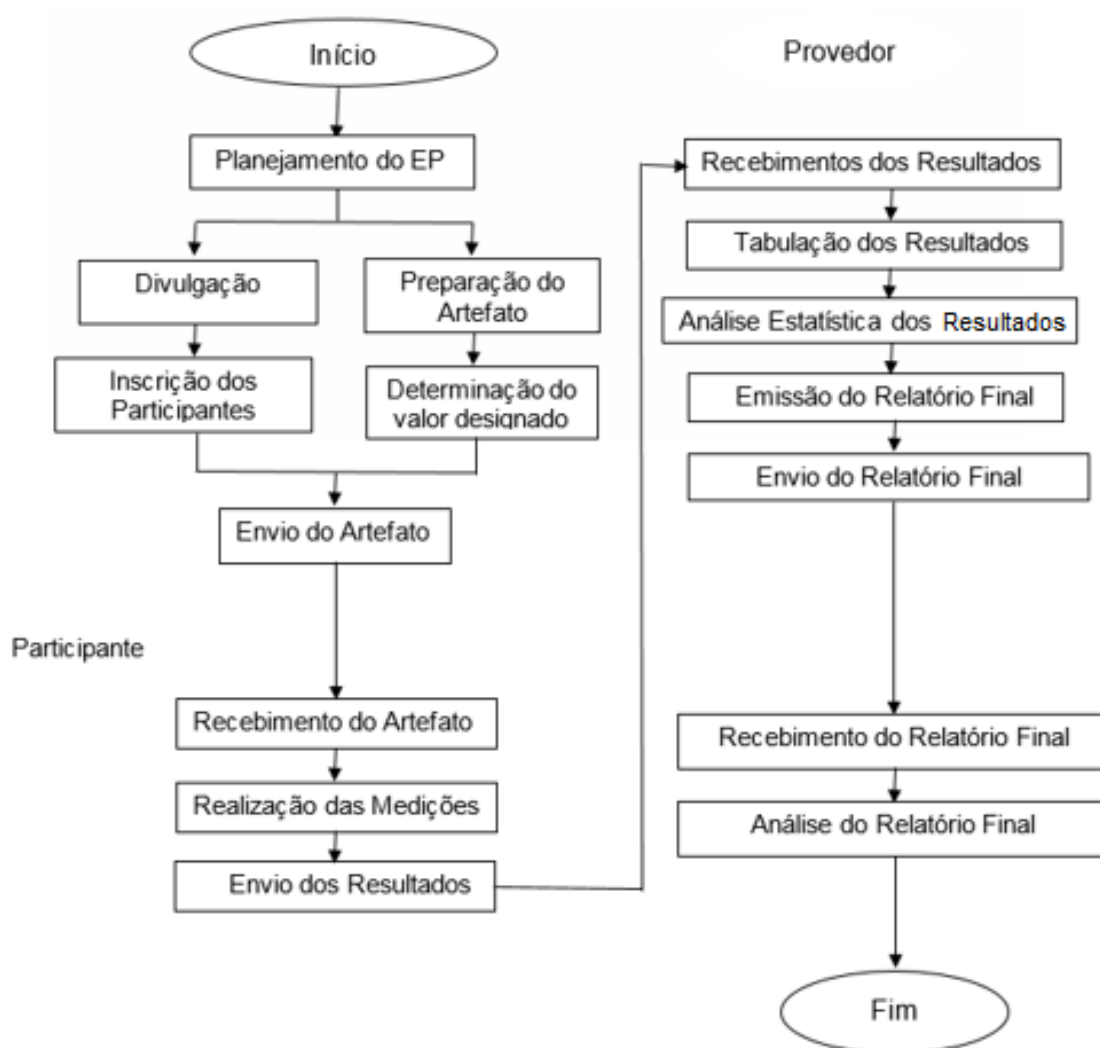


Figura 1 – Fluxograma básico para execução de um Ensaio de Proficiência

4. ESQUEMA DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

O ensaio de proficiência seguiu o esquema sequencial, quando o peso padrão é distribuído sequencialmente para medição e devolvido ao provedor de ensaio de proficiência a intervalos regulares conforme descrito na figura 2, sendo que os participantes realizaram as calibrações de acordo com cronograma disponibilizado pelo provedor.

