METROLOGIA-2003 – Metrologia para a Vida
Sociedade Brasileira de Metrologia (SBM)
Setembro 01 -05, 2003, Recife, Pernambuco - BRASIL

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE UM INSTRUMENTO ANALÓGICO DE PRESSÃO.

José Carlos dos Santos

SENAI Antonio de Souza Noschese - Laboratório de Calibração de Santos – PET – Santos, Brasil.

Resumo: O objetivo desse trabalho é a avaliação de valores resultantes da capacidade de medição dos laboratórios envolvidos na comparação interlaboratorial e também a experiência administrativa em termos de participação voluntária e confidencial de modo a reciclar a cultura da qualidade e a melhoria constante na prestação de serviços.

No escopo o valor de referência foi definido através das medições de um dos laboratórios participantes. O Padrão itinerante foi um manômetro analógico com escala de 0 a 7 Kgf/cm² de classe A3, onde diferentes procedimentos de calibração foram utilizados pelos laboratórios participantes , na qual os resultados das medições e a incerteza foram analisados de forma comparativa.

Participaram da comparação interlaboratorial quatorze laboratórios, na qual treze pertencentes à Rede Brasileira de Calibração – RBC , e um laboratório em fase de credenciamento junto ao INMETRO, com a coordenação da Rede Metrológica do Estado de São Paulo – REMESP.

Palavras chave: Comparação Interlaboratorial, Metrologia, Instrumento analógico de pressão.

1. INTRODUÇÃO

A realização do Programa de Comparação Interlaboratorial da área de Pressão, envolveu treze laboratórios credenciados e um laboratório em fase de credenciamento, solicitado pela Rede Metrológica do Estado de São Paulo – REMESP . A comparação Interlaboratorial é uma das principais atividades de um laboratório de calibração tendo como função dentro do sistema da qualidade comprovar a competência na prestação de serviços, através de uma analise comparativa do resultado da medição , assim avaliando a sua capacidade de medição.

A grande importância dos ensaios de proficiência é que são eficazes para a comparação da competência técnica considerando a forma mais pratica na formação dos resultados dos laboratórios envolvidos. No campo das calibrações, os ensaios de proficiências por meio de comparação interlaboratoriais são utilizados de forma corrente pelo organismo de credenciamento, com o objetivo de intercambio e troca de informações entre os laboratórios e o respeito confidencial. Este tipo de trabalho é reconhecido internacionalmente como um elemento chave nas atividades de um laboratório de calibração para estabelecimento da confiança mútua entre os laboratórios e entre organismo nacionais de credenciamento. A partir do plano da comparação pode-se avaliar uma série de detalhes referente a rastreabilidade dos padrões , habilidade técnica das pessoas envolvidas no sistema e calibrações em termos de qualificação , procedimentos, instruções de trabalho, controle ambiental e declaração da melhor capacidade de medição.

Um programa de comparação interlaboratorial envolvendo diversos laboratórios requer uma estrutura organizacional adequada e um forte comprometimento dos participantes no cumprimento das condições pré-estabelecidas.

2. OBJETIVO CARACTERÍSTICO

Toda a documentação estabeleceu as orientações básicas para organização do programa de comparação interlaboratorial. Ele foi elaborado com base no trabalho realizado pelo Grupo de Trabalho de Comparações Interlaboratoriais (GT-2), formado por membros de diversas comissões técnicas criadas pela DICLA-INMETRO, e nos documentos DOQ-CGCRE-005-Orientação para a Organização de Comparações Interlaboratoriais pelas Comissões Técnicas da DICLA, Ver. 00, Setembro 2002 e ISO / IEC 43-1 e 43-2.

