

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Alberto José de Azevedo Siqueira

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS
LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO DE MASSA DA
FORÇA AÉREA BRASILEIRA (FAB)**

Taubaté - SP
2009

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Alberto José de Azevedo Siqueira

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS
LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO DE MASSA DA
FORÇA AÉREA BRASILEIRA (FAB)**

Dissertação apresentada para obtenção do Título de Mestre pelo curso de Mestrado Profissional em Engenharia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Taubaté.

Área de Concentração: Produção Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Gilberto Walter Arenas Miranda.

Taubaté - SP
2009

Ficha catalográfica elaborada pelo
SIBi – Sistema Integrado de Bibliotecas / UNITAU

S618a

Siqueira, Alberto José de Azevedo.

Avaliação do desempenho dos laboratórios de calibração de massa da força aérea brasileira (FAB)/ Alberto José de Azevedo Siqueira. – Taubaté: Unitau, 2009.

105 f. :il;30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de Taubaté. Faculdade de Engenharia Mecânica. Curso de Engenharia Mecânica.

Orientador: Gilberto Walter Arenas Miranda.

1. Calibração. 2. Normalização: NBR 17025:2005. 3. Metrologia. I. Universidade de Taubaté. Departamento de Engenharia Mecânica. II. Título.

CDD(21) 621.372

ALBERTO JOSÉ DE AZEVEDO SIQUEIRA
AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO DE
MASSA DA FORÇA AÉREA BRASILEIRA

Dissertação apresentada para obtenção do Título de Mestre pelo curso de Mestrado Profissional em Engenharia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Taubaté.

Área de Concentração: Produção Mecânica.

Data: 11 /12 /2009

Resultado: APROVADO

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Gilberto Walter Arenas Miranda - Universidade de Taubaté

Assinatura _____

Prof. Dr. Carlos Alberto Chaves – Universidade de Taubaté

Assinatura: _____

Prof. Dr. Cesar Augusto Botura – Departamento de Ciência e Tecnologia

Aeroespacial - DCTA

Assinatura: _____

Aos meus pais, Vicente e Vitalina que, com humildade e perseverança, lutaram para dar a mim e aos meus irmãos a base necessária para que nos tornássemos pessoas dignas e honestas. A minha esposa Marina pelo carinho, motivação, pela compreensão e paciência. As minhas filhas Laís e Luísa que ainda sonham com um país cada vez melhor. Juntos me deram o suporte familiar necessário para levar a cabo esta etapa de meu desenvolvimento profissional e intelectual. Aos meus irmãos Vicente e Virginia, com carinho e amor, oriundos de tradição familiar de união, transmitidos por avós, pais e primos ao longo dos anos. Finalmente, aos amigos do DCTA, do IFI e, principalmente, da CMA pela amizade e pelo respeito no convívio diário.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por me dar força e coragem para começar e terminar este estudo.

À Agência Espacial Brasileira – AEB, pelo apoio e por ter viabilizado a realização do Curso de Mestrado Profissional, por meio do contrato IFI - UNITAU.

Ao Instituto de Fomento e Coordenação Industrial – IFI, e à Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial – CMA, por me permitirem iniciar e concluir o Curso de Mestrado Profissional, disponibilizando tempo e manifestando apoio irrestrito durante a realização deste trabalho acadêmico.

Ao professor Gilberto Walter Arena Miranda, meu orientador, pela paciência, pela disponibilidade demonstrada desde o início, pela competência e objetividade na orientação.

Ao Prof. Dr. Giorgio Eugenio Oscare Giacaglia, por tornar possível esta empreitada conjunta do Instituto de Fomento e Coordenação Industrial (IFI) e da Universidade de Taubaté (UNITAU), bem como pela sua atenção e valorização ao estudante e à pesquisa, expressos ao longo de sua coordenação.

Ao Tecnologista Sênior Nelson Siqueira Salgado Filho, atual chefe da Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial (CMA), um dos mentores e articulador da cooperação IFI - UNITAU, pela amizade e pelo apoio incondicionais, provados em mais de duas décadas de convívio e colaboração profissionais.

À Universidade de Taubaté, que disponibilizou seu corpo docente e sua estrutura em prol do sucesso desta iniciativa.

E, por fim, aos colegas, pela companhia, pelo apoio e pela amizade nas horas mais difíceis.

"É o peso, não a quantidade de experiências, que tem de ser observado."

Isaac Newton

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo fazer uma análise do desempenho dos Laboratórios de Massa da Força Aérea Brasileira (FAB), no processo de calibração de massa absoluta, para atender aos princípios da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 – “Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração”, documento elaborado especificamente para laboratórios de ensaio e de calibração que necessitem comprovar sua competência a organismos acreditadores.. Laboratórios pertencentes à FAB, ao INMETRO e a empresas prestadoras de serviços de calibração, foram responsáveis pelo fornecimento de informações a respeito das calibrações, nas quais foram utilizadas massas de 500 mg, 100 g e 1 kg. Para avaliar os desempenhos dos laboratórios foi utilizado o critério de Erro Normalizado. Nos laboratórios da FAB foram utilizados ainda os testes de Cochran e Grubbs, os quais são utilizados tradicionalmente em ensaios químicos. Sua utilização para avaliação de laboratórios de calibração, como verificado neste trabalho, mostra que informações relevantes são obtidas neste caso em que os laboratórios possuem o mesmo nível hierárquico metrológico. Mediante a análise dos dados obtidos, foi possível identificar os laboratórios de calibração que, devido a algumas não-conformidades no processo metrológico, apresentaram desempenho considerado insatisfatório sob uma análise conjunta das ferramentas supracitadas. A esses participantes foram propostas algumas ações de melhoria, a qual, espera-se, que contribuam para o aprimoramento de suas competências metrológicas.

Palavras chave: Calibração, Comparação interlaboratorial e Competência metrológica.

ABSTRACT

EVALUATION OF THE PERFORMANCE OF THE LABORATORIES OF CALIBRATION OF MASS OF THE BRAZILIAN AIR FORCE (FAB)

This study aims to analyze the performance of Brazilian Air Force (FAB) mass laboratories, in the process of calibration of absolute mass, according to the principles of NBR ISO / IEC 17025:2005 – “General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories”, a document prepared specifically for testing and calibration laboratories, who need to prove their competence to accredited bodies. Laboratories belonging to the FAB, INMETRO and companies that provide calibration services were responsible for providing information about the calibration of masses of 500 mg, 100 g and 1 kg. To evaluate the performance of the laboratories the criterion of Normalized Error was used. In the laboratories of FAB, were still used Cochran's tests and Grubbs, which are used traditionally in chemical tests. Their use for evaluation of calibration laboratories, as verified in this study, shows that relevant information are obtained in this case where laboratories possess the same metrological hierarchical level. By the analysis of the obtained data, it was possible to identify the calibration laboratories that, due to some no-conformities in the metrological process, presented unsatisfactory performance under a joint analysis of the mentioned tools. Some improvement actions were proposed to these participants. It is expected that these actions contribute for the improvement of their metrological competences.

Keywords: Calibration, Interlaboratorial comparisons and Metrological competence.

SUMÁRIO

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO..... | 19 |
| 1.1 | Justificativa..... | 19 |
| 1.2 | Objetivos..... | 21 |
| 1.2.1 | Objetivos Específicos..... | 21 |
| 1.3 | Estrutura do trabalho..... | 22 |
| 2. | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... | 23 |
| 2.1 | Metrologia..... | 23 |
| 2.2 | História da Metrologia..... | 25 |
| 2.3 | Sistema Internacional de Unidades (SI)..... | 27 |
| 2.4 | Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM)..... | 31 |
| 2.4.1 | Grandeza..... | 31 |
| 2.4.2 | Mensurando..... | 31 |
| 2.4.3 | Resultado de uma medição..... | 31 |
| 2.4.4 | Erro (de medição)..... | 32 |
| 2.4.5 | Desvio..... | 32 |
| 2.4.6 | Repetitividade..... | 32 |
| 2.4.7 | Reprodutibilidade..... | 32 |
| 2.4.8 | Rastreabilidade..... | 33 |
| 2.4.9 | Incerteza de medição..... | 33 |
| 2.4.10 | Deriva..... | 34 |
| 2.5 | Programa de Comparação Interlaboratorial..... | 34 |
| 2.6 | Fundamentos da Metrologia..... | 35 |
| 2.7 | História da Massa..... | 35 |
| 2.8 | Massa Convencional..... | 36 |
| 2.9 | Massa Absoluta..... | 36 |
| 2.10 | Teoria da Pesagem..... | 36 |
| 2.11 | Confiabilidade Metrológica nos Laboratórios..... | 37 |
| 2.12 | Laboratório de Calibração de Massa..... | 39 |

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 2.13 | O Laboratório de Calibração Segundo os Princípios da Qualidade..... | 39 |
| 2.14 | Evolução do Conceito da Qualidade..... | 40 |
| 2.14.1 | Era da Inspeção..... | 43 |
| 2.14.2 | Era do Controle Estatístico da Qualidade..... | 43 |
| 2.14.3 | Era da Garantia da Qualidade..... | 43 |
| 2.14.4 | Era da Gestão Estratégica da Qualidade..... | 44 |
| 2.15 | Erro Normalizado..... | 45 |
| 2.16 | Teste de Cochran..... | 45 |
| 2.17 | Teste de Grubbs..... | 45 |
| 3. | SISTEMA DE METROLOGIA DO SISMETRA..... | 46 |
| 3.1 | Breve Histórico do SISMETRA..... | 46 |
| 3.2 | Sistema da Qualidade do SISMETRA..... | 52 |
| 4. | PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL..... | 54 |
| 4.1 | Gerenciamento do Processo de um PCI..... | 57 |
| 5. | DESCRIÇÃO DOS INSTRUMENTOS DE COLETA DE INFORMAÇÕES. | 60 |
| 5.1 | Procedimento Adotado na Avaliação dos Laboratórios de Calibração de Massa. | 60 |
| 5.2 | Questionário..... | 60 |
| 5.3 | Programa de Comparação Interlaboratorial..... | 61 |
| 5.4 | Desenvolvimento e Características do Programa de Comparação Interlaboratorial... | 61 |
| 5.5 | Características do PCI..... | 61 |
| 5.6 | Desenvolvimento do PCI..... | 63 |
| 5.7 | Escolha dos Participantes do Programa de Comparação Interlaboratorial..... | 64 |
| 5.8 | Escolha das Massas Padrão..... | 65 |
| 5.9 | Procedimento adotado para PCI..... | 65 |
| 5.10 | Tratamento dos dados..... | 66 |
| 6 | RESULTADOS E DISCUSSÕES..... | 67 |
| 6.1 | Resultado das Calibrações enviadas pelos LCM..... | 67 |
| 6.2 | Discussão dos Resultados dos LCM..... | 75 |
| 6.2.1 | Análise da calibração da massa de 500 mg..... | 76 |
| 6.2.2 | Análise da calibração da massa de 100 g..... | 77 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 6.2.3 | Análise da calibração da massa de 1 kg..... | 78 |
| 6.3 | Avaliação dos Resultados das Calibrações Enviadas pela FAB..... | 79 |
| 6.3.1 | Análise de Dispersão dos Laboratórios da FAB..... | 79 |
| 6.3.1.1 | Teste de Cochran..... | 80 |
| 6.3.1.1.1 | Para massa de 500 mg..... | 81 |
| 6.3.1.1.2 | Para massa de 100 g..... | 83 |
| 6.3.1.1.3 | Para massa de 1 kg..... | 84 |
| 6.3.1.2 | Teste de Grubbs..... | 85 |
| 6.3.1.2.1 | Para massa de 500 mg..... | 88 |
| 6.3.1.2.2 | Para massa de 100 g..... | 91 |
| 6.3.1.2.3 | Para massa de 1 kg..... | 92 |
| 6.3.2 | Discussão dos Resultados dos Laboratórios da FAB..... | 95 |
| 6.3.2.1 | Análise da calibração da massa de 500 mg..... | 95 |
| 6.3.2.2 | Análise da calibração da massa de 100 g..... | 96 |
| 6.3.2.3 | Análise da calibração da massa de 1 kg..... | 96 |
| 7. | CONSIDERAÇÕES FINAIS..... | 98 |
| 7.1 | Conclusão das análises dos resultados dos LCM..... | 98 |
| 7.2 | Conclusão das Análises dos Resultados da FAB..... | 99 |
| 7.3 | Proposição para os LCM..... | 99 |
| | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 101 |
| | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS ADICIONAIS..... | 105 |
| | ANEXOS..... | 106 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 01 - Unidades de base e unidades derivadas do SI..... | 28 |
| Figura 02- Definição do Metro..... | 30 |
| Figura 03 - Definição da grandeza massa (quilograma)..... | 30 |
| Figura 04 - Sistema Metrológico como elemento fundamental no aprimoramento da qualidade..... | 38 |
| Figura 05 - Estrutura Básica do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SMA)..... | 49 |
| Figura 06 - A concepção matricial do SISMETRA..... | 53 |
| Figura 07 - Aspectos relacionados com o desempenho dos laboratórios de calibração de massa..... | 57 |
| Figura 08 - Processo de reconhecimento de laboratórios..... | 58 |
| Figura 09 - Desenvolvimento do PCI..... | 63 |
| Figura 10 - Percentual dos LCM distribuídos segundo os estados..... | 65 |
| Figura 11 - Gráficos dos resultados das calibrações realizadas pelo laboratório de referência, para verificar a estabilidade dos padrões circulantes de 500 mg, 100 g e 1 kg, respectivamente..... | 69 |
| Figura 12 - Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 500 mg..... | 71 |
| Figura 13 - Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 100 g..... | 72 |
| Figura 14 - Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 1 kg..... | 73 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 01 - Médias, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência (k) das medições efetuadas pelo laboratório de referência para verificação da estabilidade do padrão circulante. Os resultados abaixo referem-se aos valores de massa convencional | 68 |
| Tabela 02 - Erros normalizados entre as medições para verificação da estabilidade do padrão circulante..... | 70 |
| Tabela 03 - Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 500 mg..... | 70 |
| Tabela 04 - Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 100 g..... | 71 |
| Tabela 05 - Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 1 kg..... | 72 |
| Tabela 06 - Erros normalizados dos laboratórios participantes com o Laboratório de Referência para massas de 500 mg, 100 g e 1 kg..... | 73 |
| Tabela 07 - Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 500 mg..... | 74 |
| Tabela 08 - Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 100 g..... | 74 |
| Tabela 09 - Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 1 kg..... | 75 |
| Tabela 10 Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 500 mg..... | 76 |
| Tabela 11 - Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 100 g..... | 77 |
| Tabela 12 - Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 1 kg..... | 78 |
| Tabela 13 - Valores críticos do teste de Cochran para níveis de significância de 1% e 5%, para p laboratórios e um número n de medições..... | 80 |
| Tabela 14 - Valores do desvio padrão e do desvio padrão quadrático das massas de 50 mg, 100 g e 1 kg..... | 81 |
| Tabela 15 - Valores críticos do teste de Grubbs para níveis de significância de 1% e 5%, para p laboratórios e para análise de um valor e análise conjunta de dois valores..... | 87 |
| Tabela 16- Valores da diferença quadráticos..... | 90 |
| Tabela 17 - Diferença quadrática dos valores..... | 93 |
| Tabela 18 - Incerteza calculada para o teste de Cochran..... | 95 |
| Tabela 19 - Valores calculados para teste de Grubbs..... | 95 |
| Tabela 20 - Incerteza calculada para o teste de Cochran | 96 |

| | |
|--|----|
| Tabela 21 - Valores calculados para teste de Grubbs..... | 96 |
| Tabela 22 - Incerteza calculada para o teste de Cochran | 96 |
| Tabela 23 - Valores calculados para teste de Grubbs..... | 96 |

LISTA DE QUADROS

| | |
|---|----|
| Quadro 01 - Unidades de base do SI..... | 27 |
| Quadro 02 - Unidades derivadas do SI..... | 29 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

| | |
|-----------|---|
| A | Padrão de referência do laboratório |
| B | Padrão circulante |
| ABBA, ABA | Ciclos de medições |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| BIPM | Bureau Internacional de Pesos e Medidas |
| c_{dh} | Coefficiente de sensibilidade de umidade |
| c_{dP} | Coefficiente de sensibilidade da pressão |
| c_{dt} | Coefficiente de sensibilidade de temperatura |
| C_E | Correção do empuxo do ar |
| c_{Ed} | Coefficiente de sensibilidade do empuxo devido à massa específica do ar |
| c_{EdA} | Coefficiente de sensibilidade devido à massa específica do padrão |
| c_{EdB} | Coefficiente de sensibilidade devido à massa específica do objeto |
| c_{EmA} | Coefficiente de sensibilidade do empuxo do ar devido à massa do padrão |
| CMA-CL | Subdivisão de Capacitação Laboratorial |
| CMA | Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial |
| CM | Confiabilidade Metrológica |
| COMAER | Comando da Aeronáutica |
| CONMETRO | Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial |
| D | Diferença da leitura |
| DCTA | Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial |
| E_n | Erro normalizado |
| E_P | Erro do padrão em massa absoluta |
| FAB | Força Aérea Brasileira |
| h | Umidade do laboratório |
| IFI | Instituto de Fomento e Coordenação Industrial |
| INMETRO | Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial |
| k | Fator de abrangência |
| k_b | Fator de abrangência declarado no certificado da balança |

| | |
|--------------|---|
| k_{cc} | Fator de abrangência do certificado de calibração |
| LC | Laboratórios de Calibração |
| LCM | Laboratório de Calibração de Massa |
| LNM | Laboratório Nacional de Metrologia |
| m_A | Massa absoluta do padrão |
| MAS-Q | Metrology, Accreditation, Standardization and Quality |
| MAER | Ministério da Aeronáutica |
| m_B | Massa nominal do objeto |
| MNPQ | Messen, Normen, Prüfen, Qualität |
| MQ | Manual da Qualidade |
| MSTQ | Metrology, Standartization, Testing and Quality |
| NBR | Norma Brasileira Registrada |
| NTS | Norma Técnica do SISMETRA |
| OMC | Organização Mundial do Comércio |
| PAMA | Parque de Material Aeronúico |
| P_{atm} | Pressão barométrica do laboratório |
| <i>PBDCT</i> | Plano Básico de Desenvolvimento Científico e Tecnológico |
| PCI | Programa de Comparação Interlaboratorial |
| PPCI | Procedimento do Programa de Comparação Interlaboratorial |
| P&D | Pesquisa e Desenvolvimento |
| RBC | Rede Brasileira de Calibração |
| SG | Sistema de Gestão |
| SI | Sistema Internacional de Unidades |
| SINMETRO | Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial |
| SISMETRA | Sistema de Metrologia Aeroespacial |
| SMA | Sistema de Metrologia Aeroespacial |
| SQ | Sistema da Qualidade |
| $s(X)$ | Desvio Padrão Experimental |
| $s(\bar{X})$ | Desvio Padrão da Média |
| t | Temperatura do laboratório |

| | |
|-----------|---|
| TIB | Tecnologia Industrial Básica |
| TQC | Total Quality Control |
| TQM | Total Quality Management |
| U | Incerteza Expandida de Medição |
| U_b | Incerteza declarada no certificado da balança |
| u_b | Incerteza da balança |
| u_c | Incerteza Padrão Combinada |
| U_{cc} | Incerteza expandida do certificado de calibração |
| u_{cc} | Incerteza do certificado de calibração do padrão de massa |
| u_d | Incerteza da massa específica do ar |
| u_{dA} | Incerteza da massa específica do padrão de massa |
| u_{dB} | Incerteza da massa específica do objeto |
| u_{dh} | Contribuição de umidade |
| u_{dm} | Incerteza da deriva |
| u_{dP} | Contribuição de sensibilidade da pressão |
| u_{dt} | Contribuição de temperatura |
| u_E | Incerteza da correção devida ao empuxo do ar |
| u_{Ed} | Contribuição da sensibilidade do empuxo do ar |
| u_{EdA} | Contribuição da massa específica do padrão |
| u_{EdB} | Contribuição da massa específica do objeto |
| u_{EmA} | Contribuição do empuxo da massa do padrão |
| u_{est} | Incerteza estatística |
| u_h | Incerteza da umidade |
| u_{mA} | Incerteza do padrão de massa |
| u_P | Incerteza da pressão |
| u_t | Incerteza da temperatura |
| VIM | Vocabulário Internacional de Termos Gerais e Fundamentais de Metrologia |
| V_{lab} | Valor médio do laboratório |
| VN | Valor nominal |
| V_{ref} | Valor do médio do laboratório de referência |

| | |
|-------------|---|
| V_{vc} | Valor verdadeiro convencional |
| X | Valor da Observação do Erro da Massa Objeto |
| \bar{X} | Média das Observações dos Erros da Massa Objeto |
| ρ_{ar} | Massa específica do ar |
| ρ_A | Massa específica do padrão |
| ρ_B | Massa específica do objeto |
| v_{eff} | Graus de liberdade efetivos |
| ΔV | Diferença do volume |

UNIDADE DE MEDIDAS

km quilômetro

kg quilograma

g grama

mg miligrama

m³ metro cúbico

1 INTRODUÇÃO

A relação de áreas fundamentais do saber para o bem-estar do homem com a Tecnologia Industrial Básica (TIB) é, frequentemente, objeto de inúmeras aplicações acadêmicas e mercadológicas.

As inúmeras vantagens potenciais que os aplicativos de TIB podem proporcionar é um motivador relevante para o desenvolvimento de projetos de sua integração com outras áreas do conhecimento.

Na ISO série 9000, está definida explicitamente a relação entre garantia da qualidade e metrologia, e estão estabelecidas diretrizes para se manter um controle sobre os instrumentos de medição da empresa, tornando, assim, necessária a implantação de um processo metrológico na empresa que busque ou que já possua uma certificação ou acreditação.

1.1 Justificativas

No estágio atual da globalização, o desenvolvimento tecnológico é resultado de um processo histórico do qual faz parte um grande número de pesquisas no campo das ciências físicas.

O caráter evolutivo desta ciência apoia-se em experimentos, que possibilitam o conhecimento e servem como fonte de informações para aplicações tecnológicas nas mais diversas áreas.

Dentre as muitas propriedades, com aplicação industrial e aeronáutica, destacam-se aquelas de caráter mecânico.

Portanto, a qualidade deixou de ser um diferencial de riqueza dos países e das organizações e tornou-se um pré-requisito no mercado globalizado. No entanto, adotou-se a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, a qual aponta as diretrizes para as empresas buscarem

qualificações em seus processos de calibração e ensaios. Em seu item 4.2 – Sistema de Gestão (SG) – é citado que “o laboratório deve estabelecer, implementar e manter um sistema de gestão apropriado ao escopo de suas atividades. O laboratório deve documentar suas políticas, sistemas, programas, procedimentos e instruções, na extensão necessária para assegurar a qualidade dos resultados de ensaios e/ou calibrações. A documentação do sistema deve ser comunicada, compreendida, estar disponível e ser implementada pelo pessoal apropriado”.

Enfim, para que os laboratórios sejam eficazes para a comprovação da competência técnica de calibração e ensaios, os Programas de Comparações Interlaboratoriais (PCI) se apresentam como uma ferramenta auxiliar, a qual avalia o desempenho dos laboratórios com qualidade garantida de análise dos resultados através de calibrações e/ou ensaios.