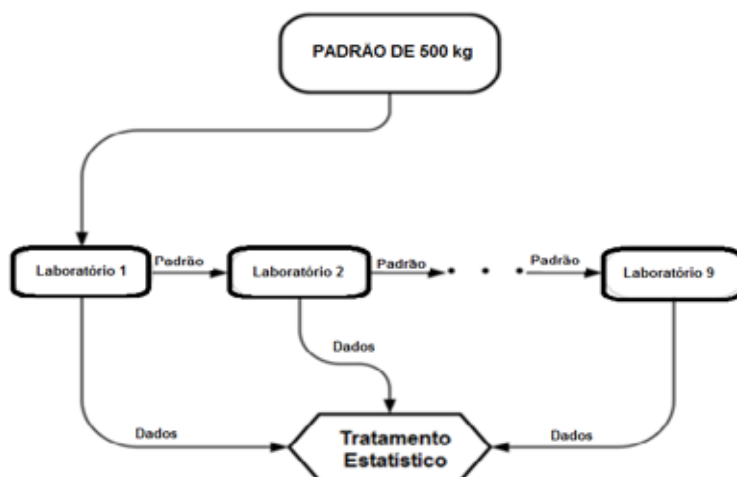


Figura 2 – Esquema de comparação sequencial

O peso padrão de 500 kg com valor verdadeiro não revelado percorreu os nove laboratórios participantes do Ensaio de Proficiência. Usando seus próprios meios e procedimentos de medição, cada laboratório participante efetuou a calibração do padrão itinerante de modo independente. Os resultados de medição do padrão itinerante, incluindo os de incerteza foram enviados ao provedor do ensaio.

5. DESCRIÇÃO DO ITEM DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Para realização do programa foi utilizado o seguinte artefato:

Um peso de 500 kg, de forma cilíndrica, material ferro fundido de classe OIML M1, mostrado a figura 3.



Figura 3 – Artefato do EP

6. RESULTADOS DOS PARTICIPANTES

Com o objetivo de manter a confidencialidade dos participantes, neste trabalho, foi adotada a política do provedor relacionada à confidencialidade na qual cada laboratório é identificado por números sendo que apenas o Laboratório de Maringá é identificado para efeito de demonstração do desempenho do laboratório. Neste artigo o Laboratório de Maringá é identificado como Laboratório 7.

A Tabela 1 apresenta os resultados de todos os laboratórios participantes da rodada promovida pela REMESP.

Laboratório	Peso Padrão de 500 kg		
	Tendência (kg)	Incerteza (kg)	Fator de abrangência k
1	-0,006	0,010	2,02
2	-0,014	0,026	2
3	-0,02	0,02	2
4	0,022	0,012	2
5	-0,04	0,02	2
6	0,00	0,03	2,00
7*	-0,020	0,019	2
8	-0,016	0,018	2
9	-0,025	0,035	2,02

Tabela 1 – Resultados do ponto de calibração

7. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

A avaliação dos resultados do Ensaio de Proficiência foi realizada utilizando o critério do Erro Normalizado.

Para determinação da estabilidade do artefato, foram realizadas duas calibrações pelo laboratório de referência, uma no início da rodada e outra ao término da rodada.

8. FUNDAMENTOS PARA DETERMINAÇÃO DOS VALORES DESIGNADOS

De acordo com os procedimentos disponíveis na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011, será calculado o valor designado, valor a ser utilizado como valor

verdadeiro no ensaio de proficiência no tratamento estatístico de resultados, sendo a melhor estimativa disponível do valor verdadeiro para o artefato, através de métodos estatísticos conforme a ISO 13528:2015, ou seja, valor de consenso de participantes. O desvio-padrão para avaliação de proficiência dos participantes também seguirá a norma ISO 13528:2015, anexo C (análise robusta). Os resultados que se apresentarem fora dos intervalos de 2 desvios-padrão após o cálculo da média robusta e do desvio padrão robusto serão considerados como pontos fora da curva e um novo valor de consenso será calculado, assim como o novo desvio padrão robusto retirando-se estes valores.