2.1. Comissão técnica e Laboratórios participantes

Coordenador : José Carlos dos Santos (Laboratório de Calibração de Santos – SENAI)
Coordenador estatístico : Dorival Leão (Estatcamp Consultoria em Estatística e Qualidade)

2.2. Comissão Técnica

A comissão Técnica tomou as decisões pertinentes aos programas propostos, e competiu a seguintes ações:

a) definiu o padrão, o itinerante a ser utilizado no programa;

b) definiu quais laboratórios deveriam participar;

c) definiu as condições para a participação;

d) definiu o tipo de circulação mais adequada a ser utilizada;

e) definiu parâmetros mínimos que foram calibrados pelos laboratórios participantes;

f) padronizou o formulário para registro das medições;

g) definiu o tipo de transporte mais apropriado para o padrão itinerante e para a documentação.

2.3. Laboratórios participantes

O programa de comparação interlaboratorial é uma das principais ferramentas de supervisão e avaliação, para os laboratórios interessados que realizam atividades de calibração abrangidas pela comparação, participaram os seguintes laboratórios :

PET – Laboratório de Calibração de Santos (SENAI), ABSI ,CPDIA,TORK, DRESSER, ESFERA,GERO, RECORD, SETTING, MEC-Q, TECMETRO, IPT .

2.4. Laboratório Coordenador

Ao laboratório ou entidade coordenadora compete acompanhar a realização da comparação interlaboratorial ,orientado pelas decisões tomadas pelo grupo de trabalho. A indicação da Coordenação é de responsabilidade da Comissão Técnica com base na sua experiência e na sua disponibilidade. Neste caso a responsabilidade ficou a cargo do Laboratório de Calibração de Santos.

2.5. Laboratório Referência

O valor de referência foi definido através das medições do laboratório ABSI Industria Comércio Ltda. Credenciamento Nº 56 .

2.6. Padrão Itinerante

O padrão itinerante escolhido deve manter-se estável durante todo o período de medição com as seguintes características técnicas do Padrão (Fig. 1) : Manômetro Analógico; Faixa de Medição: 0 a 7,0 Kgf/cm²; Classe de Exatidão: A3; Valor de uma divisão: 0,02 Kgf/cm².

Fig.1 . Padrão itinerante

3. PROGRAMAÇÃO

O número de laboratório participantes do programa de comparação interlaboratorial tende a aumentar . Esta tendência trazem problemas relacionados : tempo de circulação, controle da estabilidade do padrão, transporte e aos aspectos financeiros. O cronograma foi o mais compacto e realista possível . Foram propostas datas para inicio e término da comparação e esboçado um cronograma preliminar, com indicação das datas prováveis para cada laboratório. Este cronograma preliminar foi proposto formalmente a cada participante para aprovação. O prazo para realização das medições foi de 5 dias úteis , contudo o bom senso foi fundamental nesta fase. Foi utilizado o tipo de circulação “roda “ iniciando e terminando no laboratório de referência. O laboratório de referência realizou duas calibrações, onde pode - se verificar possíveis variações devido estabilidade durante o período da comparação.

4. MÉTODO DE CALIBRAÇÃO

Pontos de calibração : 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7 Kgf/cm²

(O que podemos observar que para classe A3 de acordo norma NBR 14105 recomenda-se 10 pontos) , portanto a decisão dos laboratórios participantes foi de 7 pontos.

Número de ciclos : 2

Condições de calibração : 20 ª C ± 2ª C

5. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Foi estabelecido uma forma de apresentação dos resultados que assegure a manutenção da confidencialidade, por exemplo pelo uso de códigos aos laboratórios participantes ou pelas assinatura de termos de confidencialidade pelos responsáveis pela análise.

6. TRANSPORTE DO PADRÃO ITINERANTE

Caixa de madeira com parte interna almofadada, sendo o mecanismo do manômetro protegido por parafuso trava localizado na sua parte traseira.

7. MÉTODO DE TRANSPORTE

Em mãos preferencialmente, sendo via Sedex quando o laboratório não estiver localizado na região da Grande São Paulo.