A confiança que se deposita nas informações geradas nestes laboratórios deverá estar respaldada na certeza de que estes atendem a requisitos metrológicos mínimos.

No aspecto gerencial, a documentação, o treinamento e a acreditação, foram levantados através de um amplo questionamento feito aos Laboratórios, para que fosse possível mapear a situação atual, considerando-se as necessidades e exigências metrológicas.

Do ponto de vista técnico, o desempenho dos Laboratórios foi avaliado através da realização de um PCI, no período de março de 2008 a junho de 2009. As massa de 500 mg, 100 g e 1 kg, foram escolhidas para a realização do referido programa de comparação interlaboratorial (PCI). Através da análise do Erro Normalizado, pode-se avaliar o desempenho dos Laboratórios de Calibração de Massa (LCM), e já com os testes de Cochran e Grubbs utilizados para os laboratórios da FAB, foi possível identificar que, esses laboratórios devido ao processo metrológico, tiveram seus desempenhos considerados insatisfatórios, segundo a abordagem estatística adotada. Tanto o Erro Normalizado como testes de Cochran e Grubbs são descritos posteriormente.

Esses testes utilizados nos laboratórios da FAB são usualmente empregados para a validação de materiais de referência na área Química, a qual carece de padrões. A intenção é mostrar que estes testes podem ser utilizados na avaliação de laboratórios na área de calibração e não só na área de ensaios, mostrando que informações relevantes são obtidas quando laboratórios de calibração de mesmo nível hierárquico metrológico são avaliados.

Pretende-se que este trabalho contribua com a busca desta competência metrológica, fator essencial de uma política de aprimoramento da qualidade e do desenvolvimento tecnológico. Soma-se a outros de grande importância, como por exemplo, o Guia para Implantação de Confiabilidade Metrológica, para formar a mentalidade de que “medir bem é base real para o progresso técnico-científico” (INMETRO E ABPTI, 1986).

1.2 Objetivos

Este trabalho tem como objetivo fazer uma análise do desempenho dos Laboratórios de Massa do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA), pertencentes a Força Aérea Brasileira (FAB), para atender os princípios da NBR ISO/IEC 17025:2005, documento de gestão este elaborado especificamente para laboratórios de ensaio e calibração que necessitam comprovar sua competência a organismos acreditadores.

1.2.1 Objetivos específicos

Neste contexto para validar o objetivo geral é necessário atingir objetivos específicos que são:

- Mapear o desempenho de cada laboratórios, segundo a abordagem estatística adotada;
- Verificar a homogeneidade nas incertezas dos laboratórios do SISMETRA;
- Verificar a homogeneidade dos resultados dos laboratórios do SISMETRA;
- Mapear a necessidade de treinamento para os laboratórios do SISMETRA.

1.3 Estrutura do Trabalho

No capítulo 1 apresenta-se a justificativa, os objetivos gerais e específicos, bem como a estrutura da Dissertação.

No capítulo 2 é feita uma revisão sobre os conceitos de metrologia, a evolução histórica da metrologia, a necessidade do PCI e da confiabilidade metrológica. São apresentados os conceitos de massa, a teoria de pesagem e de garantia da qualidade.

No capítulo 3 é apresentado um histórico do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA). De uma forma sucinta apresenta-se o sistema de garantia da qualidade do SISMETRA.

No capítulo 4 é feita a aplicação do modelo de gerenciamento de um PCI.

Já no capítulo 5, apresenta-se o um mapeamento de uma avaliação do laboratório de massa bem como um desenvolvimento e característica do PCI.

No capítulo 6 é feita a análise dos resultados das calibrações de massa fornecida pelos participantes. Faz-se uma análise das discussões dos resultados dos laboratórios de calibração de massa (LCM), por fim, apresenta-se uma análise dos laboratórios do SISMETRA.

No capítulo 7 apresenta-se conclusões das análises dos resultados dos LCM e da FAB. Bem como são feitas as proposições para os LCM.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Metrologia

A metrologia é a ciência das medições, abrangendo todos os aspectos teóricos e práticos que asseguram a participação exigida no processo produtivo, procurando garantir a qualidade de produtos e serviços através da calibração de instrumentos de medição, sejam eles analógicos ou eletrônicos (digitais), e da realização de ensaios, sendo a base fundamental para a competitividade das empresas. Metrologia também diz respeito ao conhecimento dos pesos e medidas e dos sistemas de unidades de todos os povos, antigos e modernos (INMETRO, 2007).

Com o fenômeno da globalização da economia mundial, resultante da formação de blocos econômicos, exigências mais rigorosas passaram a ser impostas para se comprovar a qualidade de produtos e serviços, viabilizando sua inserção competitiva no mercado global.

De forma pioneira e inovadora, o Brasil estruturou o seu sistema de Tecnologia Industrial Básica (TIB), segundo um sistema integrado, congregando Metrologia, Normalização, Avaliação da Conformidade e Tecnologias de Gestão. Este sistema foi denominado Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO), buscando a harmonização de suas funções, graças aos esforços da Organização Mundial do Comércio (OMC), que coordena acordos de barreiras técnicas e beneficia-se de acordos de reconhecimento mútuo.

O conceito de qualidade incorpora-se dia a dia no cotidiano de nossa sociedade. A metrologia, a normalização e a avaliação da conformidade são atividades que provêm base técnica para os sistemas de garantia da qualidade. A lógica que orienta esse processo é a seguinte: nas transações comerciais, a qualidade (certificada) de produtos e serviços é o mais

importante, havendo para isso o aparato de avaliação e certificação da conformidade, operando com respaldo da qualidade nos laboratórios de calibração e ensaios. A metrologia é fundamentada em normas e regulamentos técnicos. Para se ter uma idéia do alcance de decisões tomadas nessas áreas, basta imaginar que a exigência de um aumento na exatidão (diminuição do nível de incerteza) das medições por parte de um País comprador (ditadas por razões técnicas ou mesmo políticas) pode alijar um País fornecedor da competição por mercados (SOUZA, 2000). Essa mesma lógica pode alijar do mercado empresas e organizações que não conseguem atualizar suas melhores capacidades de medição quando da implantação de novas técnicas de medição resultantes da introdução de padrões metrológicos de melhor exatidão.

A metrologia é um vocábulo de origem grega, “*metron*”, que significa medida e “*logo*”, que significa ciência. O Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM (INMETRO, 2007), define a metrologia como “a ciência da medição”, que abrange todos os aspectos teóricos e práticos que influenciam um processo de medição, qualquer que seja o nível de exatidão e em qualquer campo da ciência ou tecnologia. É, portanto, uma ciência multidisciplinar e de vital importância para o desenvolvimento das atividades econômicas, científicas e tecnológicas.

Com o processo de globalização da produção e a acirrada competição no mercado mundial, deslocou-se o desenvolvimento do conhecimento científico a serviço da eficiência econômica das empresas que perseguem a competitividade sistêmica. Com isso, a metrologia mundial pode ser explicada da seguinte maneira:

- o surgimento de novos modelos de relacionamento entre a ciência e a indústria, que alteram as relações entre a pesquisa fundamental e a tecnológica, os governos e a economia;

- o aumento da complexidade de produtos e serviços, decorrente do processo de inovação tecnológica, que tornam mais críticas as especificações técnicas dos produtos;
- a ação de indução governamental para desenvolver a infraestrutura de Tecnologia Industrial Básica (TIB), praticada pelos países industrializados, visando à inserção no sistema econômico global.

2.2 História da Metrologia

A metrologia é provavelmente uma das ciências mais antigas do mundo, tanto que nas civilizações extintas, como a egípcia, observaram-se indícios da prática da metrologia na padronização da unidade de comprimento, a partir da medida do comprimento do antebraço do Faraó reinante, denominada “Cúbito Real Egípcio”. Este padrão de medida era entalhado em uma pedra de granito preta e transferido aos trabalhadores por meio de padrões de trabalho feitos de granito ou madeira. A tarefa de calibrar os padrões de unidade de comprimento a cada lua cheia era rigorosamente fiscalizada e o não cumprimento implicava pena de morte aos infratores do preceito metrológico (THEISEN, 1997; RANGEL, 2005).

A busca por medidas exatas pelos egípcios resultou em pirâmides que apresentam níveis de exatidão em suas formas geométricas, considerando-se que nenhum dos lados da base quadrada destas pirâmides desviou-se do comprimento do lado médio (THEISEN, 1997).

Com a necessidade de sistemas de medição baseados em unidades de medidas invariáveis e aceitas por todos, induziu-se um processo natural de evolução das unidades de medidas. Houve várias tentativas de se padronizarem unidades de medida. Em 1790, na França, deu-se a origem do Sistema Métrico Decimal, que tinha como princípios a universalidade e a simplicidade. Inicialmente, o sistema foi baseado numa única unidade - o metro - ao quais todas as outras se reportavam por relações simples. Com isso, o Sistema Métrico Decimal incorporou o quilograma como unidade de massa (RANGEL, 2005).

Na França, ocorreu a Conferência Diplomática do Metro em 1875, ocasião em que foi assinada a Convenção do Metro, um tratado firmado entre 15 países, inclusive o Brasil, com o objetivo de se estabelecerem padrões comuns, adotando-se o metro e o quilograma como unidades de comprimento e de massa, respectivamente. Nesse evento, também foi determinada a criação de uma estrutura organizacional e laboratorial para atuar nas questões da metrologia mundial, particularmente nos assuntos relacionados à demanda de padrões de medição de qualquer nível de exatidão, faixa ou campo, e tratar da questão da necessidade de se demonstrar a equivalência entre os padrões de medição nacionais, visando, essencialmente, ao estabelecimento de um sistema global de medição com credibilidade internacional (DIAS, 1998).

Por decreto do imperador Dom Pedro II, em 1862, o Brasil abandonou as unidades de medidas denominadas varas, braças, léguas e quintais para, então, aderir ao metro como unidade básica de comprimento. A Inglaterra e os países do *Commonwealth* (comunidade de língua inglesa) mantiveram o Sistema Imperial Britânico, em prática por um período superior a oito séculos (RANGEL, 2005).

A origem do Sistema Britânico é antropomórfica, isto é, baseou-se em medidas relacionadas ao corpo humano. Foi assim que surgiram a jarda, o pé e o cúbito, que se tornaram padrões e, posteriormente, abandonados com a introdução de um sistema de unidades de base científica. A importância das trocas comerciais e do intercâmbio científico fez com que a Inglaterra, Estados Unidos e outros adeptos do sistema britânico reconhecessem a necessidade da adoção de um sistema universal de medições (RANGEL, 2005).

O Sistema Internacional de Unidades (SI) foi adotado em 1960 pelos países signatários da Convenção do Metro, que hoje congrega 51 países signatários. O SI é um sistema coerente de unidades de medida que institui regras e definições, estabelecendo uma regulamentação de conjunto para as unidades de medida, amplamente utilizado nas relações internacionais, no

ensino e no trabalho científico. Caracterizando-se por ser um sistema dinâmico, esse sistema tem sido oficialmente modificado no decorrer dos anos em função da evolução tecnológica e da nova tendência de evoluir de um sistema morfológico de unidades de medida para outro mais científico, que toma por base as Constantes Fundamentais da Física.

2.3 Sistema Internacional de Unidades (SI)

Sistema Internacional de Unidades (SI): documento publicado pelo INMETRO, que apresenta uma tradução do documento intitulado “Le Système International d’Unités”. O SI define as unidades de base e as derivadas do Sistema Internacional de Unidades e, ainda, um conjunto de regras e de recomendações relacionadas ao uso efetivo deste sistema.

O SI está fundamentado em sete unidades de base, que são consideradas independentes do ponto de vista dimensional e utilizadas para medir as grandezas indicadas no Quadro 1.

Quadro 1 - Unidades de base do SI

| GRANDEZA | UNIDADE DE BASE | SÍMBOLO |
|----------------------------------|------------------------|----------------|
| comprimento | metro | m |
| massa | quilograma | kg |
| tempo | segundo | s |
| intensidade de corrente elétrica | ampère | A |
| temperatura termodinâmica | kelvin | K |
| quantidade de matéria | mol | mol |
| intensidade luminosa | candela | cd |

As unidades derivadas são obtidas a partir da combinação das sete unidades de base. Por exemplo, a unidade da grandeza velocidade é o metro por segundo. O SI estabelece um conjunto de regras a respeito da grafia das unidades e prefixos que devem ser utilizados em conjunto com as unidades do SI.

A Figura 1 ilustra a interligação entre as unidades de base e as unidades derivadas, incluindo as unidades adimensionais – o radiano e o esterradiano – que também são consideradas unidades derivadas.

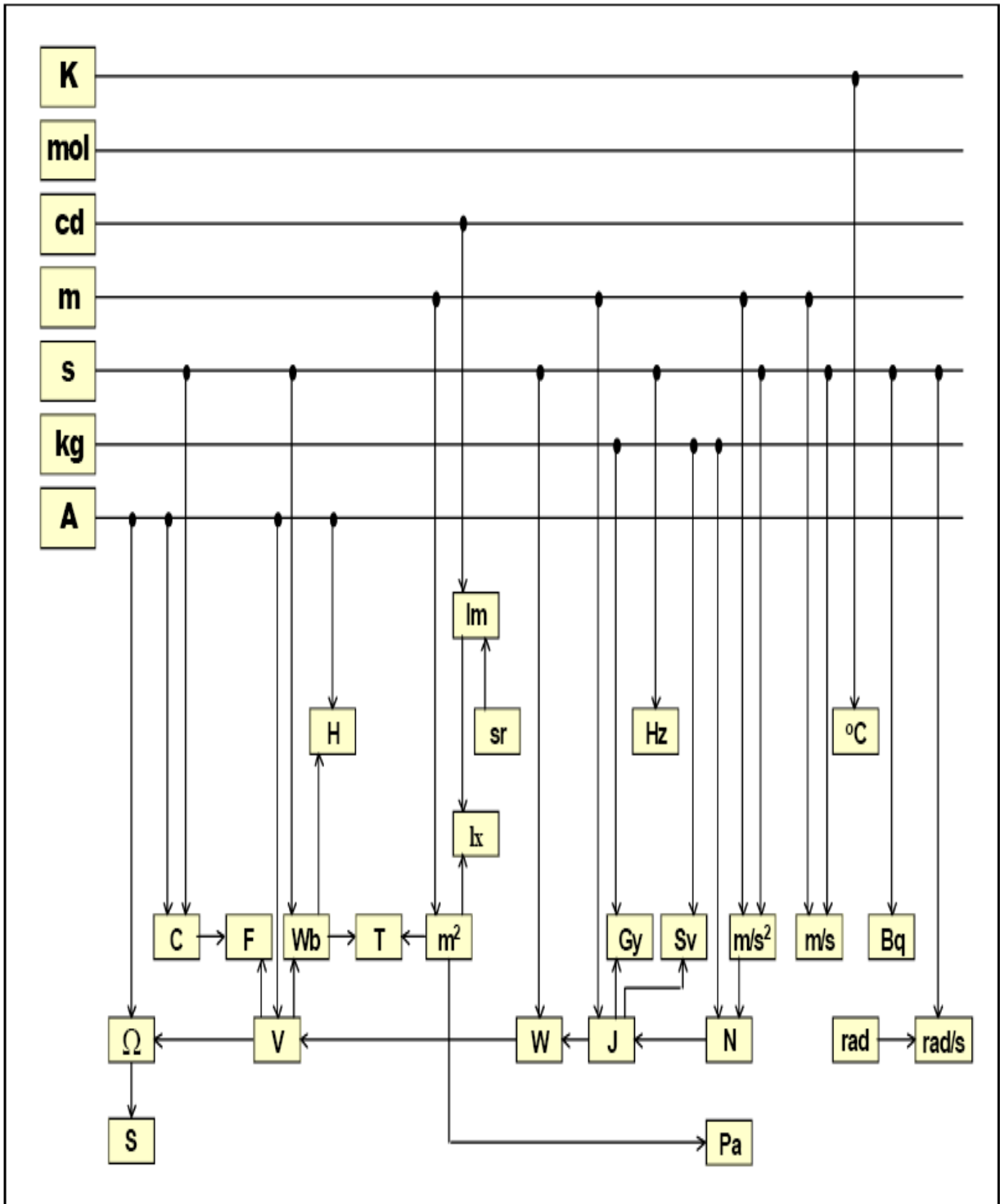


Figura 1 – Unidades de base e unidades derivadas do SI
Fonte: Lira (2001)

O quadro 2 apresenta os nomes das unidades derivadas, apresentadas na Figura 1, e especifica a grandeza a que se referem.

Quadro 2 – Unidades derivadas do SI

| SÍMBOLO | UNIDADE DERIVADA | GRANDEZA |
|----------------|-------------------------|------------------------------------|
| C | coulomb | Carga elétrica |
| F | farad | Capacitância |
| Ω | ohm | Resistência elétrica |
| S | siemens | Condutância |
| H | henry | Indutância |
| Wb | weber | Fluxo magnético |
| T | tesla | Indutância magnética |
| V | volt | Tensão elétrica |
| lm | lúmen | Fluxo luminoso |
| Sr | esterradiano | Ângulo sólido |
| lx | lux | Iluminamento |
| W | watt | Potência |
| J | joule | Trabalho, energia, quant. de calor |
| Gy | gray | Dose absorvida |
| Sv | sievert | Equivalente de dose |
| N | newton | Força |
| Pa | pascal | Pressão |
| °C | grau celsius | Temperatura Celsius |
| Bq | becquerel | Atividade |
| rad | radiano | Ângulo plano |

O primeiro protótipo foi uma barra de ferro e foi construído em 22 de julho de 1799, na França, para representar a décima milionésima parte do quadrante do meridiano terrestre, conforme mostra a figura 2. Essa foi a primeira definição da unidade de comprimento, o metro, representada pelo padrão denominado “*Mètre des Archives*” (metro dos arquivos). A degradação pelo uso ao longo dos anos e a busca pelo aprimoramento da exatidão induziu a alteração da definição do metro e, nas décadas subsequentes, o metro passou a ser

representado (materializado) pelo comprimento de uma barra de platina iridiada (1889), depositada no Bureau internacional Pesos e Medidas (BIPM).

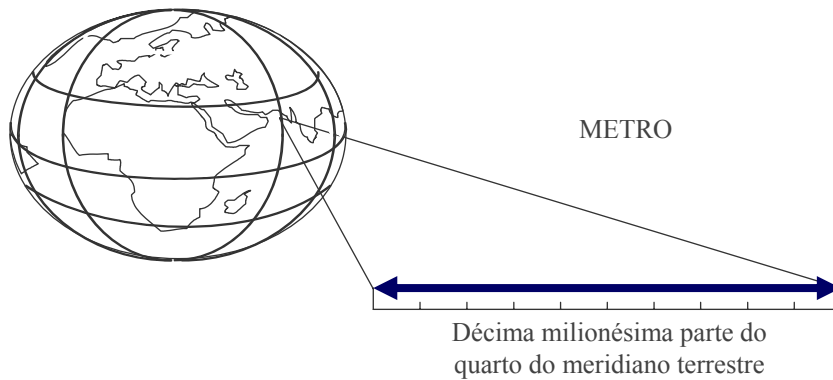


Figura 2 – Definição do Metro
Fonte: IPEM (2008)

Em 30 de maio de 1799, o trabalho de Lefevre-Gineau terminava por definir a unidade de massa, que seria o quilograma. Definido para medir a grandeza massa, o quilograma passou a ser a "massa de um decímetro cúbico de água na temperatura de maior massa específica, ou seja, a 4,44°C".

Em 1889, na Primeira Conferencia Geral de Pesos e Medidas, realizada em *Sevres* – França, o quilograma foi também materializado em um cilindro de platina iridiada, com diâmetro e altura iguais a 39 milímetros.

Esse cilindro, conservado pelo BIPM, é o protótipo internacional do quilograma, padrão de massa do SI, conforme mostra a figura 3..

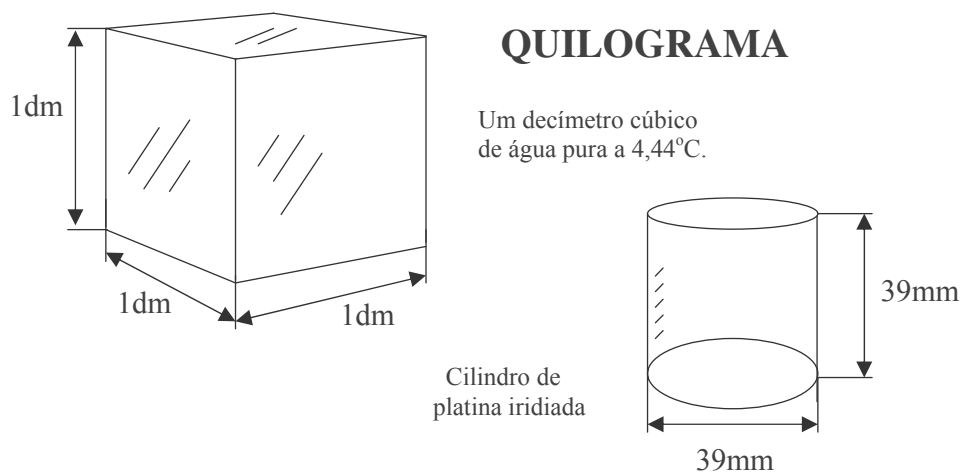


Figura 3 – Definição da grandeza massa (quilograma)
Fonte: IPEM (2008)

Renomados Laboratórios Nacionais de Metrologia de países industrializados, na busca de uma nova definição, desenvolvem pesquisas de um novo artefato para a unidade de massa. Esse se constitui, certamente, no principal desafio sendo perseguido pela metrologia científica contemporânea.

2.4 Vocabulário Internacional de Metrologia

O VIM, documento publicado pelo Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO), estabelece a terminologia relativa ao campo da metrologia, e atualmente encontra-se na 5ª Edição, lançada em 2007.

Determinados termos e conceitos apresentados pelo VIM são transcritos nesta dissertação entre aspas e alguns deles são interpretados, visando a auxiliar o bom entendimento pelo leitor do desenvolvimento de todo o trabalho.

2.4.1 Grandeza

“Atributo de um fenômeno, corpo ou substância que pode ser qualitativamente distinguido e quantitativamente determinado”.

2.4.2 Mensurando

“Objeto da medição. Grandeza específica submetida à medição”¹.

2.4.3 Resultado de uma medição

“Valor atribuído a um mensurando obtido por medição”.

¹ É bom frisar que, devido ao termo “objeto da medição”, citado na definição de mensurando, em alguns certificados de calibração o termo mensurando costuma ser aplicado a um instrumento da medição. Isto é um equívoco, porque o termo objeto na definição tem o sentido de objetivo da medição, e instrumento de medição não é uma grandeza.

Visto que, por definição, é impossível o conhecimento do valor verdadeiro de um mensurando, uma expressão completa do resultado de uma medição deve incluir sempre informações sobre a sua incerteza de medição.

2.4.4 Erro (de medição)

“Resultado de uma medição menos o valor verdadeiro do mensurando.”

Observações:

- 1) Uma vez que o valor verdadeiro não pode ser determinado, utiliza-se, na prática, um valor verdadeiro convencional.
- 2) Quando for necessário distinguir “erro” de “erro relativo”, o primeiro é algumas vezes denominado **erro absoluto da medição**. “Este termo não deve ser confundido com valor absoluto do erro, que é o módulo do erro”.