A metodologia estatística definida para analisar os resultados dos participantes, baseada na norma ISO 13528:2015 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons* consiste na utilização da média individual do participante (\bar{x}_i), a média robusta, por meio da eliminação das influências dos resultados discrepantes obtidos pelos participantes (\bar{x}), e o desvio padrão (s) de modo a permitir determinar o quanto o resultado de um participante se aproxima de um “valor de consenso”. Este procedimento se repete iterativamente para as medições que permaneceram no ensaio até que nenhuma nova medição seja classificada como um ponto fora da curva. A cada nova rodada os valores das estatísticas descritivas (média do participante, média robusta e desvio padrão) são atualizados.

A norma ISO 13528:2015 utiliza este procedimento visando minimizar a influência de medições atípicas que irão distorcer a avaliação do participante do EP.

A figura 4 apresenta o fluxograma resumido da metodologia da ISO 13528:2015.

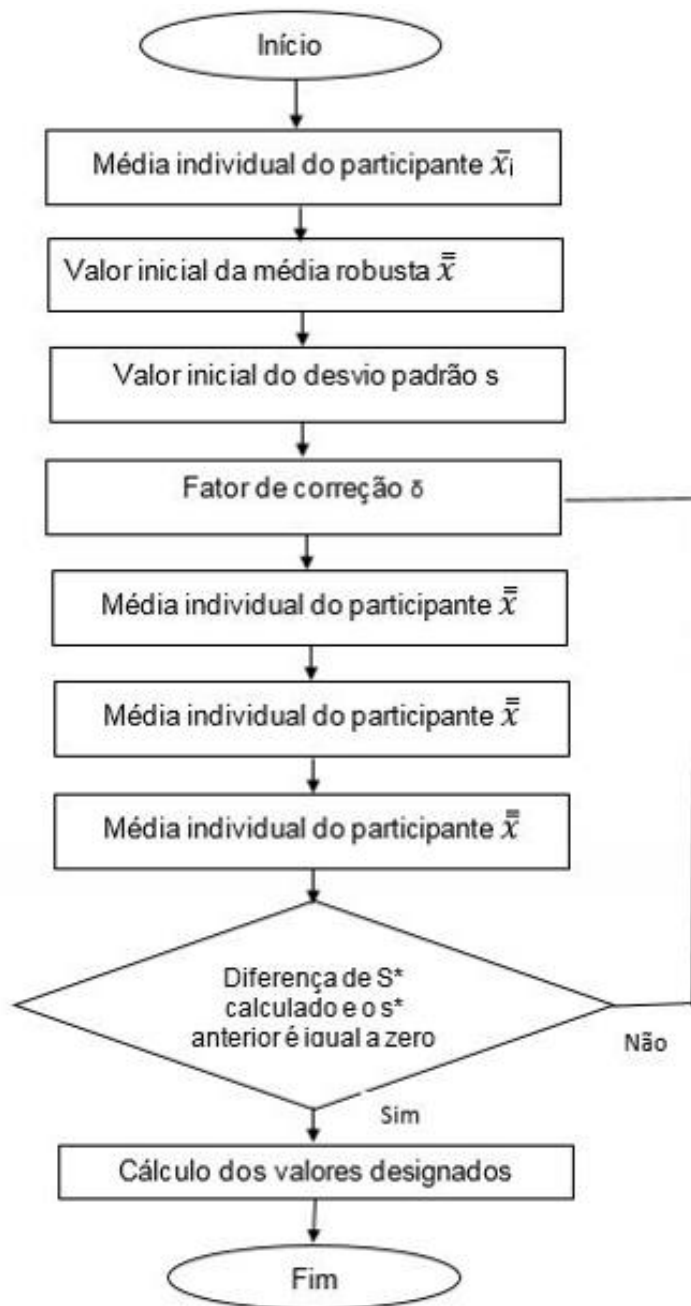


Figura 4 – Fluxograma da metodologia do cálculo da norma ISO 13528:2015

8.1 DETERMINAÇÃO DOS VALORES DESIGNADOS

O Cálculo da média robusta \bar{x} e do desvio padrão robusto s^* foi realizado conforme descrito a seguir:

- a) Calcular a média \bar{x}_i de cada participante da seguinte forma:

$$\bar{x}_i = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n} \quad (1)$$

Onde:

x_i é a i-ésima medição fornecida pelo i-ésimo participante;
 n é o número de repetições realizadas por cada participante.

- b) Determinar a mediana MD dos resultados dos laboratórios participantes:

$$\bar{x} = \text{mediana}(\bar{x}_i) \quad (2)$$

- c) Obter a estimativa inicial do desvio padrão:

$$s^* = \alpha \times [\text{MD de } |\bar{x}_i - \bar{x}|] \quad (i = 1, 2, 3, \dots, p) \quad (3)$$

Onde, para dados com distribuição normal de acordo com a norma ISO 13528 α é definido como sendo igual a 1,483;

- d) Determinar o desvio padrão robusto normalizado:

$$\delta = 1,5 s^* \quad (4)$$

- e) Atualizar as médias \bar{x}_i das medições dos participantes. As novas médias \bar{x}_i^* são obtidas da seguinte forma:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \text{se } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \text{se } x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{demais situações} \end{cases} \quad (5)$$

Deste modo, obtém-se as estimativas da média robusta e desvio padrão atualizados dos participantes:

$$X^* = \sum_{i=1}^n \frac{x_i^*}{n} \quad (6)$$

e

$$s^* = 1,134 \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i^* - X^*)^2}{n - 1}} \quad (7)$$

O processo descrito acima deve ser repetido até que a diferença do valor de s^* calculado e o s^* anterior seja igual à zero. Caso o valor de s^* seja igual à zero, deve ser considerado o desvio padrão anterior.

8.2 DETERMINAÇÃO DA INCERTEZA EXPANDIDA DOS VALORES DESIGNADOS

A incerteza expandida do valor designado (U_{des}) é obtida por meio da combinação das incertezas padrão obtidas nas calibrações dos laboratórios considerados no consenso, por meio das seguintes etapas:

a) Incerteza padrão dos laboratórios:

$$u_i = \frac{U_i}{k} \quad (8)$$

Onde:

u_i = Incerteza padrão do laboratório;

U_i = Incerteza expandida do laboratório;

k = Fator de abrangência com probabilidade de abrangência de 95,45%.

O critério para determinar se o artefato apresentou deriva significativa é:

$$ef = ei > 0,3\sigma \quad (9)$$

Onde:

ef - Erro apresentado pelo artefato na última calibração;

ei - Erro apresentado pelo artefato na primeira calibração;

σ - Desvio padrão robusto (s^*)

Quando as derivas para o cálculo de incerteza expandida do valor designado forem significativas será realizado o seguinte cálculo:

$$e = (ef - ei) / \sqrt{12} \quad (10)$$

O valor de e será considerado para compor a incerteza padrão robusta do valor designado, assim será incluso juntamente com a somatória das incertezas padrão dos laboratórios.

b) Incerteza padrão robusta do valor designado:

$$u_x = \frac{1,25}{p} \sqrt{\sum u_i^2} \quad (11)$$

Onde:

u_x - Incertezas padrão robusta;

p - Número de resultados válidos;

u_j - Incerteza padrão do laboratório.

c) Incerteza expandida do valor designado

Fator de abrangência (k) corresponde a uma probabilidade de abrangência de 95,45%.

$$U_{des} = ku_c \quad (12)$$

8.3 DETERMINAÇÃO DOS VALORES PARA O ERRO NORMALIZADO (E_n)

Para a interpretação dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes foi utilizado o critério do Erro Normalizado (E_n), que é dado pela expressão:

$$|E_n| = \frac{V_{lab} - V_{des}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{des}^2}} \quad (13)$$

Onde:

V_{lab} – Valor obtido pelo laboratório participante;

V_{des} – Valor designado;

U_{lab} – Incerteza expandida do laboratório participante;

U_{des} – Incerteza expandida do valor designado.