8. EXECUÇÃO

8.1.Atividades do Laboratório :

a) Inspecionar e preencher o formulário de “chegada do artefato “

b) Enviar o formulário para o laboratório coordenador

c) Executar as medições num prazo de 5 dias

d) Emitir certificado de calibração contendo :

Descrição do método utilizado, Temperatura de calibração, Padrões utilizados e número do

certificado, responsável e executante, tabela completa com os resultados, Incerteza expandida com duas casas em porcentagem do fundo de escala e seu respectivo fator de abrangência.

e) Enviar os dados para o Coordenador estatístico para análise via (e mail)

f) Preencher o formulário de expedição do artefato

g) Enviar o artefato para o próximo laboratório

9. ATIVIDADES DOS COORDENADORES

a) Controlar os registros de chegada do artefato, Certificados e expedição do artefato.

b) Informar sobre qualquer não conformidade relatada relatada nos registros.

c) Elaborar análise de dados e montar relatório da Comparação interlaboratorial.

d) Apresentar o relatório estatístico

Atividade do coordenador foi monitorar a execução da intercomparação quanto ao cronograma acertado, além de manter informados todos os laboratórios participantes do andamento dos trabalhos. O acompanhamento do cronograma de circulação se deu através do recebimento do formulário, confirmado a chegada do padrão itinerante em um laboratório e o seu envio ao laboratório seguinte, esse acompanhamento foi via e-mail. O laboratório participante, ao recebeu o padrão itinerante, na qual fez cuidadosa a inspeção e verificou a existência de algum dano fisíco que podia invalidar os resultados das medições. Caso havesse anomalia estas deviam ser registradas no formulário chegada do artefato e informando ao coordenador do comitê e o coordenador estatístico. Após a conclusão das medições, o responsável técnico do laboratório cuidou para que o padrão fosse embalado e enviado na data estabelecida, ao laboratório seguinte preenchendo o formulário Controle de expedição do padrão que acompanhou o padrão.Os participantes enviaram os dados das medições ao coordenador estatístico via e-mail , no máximo dentro de dez dias úteis após a realização das medições. Quaisquer problema ou atrasos no andamento das medições ou do envio do padrão foram relatados aos coordenadores.

10. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os resultados recebidos foram comparados com os valores de referência. Se algum resultado se mostrou inaceitável ou obviamente errado, o laboratório foi notificado e a causa foi objeto de análise imediata, detectando –se o problema, tendo uma segunda chance para o laboratório. A análise dos resultados foi realizada pelo laboratório coordenador estatístico com base no cálculo do erro normalizado (E_n) equação 1 , considerado um método ideal para avaliação dos resultados.

$$E_n = \frac{\text{Resultado do laboratório} - \text{Valor de referência}}{[(U_{lab})^2 + (U_{ref})]^{1/2}} \quad (1)$$

onde : U_{lab} incerteza do laboratório participante

U_{ref} *inceteza do laboratório de referência*

Valores de E_n menores ou iguais a unidade *(E_n < 1)* indicaram valores aceitáveis , isto é, o erro está dentro da incerteza de medição do laboratório. Os laboratório que apresentaram incertezas similares, o método de análise foi aprimorado com a utilização de técnicas do teste estatístico de Grubbs com a eliminação de valores extremos entre os resultados apresentados detectando outliers . Os resultados dos laboratórios foram apresentados através de gráficos de barras , indicando a incerteza total da medição, contendo o valor médio. A partir da média dos laboratórios foi obtido a média geral , o nível de significância adotado para todos os pontos 0,05 considerado a forma de observação normal. Recomenda-se para identificação outlier a seguinte equação (2)como exemplo :

$$T_n = (Xn - \grave{X})/s \quad (2)$$

onde T_n teste crtério

$\grave{X}$ média

Xn obsevações

s desvio padrão

O valor Z valor crítico é igual para todos os pontos (Z=2,41)

A "tabela 1" apresenta os resultados E_n , a partir do teste de Grubbs, na qual análisa os valores aberrantes envolvendo a média dos laboratórios e do laboratório de referência , as Incertezas dos laboratórios , Incerteza do laboratório de referência e Tendência equação (3).