Como existe a impossibilidade do conhecimento do valor verdadeiro, o erro de qualquer medição não pode ser completamente determinado.

2.4.5 Desvio

“Valor menos seu valor de referência.”

2.4.6 Repetitividade (de resultados de medições)

“Grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando efetuadas sob as mesmas condições de medição”.

2.4.7 Reprodutibilidade (de resultados de medição)

“Grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando efetuadas sob condições variadas de medição”.

Este conceito de reprodutibilidade é mais realista do que o da repetitividade, visto que são admitidas uma ou mais condições variadas de medição, como, por exemplo: equipamento, condições ambientais, método, etc.

2.4.8 Rastreabilidade

Segundo o VIM, a rastreabilidade é “propriedade do **resultado** de uma medição ou do valor de um padrão de estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas”.

A rastreabilidade se refere ao registro da documentação das incertezas existentes na cadeia de comparação, que relaciona uma medição ao Sistema Internacional de Unidades (SI) (INMETRO, 2007).

2.4.9 Incerteza de medição

Na metrologia, podem ocorrer erros nas medições, devido a fenômenos que podem afetar seus resultados, havendo, portanto, a necessidade de se associar uma incerteza de medição.

Segundo a definição do VIM, a incerteza de medição é o “Parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando”. A incerteza de medição é definida matematicamente como um intervalo de confiança, em que o desvio-padrão utilizado é o desvio combinado de todas as fontes de incerteza para o mensurando (COUTO, 2006).

A incerteza está associada às limitações existentes na realização do processo de medição, que podem ser causadas por diversos fatores como: o método utilizado, a amostra, as condições ambientais, o operador ou, ainda, o instrumento de medição.

A ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 recomenda que o resultado de uma medição inclua a incerteza de medição estimada, de acordo com as diretrizes do Guia para Expressão de Incerteza de Medição (ABNT, INMETRO, 2003). Ainda segundo o mesmo Guia, a incerteza é avaliada, conforme a sua origem, como Tipo A ou Tipo B. Na avaliação da incerteza Tipo A, a componente da incerteza é obtida a partir da análise estatística dos resultados obtidos no processo de calibração, sendo geralmente caracterizada pelo desvio padrão experimental e pela dispersão dos resultados das medições. Na avaliação Tipo B, são levados em conta dados não obtidos pela análise estatística, mas em função de fatores de influência como: gradiente de temperatura durante a medição, tipo do indicador (analógico ou digital), resolução, erro de paralaxe, instabilidade da rede elétrica, incerteza do padrão de medição, erros geométricos, histerese, deformação mecânica, entre outros.

2.4.10 Deriva

“Variação lenta de uma característica metrológica de um instrumento de medição.”

2.5 Programa de Comparação Interlaboratorial

Os programas de comparação interlaboratoriais (PCI) surgiram da necessidade dos laboratórios das áreas de calibração e de ensaios de buscarem uma ferramenta que os auxiliassem na avaliação dos resultados produzidos, garantindo confiabilidade em seus processos.

Para um PCI ser desenvolvido, é necessário um provedor qualificado que atenda as demandas geradas pelos laboratórios e que possua, preferencialmente, um PCI de forma detalhada, abrangente às necessidades dos laboratórios.

A participação em PCI se apresenta como uma ótima ferramenta para a garantia da qualidade dos resultados, conforme recomendado no item 5.9.1 da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005.

De uma forma geral, a realização do PCI é uma poderosa ferramenta para se avaliar o desempenho, verificação da capacidade de medição e competência técnica de laboratórios. Além disso, PCI's possibilitam o intercâmbio de conhecimentos entre os laboratórios participantes e, ainda, o estabelecimento de uma confiança mútua (COSTA e ROCHA, 2005).

2.6 Fundamentos da Metrologia

Terminologia própria do Programa Tecnologia Industrial Básica (TIB), MCT (2001), o termo TIB foi criado nos anos 70, pela extinta Secretaria de Tecnologia Industrial, do antigo Ministério da Indústria e Comércio, com o objetivo de expressar, em um conceito único, as funções básicas do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO). Posteriormente, agregaram-se a essas funções as tecnologias de gestão. Os alemães denominaram a TIB de MNPQ (Messen, Normen, Prüfen, Qualität) – explicitando o encadeamento das funções relativas a Medidas, Normas, Ensaios e Qualidade. Nos EUA, adota-se o termo Infrastructural Technologies, ou as abreviações MSTQ (Metrology, Standardization, Testing and Quality) e MAS-Q (Metrology, Accreditation, Standardization and Quality).

2.7 História da Massa

Os relatos mais antigos que se conhecem dos instrumentos de pesagem são alguns pesos feitos de pedra ou de cobre, encontrados em locais de pesquisas arqueológicas, geralmente com formatos de animais ou pássaros. Esses pesos começaram a ser usados na Mesopotâmia e no Egito pouco depois de 3000 a.C.

Os valores eram múltiplos de uma unidade comum, que representavam a massa de um grão de trigo. Nas cidades-estados, com a divisão política, desenvolveram-se diferentes sistemas de medição para a determinação de massa, com unidades diferentes do grão de trigo original. Com isso, os comerciantes precisavam carregar diversos jogos de peso padrão, apropriados para cada porto.

Esse trabalho se estendeu por longo tempo, até que a academia de Ciência da França, que obteve a permissão do rei Luís XVI, em 1790, solicitou que os cientistas desenvolvessem um sistema de pesos e medidas consistente (OLIVEIRA, 2004).

2.8 Massa convencional

É a massa determinada por meio da pesagem no ar de uma massa específica de 1,2 kg/m³, á temperatura de 20 °C, utilizando pesos de referencia de massa específica de 1,2 kg/m³.(OIML, 2004)

2.9 Massa Absoluta

Quantidade física, que pode ser atribuído a qualquer objeto material, e que dá uma medida da quantidade de matéria (OIML, 2004).

2.10 Teoria da Pesagem

Todo tipo de objeto tem uma massa determinada, que podemos considerar como a soma das mais reduzidas partículas, dos átomos e das moléculas que compõem um determinado corpo. Desta forma, a massa de um corpo só se modifica quando se acrescentam ou se retiram partículas.

O peso é uma força determinada a partir da massa, que é resultado do campo gravitacional da Terra. Isaac Newton, que estudou as leis relativas à massa e ao seu poder de

atração, percebeu que não só a Terra exerce uma força de gravidade, como também qualquer outra massa.

Segundo Newton, a força de atração de qualquer massa é proporcional ao seu produto e inversamente proporcional ao quadrado da distância entre elas (WOAN, 2000).

Esta força, isto é, o peso do corpo, depende da distância a que este corpo se encontra do centro da Terra e, também, da altitude. Isto se deve ao fato de que a Terra não é perfeitamente esférica. Podemos acrescentar que outro fator que altera o peso de um corpo é a força centrífuga provocada pela rotação da Terra, a qual atua verticalmente em relação ao eixo terrestre e é máxima no Equador e nula nos pólos.

Com a distinção entre massa e peso, é também importante mencionar que a massa de um corpo tem uma dependência direta com seu volume e sua massa específica. Portanto, para se determinar a massa de um corpo com exatidão, seria necessário conhecer essas duas outras grandezas.

2.11 Confiabilidade Metrológica nos Laboratórios

Uma atividade metrológica se desenvolve nos laboratórios, segundo o escopo da garantia da Qualidade, o qual sustenta a qualidade de produtos que irão satisfazer determinadas necessidades. O correto processo de medição, reconhecido como importante na determinação da conformidade dos produtos às especificações, tem ampliado seus propósitos com a recente ênfase no conceito de prevenção na função qualidade (JURAN e GRAYNA, 1998).

Na figura 4, é possível ver, através de quatro sistemas, uma ordenação hierárquica, em que o sistema metrológico, gerador de medidas confiáveis, ocupa posição fundamental em vista do objetivo, tomado no seu sentido amplo: o aprimoramento da qualidade.

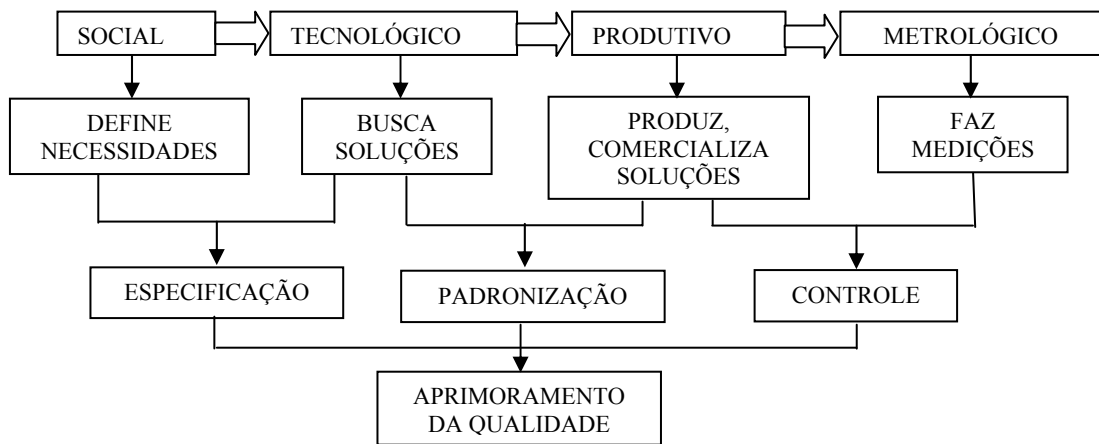


Figura 4 – Sistema Metrológico como elemento fundamental no aprimoramento da qualidade

Ao sistema de técnicas e de procedimentos que assegura medições e resultados, tanto no aspecto legal como tecnológicos, denominados Confiabilidade Metrológica – CM (INMETRO e ABIPTI, 1986). Assim, CM pode ser entendida como semelhante à Garantia da Qualidade aplicada aos laboratórios.

Confiabilidade Metrológica, deve ser considerada por duas abordagens: a técnica e a administrativa.

São aspectos técnicos todos aqueles que estão envolvidos na realização de uma determinada medição, como: ensaio/calibração, manutenção e operação dos equipamentos, preparação da calibração/ensaio, medição em SI, cálculo de incerteza, procedimentos técnicos, entre outros.

Quanto aos aspectos administrativos, são aqueles que possibilitam o gerenciamento da atividade metrológica, tanto num laboratório como entre laboratórios, dos quais podem-se citar: validação dos instrumentos, programas interlaboratoriais, programas de treinamentos, programas intralaboratoriais, qualificação profissional, acreditação, documentação (procedimentos administrativo) e auditoria.

Confiabilidade Metrológica é a confiança e/ou uma certeza nos resultados de uma medição, calibração ou ensaio realizado. Também compreende, além da competência tecnológica na realização de um ensaio específico, todos os métodos, inclusive estatístico, que

permitam o domínio do processo e o controle das diversas fontes de incerteza, tais como: método de calibração, equipamento, operador e etc. (INMETRO e ABIPTI, 1986).

Para que este propósito seja eficaz, é necessária uma combinação de esforços, o que se denomina “ambiente controlado”.

2.12 Laboratório de Calibração de Massa (LCM)

O LCM é um conjunto de recursos, tais como equipamento/instrumentos, métodos de calibração, profissionais qualificados, cuja principal função é calibrar, examinar e determinar o desempenho da massa ao longo do tempo (deriva), quando submetida a variações temporais e de uso.

Foram identificados vários modelos para os LCM's (NTS 9-10, 2002). Eles se diferenciam em tamanhos da área construída, número de equipamentos, número de profissionais e pelos diferentes tipos de calibração que estão capacitados a executar. Porém, entende-se o laboratório constando, basicamente, de equipamento calibrado, metodologias referenciadas e operadores qualificados, que são fontes de variabilidade externa ao produto (referência). Neste sentido, um operador medindo, por exemplo, um peso padrão numa balança eletrônica ou comparador de balança, segundo determinado procedimento e sob condições ambientais controladas, constitui um LCM. Fatores como calibração e qualificação profissional são mecanismos técnico-administrativos importantes nas atividades laboratoriais e serão tratados mais adiante.

2.13 O Laboratório de Calibração Segundo os Princípios da Qualidade

A atividade laboratorial, em particular aquela desenvolvida nos LCM, tem grande importância no estabelecimento de uma estratégia competitiva de mercado, para qual é possível citar dois fatores relevantes:

- conformidade com as especificações; e
- redução de custos.

É através de medições confiáveis é que se pode garantir que um determinado peso, ou produto, tem suas características dentro dos limites definidos na especificação. Pode-se dizer que medições confiáveis permitem que projetos sejam otimizados, garantindo a possibilidade de uso adequado das características de um produto ou material. A crescente ênfase no conceito de prevenção tem ampliado os propósitos metrológicos (JURAN e GRZYNA, 1980).

O laboratório, cujos dados são ditos confiáveis, é, por exemplo, a fonte adequada de informações na pesquisa de novos processos de calibração e equipamentos, com objetivo de substituir aqueles muitas vezes trabalhosos e caros, ou que se encontram num processo natural de obsolescência. O laboratório é o suporte de todo o processo de aprimoramento da qualidade, na medida em que, através de testes, fornece “evidência objetivas” (JURAN e GRZYNA, 1980), que possibilitam a fabricação de produtos adequados à realidade econômica do mercado.

A discussão nasce da visão empresarial marcada pelas pressões e incertezas da nossa era, em constante mutação, na qual eficácia e eficiência são duas metas fundamentais a serem atingidas. Partindo do reconhecimento da importância estratégica da Qualidade (no caso, qualidade de informações), faz-se a análise dos LCM's.

2.14 Evolução do Conceito da Qualidade

Segundo Crosby (1984), o grande obstáculo à compreensão do conceito da Qualidade reside no fato de que todos pensam que sabem o que é. Qualidade é um conceito incerto, fácil de visualizar, mas, até agora, extremamente difícil de ser enunciado (GARVIN, 1988). Por outro lado, o mesmo autor, afirma que o que tem impedido o desenvolvimento em várias áreas não tem sido a falta de interesse, mas a falta de entendimento do conceito da qualidade.

Podem-se identificar cinco abordagens principais para definição da qualidade: a transcendental, a centrada no produto, no consumidor, no processo de fabricação e no valor agregado.

a) Transcendente

- Aqueles que são sinônimos de “excelência inata”.
- A qualidade, segundo esta abordagem, não pode ser definida precisamente, pois está relacionada com a experiência pessoal/subjetiva daquele que a formula

b) Centrada no Produto

- Qualidade é conceituada em função do produto, tornar-se quantificável, na medida em que pode ser explicitada em características.
- Pode ser expressa por parâmetros quantitativos, este conceito que permite concluir que quanto mais qualidade se tem, maior é a quantidade de características/atributos, conseqüentemente, maior o custo.

c) No Consumidor

- “Qualidade é adequação ao uso”.
- “É a totalidade de fatores e características de um produto ou serviço que tem a capacidade de satisfazer determinadas necessidades”.

d) No processo de fabricação

- “Qualidade é conformidade com os resultados” (CROSBY, 1984).
- “Qualidade é o grau em que um produto específico está de acordo com um projeto ou especificação.”

e) No valor Agregado

- Qualidade é vista em termos de custo e preços. Um produto ou serviço, somente será considerado de qualidade se incorporar as características

preestabelecidas e seu preço forem satisfatórios para a maioria dos consumidores.

- “Qualidade é melhor para satisfazer certas condições dos consumidores. Dentre estas condições dos consumidores, são importantes o uso real e o preço de venda do produto ou serviço”. (FEIGENBAUN, 1982).

“O fato de existirem diversas abordagens e, por decorrência, muitos conceitos de qualidade, não se constitui entrave à sua compreensão, embora cause alguns conflitos quando de sua aplicação prática. Na maioria dos casos, isto ocorre porque as áreas da organização têm visão parcial da questão”, comenta Paladini (2000).

Juran (1991) comenta que, “chegar a um acordo sobre o que se entende por qualidade não é simples (o dicionário traz cerca de uma dúzia de definições). Para os gerentes, nenhuma definição sucinta é realmente precisa, mas uma dessas definições obteve larga aceitação: qualidade é adequação ao uso.”

Na ABNT NBR ISO 9000 (2008), a qualidade é definida como “grau no qual um conjunto de características inerentes satisfaz a requisitos”. Sendo característica, definida como “propriedade diferenciadora” e requisito, como “necessidade ou expectativa que é expressa, geralmente, de forma implícita ou obrigatória.” Já Garvin (1988) apresenta um estudo sobre a evolução do conceito da qualidade, bem aceito pelos especialistas da área. Estes conceitos são divididos em quatro eras:

- Era da Inspeção;
- Era do Controle Estatístico da Qualidade;
- Era da Garantia da Qualidade; e
- Era da Gestão Estratégica da Qualidade.

2.14.1 Era da Inspeção

Na metade do século XVIII, aproximadamente, a atividade produtiva era artesanal. A mão-de-obra não era qualificada e os padrões de qualidade eram pessoais.

Com o começo da industrialização, fica evidenciado de uma forma não sistematizada, o surgimento de exigências de precisão e exatidão do processo produtivo.

Um elaborado sistema de calibração foi implantado em 1819, onde as atividades de inspeção tinham maior responsabilidade, tornando-a mais objetiva (GARVIN, 1988).

Já no século XX, Taylor (1987), conhecido como o criador da “administração científica” atribuiu maior legitimidade à atividade de inspeção, separando-a do processo de fabricação e atribuindo-a a profissionais especializados.

2.14.2 Era do Controle Estatístico da Qualidade

Durante o gigantismo industrial, Shewhart, aplicando conhecimento estatístico, com a finalidade de solucionar problemas de controle da qualidade da Bell Telephone Laboratories, desenvolveu uma poderosa técnica, que é o gráfico de controle. Em 1931 Shewhart, publicou um livro sob o título “Economic Control of quality of Manufactured Product”, que conferiu um caráter científico à prática da busca da qualidade. Essa obra fornece precisa e mensurável definição do controle do processo produtivo, estabelecendo princípios para monitorar e avaliar a produção, em todos os estágios.

2.14.3 Era da Garantia da Qualidade

Por volta da segunda guerra mundial, no período entre 1945 e 1980, ocorreu um grande desenvolvimento tecnológico e industrial.

Juran, em 1951, que em seu conceito de qualidade enfatiza a necessidade das “evidências objetivas”, onde propõe abordagem que torna mensurável a qualidade de produtos e serviços (JURAN, GRAYNA e BINGHAM, 1979).

Em 1958, Feigenbaun, introduz o princípio do “Total Quality Control” – TQC. “Segundo este princípios, a qualidade de produtos e serviços “é um trabalho de todos” (FERGENBAUN, 1982).

(Além do TQC, outra iniciativa dos japoneses diz respeito ao “Total Quality Management” TQM), uma abordagem gerencial intimamente ligada aos princípios do TQC, voltada para o cliente e com a participação de todos, desde o presidente até membros da própria comunidade.

Os instrumentos na profissão se expandiram para muito além da estatística. “Quatro elementos distintos passaram a fazer parte desta nova era, como: quantificação dos custos da qualidade, controle total da qualidade, engenharia da confiabilidade e zero defeito” (GARVIN, 1992).

2.14.4 Era da Gestão Estratégica da Qualidade

A partir do conhecimento de que a empresa é um sistema aberto, que sofre pressões e influências das mais variadas, num momento histórico caracterizado por rápidas mudanças, que lhe possibilitem a sobrevivência dos negócios.

Notadamente nas últimas décadas do século XX, a qualidade passou efetivamente a apresentar-se como sendo uma disciplina estratégica, além do seu tradicional componente técnico, como:

- ampliação do tamanho das empresas;
- aumento da concorrência;
- crescente satisfação tecnológica; e
- necessidade de planejar tendo como referência as exigências ecológicas.

2.15 Erro Normalizado

Um método conveniente para o julgamento da qualidade de um resultado de medição é através do cálculo do erro normalizado, em relação a incerteza (ABNT, 1999).

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

2.16 Teste de Cochran

Determina se há uma diferença entre as incerteza de um grupo de amostras usando a razão entre a maior incerteza e a soma de todas as incertezas das amostras (incluindo a maior) (OLIVIERI, 2003).

$$C_{calculado} = \frac{u_{max}^2}{\sum_{i=1}^p u_i^2}, \quad (2)$$

2.17 Teste de Grubbs

O teste de Grubbs é primeiramente realizado verificando a existência de um valor disperso em cada extremidade do conjunto. Se nesta primeira análise, um dos dois valores for considerado disperso, ele é rejeitado, retirado do conjunto e novo teste, verificando a existência de um valor disperso em cada extremidade do conjunto, é realizado e assim sucessivamente, caso contrário, se nesta primeira análise, ambos os valores forem aceitos como não dispersos, o teste é então realizado verificando-se a existência de dois valores dispersos em cada extremidade do conjunto. Se nesta segunda análise os dois resultados de uma das extremidades forem considerados como dispersos, eles devem ser rejeitados, retirados do conjunto e novo teste verificando a existência de dois valores dispersos em cada extremidade do conjunto é realizado e assim sucessivamente (OLIVIERI, 2003).

$$G_{p-1,p} = \frac{S_{p-1,p}^2}{S_0^2} \quad G_{1,2} = \frac{S_{1,2}^2}{S_0^2}, \quad (3)$$

3 SISTEMA DE METROLOGIA DO SISMETRA

Neste capítulo será apresentado um breve histórico do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA). Também será comentada a estrutura básica do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SMA), bem como o sistema da qualidade do SISMETRA.

3.1 Breve Histórico do SISMETRA

O problema da Metrologia vinha, desde meados da década de 70, sensibilizando as autoridades do então Ministério da Aeronáutica – MAer, em vista da crescente sofisticação dos foguetes, equipamentos e aeronaves operados.

Essa constante evolução tecnológica dos sofisticados meios e equipamentos empregados nas atividades aeroespaciais, associada ao crescimento e consolidação de uma indústria aeronáutica nacional moderna e competitiva, causaram um forte impacto na estrutura operacional do setor aeronáutico, entre outras, na área da metrologia.

A preocupação geral com esse assunto ficou perfeitamente caracterizada pela sua inclusão entre as iniciativas prioritárias na área tecnológica, conforme se pode deduzir do seu enquadramento em diversos programas e projetos do II Plano Básico de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – II PBDCT, principalmente nas áreas de Tecnologia Industrial e de Tecnologia de Infra-estrutura.

A essa altura, muito embora não estivesse ainda efetivamente implantada a reestruturação preconizada pela Lei Nº. 5966, de 11 de dezembro de 1973, a qual inseria a metrologia no contexto mais amplo do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO), já se pensava, no então Ministério da Aeronáutica, em um funcionamento harmônico e integrado do Sistema de Metrologia Aeroespacial com as

autoridades metrológicas do país, de modo que o futuro sistema a ser implantado viesse a suprir também, dentro das possibilidades, as necessidades de suporte tecnológico de outros setores da economia nacional. Essa integração seria efetivada por meio do INMETRO, órgão executivo daquele Sistema e responsável pela aquisição e conservação dos padrões nacionais, junto ao Laboratório Nacional de Metrologia (LNM), de modo que o futuro Sistema de Metrologia Aeroespacial suportasse também outros setores da economia nacional.