O laboratório é considerado como tendo desempenho satisfatório quando o erro normalizado calculado a partir dos seus valores obtidos na calibração e dos valores designados, para um determinado padrão circulante, for $|E_n| \leq 1$, isto é, o desvio do valor do laboratório, em relação ao Valor Designado é menor do que as incertezas de medição associadas.

Caso o valor for $|E_n| > 1$ laboratório é considerado como tendo desempenho insatisfatório, ou seja, as incertezas de medição não conseguem explicar o desvio do valor do laboratório em relação ao Valor Designado.

8.4 VALORES APRESENTADOS PELO LAMAR

O procedimento de calibração utilizado foi o de rotina do laboratório descrito no procedimento interno NIT-LAMAR-003 – Calibração de peso padrão e medição de peças diversas, rev.: 10, cujo método consiste na comparação direta, com três ciclos de medições utilizando padrão rastreado ao Sistema Internacional de Unidades – SI. Os resultados das medições foram apresentados em valor de Massa Convencional que, de acordo com o documento da OIML D 28:2004

- *Conventional Value of the Result of Weighing in Air*, é a massa determinada por meio da pesagem no ar de massa específica de $1,2 \text{ kg/m}^3$, à temperatura de $20 \text{ }^\circ\text{C}$, utilizando pesos de referência de massa específica de 8000 kg/m^3 . Além disso, a incerteza de medição foi calculada como a incerteza padrão multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} calculado, corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95% determinada de acordo com a norma NIT-DICLA-021 - Expressão da incerteza de medição.

Os valores das medições efetuadas pelo LAMAR estão apresentados na figura 5.

PLANILHA DE RESULTADOS DA 29ª ED. DO PEP DE CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE MASSA - PESO PADRÃO REV.00

Artefato/Amostra: Identificação:

Condições Ambientais:
 Temperatura: $^\circ\text{C}$ Pressão Atmosférica: hPa
 Umidade Relativa: % ur

Dados Adicionais:

Acreditação Não Sim Nº da Acreditação:

Método de medição:
 Conforme documento de Instruções ao Participante.

Vr: Valor de Referência
 Vc: Valor Convencional
 Tendência: $V_c - V_r$
 U: Incerteza Expandida
 k: Fator de Abrangencia para 95,45%

Identificação	Vr	Média (kg)	Tendência (kg)	U (g)	k
0421	500 kg	500,0028	0,0028	7,2	2

Figura 6 - Planilha de resultados do LAMAR.

9. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

Os resultados apresentados pelos participantes após realizarem as medições foram codificados de 1 a 9, descaracterizados quanto ao nome do laboratório participante, com exceção do LAMAR, para serem processados e estão apresentados nas Tabelas 1 e 3 deste artigo.

Para a realização dos cálculos não foi feita nenhuma alteração nos valores enviados pelos participantes. Eventuais erros cometidos pelos participantes no registro de dados, na transcrição de resultados, na unidade ou na conversão de valores, não foram objeto de correção por parte da coordenação do programa.

9.1 AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS PELO CRITÉRIO DO ERRO NORMALIZADO

Os valores designados para os pontos de calibração do artefato são apresentados na Tabela 2 a seguir:

Resultados	Artefato
V_{des} (kg)	-0,014
U_{des} (kg)	0,018

Tabela 2 – Valores designados – Artefato Peso Padrão de 500 kg – Classe M1.