Tendência = | Média – Valor de referência | (3)

Considerando que os resultados obtidos pelo processo de comparação com o laboratório de referência, grande parte dos laboratórios os valores de E_n foram acima da unidade assim foi decido por consenso que após aplicação do teste estatístico de Grubbs, para a eliminação dos valores extremos dentre os resultados, o valor de referência e a incerteza padronizada expandida do valor de referência foram estimados, conforme solicitação dos participantes.

Consenso dos resultados enfocado pelas equações (4), (5), (6) e (7) .

Equação (4) média aritmética dos resultados apresentados pelos laboratórios que não foram considerados valores extremos .

$$VR = \overline{X} \frac{1}{k} \sum_{i=1}^{k} \sum_{j=1}^{n_i} \frac{X_{ij}}{n_i} \quad (4)$$

X é o-ésimo resultado do i-ésimo laboratório

K é o número de laboratório participantes

n_i é o número de resultados apresentados pelo i-ésimo laboratório

$U_{ref} = 2 * U_c(X)$ (5)

onde : 2 é o fator de abrangência que corresponde a 95,45 % de confiança.

$$U_c(\overline{X}) = \sqrt{U_c^2\left[\sum_{i=1}^{k}\frac{\overline{X_i}}{k}\right]} = \sqrt{\sum_{i=1}^{k}\frac{U_c^2\,\overline{X_i}}{k}} \qquad (6)$$

onde : média aritmética das incertezas combinadas dos laboratórios participantes que não foram considerados valoreores extremos.

$$U_c(\overline{X_i}) = \frac{U_{lab}(\overline{X_i})}{k_{i.p}} \qquad (7)$$

$U_{lab}(X_i)$ representa a incerteza expandida para medição média feita pelo i-ésimo laboratório;

$K_{i,p}$ representa o fator de abrangência com nível de confiança de p% para o i-ésimo laboratório a média dos resultados representada pelo i-ésimo laboratório

Nota : Os valor do nível de significância permaneceu : 0,05 ;

Os valor critico para todos os pontos (Z : 2,51) , o teste considerou valores extremos os resultados estatísticos, onde Z é maior que o valor crítico.

Exemplo para indice Z :

$|Z| \leq 2$ = satisfatório

$2 < |Z| < 3$ = questionável

$|Z| \geq 3$ = insatisfatório

De acordo com os valores do exemplo para indice de Z se tornaram questionáveis para as duas metodologias aplicadas.

10.1 Tabela dos resultados

Os resultados E_n obtidos são apresentados na tabela 1, na qual podem ser comparados .

Pontos Kgf/cm²	Laboratórios Código	E_n Laboratório Referência	E_n Lab. não considerados valores extremos	Resultados
1	4	2,48935	2,48935	Não compatíveis
	8	1,89001	1,89001	
	9	2,44903	2,44903	
	10	2,54528	2,54528	
2	5	0,75162	0,75162	compatíveis
	6	0,34982	0,34982	
	7	0,17275	0,54854	
	12	---------	0,46150	
3	2	0,64539	0,64539	compatíveis
	5	0,35371	0,35371	
	6	0,20578	0,20578	
	7	0,20502	0,43992	
	12	----------	0,79480	
4	2	0,27659	0,27659	compatíveis
	5	0,92848	0,92848	
	6	0,65849	0,65849	
	7	0,42287	0,69224	
	12	---------	0,74352	
5	2	0,92198	0,92198	compatíveis
	6	0,45271	0,45271	
	7	0,37640	0,50100	
6	2	0,82978	0,82978	compatíveis
	6	0,32924	0,32924	
	7	0,86216	0,98170	
7	2	0,5532	0,5532	compatíveis
	3	0,1225	0,1225	
	7	0,6389	0,6389	
	12	---------	0,2051	

10.2 Tendência dos resultados

A Fig. 2 apresenta as tendências dos resultados dos laboratórios a partir da média menos o valor de referência. A apresentação a partir do valor central podemos analisar as posições das barras e também em relação a E_n tabela 1.