O “Plano de Ação Básico do Sistema de Metrologia Aeroespacial” estruturou na época o Sistema de Metrologia Aeroespacial (SMA), hoje denominado SISMETRA, a partir da análise do panorama metrológico e considerou a infra-estrutura existente relativa aos recursos humanos, físicos e tecnológicos. O SMA foi organizado em três áreas distintas: operacional, planejamento e controle. A parte operacional, ilustrada na Figura 5, organizada de forma hierárquica e com a função de realizar a calibração e a manutenção dos instrumentos e padrões de medição, agrupados conforme suas características metrológicas e área de atuação, com a importante função de garantir a rastreabilidade do sistema ao Sistema Internacional de Unidades (SI).

O “Plano de Ação Básico do Sistema de Metrologia Aeroespacial” definiu as seguintes atribuições ao SMA:

- estabelecer contatos com os órgãos integrantes da comunidade nacional e internacional;
- estabelecer estreita ligação com os Órgãos Central e Executivo do SINMETRO, CONMETRO e INMETRO;
- gerar normas, instruções e procedimentos que orientem, coordenem e regulamentem a atividade de metrologia no âmbito do setor aeroespacial;
- controlar, fiscalizar, homologar e certificar os Órgãos executivos do sistema;

- cadastrar os instrumentos e padrões de medição, fixar e controlar os intervalos de calibração;
- executar as calibrações dos instrumentos e padrões de medição, nos diversos níveis operacionais, dentro das especificações estabelecidas;
- controlar o desempenho da atividade de metrologia no âmbito do setor aeroespacial;
- dar apoio de suprimento e de manutenção de equipamentos e instalações específicas do sistema;
- dar capacitação de pessoal especializado; e
- dar assessoria, no âmbito do setor aeroespacial, no processo de aquisição de instrumentos e padrões de medição.

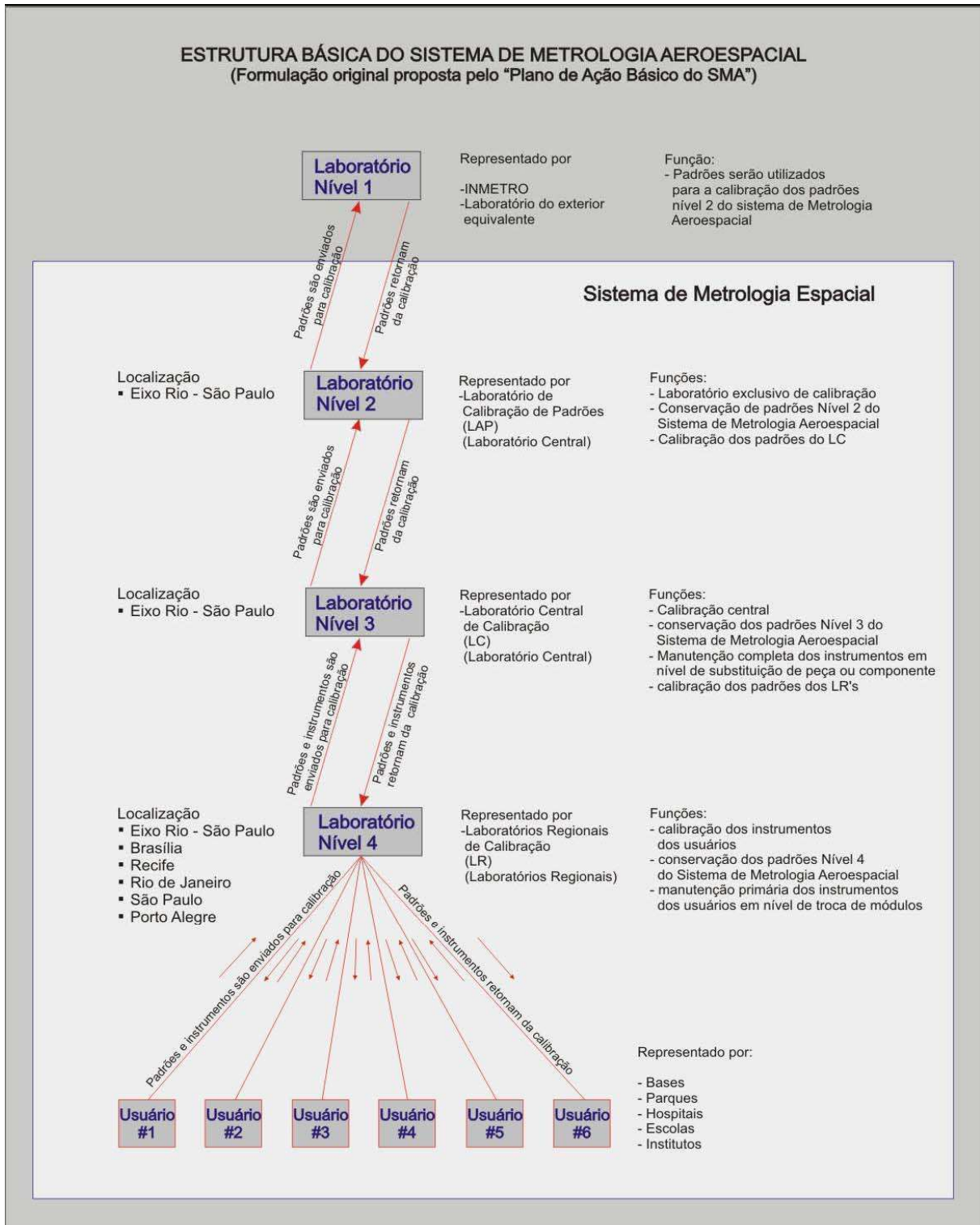


Figura 5 – Estrutura Básica do Sistema de Metrologia Aeroespacial (SMA).

Oficialmente o Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA) foi instituído em 07 de dezembro de 1988, por meio da Portaria Ministerial No. 858/GM3 (Anexo 1), que definiu

o Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA) como Órgão Central do SISMETRA e com as seguintes atribuições:

- orientação normativa e a supervisão técnica das atividades do Sistema;
- fiscalização específica do desempenho dos elos do Sistema;
- elaboração e proposição de normas, programas e orçamento;
- apoio logístico aos “Elos do Sistema”, nos itens do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO) e instituições estranhas ao Comando da Aeronáutica, nos assuntos de interesse do sistema; e
- promoção e incentivo à formação de recursos humanos necessários ao SISMETRA em seus diferentes níveis.

Para otimizar os trabalhos de pesquisa, calibração e disseminação da metrologia em âmbito nacional, tendo em vista a influência militar nos vários pontos do País, foi firmado, em 01 de agosto de 1997, um convênio de cooperação técnico científico entre o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO) e o DCTA.

Este convênio propôs a cooperação para o desenvolvimento de ações e projetos cooperativos em atividades de interesse comum, com vistas à intensificação e fixação de novas tecnologias necessárias ao desenvolvimento da indústria nacional.

Em seu contexto foram estabelecidos os seguintes objetivos: intercâmbio de informações técnicas e científicas, formação de recursos humanos, treinamento de pessoal e realização conjunta de programas específicos de apoio às atividades de pesquisa e desenvolvimento (P&D).

Como resultado direto, teve aprimoramento técnico das instituições participantes e um fortalecimento da cultura metrológica no país e, ainda como resultado indireto, a melhoria do apoio tecnológico ao parque industrial nacional, por meio de uma maior oferta de serviços

metrológicos qualificados, bem como a disseminação de todo o processo de confiabilidade metrológica a partir da realização das seguintes atividades:

- formação de recursos humanos com formação em TIB;
- estudo de Normas Metrológicas;
- condução e participação em Programas de Comparação;
- realização de ações específicas, por parte do DCTA, para completar a capacitação laboratorial, e implementar um sistema da qualidade, de forma a atender os critérios de acreditação do INMETRO, a fim de permitir aos laboratórios do SISMETRA conquistar a acreditação do INMETRO e, portanto, integrar a Rede Brasileira de Calibração, assim contribuindo para a disseminação do Sistema Internacional de Unidades (SI), não só no âmbito do COMAER, mas também no pólo industrial existente na região;
- intercâmbio de serviços e equipamentos, e suporte de calibração e manutenção destes, visando à complementação dos meios e facilidades operacionais disponíveis em ambas as instituições;
- possibilidade de participação mútua em eventos promovidos por ambas as instituições, tais como: cursos, treinamentos, seminários, simpósios, congressos, painéis, palestras, e outras atividades afins, visando à reciclagem de profissionais atuantes em metrologia;
- desenvolvimento conjunto de sistemas de calibração e ensaios que possibilitem a melhoria e o aperfeiçoamento dos processos metrológicos, bem como o desenvolvimento de padrões e materiais de referência; e
- intercâmbio de especialistas nacionais, internacionais e/ou de ambas as instituições com o intuito de assessoramento na solução de problemas técnicos.

3.2 Sistema da Qualidade do SISMETRA

O Sistema da Qualidade (SQ) do SISMETRA, está baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais para competência de Laboratórios de ensaios e calibração, onde estão especificados os requisitos, no qual os laboratórios devem atender e demonstrar competência técnica para reproduzir resultados tecnicamente válidos.

As políticas e os objetivos da qualidade do SISMETRA, são expressos num documento denominado como Manual da Qualidade (MQ), onde também estão apresentadas a estrutura funcional do laboratório e suas responsabilidades. Os procedimentos da Qualidade que são adotados pelo laboratório, são também referenciados no MQ. Os assuntos tratados são:

- a) controle de documentos e registros;
- b) controle de trabalho não-conforme;
- c) realização de auditorias internas;
- d) realização de ações corretivas;
- e) realização de ações preventivas;
- f) realização de análise crítica;
- g) validação de métodos de calibração;
- h) apresentação dos resultados de calibração;
- i) controle e monitoração e registro das condições ambientais, etc

Entretanto, o Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA), tem por finalidade o planejamento, o controle, a coordenação, a normalização e o aprimoramento das atividades relacionadas com a metrologia no âmbito do Comando da Aeronáutica (COMAER). Conforme apresentado esquematicamente na Figura 6. O SISMETRA possui uma concepção matricial, atuando vertical e horizontalmente nas atividades metrológicas de interesse do COMAER, sendo composto, no seu Nível Estratégico, pela Coordenadoria Geral de Metrologia, no Nível Tático (Área Logística do SISMETRA), pelo Órgão Central

do Sistema (DCTA) e, no Nível Operacional (Área Executiva do SISMETRA), pelos Elos do Sistema

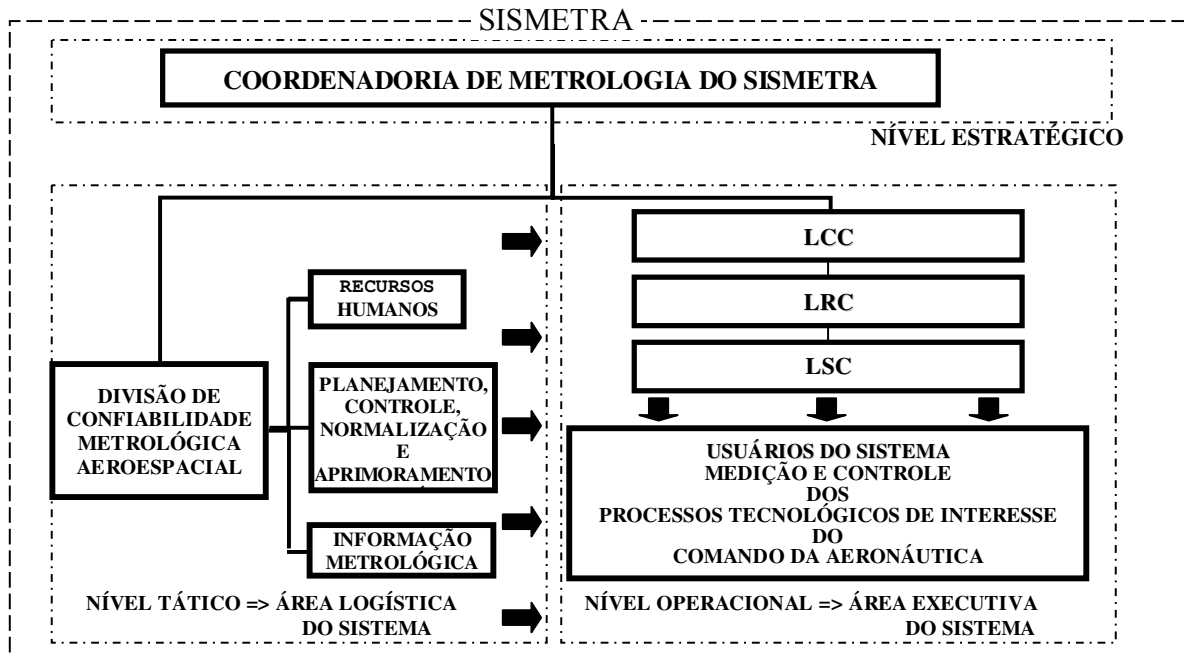


Figura 6 – A concepção matricial do SISMETRA

4 PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL (PCI)

Neste capítulo fala-se do surgimento de um PCI e do seu gerenciamento.

Os PCI's, surgiram da necessidade dos laboratórios das áreas de calibração e ensaios buscarem uma ferramenta que os auxiliasse na avaliação dos seus resultados, garantindo confiabilidade em seus processos.

Em nível internacional (REEDTZ e CERRI, 2003; LEWIS, 2003), os PCI tem-se mostrado uma ferramenta essencial no estabelecimento da confiança e do reconhecimento mútuo entre laboratórios de diferentes países. Em nível nacional (SIQUEIRA e POMPEIA, 2005; DRAXLER, KAVASNICKA e STYBLIKOVA, 2005), as Intercomparações são utilizadas de forma corrente por organismos de acreditação, com o objetivo de avaliar a capacidade de medição dos laboratórios acreditados.

Para um PCI ser desenvolvido é necessário um provedor qualificado que atenda as demandas geradas por laboratórios, e que possua, preferencialmente, um programa de comparação interlaboratorial de forma detalhada e abrangente às necessidades dos laboratórios.

Os laboratórios são cobrados na auditoria, se participam em PCI, para demonstrar seu desempenho e suas análise crítica dos processos de ensaios e calibrações. O processo serve como auxílio no reconhecimento de competências, possibilitando melhorias internas nas rotinas.

De uma forma compacta, a Figura 7 representa a estrutura dos LCM's na forma de um diagrama Causa-Efeito, sem pretensão de esgotar o assunto e tentar encontrar as causas que justifiquem o desempenho dos laboratórios.

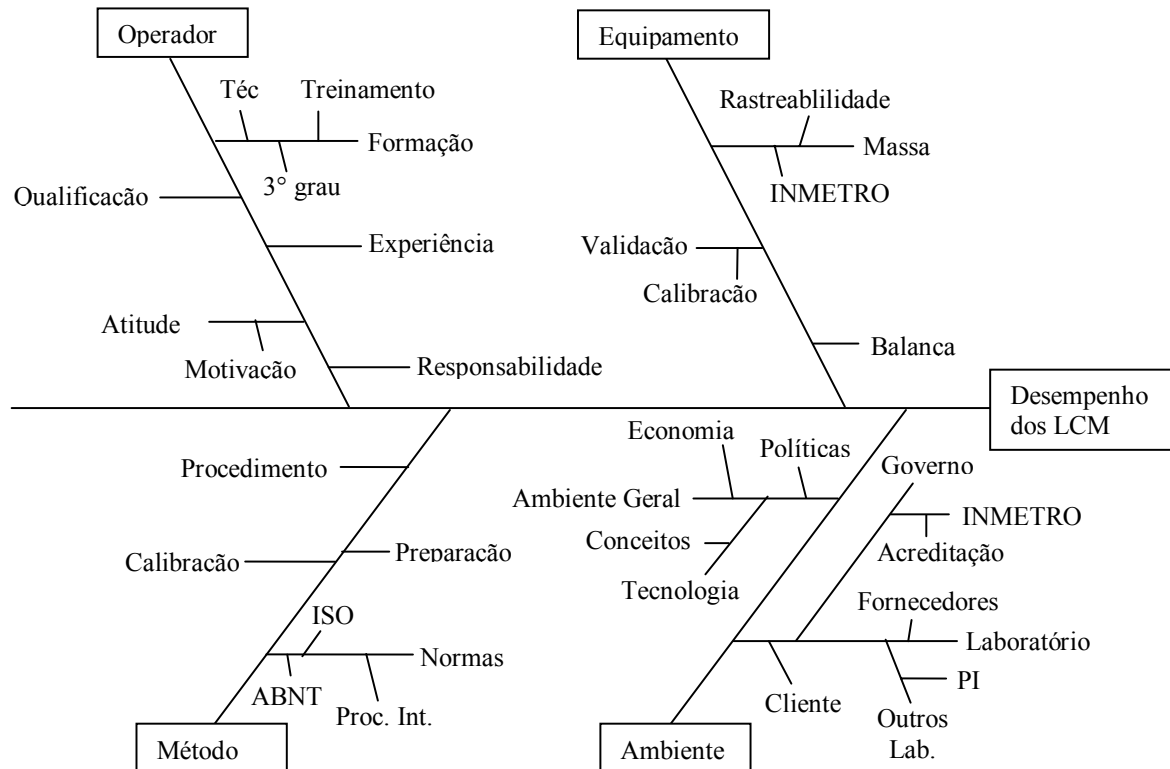


Figura 7 – Aspectos relacionados com o desempenho do laboratório de calibração de massa.

Há seis tipos do PCI, segundo a ISO/IEC Guia 43-1:1999 - Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência. que são:

a) Programas de comparação de medição: O item de ensaio a ser medido ou calibrado é enviado sucessivamente de um laboratório participante para o seguinte. Os valores designados (valor atribuído a uma grandeza específica e aceito, às vezes por convenção, como tendo uma incerteza apropriada para uma dada finalidade, ISO/IEC GUIA 43-1:1999) são fornecidos por um laboratório de referência. Pode ser necessária a verificação do item em estágios determinados, durante a realização do programa. Tipos de programas que demanda tempo para ser concluído, há dificuldade na manutenção da estabilidade e integridade do equipamento, além disso geralmente é considerado a incerteza do laboratório participante em sua avaliação de desempenho.

b) Programas de ensaios interlaboratoriais: envolvem subamostras selecionadas aleatoriamente de uma fonte de material, sendo distribuídas simultaneamente aos laboratórios participantes, é essencial existir a homogeneidade do lote de itens de ensaios para garantir que eventuais resultados extremos não sejam atribuídos a variabilidade do item de ensaio.

c) Programas de ensaios de partidas de amostras: forma especial de ensaio de proficiência que envolve 2 ou no máximo 3 laboratórios. Pode ser utilizado em transações comerciais, sendo uma amostra é enviada ao fornecedor e outra ao cliente, e a terceira a um laboratório de terceira parte, caso haja diferenças significativas entre os resultados dos 2 primeiros.

d) Programas qualitativos: projetados para avaliar a capacidade de laboratórios em caracterizar entidades específicas (informando presença ou ausência, por exemplo), nestes não há necessidade de envolvimento de múltiplos laboratórios.

e) Programas de valor conhecido: envolvem a preparação de itens de ensaio com quantidades conhecidas do mensurando sob ensaio, também não necessitam do envolvimento de múltiplos participantes.

f) Programas de processo parcial: avalia a capacidade do participante em realizar partes do ensaio ou processo de medição, ao invés de conduzir o ensaio propriamente dito.

Os PCI (ou ensaios de proficiência), inicialmente foram designados como uma ferramenta para medir a qualidade dos laboratórios, afim de possibilitar o monitoramento dos resultados de medição, comparando-os com aqueles considerados verdadeiros, que são fornecidos pelos provedores de ensaios de proficiência. Na tomada de ações auxilia nos resultados que ficassem fora dos limites estabelecidos pelo PCI, ou melhor, quando o desempenho fosse insatisfatório.

Portanto, o PCI tem como objetivo determinar o desempenho de laboratórios para ensaios ou medições. Os PCI's podem ser utilizados para auxiliar os procedimentos internos de controle de qualidade, avaliar o processo de medição bem como os cálculos de incerteza

utilizados, complementar avaliações *in loco* por organismo de acreditação e agregar confiança aos clientes dos laboratórios.

4.1 Gerenciamento do Processo de um PCI

Para realizar e gerenciar um PCI é necessário um órgão provedor deste processo. A Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial - CMA, pertencente ao COMAER, promove PCI nas áreas de calibração e ensaios, envolvendo todos os laboratórios do Comando.

Para gerenciar um PCI, a CMA garante qualidade em todos seus processos de prestação de serviços, contendo no escopo o “Processo de Provisão de Interlaboratoriais”. A Subdivisão de Capacitação Laboratorial – CL, a NBR ISO 9001 define Sistema de Gestão da Qualidade como “conjunto de elementos inter relacionados ou interativos para estabelecer política e objetivos e para atingir esses objetivos, com o fim de controlar uma organização no que diz respeito à Qualidade” (MARANHÃO, 2006).

Falconi (1992) define que o planejamento da qualidade consiste, no desenvolvimento de produtos e processos necessários com o objetivo de se obter a satisfação das necessidades do consumidor. Os programas interlaboratoriais são desenvolvidos a partir de uma demanda (necessidade da FAB – Força Aérea Brasileira) que também fazem parte da fase inicial do processo de planejamento.

Sendo assim os PCI ficam registrados de acordo com o SQ, conforme Figura 8.

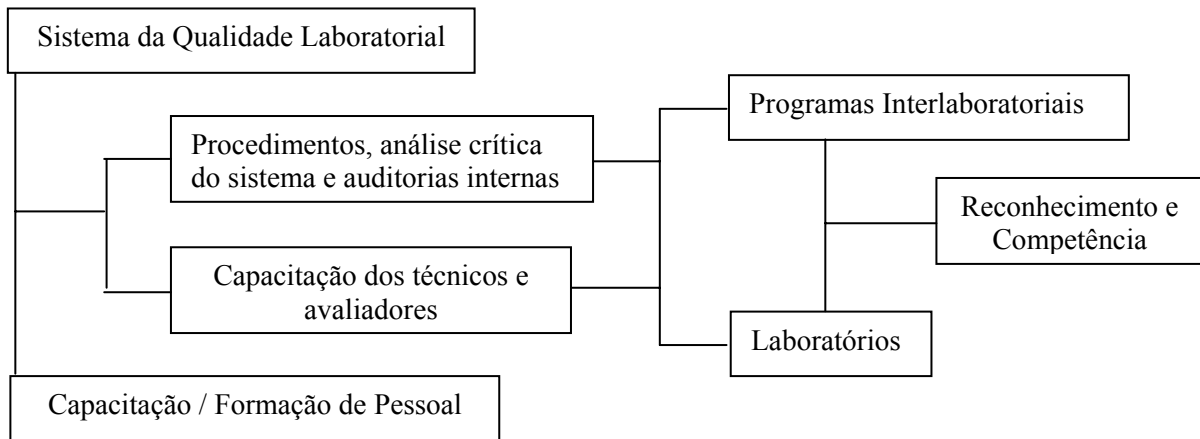


Figura 8: Processo de reconhecimento de laboratórios

Sendo assim, pode-se assegurar que um programa interlaboratorial seja estruturado de acordo com a ISO/IEC Guia 43-1:1999. Para definir o tipo de programa interlaboratorial que será realizado na CMA, contando com o apoio de diversas pessoas das áreas da metrologia e com competências técnicas, que auxiliam na elaboração, execução e discussão de resultados de cada programa.