A Tabela 3 apresenta a seguir os valores dos erros normalizados (E_n) calculados para cada um dos participantes e para cada ponto de calibração do artefato.

Laboratório	Artefato Valor de (E_n)
1	0,30
2	0,00
3	-0,22
4	1,66
5	-0,97
6	0,40
7	-0,23
8	-0,08
9	-0,28

Tabela 3 – Erros normalizados.

9.2 GRÁFICO DE TENDÊNCIA

O gráfico de tendência mostra o posicionamento dos resultados de todos os laboratórios participantes em relação ao valor designado, bem como suas respectivas incertezas expandidas, fornecendo apenas uma ilustração dos

dados, permitindo somente uma comparação visual de todos os resultados e suas incertezas. O gráfico 1, a seguir, não deve ser utilizado para avaliar a aceitação dos resultados. Isto é realizado pelo erro normalizado (E_n).

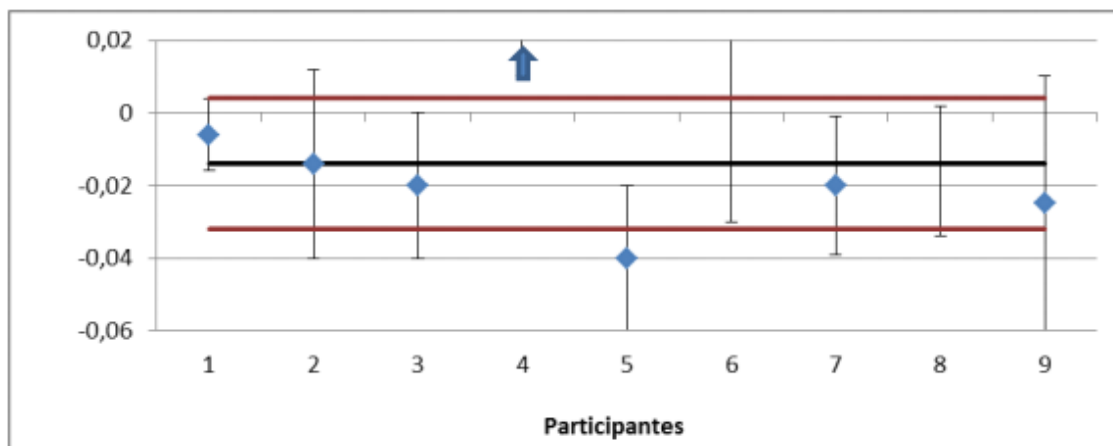


Gráfico 1 – Gráfico de tendência dos participantes (Lamar é o participante 7).

10. CONCLUSÃO

Conforme indicado na tabela 3, observou-se que o Laboratório de Maringá apresentou desempenho satisfatório quando comparado com o valor designado para todos os pontos.

A análise dos resultados obtida em programas interlaboratoriais permite monitorar a qualidade dos resultados, efetuar uma análise crítica e fornecer uma evidência objetiva para a conformidade do sistema de gestão da qualidade de acordo com a norma NBR ISO/IEC 17025:2017.

Referências

ABNT NBR ISO/IEC 17043:2017 – Avaliação de conformidade – requisitos gerais para ensaios de proficiência.

ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

Benefícios para Laboratórios que Participam dos Programas de Ensaio de Proficiência. ILAC Global Trust. 2008. Disponível em

<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/beneficios-ensaio-de-proficiencia.pdf>. Acessado em 18/04/2021.

INMETRO NIT-DICLA-021:2020, rev.10 – Expressão da incerteza de medição por laboratórios de calibração. Disponível em http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/organismos/doc_organismos.asp?tOrganismo=CalibEnsaio . Acessado em 18/04/2021.

ISO 13528:2015 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

Pacheco, Genilson de Souza. Descrição e comparação de metodologias estatísticas utilizadas em ensaios de proficiência. Porto Alegre, 2019.

Disponível em

<https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/199310/001100653.pdf?sequence=1&isAllowed=y> . Acessado em 18/04/2021