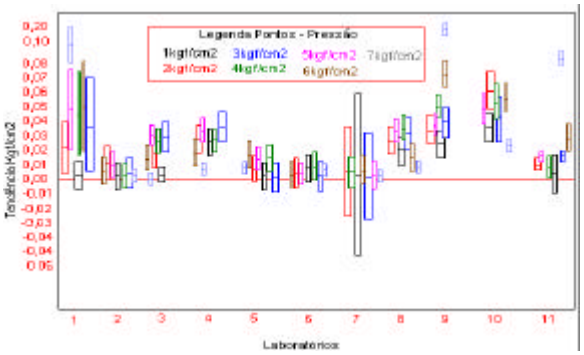

Figura 2 Tendência dos resultados (Kgf/cm²) dos laboratórios codificado

A Figura 3 apresenta as tendências dos resultados dos laboratórios a partir do consenso dos laboratórios que não foram considerados valores extremos. A apresentação a partir do valor central podemos analisar as posições das barras e também em relação a E_n tabela 1.

Figura 3 Tendência dos resultados (Kgf/cm²) dos laboratórios codificados.

11 . CONCLUSÃO

Este trabalho teve como objetivo de primeiro momento ressaltar a primeira comparação interlaboratorial do Estado de São Paulo realizada pela (REMESP), foi de grande importância que os resultados apresentados foi atribuído um código de identificação mantendo o sigilo das informações. Quanto aos resultados obtidos nortearam duas formas de analise mostrados na “tabela 1”, a primeira com laboratório de referência a segunda valores não considerados extremos dos laboratórios. O fator importante para ter realizado o segundo método, foi a não compatibilidade dos resultados obtidos na comparação. As “figura 2” , “figura 3” e “tabela 1”faz uma breve comparação entre os dois métodos, visto que de forma geral não houve grandes alterações segundo critério do erro normalizado.

Entretanto no fechamento dos resultados concluimos que as algumas causas poderiam ter talvez influênciado no resultado da incerteza : instabilidade do manômetro em alguns métodos de calibração, procedimentos utilizados, condições dos padrões utilizados, operadores ,ajuste de zero e o grande número de laboratórios participantes. Outro ponto fundamental são os resultados obtidos para o indice de Z, lógicamente foram baseados em observações suficientes para reduzir a influência de resultados extremos e atingir a baixa incerteza.

Entretanto há necessidade de estudar todas essas causas, e quanto ao grande número de laboratório pode-se utilizar a estratégia de dividir em grupos de cinco laboratórios a partir do laboratório de referência retornando ao mesmo, assim passando ao grupo seguinte, com isso garante que o padrão intinerante mantenha a veracidade durante o processo. Portanto todos os fatores encontrados na comparação nos proporcionou uma ação e retroalimentação na qualidade de nossos serviços.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a todos laboratórios que participaram da comparação interlaboratorial , REMESP e ao Dorival Leão da empresa Estatcamp. .

REFERÊNCIAS

[1] Grubbs E. Frank , Procedures for Detecting Outling Observations in Samples, Technometrics , Vol.11, No. 1 , February 1969.

[2] DOQ-CGCRE-005 (Revisão 00 – Setembro 2002 , Orientações para a Organização de Comparações Interlaboratoriais pelas Comissões Técnicas da DICLA, INMETRO, Rio de Janeiro.

[3] GUIA 43-1: 1999 Ensaios de proficiência por comparações interlaboratoriais, Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaio de proficiência, ABNT

[4] GUIA 43-2: 1999 Ensaios de proficiência por comparações interlaboratoriais, Parte 2 : Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismo de credenciamento de laboratórios, ABNT.

Autor: Comparação Interlaboratorial de um Instrumento Analógico de Pressão, José Carlos dos Santos, SENAI (Laboratório de Calibração de Santos - PET), Av. Almirante Saldanha da Gama, 145, CEP 11030 - 401, Santos, Brasil), 13- 32616000 ramal 236 e fax 13-32612394,e-mail : labsantos@sp.senai.br.