Cabe ao provedor elaborar a documentação técnica para análises estatísticas, bem como procedimentos para calibração, transporte, recebimento, expedição, identificação, rotulagem, armazenamento e manuseio dos itens de calibração ou ensaio. Por fim um provedor necessita de três alicerces para realização de um PCI que são os estatísticos, um coordenador e especialistas técnicos. Com esta estrutura organizada, pode-se gerenciar todo o processo, sendo competente, eficaz e imparcial.

A imparcialidade é fundamental, para manter a confiabilidade dos programas, assegurando que os laboratórios não sejam identificados por ninguém, sendo a identidade conhecida pelo coordenador do programa.

O provedor define o cronograma do programa de intercomparação e encaminha os convites de participação aos laboratórios interessados. O convite é composto de:

- ⇒ Custo da participação no programa;
- ⇒ Normas técnicas que serão utilizadas na realização dos ensaios;

⇒ Cronograma de atividades.

Após a confirmação da participação, cada laboratório é identificado com um código. Este código de identificação é de conhecimento restrito ao laboratório piloto ou aos laboratórios coordenadores. Cada participante somente tem acesso ao seu código.

Iniciado o programa, principalmente em intercomparações com muitos participantes, é necessário nomear uma comissão técnica ou subcomissão de coordenação, onde poderão ser realizadas reuniões para discussão do andamento do programa de intercomparação. Caso seja identificada alguma irregularidade, a comissão técnica ou subcomissão de coordenação deverá tomar imediatamente providências, no sentido de solucionar estas irregularidades.

Para cada programa interlaboratorial é gerado um relatório, e os resultados são apresentados na reunião final de avaliação. Uma cópia do relatório de avaliação será, então, enviada a cada participante do programa de intercomparação.

5 DESCRIÇÃO DOS INSTRUMENTOS DE COLETA DE INFORMAÇÕES

Serão tratados quais os critérios a serem adotados para avaliação dos laboratórios de calibração de massa, tipo de instrumento a ser calibrado, o desenvolvimento do PCI, escolha dos participantes e procedimento adotado no programa de comparação interlaboratorial.

5.1 Procedimento adotado na avaliação dos Laboratórios de Calibração de Massa

Foram utilizados dois instrumentos básicos no desenvolvimento de avaliação dos laboratórios: questionário (Anexo 10) e um PCI (Anexo 2). O questionário, destinou-se ao mapeamento das principais características do laboratório. O PCI destinou-se a comprovar através de técnicas estatísticas, o desempenho dos laboratórios, comparando-os entre si.

5.2 Questionário

Considerando as características dos LCM, objeto deste estudo, foi elaborado 01 questionário (Anexo 10), visando obter informações específicas relativas às características dos LCM participantes do PCI, quanto a aplicação dos princípios da Confiabilidade Metrológica em todas as fases do processo de calibração.

O questionário foi enviado em junho de 2009, à todos os laboratórios, com o objetivo de se obter dados quanto à execução do PCI. Procurou-se constatar a existência da infra-estrutura necessária ao adequado desempenho das atividades.

Através das respostas, foi constatada a participação de técnicos e engenheiros na calibração de massa. Verificou-se também que para a maioria dos laboratórios não constava de seu escopo, a calibração de massa absoluta e com isso tiveram que utilizar o guia de avaliação de incerteza fornecido pela coordenação do programa.

5.3 Programa de Comparação Interlaboratorial (PCI)

No LCM são realizados dois tipos de calibração (balança e de massa). Uma avaliação ampla exigiria uma análise dos dois tipos dessas calibrações. Devido a restrições inerentes a este tipo de pesquisa, tais como custo, tempo, distâncias e recursos humanos, foi necessário reduzir o estudo a apenas uma calibração.

Foi escolhida a calibração de massa, por ser a mais utilizada nas indústrias e também pela sua relativa facilidade de execução, baixo custo e rapidez, entre outros fatores.

O PCI é uma das atividades na qual participam vários laboratórios, e através das medições e de tratamentos estatístico dos dados, uma série de informações a respeito do desenvolvimento metrológico se torna possível. O objetivo maior deste programa é a intercomparação entre os LCM, através da calibração das massas.

5.4 Desenvolvimento e Características do PCI

Para o desenvolvimento deste estudo, foi estabelecido um PCI baseado na experiência da Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial – CMA, do Instituto de Fomento e Coordenação Industrial – IFI, pertencente ao Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial – DCTA. A avaliação foi feita através de gráficos, elaborados em função das medições realizadas. A partir da análise dos pontos representativos de cada LCM, indicados sobre os gráficos, foi possível avaliar a compatibilidade estatística entre os resultados e identificar os LCM com desempenho insatisfatório.

5.5 Características do PCI

Objetivo: Avaliação do desempenho dos LCM's na realização das calibrações de massas.

Normas Adotadas:

- NSCA 9-1 – Sistema de Metrologia Aeroespacial – SISMETRA - 2001;
- NTS 9-28 – Procedimento para Guia Geral de Cálculo da Incerteza de Medições – SISMETRA –1996;
- Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM, Portaria INMETRO 029 de 1995 - 3ª edição – INMETRO - 2003;
- Guia para a Expressão da Incerteza de Medição – 3ª Edição Brasileira – INMETRO, ABNT – 2003;
- DOQ-CGCRE-005 – Orientações Para a Organização de Comparações Interlaboratoriais Pelas Comissões Técnicas da Dicla – Revisão:00 – INMETRO – 2002;
- EAL-P7 – EAL Interlaboratory Comparisons – Edição 1- EAL – 1996;
- EA – 4/02 – S1 Expressão da Incerteza de Medição na Calibração - EA; e
- Good Practice Guidance Note - Buoyancy Correction and Air Density Measurement – NPL.

Características da Calibração:

- Grandeza Física, massa (absoluta).

Números de participantes:

- Foram convidados 9 laboratórios de calibração sendo 05 (cinco) laboratórios pertencentes ao Comando da Aeronáutica e 04 (quatro) laboratórios externos ao Comando.

Padrões de Massa:

- Enviaram-se 03 três padrões de massa para cada laboratório. Sendo uma de 500 mg, 100 g e 1 kg, respectivamente.

Período da realização das calibrações:

- maio de 2008 a julho de 2009.

5.6 Desenvolvimento do PCI

De acordo com um fluxograma do PCI, conforme Figura 9, foram mantidos os primeiros contatos com o LCM através de e-mails e telefonemas.

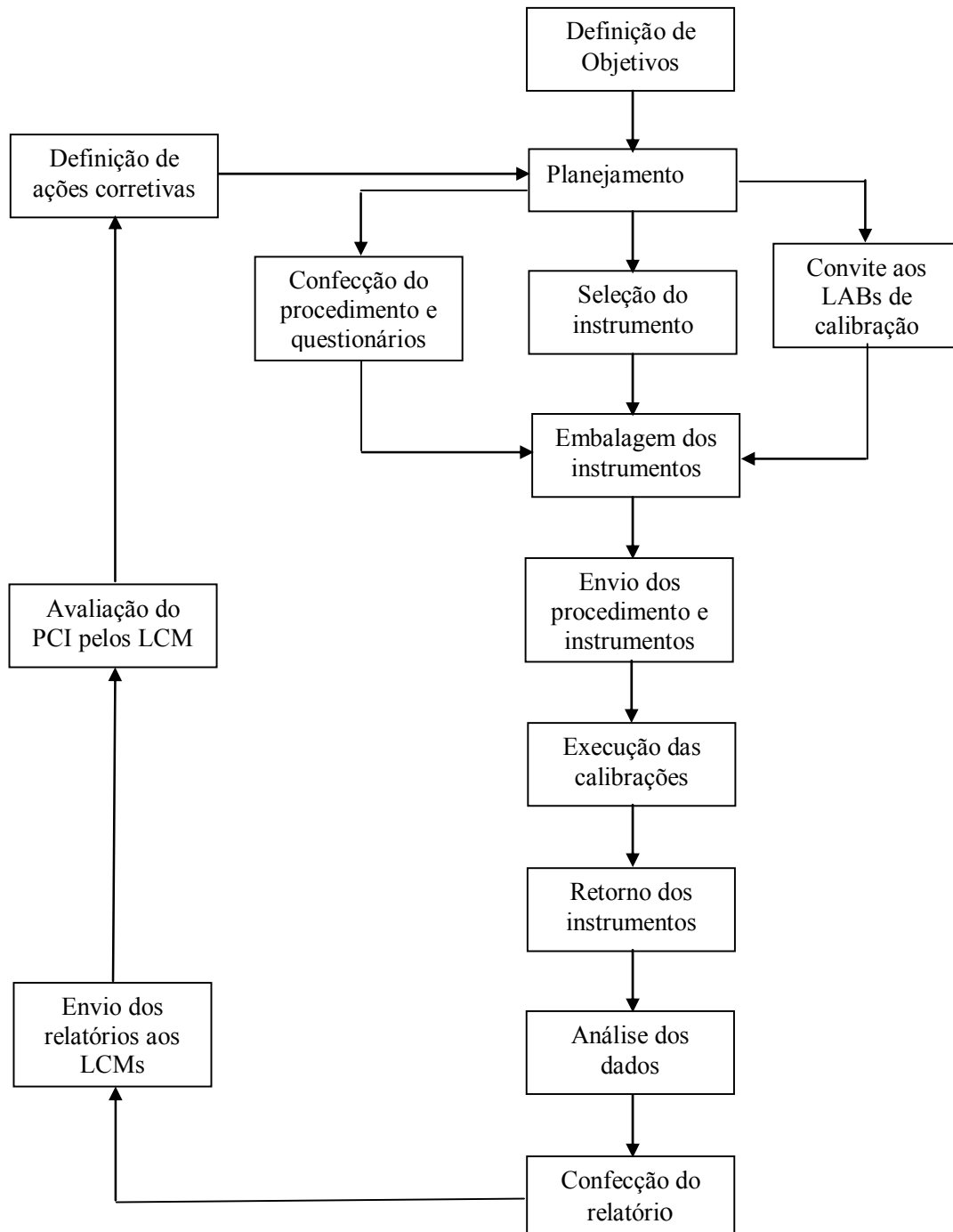


Figura 9:Desenvolvimento do PCI

Nestes contatos, procurou-se explicar os objetivos do PCI, além de garantir o sigilo quanto às informações.

Após receber as fichas de participação do programa de comparação interlaboratorial, devidamente preenchidas pelos participantes convidados, foram enviados, a partir de maio de maio de 2008, todos os documentos referentes ao PCI, a saber:

- Procedimento do PCI (ver item 5.9 e Anexo 2);
- Formulário para calibração (Anexo 4);
- Ficha de controle de recebimento do instrumento (Anexo 5);
- Ficha de controle de expedição do instrumento (Anexo 6).

5.7 Escolha dos Participantes do Programa de Comparação Interlaboratorial

De acordo com objetivo deste trabalho de dissertação, para a análise do desempenho dos laboratórios de calibração de massa, do Comando da Aeronáutica - COMAER, a necessidade de convidar alguns LCM's de empresas e instituições de Ensino, com características semelhantes.

Este procedimento teve por finalidade facilitar o estudo, no intuito de avaliar como estão os LCM do COMAER.

Após os laboratórios, responderem ao convite feito, durante o mês de março, através de contatos diretos e por carta (Anexo 7), fez-se o envio das fichas de inscrições pelos laboratórios convidados ao IFI/CMA, a partir de onde se faz a coordenação do programa.

A escolha das empresas e instituições teve como ponto de partida a sua acreditação pela Rede Brasileira de Calibração (RBC) do INMETRO (2008) e laboratórios pertencentes ao COMAER.

As empresas e instituições convidadas e que prontamente responderam afirmativamente foram 04 (quatro), cujos nomes serão mantidos em sigilo de acordo com o compromisso assumido junto as mesmas, sendo indicadas por números/códigos.

Os LCM participantes deste trabalho, como indicadas na Figura 8, estão distribuídos nos seguintes estados: Paraná, São Paulo, Rio de Janeiro, Minas Gerais, Goiás e Pernambuco. Na Figura 10 observa-se melhor a distribuição dos LCM participantes de acordo com sua localização estadual

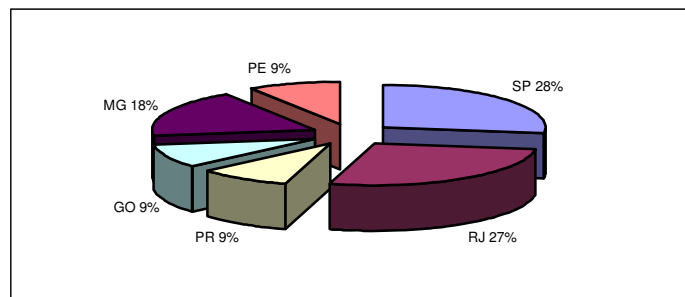


Figura 10 – Percentual dos LCM distribuídos segundo os estados

5.8 Escolha das Massas Padrão

A credibilidade do PCI depende entre outros aspectos dos cuidados especiais, principalmente no que refere a escolha das massas padrão a serem utilizadas. Foi levado em conta o tamanho, formato para o manuseio, peso para o transporte e a amplitude da faixa coberta ser significativamente mais crítica.

5.9 Procedimento Adotado para PCI

Baseado na experiência ao longo dos anos da Divisão de Confiabilidade Metrológica – CMA, na realização de PCI semelhantes e em vista dos objetivos a serem alcançados, foi elaborado um procedimento de comparação interlaboratorial visando a uniformização das diversas etapas (Anexo 2), onde foram feitas algumas recomendações aos LCM participantes, tais como:

- Recomenda-se que os participantes utilizem seu próprio procedimento de rotina para realizar as calibrações, porém, um guia para avaliação de incerteza de medição (Anexo 9), que alternativamente poderá ser utilizado. Neste caso, as planilhas do Anexo 3 e Anexo 4, deverão ser preenchidas e enviadas a CMA;

- O laboratório ao receber o padrão circulante deverá, no prazo de três dias úteis, enviar ao órgão coordenador (via fax: 0XX12 - 3941-4722) o formulário do Anexo 8, com toda a informação solicitada;
- Os laboratórios deverão enviar os resultados utilizando a tabela dos Anexos 3 e 4, e informar o ciclo de pesagem utilizado [ABBA, ABA, etc.] (OIML-R111, 2004) com a descrição detalhada das componentes de incerteza consideradas;
- Deverão responder à solicitação de participação no presente “Programa de Comparação Interlaboratorial – Grandeza Física Massa”
- A ficha de controle de recebimento do instrumento (Anexo 5), esta deverá ser preenchida na chegada do instrumento no laboratório e enviada imediatamente ao Órgão Central;
- A ficha de controle de expedição (Anexo 6), deverá ser preenchida no momento do envio do instrumento.

5.10 Tratamento dos dados

Após a realização das calibrações das massas, no período de março de 2008 à julho de 2009, e o envio dos relatórios por parte dos LCM, para a equipe organizadora fez uma primeira análise dos resultados.

Após feita esta primeira análise, os resultados são processados para que se possa confeccionar os gráficos de controle para análise. Com estas informações, foi elaborado um relatório final, constando as avaliações dos LCM (Ver item 6.1) que foi remetido aos laboratórios participantes.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção será avaliado o desempenho dos laboratórios a partir das análises do erro normalizado e dos resultados a partir de gráficos juntamente com suas incertezas.

6.1 Resultado das Calibrações Enviadas pelos LCM

Com o envio do formulário de calibração de massa (absoluta) (Anexos 3 e 4), foi possível verificar as principais informações técnicas e resultados das calibrações de cada participante. A partir destes dados foi possível avaliar o desempenho dos laboratórios a partir de uma análise do erro normalizado (EAL-P7, 1996; INMETRO,2002), em que a compatibilidade de um participante com relação ao valor de referência é verificada quando o erro normalizado, E_n , possui valor absoluto menor do que a unidade.

$$E_n = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}, \quad (4)$$

Onde:

- X_{lab} é o valor médio obtido pelo laboratório participante (para o carregamento e descarregamento, separadamente em cada ponto de medição);
- X_{ref} é o valor de referência (no caso o valor médio fornecido pelo INMETRO, também para cada massa); e
- U_{lab} e U_{ref} são respectivamente as incertezas expandidas do laboratório participante e o de referência.

Com o intuito de se verificar a estabilidade dos padrões circulante ao longo da comparação interlaboratorial, foram realizadas, além da calibração inicial, duas calibrações,

uma no meio e outra ao término do período de medição, pelo laboratório de referência. A análise da estabilidade do padrão, por uma questão de conveniência, foi feita com os valores de massa convencional. Ressalta-se, todavia, que esta análise estende-se para a massa absoluta, ou seja, se o padrão manteve-se estável ao se analisar os valores de massa convencional, ele também se manteria estável, caso a análise fosse feita em termos de massa absoluta. Os resultados são apresentados na Tabela 1, e, na forma gráfica, na Figura 11.

Tabela 1 - Médias, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência (k) das medições efetuadas pelo laboratório de referência para verificação da estabilidade do padrão circulante. Os resultados abaixo referem-se aos valores de massa convencional.

| Maio 2008 | | | | |
|---------------|--------------------------|-------------|--------|------|
| Valor Nominal | Resultado da medição (g) | Desvio (mg) | U (mg) | k |
| 500 mg | 0,500003 | 0,003 | 0,025 | 2,00 |
| 100 g | 100,00000 | 0,00 | 0,16 | 2,00 |
| 1 kg | 1000,00147 | 1,47 | 0,50 | 2,00 |
| Março/2009 | | | | |
| Valor Nominal | Resultado da medição (g) | Desvio (mg) | U (mg) | k |
| 500 mg | 0,500004 | 0,004 | 0,025 | 2,00 |
| 100 g | 99,99998 | -0,02 | 0,16 | 2,00 |
| 1 kg | 1000,00161 | 1,61 | 0,50 | 2,00 |
| Julho/2009 | | | | |
| Valor Nominal | Resultado da medição (g) | Desvio (mg) | U (mg) | k |
| 500 mg | 0,500001 | 0,001 | 0,025 | 2,00 |
| 100 g | 99,99996 | -0,04 | 0,16 | 2,00 |
| 1 kg | 1000,00160 | 1,60 | 0,50 | 2,00 |

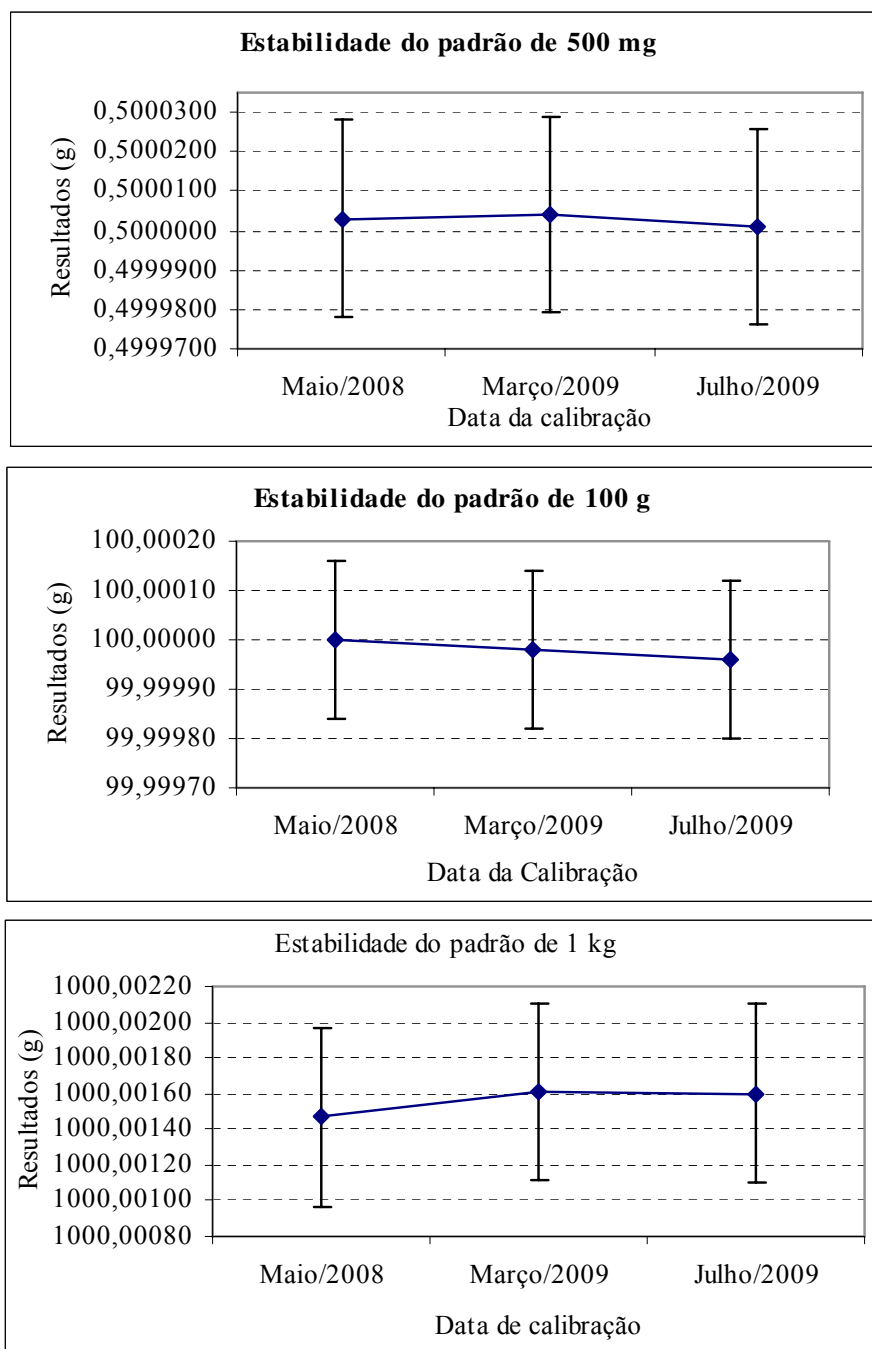


Figura 11 – Gráficos dos resultados das calibrações realizadas pelo laboratório de referência, para verificar a estabilidade dos padrões circulantes de 500 mg, 100 g e 1 kg, respectivamente.

Para se avaliar a estabilidade dos padrões circulante, utilizou-se os erros normalizados entre a primeira e a segunda medição (1-2), entre a primeira e terceira (1-3) e entre a segunda e terceira (2-3), para cada uma das massas. Os En obtidos são apresentados na Tabela 2 e mostram que todos são menores do que 1, de onde conclui-se que os padrões permaneceram

estáveis ao longo do período de medição, e que os resultados obtidos pelos laboratórios são passíveis de comparação.

Tabela 2 – Erros normalizados entre as medições para verificação da estabilidade do padrão circulante.

| Massa | En (1-2) | En (1-3) | En (2-3) |
|--------|----------|----------|----------|
| 500 mg | -0,028 | 0,057 | 0,085 |
| 100 g | 0,088 | 0,177 | 0,088 |
| 1 kg | -0,198 | -0,184 | 0,014 |

Foram solicitados a cada laboratório, para cada uma das massas, os seguintes dados: os valores obtidos na calibração, a média dos resultados de cada massas, o desvio, o desvio padrão, o desvio padrão da média, a incerteza de medição e o fator de abrangência para um nível de confiança de aproximadamente 95%. Os principais resultados das calibrações (desvio, incerteza de medição, e fator de abrangência) são apresentados textualmente na tabela a seguir e em forma gráficas nas figuras 12 a 14:

Tabela 3 - Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 500 mg.

| 500 mg | | | |
|-----------------------|-------------|-----------------|---------------|
| Código do Laboratório | Desvio (mg) | Incertezas (mg) | k |
| 1 | -0,002 | 0,025 | 2,00 |
| 2 | -0,0069 | 0,0119 | 2,00 |
| 3 | 0 | 773,5500004 | 1,96 |
| 4 | 0,0 | 2,820 | 2,00 |
| 5 | 0,00 | 11 | 2,00 |
| 6 | -0,0704 | 1,049 | 2,00 |
| 7 | 0,03820187 | 1,0009971 | 2,00 |
| 8 | 0,004 | 0,009 | 2,00 |
| 9 | -0,012 | 0,090 | Não Declarado |
| 10 | -0,018 | 0,019 | 2,00 |
| 11 | 0,005 | 0,007 | 2,00 |

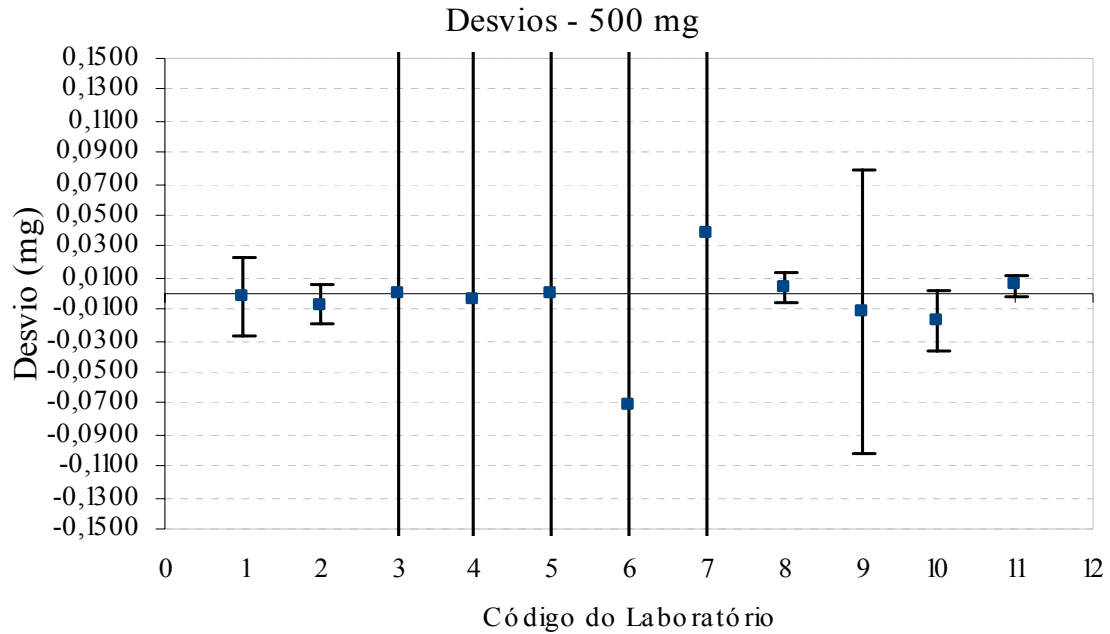


Figura 12 – Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 500 mg.

Tabela 4 – Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 100 g.

| 100 g | | | |
|-----------------------|-------------|-----------------|---------------|
| Código do Laboratório | Desvio (mg) | Incertezas (mg) | k |
| 1 | -0,04 | 0,16 | 2,00 |
| 2 | -0,001 | 0,139 | 2,00 |
| 3 | 100 | 773,5500004 | 1,96 |
| 4 | 0,325 | 2,89 | 2,00 |
| 5 | 0,00 | 11 | 2,00 |
| 6 | 1,0122 | 1,072 | 2,00 |
| 7 | -5,19998 | 9,9276 | 2,80 |
| 8 | 0,00 | 0,10 | 2,00 |
| 9 | -0,014 | 0,061 | Não Declarado |
| 10 | 0,08 | 0,27 | 2,00 |
| 11 | 0,192 | 0,370 | 2,00 |

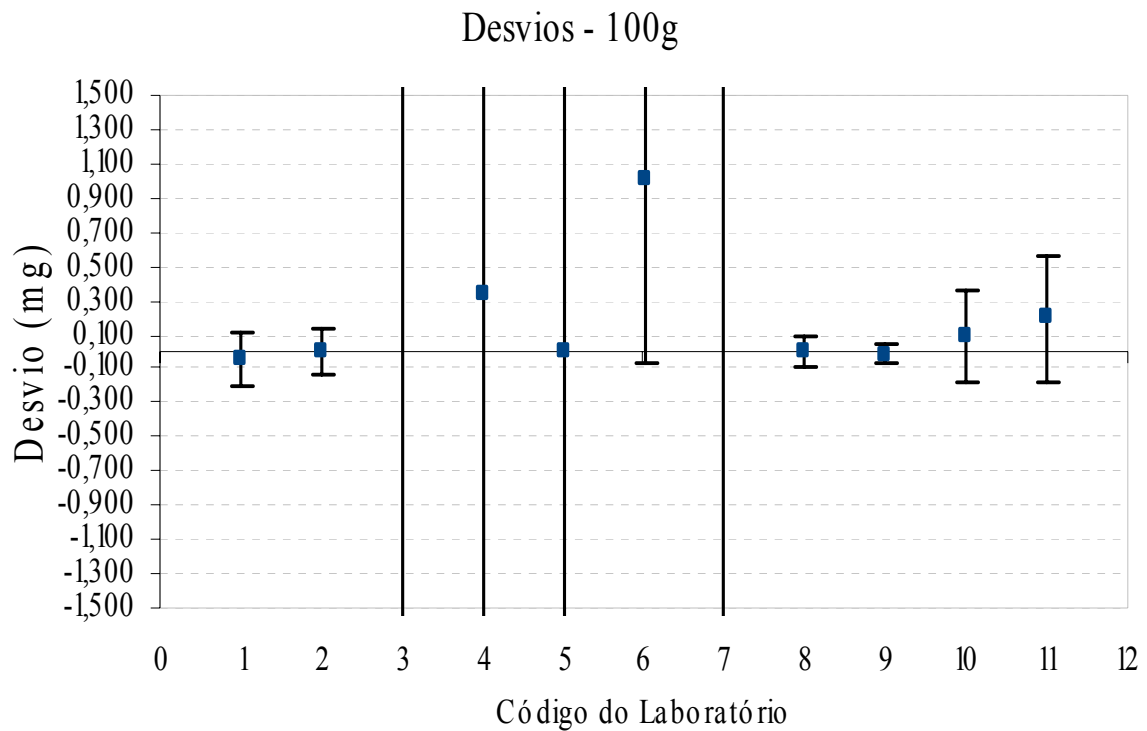


Figura 13– Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 100 g.

Tabela 5 – Desvios, incertezas de medição (U) e fatores de abrangência das medições para massa de 1 kg.

| 1 kg | | | |
|-----------------------|-------------|-----------------|---------------|
| Código do Laboratório | Desvio (mg) | Incertezas (mg) | k |
| 1 | 1,60 | 0,50 | 2,00 |
| 2 | 1,489 | 1,364 | 2,00 |
| 3 | 400 | 773,5500004 | 1,96 |
| 4 | 0,9171 | 70 | 2,00 |
| 5 | 0 | 140 | 2,00 |
| 6 | 33,5254 | 111,473 | 2,00 |
| 7 | 119,29 | 192,1 | 2,00 |
| 8 | 1,5 | 0,5 | 2,00 |
| 9 | 1,2 | 0,59 | Não Declarado |
| 10 | 0,9 | 0,5 | 2,00 |
| 11 | 0,567 | 4,467 | 2,00 |

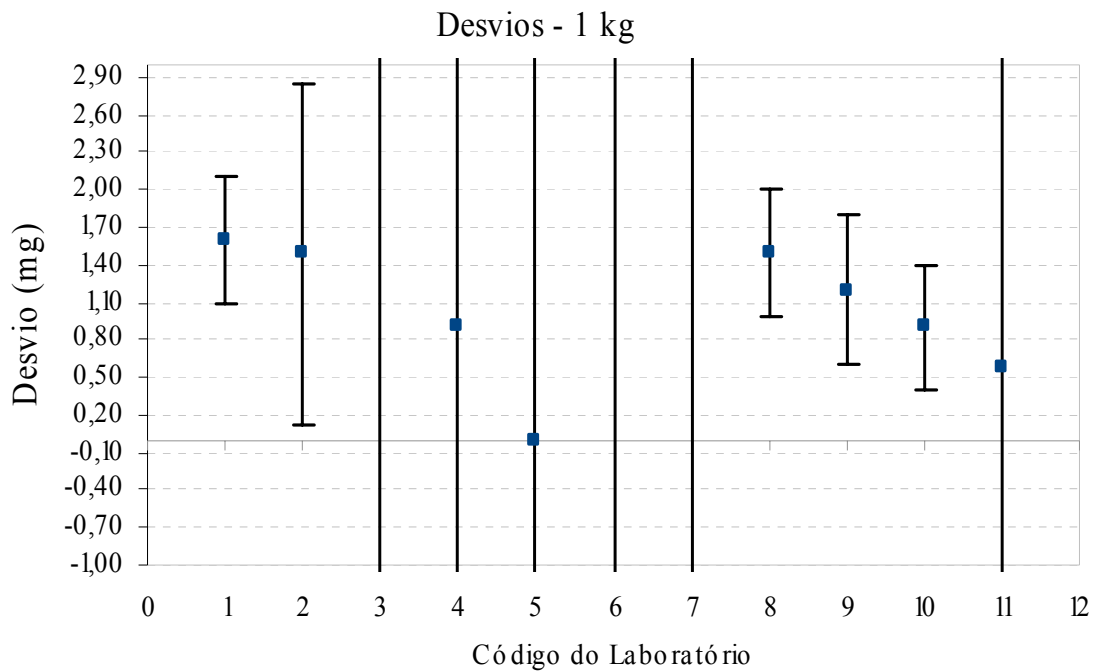


Figura 14 – Resultados das calibrações com as barras de incertezas de medições para massa de 1 kg.

Com o intuito de verificar se os resultados apresentados pelos laboratórios são compatíveis com os resultados do laboratório de referência, foi empregado o Erro Normalizado (E_n), como verificado na tabela abaixo.

Tabela 6 – Erros normalizados dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massas de 500 mg, 100 g e 1 kg.

| Código do Laboratório | E_n (500 mg) | E_n (100 g) | E_n (1 kg) |
|-----------------------|----------------|---------------|--------------|
| 2 | -0,18 | 0,18 | -0,08 |
| 3 | 0,00 | 0,13 | 0,52 |
| 4 | -0,02 | 0,13 | -0,01 |
| 5 | 0,00 | 0,00 | -0,01 |
| 6 | -0,07 | 0,97 | 0,29 |
| 7 | 0,04 | -0,52 | 0,61 |
| 8 | 0,23 | 0,21 | -0,14 |
| 9 | -0,11 | 0,15 | -0,52 |
| 10 | -0,51 | 0,38 | -0,99 |
| 11 | 0,27 | 0,58 | -0,23 |

Para comparar os resultados entre os participantes foi avaliada a matriz de erro normalizado em que o elemento ij é dado por:

$$En_{ij} = \frac{X_i - X_j}{\sqrt{U_i^2 + U_j^2}}, \quad (5)$$

em que X_i e X_j são os resultados dos laboratórios de código i e j , com incertezas U_i e U_j , respectivamente.

Tabela 7 – Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 500 mg.

| laboratório ⇒ ⇓ | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|--------------------|-------|------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| 2 | - | 0,00 | -0,01 | 0,00 | -0,06 | 0,05 | 0,73 | -0,06 | -0,50 | 0,86 |
| 3 | 0,00 | - | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 4 | 0,01 | 0,00 | - | -0,01 | -0,01 | 0,03 | 0,02 | 0,01 | 0,01 | 0,02 |
| 5 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | - | -0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 6 | 0,06 | 0,00 | 0,01 | 0,01 | - | 0,07 | 0,07 | 0,06 | 0,05 | 0,07 |
| 7 | -0,05 | 0,00 | -0,03 | 0,00 | -0,07 | - | -0,03 | -0,05 | -0,06 | -0,03 |
| 8 | -0,73 | 0,00 | -0,02 | 0,00 | -0,07 | 0,03 | - | -0,18 | -1,05 | 0,09 |
| 9 | 0,06 | 0,00 | -0,01 | 0,00 | -0,06 | 0,05 | 0,18 | - | -0,07 | 0,19 |
| 10 | 0,50 | 0,00 | -0,01 | 0,00 | -0,05 | 0,06 | 1,05 | 0,07 | - | 1,14 |
| 11 | -0,86 | 0,00 | -0,02 | 0,00 | -0,07 | 0,03 | -0,09 | -0,19 | -1,14 | - |

Tabela 8 – Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 100 g.

| laboratório ⇒ ⇓ | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|--------------------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 2 | - | 0,13 | 0,11 | 0,00 | 0,94 | -0,52 | 0,01 | -0,09 | 0,27 | 0,49 |
| 3 | -0,13 | - | -0,13 | -0,13 | -0,13 | -0,14 | -0,13 | -0,13 | -0,13 | -0,13 |
| 4 | -0,11 | 0,13 | - | -0,03 | 0,22 | -0,53 | -0,11 | -0,12 | -0,08 | -0,05 |
| 5 | 0,00 | 0,13 | 0,03 | - | 0,09 | -0,35 | 0,00 | 0,00 | 0,01 | 0,02 |
| 6 | -0,94 | 0,13 | -0,22 | -0,09 | - | -0,62 | -0,94 | -0,96 | -0,84 | -0,72 |
| 7 | 0,52 | 0,14 | 0,53 | 0,35 | 0,62 | - | 0,52 | 0,52 | 0,53 | 0,54 |
| 8 | -0,01 | 0,13 | 0,11 | 0,00 | 0,94 | -0,52 | - | -0,12 | 0,28 | 0,50 |
| 9 | 0,09 | 0,13 | 0,12 | 0,00 | 0,96 | -0,52 | 0,12 | - | 0,34 | 0,55 |
| 10 | -0,27 | 0,13 | 0,08 | -0,01 | 0,84 | -0,53 | -0,28 | -0,34 | - | 0,24 |
| 11 | -0,49 | 0,13 | 0,05 | -0,02 | 0,72 | -0,54 | -0,50 | -0,55 | -0,24 | - |

Tabela 9 – Matriz de erros normalizados entre os participantes para massa de 1 kg.

| <i>laboratório</i> ⇒ ⇓ | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|---------------------------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 2 | - | 0,52 | -0,01 | -0,01 | 0,29 | 0,61 | 0,01 | -0,19 | -0,41 | -0,20 |
| 3 | -0,52 | - | -0,51 | -0,51 | -0,47 | -0,35 | -0,52 | -0,52 | -0,52 | -0,52 |
| 4 | 0,01 | 0,51 | - | -0,01 | 0,25 | 0,58 | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,00 |
| 5 | 0,01 | 0,51 | 0,01 | - | 0,19 | 0,50 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,00 |
| 6 | -0,29 | 0,47 | -0,25 | -0,19 | - | 0,39 | -0,29 | -0,29 | -0,29 | -0,30 |
| 7 | -0,61 | 0,35 | -0,58 | -0,50 | -0,39 | - | -0,61 | -0,61 | -0,62 | -0,62 |
| 8 | -0,01 | 0,52 | -0,01 | -0,01 | 0,29 | 0,61 | - | -0,39 | -0,85 | -0,21 |
| 9 | 0,19 | 0,52 | 0,00 | -0,01 | 0,29 | 0,61 | 0,39 | - | -0,39 | -0,14 |
| 10 | 0,41 | 0,52 | 0,00 | -0,01 | 0,29 | 0,62 | 0,85 | 0,39 | - | -0,07 |
| 11 | 0,20 | 0,52 | 0,00 | 0,00 | 0,30 | 0,62 | 0,21 | 0,14 | 0,07 | - |

6.2 Discussão dos Resultados dos LCM

Foi encontrado um erro em uma das equações do Procedimento PPCI-01/2008, a saber (Equação 22), página 15, em que o valor 0,20582 deveria ser 0,020582. Todos os laboratórios participantes da comparação interlaboratorial foram avisados e tiveram a oportunidade de corrigir os resultados, se pertinente. Foi observado ainda que alguns laboratórios enviaram inicialmente os dados em massa convencional, em desacordo com o previsto no procedimento da comparação interlaboratorial. Todavia, estes resultados foram corrigidos antes da realização da análise dos dados.

Assim sendo, observa-se que os valores de erro normalizado apresentados na Tabela 2 indicam que as calibrações realizadas pelo laboratório de referência são compatíveis entre si, indicando que os padrões circulantes permaneceram estáveis durante o período de medições da comparação interlaboratorial. Esta afirmação é corroborada pelos gráficos apresentados na Figura 9, em que, para cada massa, verifica-se que o resultado de uma das três calibrações efetuadas pelo laboratório de referência encontra-se dentro das barras de incerteza das outras duas.

As incertezas apresentadas pelos laboratórios 3, 4, 5, 6 e 7, para todos os padrões circulantes, são significativamente superiores às dos demais participantes. A análise dos memoriais de cálculos indica que esta discrepância ocorreu em virtude das incertezas das balanças. Os resultados destes laboratórios serão alvos de uma investigação mais criteriosa e individualizados, a fim de se averiguar se existem ainda outras razões que contribuam para tamanhas incertezas.

6.2.1 Análise da calibração da massa de 500 mg

Tabela 10 – Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 500 mg

| Código do Laboratório | En (500 mg) |
|-----------------------|-------------|
| 2 | -0,18 |
| 3 | 0,00 |
| 4 | -0,02 |
| 5 | 0,00 |
| 6 | -0,07 |
| 7 | 0,04 |
| 8 | 0,23 |
| 9 | -0,11 |
| 10 | -0,51 |
| 11 | 0,27 |

Na Tabela 3 verifica-se que os laboratórios 3, 6 e 7 apresentam algarismos significativos excessivos. O laboratório 9 não declarou o valor do fator de abrangência (k), mas informou que o nível de confiança é de 95%. Já o laboratório 3 declarou uma incerteza excessiva, mesmo comparada com os laboratórios 4, 5, 6 e 7, sendo esta maior que o valor da massa. Observou-se, ainda no memorial de cálculo do laboratório 3, que a incerteza combinada é a mesma da incerteza expandida, não sendo conclusivo se a incerteza apresentada é a expandida ou a combinada. A análise do memorial de cálculo indicou que a maior componente de

incerteza é devido à balança utilizada por este laboratório. Este é um indício de que este instrumento não é adequado para calibração desta massa.

Atente-se para o fato de que os laboratórios 2, 8 e 11, apresentam incertezas significativamente menores do que a da referência (incertezas menores do que a metade da incerteza do laboratório 1).

Os dados da Tabela 10 indicam que, pelo critério de erro normalizado, todos os laboratórios possuem resultados compatíveis com a referência.

Na Tabela 7 é apresentada a matriz de erros normalizados entre os participantes, onde se verifica que, apesar de todos os laboratórios serem compatíveis com o de referência, os resultados dos laboratórios 8 e 11 não são compatíveis com o resultado do laboratório 10.

6.2.2 Análise da calibração da massa de 100 g

Tabela 11 – Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 100 g

| Código do Laboratório | En (100 g) |
|-----------------------|------------|
| 2 | 0,18 |
| 3 | 0,13 |
| 4 | 0,13 |
| 5 | 0,00 |
| 6 | 0,97 |
| 7 | -0,52 |
| 8 | 0,21 |
| 9 | 0,15 |
| 10 | 0,38 |
| 11 | 0,58 |

Na Tabela 4 verifica-se que os laboratórios 3, 6 e 7 apresentam algarismos significativos excessivos. Como no caso anterior, o laboratório 9 não declarou o valor do fator de abrangência (k), mas informou que o nível de confiança é de 95%. Já o laboratório 3 declarou

uma incerteza excessiva, comparada aos demais. Novamente constata-se que a principal componente de incerteza provém da balança.

Observa-se o fato do laboratório 9 apresentar incerteza significativamente menor do que aquela da referência (incertezas menores do que a metade da incerteza do laboratório de 1), enquanto o laboratório 8 apresenta uma incerteza de cerca de 60% daquela apresentada pelo laboratório 1. Observou-se, no memorial de cálculo do laboratório 3, que a incerteza combinada é a mesma da incerteza expandida, não sendo conclusivo se a incerteza apresentada é a expandida ou a combinada.

Os dados da Tabela 11 indicam que, pelo critério de erro normalizado, todos os laboratórios possuem resultados compatíveis com a referência. Vale lembrar que o laboratório 6 está bem próximo do limite de compatibilidade do erro normalizado.

Na Tabela 8 é apresentada a matriz de erros normalizados entre os participantes, onde se verifica que todos os resultados são compatíveis entre si.

6.2.3 Análise da calibração da massa de 1 kg

Tabela 12 – Erro normalizado dos laboratórios participantes com o laboratório de referência para massa de 1 Kg

| Código do Laboratório | En (100 g) |
|-----------------------|------------|
| 2 | 0,18 |
| 3 | 0,13 |
| 4 | 0,13 |
| 5 | 0,00 |
| 6 | 0,97 |
| 7 | -0,52 |
| 8 | 0,21 |
| 9 | 0,15 |
| 10 | 0,38 |
| 11 | 0,58 |

Na Tabela 5 constata-se que os laboratórios 2, 3, 6, 7 e 11 apresentam Algarismos Significativos Excessivos. Como nos casos anteriores, o laboratório 9 não declarou o valor do fator de abrangência (k), mas informou que o nível de confiança é de 95%. Já o laboratório 3 declarou uma incerteza excessiva, comparada aos demais. Novamente constata-se que a principal componente de incerteza provém da balança.

Observou-se, no memorial de cálculo do laboratório 3, que a incerteza combinada é a mesma da incerteza expandida, não sendo conclusivo se a incerteza apresentada é a expandida ou a combinada.

Os dados da Tabela 12 indicam que, pelo critério de erro normalizado, todos os laboratórios possuem resultados compatíveis com a referência. Vale lembrar que o laboratório 10 está bem próximo do limite de compatibilidade do erro normalizado.

Na Tabela 9 é apresentada a matriz de erros normalizados entre os participantes, onde se verifica que todos os resultados são compatíveis entre si.

6.3 Avaliação dos Resultados da Calibrações Enviadas pela FAB

6.3.1 Análise de Dispersão dos Laboratórios da FAB

Em princípio, os Laboratórios Regionais de Calibração dos Parques de Material Aeronáutico (PAMA's) estão no mesmo nível hierárquico metrológico. Desta forma, espera-se que os valores de medição, assim como os de incerteza, não sejam demasiadamente dispersos. Com o intuito de verificar a existência de valores dispersos apresentados pelos laboratórios dos PAMA's, foram aplicados os testes de Cochran e Grubbs. O primeiro verifica a existência de incertezas dispersas; o segundo verifica os valores de resultados dispersos. Estes dois testes foram realizados considerando-se apenas os resultados deste grupo de laboratórios.

6.3.1.1 Teste de Cochran

No teste de Cochran, dado um conjunto de p laboratórios, com incertezas padrão combinadas u_i ($i=1, 2, \dots, p$), todas computadas com o mesmo número de repetições n , o valor de Cochran é dado por:

$$C_{\text{calculado}} = \frac{u_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^p u_i^2}, \quad (6)$$

onde u_i é incerteza padrão combinada do i -ésimo laboratório e u_{max} é o maior valor encontrado de incerteza dentre os p laboratórios analisados. O valor $C_{\text{calculado}}$ é comparado com valores tabelados (C_{TAB} para níveis de significância de 1% e 5%) da Tabela 10.

Tabela 13 – Valores críticos do teste de Cochran, para níveis de significância de 1% e 5%, para p laboratórios e um número n de medições.

| p | $n=2$ | | $n=3$ | | $n=4$ | | $n=5$ | |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1% | 5% | 1% | 5% | 1% | 5% | 1% | 5% |
| 2 | - | - | 0,995 | 0,975 | 0,979 | 0,939 | 0,959 | 0,906 |
| 3 | 0,993 | 0,967 | 0,942 | 0,871 | 0,883 | 0,798 | 0,834 | 0,746 |
| 4 | 0,968 | 0,906 | 0,864 | 0,768 | 0,781 | 0,684 | 0,721 | 0,629 |
| 5 | 0,928 | 0,841 | 0,788 | 0,684 | 0,696 | 0,598 | 0,633 | 0,544 |
| 6 | 0,883 | 0,781 | 0,722 | 0,616 | 0,626 | 0,532 | 0,564 | 0,480 |
| 7 | 0,838 | 0,727 | 0,664 | 0,561 | 0,568 | 0,480 | 0,508 | 0,431 |
| 8 | 0,794 | 0,680 | 0,615 | 0,516 | 0,521 | 0,438 | 0,463 | 0,391 |
| 9 | 0,754 | 0,638 | 0,573 | 0,478 | 0,481 | 0,403 | 0,425 | 0,358 |
| 10 | 0,716 | 0,602 | 0,536 | 0,445 | 0,447 | 0,373 | 0,393 | 0,331 |

A classificação das incertezas neste teste é:

- se $C_{\text{calculado}} < C_{TAB 5\%}$ então a incerteza é não dispersa;
- se $C_{TAB 1\%} > C_{\text{calculado}} > C_{TAB 5\%}$ então a incerteza é suspeita;
- se $C_{\text{calculado}} > C_{TAB 1\%}$ então a incerteza é dispersa.

Caso o valor máximo seja disperso, ele deve ser descartado do conjunto e o teste deve ser realizado novamente com os $p-1$ laboratórios restantes, para verificar a existência de outra

incerteza dispersa. Esta operação deve ser efetuada até que não se encontre mais incertezas dispersas. A tabela 11 apresenta os valores dos desvios padrão dos laboratórios da FAB.

Note-se que o teste de Cochran é um teste unilateral, no sentido de que ele avalia a dispersão apenas dos valores máximo e não analisa a dispersão de valores mínimos.

Tabela 14 – Valores do desvio padrão e do desvio padrão quadrática das massas de 50mg, 100 g e 1 kg

| Laboratório | n | 500 mg | | 100 g | | 1 kg | |
|-------------|---|----------|-------------|----------|-------------|----------|-------------|
| | | u_i | $(u_i)^2$ | u_i | $(u_i)^2$ | u_i | $(u_i)^2$ |
| 3 | 5 | 394,6684 | 155763,1203 | 394,6684 | 155763,1203 | 394,6684 | 155763,1203 |
| 4 | 5 | 1,4100 | 1,9881 | 1,4450 | 2,0880 | 35,0000 | 1225,0000 |
| 5 | 5 | 5,5000 | 30,2500 | 5,5000 | 30,2500 | 70,0000 | 4900,0000 |
| 6 | 5 | 0,5245 | 0,2751 | 0,5360 | 0,2873 | 55,7365 | 3106,5574 |
| 7 | 5 | 0,5005 | 0,2505 | 3,5456 | 12,5711 | 96,0500 | 9225,6025 |

6.3.1.1.1 Para massa de 500 mg

Laboratório 3

Passo 1 - Calcular a soma dos desvios padrão

$$\sum u_i^2 = 155763,1203 + 1,9881 + 30,2500 + 0,2751 + 0,2505$$

$$\sum u_i^2 = 155795,8840$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{\text{calculado}} = \frac{u_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^p u_i^2}$$

$$C_{\text{calculado}} = \frac{155763,1203}{155795,8840}$$

$$C_{\text{calculado}} = 0,9998$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=5$ e $n=5$

$$C_{\text{TAB } 5\%} = 0,544 \text{ e } C_{\text{TAB } 1\%} = 0,633$$

Conclusão: O valor do $C_{\text{calc}} > C_{\text{TAB } 1\%}$ o laboratório 3 é disperso.

Como o valor do laboratório 3 é disperso, deve-se fazer uma nova verificação para o próximo valor.

Laboratório 5

Passo 1 - Calcular a soma dos desvio padrão

$$\sum u_i^2 = 1,9881 + 30,2500 + 0,2751 + 0,2505$$

$$\sum u_i^2 = 32,7637$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{\text{calculado}} = \frac{u_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^p u_i^2}$$

$$C_{\text{calculado}} = \frac{30,2500}{32,7637}$$

$$C_{\text{calculado}} = 0,9233$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=4$ e $n=5$

$C_{\text{TAB } 5\%} = 0,629$ e $C_{\text{TAB } 1\%} = 0,721$

Conclusão: O valor do $C_{\text{calc}} > C_{\text{TAB } 1\%}$ o laboratório 5 é disperso

O valor do laboratório 5 também deu disperso, faz-se uma nova verificação com o próximo valor.

Laboratório 4

Passo 1 - Calcular a soma dos desvio padrão

$$\sum u_i^2 = 1,9881 + 0,2751 + 0,2505$$

$$\sum u_i^2 = 2,5137$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{\text{calculado}} = \frac{u_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^p u_i^2}$$

$$C_{\text{calculado}} = \frac{0,27551}{2,5137}$$

$$C_{\text{calculado}} = 0,7909$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=3$ e $n=5$

$C_{\text{TAB } 5\%} = 0,746$ e $C_{\text{TAB } 1\%} = 0,834$

Conclusão: O valor do $C_{\text{calc}} > C_{\text{TAB } 1\%}$ o laboratório 4 é suspeito

Existe portanto, um valor, no laboratório 4 considerado suspeito, porém não existem valores disperso.

Para prosseguir, o valor suspeito permanece, apesar de poder diferir significativamente de outros valores no conjunto.

Concluí-se que não existe homogeneidade nas incertezas dos laboratórios na calibração de massa de 500 mg, afirmação está corroborada pelo fato de 60% dos laboratórios do mesmo nível metrológico estarem fora da condição de não dispersos.

6.3.1.1.2 Para massa de 100 g

Laboratório 3

Passo 1 - Calcular a soma do desvio padrão

$$\sum u_i^2 = 1550808,3167$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{\text{calculado}} = 0,999709923$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p = 5$ e $n = 5$

$$C_{TAB\ 5\%} = 0,544 \text{ e } C_{TAB\ 1\%} = 0,633$$

Conclusão: O valor do $C_{calc} > C_{TAB\ 1\%}$ o laboratório 3 é disperso

Como o valor do laboratório 3 é disperso, deve-se fazer uma nova verificação para o próximo valor.

Laboratório 5

Passo 1 - Calcular a soma dos desvios padrão

$$\sum u_i^2 = 45,1964$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{calculado} = 0,669301128$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=4$ e $n=5$

$$C_{TAB\ 5\%} = 0,629 \text{ e } C_{TAB\ 1\%} = 0,721$$

Conclusão: O valor do $C_{calc} > C_{TAB\ 1\%}$ o laboratório 5 é suspeito.

Concluimos que a homogeneidade das incertezas combinadas não reflete a esperada para laboratórios de mesmo nível metrológico, uma vez que 40% dos valores estão fora da condição de não disperso.

6.3.1.1.3 Para a massa de 1 kg

Laboratório 3

Passo 1 - Calcular a soma do desvio padrão

$$\sum u_i^2 = 174220,28803$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{calculado} = 0,894058488$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=5$ e $n=5$

$$C_{\text{TAB } 5\%} = 0,544 \text{ e } C_{\text{TAB } 1\%} = 0,633$$

Conclusão: O valor do $C_{\text{calc}} > C_{\text{TAB } 1\%}$ o laboratório 3 é disperso

Como o valor do laboratório 3 é disperso, deve-se fazer uma nova verificação para o próximo valor.

Laboratório 7

Passo 1 - Calcular a soma do desvio padrão

$$\sum u_i^2 = 18457,1599$$

Passo 2 - Relacionar o maior valor encontrado de incerteza, com a soma

$$C_{\text{calculado}} = 0,499838682$$

Passo 3 - Comparar o valor calculado com o valor tabelado

Na Tabela 10 de Cochran, para $p=4$ e $n=5$

$$C_{\text{TAB } 5\%} = 0,629 \text{ e } C_{\text{TAB } 1\%} = 0,721$$

Conclusão: O valor do $C_{\text{calc}} < C_{\text{TAB } 5\%}$ o laboratório 7 é aceito

Concluí-se que, com exceção do laboratório 3, as incertezas são homogêneas para essa massa.

6.3.1.2 Teste de Grubbs

Dado um conjunto de resultados g_i , para $i=1, 2, \dots, p$, dispostos em ordem crescente, para determinar se um dado valor é disperso, usando-se o teste de Grubbs, devem-se calcular as seguintes estatísticas para o maior e o menor valores:

$$G_p = \frac{(g_p - \bar{g})}{S} \quad G_1 = \frac{(\bar{g} - g_1)}{S}, \quad (7)$$

onde:

$$\bar{g} = \sum_{i=1}^p \frac{g_i}{p}, \quad (8)$$

é a média aritmética do conjunto com todos os valores, e

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g})^2}{p-1}}, \quad (9)$$

é o desvio padrão do conjunto com todos os valores.

Neste teste, estas estatísticas são comparadas a valores críticos com significância de 1% e 5%, conforme Tabela 12. O valor G_l ou G_p é classificado como abaixo:

- se $G_p, G_1 < G_{TAB5\%}$ então o valor é não disperso;
- se $G_{TAB1\%} > G_p, G_1 > G_{TAB5\%}$ então o valor é suspeito;
- se $G_p, G_1 > G_{TAB1\%}$ então o valor é disperso.

Caso um dos dois seja disperso deve-se eliminá-lo do conjunto e refazer o teste com o novo conjunto a fim de verificar a existência de outros valores nesta condição. Se nenhum dos dois valores for considerado disperso, então se deve refazer o teste para análise conjunta dos dois maiores e dos dois menores valores, como mostrado a seguir. Calculam-se as quantidades:

$$G_{p-1,p} = \frac{S_{p-1,p}^2}{S_0^2} \quad G_{1,2} = \frac{S_{1,2}^2}{S_0^2}, \quad (10)$$

onde:

$$S_o^2 = \sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g})^2, \quad (11)$$

é a diferença quadrática no conjunto com todos os dados;

$$S_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (g_i - \bar{g}_{p-1,p})^2, \quad (12)$$

é a diferença quadrática no conjunto, sem os dois maiores valores;

$$\bar{g}_{p-1,p} = \sum_{i=1}^{p-2} \frac{g_i}{(p-2)}, \quad (13)$$

é a média do conjunto, sem os dois maiores valores;

$$S_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (g_i - \bar{g}_{1,2})^2, \quad (14)$$

é a diferença quadrática no conjunto, sem os dois menores valores; e

$$\bar{g}_{1,2} = \sum_{i=3}^p \frac{g_i}{(p-2)}, \quad (15)$$

é a média do conjunto, sem os dois menores valores.

Os valores $G_{p-1,p}$ e $G_{1,2}$ são comparados a valores tabelados G_{TAB} , para níveis de significância de 1% e 5%, da Tabela 12. O critério de dispersão é o mesmo da análise com apenas um valor.

- se $G_{p-1,p}, G_{1,2} > G_{TAB 5\%}$, então o valor é não disperso;
- se $G_{TAB 1\%} < G_{p-1,p}, G_{1,2} < G_{TAB 5\%}$, então o valor é suspeito;
- se $G_{p-1,p}, G_{1,2} < G_{TAB 1\%}$, então o valor é disperso.

Tabela 15: Valores críticos do teste de Grubbs, para níveis de significância de 1% e 5%, para p laboratórios e para análise de um valor e análise conjunta de dois valores.

| p | Um valor | | Dois valores | |
|----|----------|-------|--------------|--------|
| | 1 % | 5 % | 1 % | 5 % |
| 3 | 1,155 | 1,155 | - | - |
| 4 | 1,496 | 1,481 | 0,0000 | 0,0002 |
| 5 | 1,764 | 1,715 | 0,0018 | 0,0090 |
| 6 | 1,973 | 1,887 | 0,0116 | 0,0349 |
| 7 | 2,139 | 2,020 | 0,0308 | 0,0708 |
| 8 | 2,274 | 2,126 | 0,0563 | 0,1101 |
| 9 | 2,387 | 2,215 | 0,0851 | 0,1492 |
| 10 | 2,482 | 2,290 | 0,1150 | 0,1864 |

Onde:

p é o número de laboratórios em um determinado nível.

6.3.1.2.1 Para a massa de 500 mg

Passo 1 – Ordenar os valores do padrão de massa de 500 mg em ordem crescente.

| $g(1)$ | $g(2)$ | $g(3)$ | $g(4)$ | $g(5)$ |
|---------|--------|--------|--------|--------|
| -0,0704 | -0,003 | 0,000 | 0,000 | 0,040 |

Passo 2 – Níveis de significância

Valores tabelados, para 5 laboratórios, testando um valor, têm

$G_{\text{TAB } 5\%} = 1,715$ e $G_{\text{TAB } 1\%} = 1,764$

Passo 3 – Selecionar o menor e o maior valor

Verificar se -0,0704 é disperso

Verificar se 0,040 é disperso

Passo 4 – Calcular a média e o desvio padrão do conjunto de dados

$$\bar{g} = \sum \frac{g_i}{p}$$

$$\bar{g} = -0,0067$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g})^2}{p-1}}$$

$$S = 0,03982$$

Passo 5 – Calcular a estatística para menor valor:

$$G_1 = \frac{(-0,0067 - (-0,0704))}{0,03982} = 1,60026$$

Conclusão: o valor calculado é menor do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%, ele não é considerado nem disperso, nem suspeito, respectivamente.

Para o maior valor:

$$G_p = \frac{(0,040 - (-0,0067))}{0,03982} = 1,17232$$

Conclusão: o valor calculado é menor do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%, ele não é considerado nem disperso, nem suspeito, respectivamente.

Como o menor valor como o maior valor foram aceitos, seguiu-se com o teste de Grubbs, testando agora dois valores em cada extremidade.

Passo 6 – Níveis de significância

Valores tabelados, para 5 laboratórios, testando dois valores, têm,

$$G_{\text{TAB } 5\%} = 0,0090 \text{ e } G_{\text{TAB } 1\%} = 0,0018$$

Passo 7 – Selecionar os dois menores valores e os dois valores,

Verificar se -0,0704 e -0,046 são dispersos

Verificar se 0,000 e 0,040 são dispersos

Passo 8 – Calcular a média do conjunto de dados, sem os dois valores a serem testados

Portanto, sem os dois menores valores teremos:

$$\bar{g}_{1,2} = \sum \frac{g_i}{(p-2)} = 0,013.$$

Passo 9 – Calcular a soma das diferenças quadráticas como mostrado na Tabela 13, dos conjuntos, ou seja, um conjunto com todos os valores e o outro conjunto sem os dois valores a serem testados

Tabela16: Valores da diferença quadráticas

| Laboratório | g_i | $(g_i - \bar{g})$ | $(g_i - \bar{g})^2$ |
|-------------|---------|-------------------|---------------------|
| 3 | 0,0000 | 0,0153 | 0,0002 |
| 4 | -0,046 | -0,0306 | 0,0009 |
| 5 | 0,0000 | 0,0153 | 0,0002 |
| 6 | -0,0704 | -0,0551 | 0,0030 |
| 7 | 0,038 | 0,0535 | 0,0029 |

$$S_o^2 = \sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g})^2 = 0,0062$$

Conjunto sem os dois valores;

$$S_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (g_i - \bar{g}_{1,2})^2 = 0,0010$$

Passo 10 – Calcular o valor de Grubbs

$$G_{1,2} = \frac{S_{1,2}^2}{S_o^2} = 0,15771$$

Conclusão: o valor calculado é maior do que os valores tabelados a 1% e 5%, os dois valores testados não são dispersos, nem suspeitos.

Passo 11 – Calcular a média do conjunto de dados, sem os dois valores a serem testados.

$$\bar{g}_{1,2} = \sum \frac{g_i}{(p-2)} = -0,0245$$

Passo 12 – Calcular a soma das diferenças quadráticas, dos dois conjuntos, ou seja, um conjunto com todos os valores e o outro conjunto sem os dois valores a serem testados.

$$S_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (g_i - \bar{g}_{p-1,p})^2 = 0,0032$$

Passo 13 – Calcular o valor de Grubbs

$$G_{p-1,p} = \frac{S_{p-1,p}^2}{S_0^2} = 0,51184$$

Conclusão: o valor calculado é maior do que os valores tabelados a 1% e 5%, os dois valores testados não são nem dispersos, nem suspeitos.

6.3.1.2.2 Para a massa de 100 g

Passo 1 – Ordenar os valores da massa de 100 g em ordem crescente.

| g(1) | g(2) | g(3) | g(4) | g(5) |
|--------|-------|-------|--------|---------|
| -5,200 | 0,000 | 0,325 | 1,0122 | 100,000 |

Passo 2 – Níveis de significância

Valores tabelados, para 5 laboratórios, testando um valor, têm

$$G_{\text{TAB } 5\%} = 1,715 \text{ e } G_{\text{TAB } 1\%} = 1,764$$

Passo 3 – Selecionar o menor e o maior valor

Verificar se -5,200 é disperso

Verificar se 100,000 é disperso

Passo 4 – Calcular a média e o desvio padrão do conjunto de dados

$$\bar{g} = 19,227 \qquad S = 45,220841$$

Passo 5 – Calcular a estatística:

Para menor valor:

$$G_1 = 0,54018102$$

Conclusão: o valor calculado é menor do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%, ele não é considerado nem disperso, nem suspeito, respectivamente.

Para o maior valor:

$$G_p = 1,7862$$

Conclusão: o valor estatístico calculado é maior do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%; portanto, o resultado, que corresponde ao laboratório 3, é considerado disperso.

6.3.1.2.3 Para a massa de 1 kg

Passo 1 – Ordenar os valores da massa de 1 kg em ordem crescente.

| g(1) | g(2) | g(3) | g(4) | g(5) |
|-------|--------|---------|-------|------|
| 0,000 | 0,9171 | 33,5254 | 119,3 | 400 |

Passo 2 – Níveis de significância

Valores tabelados, para 5 laboratórios, testando um valor, têm-se:

$$G_{\text{TAB } 5\%} = 1,715 \text{ e } G_{\text{TAB } 1\%} = 1,764$$

Passo 3 – Selecionar o menor e o maior valor

Verificar se -0,000 é disperso

Verificar se 400 é disperso

Passo 4 – Calcular a média e o desvio padrão do conjunto de dados

$$\bar{g} = 110,749 \qquad S = 168,84248$$

Passo 5 – Calcular a estatística:

para menor valor:

$$G_1 = 0,65592794$$

Conclusão: o valor calculado é menor do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%, ele não é considerado nem disperso, nem suspeito, respectivamente.

Para o maior valor:

$$G_p = 1,7131$$

Conclusão: o valor calculado é menor do que os valores tabelados, tanto a 1% como a 5%, ele não é considerado nem disperso, nem suspeito, respectivamente.

Como o menor valor como o maior valor foram aceitos, seguiu-se com o teste de Grubbs, testando agora dois valores em cada extremidade.

Passo 6 – Níveis de significância

Valores tabelados, para 5 laboratórios, testando dois valores, têm

$G_{TAB 5\%} = 0,0090$ e $G_{TAB 1\%} = 0,0018$

Passo 7 – Selecionar os dois menores valores e os dois maiores valores,

Verificar se 0,000 e 0,917 são dispersos

Verificar se 119,29 e 400 são dispersos

Passo 8 – Calcular a média do conjunto de dados, sem os dois valores a serem testados

Portanto, sem os dois menores valores tem-se:

$$\bar{g}_{1,2} = \sum \frac{g_i}{(p-2)}$$

$$\bar{g}_{1,2} = \frac{(400 + 33,5254 + 119,29)}{(5-2)}$$

$$\bar{g}_{1,2} = 184,275133$$

Passo 9 – Calcular a soma das diferenças quadráticas, dos conjuntos conforme a Tabela 14, ou seja, um conjunto com todos os valores e o outro conjunto sem os dois valores a serem testados.

Tabela 17: Diferença quadrática dos valores

| Laboratório | g_i | $(g_i - \bar{g})$ | $(g_i - \bar{g})^2$ |
|-------------|----------|-------------------|---------------------|
| 3 | 400,000 | 289,2515 | 83666,4303 |
| 4 | 0,9171 | -119,8314 | 12062,9364 |
| 5 | 0,0000 | -110,7485 | 12265,2303 |
| 6 | 33,5254 | -77,2221 | 5963,4072 |
| 7 | 119,2900 | 8,5415 | 72,9572 |

$$S_o^2 = \sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g})^2 = 114030,961$$

$$S_o^2 = 83666,4303 + 12062,9364 + 12265,2303 + 5963,4072 + 72,9572$$

$$S_o^2 = 114030,9613$$

Conjunto sem os dois valores;

$$S_{1,2}^2 = \sum_{i=1}^p (g_i - \bar{g}_{1,2})^2$$

$$S_{1,2}^2 = 73485,7678$$

Passo 10 – Calcular o valor de Grubbs

$$G_{1,2} = \frac{S_{1,2}^2}{S_o^2} = \frac{73485,7678}{114030,9613} = 0,6444$$

Conclusão: o valor calculado é maior do que os valores tabelados a 1% e 5%, os dois valores testados não são dispersos, nem suspeitos.

Passo 11 – Calcular a média do conjunto de dados, sem os dois valores a serem testados.

$$\bar{g}_{p-1,p} = \sum_{i=1}^{p-2} \frac{g_i}{(p-2)} = \frac{(0,9171 + 0 + 33,5254 + 119,29)}{(5-2)} = 11,4808$$

Passo 12 – Calcular a soma das diferenças quadráticas, dos dois conjuntos, ou seja um conjunto com todos o valores e o outro conjunto sem os dois valores a serem testados.

$$S_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (g_i - \bar{g}_{p-1,p})^2$$

$$S_{p-1,p}^2 = 729,364915$$

Passo 13 – Calcular o valor de Grubbs

$$G_{p-1,p} = \frac{S_{p-1,p}^2}{S_o^2} = \frac{729,364915}{114030,9613} = 0,0064$$

Conclusão: o valor calculado é maior do que o valor tabelado a 1% e menor do que aquele a 5%, o par de valores testados são suspeitos.

6.3.2 Discussão dos Resultados dos Laboratórios da FAB

Nesta seção será feita uma análise apenas com os Laboratórios Regionais de Calibração (LRC's) do SISMETRA, que são aqueles identificados com os códigos 3, 4, 5, 6 e 7. Como estes laboratórios são de mesmo nível metrológico na cadeia do SISMETRA, esperar-se-ia que os resultados, bem como as suas incertezas, não fossem dispersos. Com o intuito de fazer esta avaliação, foram aplicados os testes de Cochran e de Grubbs, sendo os mesmos discutidos a seguir.

6.3.2.1 Massa de 500 mg

Tabela 18 - Incerteza calculados para o teste de Cochran para massa de 500 mg

| Nº do laboratório | $C_{\text{calculado}}$ | Incerteza |
|-------------------|------------------------|-----------|
| 3 | 0,9998 | Disperso |
| 4 | 0,7909 | Suspeito |
| 5 | 0,9233 | Disperso |

Tabela 19 - Valores calculados para o teste de Grubbs para massa de 500 mg

| Nº de laboratório | G_1 | G_p | $G_{1,2}$ | $G_{p-1,p}$ |
|-------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 5 | 1,600 | 1,172 | 0,1577 | 0,5118 |
| | Não disperso | Não disperso | Não disperso | Não disperso |

O teste de Cochran mostrou que os laboratórios 3 e 5 possuem incertezas dispersas, enquanto que o laboratório 4 apresentou incerteza suspeita. Já o teste de Grubbs constatou que as médias apresentadas não são dispersas e nem suspeitas para cálculos feitos com valores individuais, nem com valores pareados.

6.3.2.2 Massa de 100 g

Tabela 20 - Incerteza calculados para o teste de Cochran para massa de 100 g

| Nº do laboratório | $C_{\text{calculado}}$ | Incerteza |
|-------------------|------------------------|-----------|
| 3 | 0,9997 | Disperso |
| 5 | 0,6693 | Suspeito |

Tabela 21 - Valores calculados para o teste de Grubbs para massa de 100 g

| Nº de laboratório | G_1 | G_p |
|-------------------|--------------|----------|
| 5 | 0,54018 | 1,7862 |
| | Não disperso | Disperso |

Novamente o laboratório 3 teve uma incerteza considerada dispersa pelo teste de Cochran. Já aquele de código 5 apresentou incerteza suspeita. Pelo teste de Grubbs, apenas o participante de código 3 apresentou média dispersa, com relação aos outros LRC's.

6.3.2.3 Massa de 1 kg

Tabela 22 - Incerteza calculados para o teste de Cochran para massa de 1 kg

| Nº do laboratório | $C_{\text{calculado}}$ | Incerteza |
|-------------------|------------------------|--------------|
| 3 | 0,8941 | Disperso |
| 7 | 0,4998 | Não disperso |

Tabela 23 - Valores calculados para o teste de Grubbs para massa de 1 kg

| Nº de laboratório | G_1 | G_p | $G_{1,2}$ | $G_{p-1,p}$ |
|-------------------|--------------|--------------|--------------|-------------|
| 5 | 0,6559 | 1,7131 | 0,6444 | 0,0064 |
| | Não disperso | Não disperso | Não disperso | Suspeito |

Como nos casos anteriores, o teste de Cochran mostrou que a incerteza do Laboratório 3 é dispersa e os demais não sendo sequer suspeitas. Na aplicação do teste de Grubbs foi constatado que, individualmente, as médias não são nem dispersas e nem suspeitas. Contudo,

ao realizar a análise por pares, verificou-se que o par formado pelos resultados dos laboratórios 3 e 7 são classificados como suspeitos.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O desempenho é considerado insatisfatório quando da análise conjunta dos testes de Cochran e Grubbs e Erro Normalizado.

Normalmente o erro normalizado é utilizado como único critério de desempenho para os Laboratórios de Calibração (LC). O que verificou-se nesta dissertação é que este critério é insuficiente para avaliação dos LC da FAB, os quais se caracterizam por possuírem o mesmo nível hierárquico metrológico. Ou seja, como os padrões da FAB são de características muito próximas e são rastreados ao mesmo laboratório, espera-se que tanto os resultados das calibrações, quanto as respectivas incertezas sejam próximos uns dos outros. O erro normalizado não permite, sozinho, avaliar esta homogeneidade esperada para tais laboratórios, sendo necessário também o uso de outros critérios, como os de Cochran e Grubbs utilizados aqui.

7.1 Conclusão das Análises dos Resultados dos LCM

Frente aos resultados discutidos anteriormente, resta claro que a balança utilizada pelo laboratório de código 3 é completamente inadequada para a calibração da massa de 500 mg. Para as outras massas, a balança do laboratório 3 mostra-se ainda como não sendo a mais recomendada. Desta forma, os valores de erro normalizado deste participante, sejam compatíveis com o laboratório de referência, ou com os demais participantes, apesar de serem menores que a unidade, não permite concluir que os resultados são bons.

Pelo critério do erro normalizado, com exceção do laboratório 3, todos os laboratórios possuem resultados compatíveis com o da referência. Todavia, constatou-se que os laboratórios 8 e 11 possuem incertezas menores do que a metade daquela de referência, na massa de 500 mg. Estes mesmos laboratórios apresentaram resultados incompatíveis com o

laboratório 10, pelo critério do erro normalizado. Estes resultados dão indícios de que estas incertezas podem estar subestimadas.

Deve-se atentar para o fato de que a análise de erro normalizado só conduz a resultados confiáveis quando as incertezas apresentadas pelos laboratórios analisados são confiáveis.

7.2 Conclusão das Análises dos Resultados da FAB

A análise de dispersão realizada nos laboratórios da FAB, permite concluir que não existe homogeneidade na avaliação das incertezas destes laboratórios, para a calibração da massa de 500 mg. Isso foi verificado com a aplicação do teste de Cochran, com o qual se verificou que apenas 40% são não dispersos. Para a massa de 100 g, a homogeneidade das incertezas melhora, mas ainda não é plenamente satisfatória, uma vez que apenas 60% das incertezas são não dispersas. As incertezas mostram-se mais homogêneas nas calibrações de massa de 1 kg, em que apenas aquela do participante de código 3 foi qualificada como dispersa.

Atenção deve ser dada ao fato de que, como qualquer critério, o teste de Cochran possui limitações, sendo a mais crítica o fato deste não avaliar a dispersão de incertezas demasiado reduzidas.

A análise de dispersão de médias, feita com o teste de Grubbs mostrou que apenas o laboratório 3 apresentou dispersão na média, para a massa de 100g, sendo esta o maior valor do grupo formado pelos laboratórios da FAB.

7.3 Proposição para os LCM

Considerando-se a importância deste assunto e a grande necessidade de um contínuo aprimoramento do sistema da qualidade dos laboratórios fazem-se algumas proposições:

a) A Organização da Comparação Interlaboratorial de Massa sugere que seja proporcionado treinamento à equipe do laboratório 3, a fim de sanar os problemas apresentados nesta comparação interlaboratorial.

b) Sugere-se que os laboratórios que apresentaram os resultados com Algarismos Significativos Excessivos adequem a sua apresentação aos critérios do item 7.2.6 da referência 3.2 (ABNT, INMETRO, 2003).

c) Recomenda-se ainda que os laboratórios 8 e 11 investiguem se suas incertezas de medição na massa de 500 mg estão ou não subestimadas

d) Recomenda-se por fim, que seja feito um planejamento para homogeneizar as calibrações dos laboratórios da FAB, e que, após a implementação desta ação, uma nova comparação interlaboratorial seja realizada, a fim de verificar a efetividade das ações.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). **ABNT ISO/IEC GUIA 43-1: Ensaios de proficiência por comparações interlaboratoriais**. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência. Rio de Janeiro, 1999

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). **ABNT ISO/IEC GUIA 43-2: Ensaios de proficiência por comparações interlaboratoriais**. Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios. Rio de Janeiro, 1999

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). ABNT, INMETRO. **Guia para a Expressão da Incerteza de Medição**, 3ª Edição, Rio de Janeiro, 2003.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). **ABNT NBR ISO 9000. Sistema de gestão da qualidade: requisitos**, 2ª Edição, Rio de Janeiro, 2008.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). **ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de calibração e ensaio**, Rio de Janeiro, 2ª Edição, 2005.

CTA. **Termo de Convênio nº. 08/1997**, Convênio de Cooperação Técnico-Científica entre CTA e o INMETRO, 1997.

Comando da Aeronáutica. **Portaria No 858/GM3** – Institui o SISMETRA, de 07 de dezembro de 1988.

COSTA, J. G. e ROCHA, G. M. – **Organização e avaliação de Comparações Interlaboratoriais**. ENQUALAB - Encontro para a Qualidade de Laboratórios, 2005

COUTO, P. R. G. - **Estimativa da incerteza da massa específica da gasolina pelo ISO GUM 95 e método de Monte Carlo e seu impacto na transferência de custódia**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos (UFRJ), 2006

CROSBY, P. B. – **Qualidade é investimento**. José Olympio Ed., Rio de Janeiro, 1984.

DIAS, J. L. M. – **Medida, normalização e qualidade; aspectos da história da metrologia no Brasil**. Rio de Janeiro, 1998

DRAXLER, K., KVASNICKA, V.; STYBLIKOVA, R. – **Interlaboratory Comparison of Diagnostic Measurements on Distribution Transformers**. 6º seminário Internacional de Metrologia Elétrica, 2005. Brasil

EAL - P7 – **EAL Interlaboratory Comparison** – Edição 1 –EAL - 1996

FEIGENBAUN, A. V. - “**Total Quality Control**”.MacGraw-Hill, 3ª edição, New York, 1982.

FALCONI, V. C. **TQC – Controle de Qualidade Total**. Rio de Janeiro, Editora: Bloch, Rio de Janeiro, 1992

GARVIN, D. A. – **Quality Managing – The strategic and Competitive Edge**. The free Press, New york, 1988.

GARVIN, D. A. **Gerenciando a Qualidade**: a visão estratégica e competitiva. Rio de Janeiro: Qualitymark, 1992.

INMETRO. **Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial**, Duque de Caxias, 2008.

INMETRO. **NIT-DICLA-026 - Requisitos sobre a Participação dos Laboratórios de Ensaios em Atividades de Ensaio de Proficiência**, Rio de Janeiro, 2003.

INMETRO, **DOQ-CGCRE-005 - Orientações para a Organização de Comparações Interlaboratoriais pelas Comissões Técnicas da DICLA**, Rio de Janeiro, 2002.

INMETRO. **Quadro Geral de Unidades de Medida (SI)**, 4ª Edição, Rio de Janeiro, 2007.

INMETRO. **Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM**, Portaria 029 de 1995, 5ª Edição, Rio de Janeiro, 2007.

INMETRO e ABPTI. **Guia de Implantação da Confiabilidade Metrológica**. Rio de Janeiro, 1986.

INMETRO. **NIT-DICLA-031 - Regulamento da Acreditação de Laboratórios**, Rio de Janeiro, 2008.

JURAN, J. M.; GRZYNA, F. M. – “**Quality Planning and Analysis**”. 2ª ed., McGraw-Hill Book Company, New York, 1980.

JURAN, J. M.; GRZYNA, F. M.; BINGHAM, R. S. – **Quality Control Handbook**. McGraw-Hill Inc., 3ª ed., New York, 1979.

JURAN, J. M., **Controle da Qualidade Handbook**. 4. ed. São Paulo: Makron Books do Brasil, 1991. v. 2.

LEWIS, A. – **Calibration of Long Gauge Blocks** – Final Report – Version B.5 – CCL-K2. National Physical Laboratory, 2003. Inglaterra.

LIRA, F. A. **Metrologia na Indústria**, Editora Érika, 2001.

MARANHÃO, M. **ISO série 9000 (versão 2000) – Manual de Implementação**. Rio de Janeiro, Editora Qualimark, 8ª edição, 2006.

MCT. **Programa Tecnologia Industrial Básica e Serviços Tecnológicos para a Inovação e Competitividade**, 2001.

Metrologia e Sistemas de Informação, editora Epse, **Sociedade Brasileira de Metrologia – SBM**, Rio de Janeiro, 2004

NTS 9-10 – **Especificação de Laboratórios de Metrologia**. 2002. Ministério da Defesa. Comando da Aeronáutica. Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial. BRASIL.

OLIVEIRA, L. H. P. - **Práticas Laboratoriais Envolvidas nas calibração de Pesos-Padrão e Balanças**, INMETRO, Rio de Janeiro, 2004.

OLIVEIRA, S. Y. – **Princípios e Métodos do Processo de Melhoria (PMPM)**.

OIML-D28 – **Conventional value of the result of weighing in air**. França. Ed. 2004,

OIML R 111-1, **Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 and M3**, Part 1: Metrological and technical requirements. França. Ed. 2004.

OLIVIERI, J. C. – **Programas Interlaboratoriais** – Remesp, 2003.

PALADINI, E. P. - **Gestão da qualidade: teoria e prática**. São Paulo: Atlas, 2000.

POMPEIA, P. J. e SIQUEIRA, A. J. A. – **Intercomparação de Década Resistiva: Melhoria no Processo de Calibração na FAB**. 6º Seminário Internacional de Metrologia Elétrica, 2005. Brasil.

RANGEL, E. G. L. - **Normalização em metrologia no Comando da Aeronáutica: diagnóstico e considerações sobre um modelo integrado**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação e em Metrologia (PUC-Rio), 2005

REEDTZ, G. M.; CERRI, R. – Final Report of Euromet. **EM-K8 Comparison of DC Voltage Ratio** – IEN Technical Report 670. Instituto Elettrotecnico Nazionale Galileo Ferraris, 2003. Itália.

SIQUEIRA, A. J. A ; POMPEIA, P. J. - **Resultados de uma Comparação Interlaboratorial de Sensor de Potência Conduzida pelo CTA**, ENQUALAB - Encontro para a Qualidade de Laboratórios, 2005.

SOUZA, R. D. F. Tecnologia Industrial básica como fator de competitividade – **Revista Parcerias Estratégicas – número 8**, maio/2000.

THEISEN, A. M. F. **Fundamentos da Metrologia Industrial**, Suliani Editografia Ltda, 1997.

TAYLOR, F. W. – “**Princípios de Administração Científica**”. 7ª ed., Atlas S. A., 1987.

WOAN, G. – **The Cambridge Handbook of Physics Formulas**, Cambridge University press, 2000, Reino Unido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS CONSULTADAS

ANVISA, **Seleção, uso e interpretação de programas de ensaios de proficiência (EP) por laboratórios** – 2000. Brasília, volume 2, março 2006.

BECERRA L. O.; NAVA J., **Incertidumbre en la calibración de pesas por el método ABBA**. CENAM, Enero 2004

LEE, MARINA. **Programas de Comparação Interlaboratorial: por que são tão importantes**. Metrologia & Instrumentação. São Paulo, ano 7, n. 55, p. 26 - 31, agosto/setembro de 2007

OIML E 3 - **Verification of commercial weights**, OIML, 2004

OIML D16, **ORGANISATION INTERNATIONALE DE MÉTROLOGIE LÉGALE**, Principles of assurance of metrological control, Paris, 1986.

SASAKI, P. K. Y. e OTERO, M L. **A Compatibilização de resultados com poucos participantes**, Metrologia & Instrumentação, São Paulo, ano 5, n. 46, p. 22 – 29, fevereiro/março de 2007.

THOMPSON, A.; TAYLOR, B. N. **Guide for the Use of the International System of Units (SI)**. NIST - National Institute of Standards and Technology, march 2008.

ANEXO 1

PORTARIA DE CRIAÇÃO DO SISMETRA

SEXTA-FEIRA, 9 DEZ 1988

DIÁRIO O

Ministério da Aeronáutica

GABINETE DO MINISTRO

PORTARIA Nº 858/GM3, DE 07 DE DEZEMBRO DE 1988

Institui o Sistema de Metrologia Aeroespacial do Ministério da Aeronáutica

O MINISTRO DE ESTADO DA AERONÁUTICA, tendo em vista o disposto no Plano Básico para Implantação de Sistemas no Ministério da Aeronáutica, aprovado pela Portaria nº 94/GM3, de 08 de setembro de 1975 e considerando o que consta do Processo M Aer nº 05-01/272/88, resolve:

Art 1º Instituir o Sistema de Metrologia Aeroespacial (SISMETRA), com a finalidade de normatizar as atividades relacionadas com a Metrologia no Ministério da Aeronáutica.

Art 2º Para os fins desta Portaria, atividades de Metrologia são as desenvolvidas em proveito do Ministério da Aeronáutica, visando assegurar a confiabilidade e a credibilidade das realizações efetuadas nas áreas que abrangem as tarefas de medição, aferição e calibração.

Art 3º O Órgão Central do SISMETRA é o Centro Técnico Aeroespacial (CTA), Órgão da Estrutura Básica do Ministério da Aeronáutica que tem sua constituição e suas atribuições gerais definidas em Regulamento e Regimento Interno próprios.

Art 4º O Órgão Central tem por atribuições:

- 1 - a orientação normativa, e a supervisão técnica das atividades do sistema;
- 2 - a fiscalização e a eficácia do desempenho dos Elos do Sistema;
- 3 - a elaboração e a proposição de normas, programas e orçamentos com vistas ao eficiente funcionamento do Sistema;
- 4 - o apoio logístico aos Elos nos itens do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial e Instituições estranhas ao Ministério da Aeronáutica, nos assuntos de interesse do Sistema; e
- 6 - a promoção e o incentivo à formação de recursos necessários ao SISMETRA nos seus diferentes níveis.

Art 5º Os Elos do Sistema estão localizados na estrutura do Ministério da Aeronáutica, de acordo com as necessidades de execução das atividades de Metrologia e têm suas constituições estabelecidas nos Regulamentos e Regimentos Internos próprios ou das Organizações a que pertencem.

Art 6º Aos Elos do Sistema compete:

- 1 - o cumprimento das normas, critérios, princípios e programas emanados do Órgão Central; e
- 2 - o encaminhamento ao Órgão Central de sugestões para a elaboração ou o aperfeiçoamento das normas, critérios, princípios, programas e orçamentos do SISMETRA.

Art 7º Esta Portaria entrará em vigor na data de sua publicação, revogadas as disposições em contrário.

OCTÁVIO JÚLIO MOREIRA LIMA

ANEXO 2

RECOMENDAÇÕES E PROCEDIMENTO DE PROGRAMA DE COMPARAÇÃO
INTERLABORATORIAL DE GRANDEZA FÍSICA MASSA (ABSOLUTA)

Ministério da Defesa

Comando da Aeronáutica

Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial

Instituto de Fomento e Coordenação Industrial



**PROCEDIMENTO DE PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL
DE GRANDEZA FÍSICA MASSA (ABSOLUTA)**

Ministério da Defesa

Comando da Aeronáutica

Departamento de Ciência e Tecnologia
Aeroespacial

Instituto de Fomento e Coordenação Industrial

**PROCEDIMENTO DO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO
INTERLABORATORIAL N.º PPCI-CMA 01/2008**

GRANDEZA FÍSICA MASSA

Procedimento elaborado por:

Procedimento revisado por:

Procedimento aprovado por:

Campo Montenegro, 06 maio de 2008

SUMÁRIO

- 1- Objetivo**
- 2- Referências Normativas**
- 3- Definições**
- 4- Período**
- 5- Padrão Circulante**
- 6- Laboratórios Convidados a Participar**
- 7- Metodologia**
- 8- Estrutura do Programa**
- 9- Recebimento do Padrão Circulante**
- 10- Resultado da Medição**
- 11- Resultado do Programa Interlaboratorial**
- 12- Coordenação**
- 13- Anexos**

1 – OBJETIVO

O objetivo do Programa de Comparação Interlaboratorial da grandeza física massa do Sismetra é:

Avaliar o desempenho dos laboratórios participantes na calibração de padrões de massa;

Permitir a identificação de problemas nos sistemas de medição.

2- REFERÊNCIAS NORMATIVAS

2.1 – NSCA 9-1 – Sistema de Metrologia Aeroespacial – SISMETRA - 2001;

2.2 – NTS 9-28 – Procedimento para Guia Geral de Cálculo da Incerteza de Medições – SISMETRA –1996;

2.3 – Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM, Portaria INMETRO 029 de 1995 - 3ª edição – INMETRO - 2003;

2.4 – Guia para a Expressão da Incerteza de Medição – 3ª Edição Brasileira – INMETRO, ABNT – 2003;

2.5 – DOQ-CGCRE-005 – Orientações Para a Organização de Comparações Interlaboratoriais Pelas Comissões Técnicas da Dicla – Revisão:00 – INMETRO – 2002;

2.6 – EAL-P7 – EAL Interlaboratory Comparisons – Edição 1- EAL – 1996;

2.7 – EA – 4/02 – S1 Expressão da Incerteza de Medição na Calibração - EA; e

2.8 - Good Practice Guidance Note - Buoyancy Correction and Air Density Measurement – NPL.

3 - DEFINIÇÕES

3.1 – Conceitos – Os conceitos apresentados a seguir foram extraídos da referência 2.3 (VIM) e em caso de dúvida, deve prevalecer o que está escrito nessa referência.

3.1.1 - Indicação (de um instrumento de medição): Valor de uma grandeza fornecido por um instrumento de medição.

3.1.2 - Valor Nominal (VN): valor arredondado ou aproximado de uma característica de um instrumento de medição que auxilia na sua utilização.

3.1.3 - Valor Verdadeiro Convencional (de uma grandeza) - V_{vc} : Valor atribuído a uma grandeza específica e aceito, às vezes por convenção, como tendo uma incerteza apropriada para uma dada finalidade.

3.1.4 - Erro (de Indicação) de um instrumento de medição: Indicação de um instrumento de medição menos um valor verdadeiro da grandeza de entrada correspondente.

Nota₁: Uma vez que um valor verdadeiro não pode ser determinado, na prática é utilizado um valor verdadeiro convencional V_{vc} (vide observações do item 5.20 do VIM);

Nota₂: Este conceito aplica-se principalmente quando o instrumento de medição é comparado a um padrão de referência;

3.1.5 - Erro (de medição): resultado de uma medição menos o valor verdadeiro do mensurando.

Nota₁: Uma vez que um valor verdadeiro não pode ser determinado utiliza-se, na prática, um valor verdadeiro convencional V_{vc} (vide observações do item 3.10 do VIM).

4 - PERÍODO

Início do Programa: março de 2008.

Término do Programa: julho de 2009.

O Programa de Comparação Interlaboratorial N° PPCI-CMA 01/2008 Grandeza Física, massa (absoluta), tem uma duração estimada de 15 meses, sendo previsto, para cada laboratório participante, um prazo máximo de duas semanas para a realização das medições

pertinentes, bem como para o envio do instrumento e dos respectivos resultados à Divisão de Confiabilidade Metrológica – CMA do DCTA (Órgão Central do SISMETRA).

Na impossibilidade do cumprimento do prazo estipulado por qualquer dos participantes do Programa, o Órgão Central (coordenação do programa) deverá ser prontamente comunicado, a fim de avaliar a justificativa do atraso, a viabilidade e a conveniência da continuidade da participação daquele dado laboratório, sob a possibilidade de exclusão do participante do Programa Interlaboratorial.

Por uma questão de tempo e confiabilidade, quando o traslado do instrumento circulante for relativo à distâncias maiores do que 300 km, o mesmo deverá ser efetuado, preferencialmente, por intermédio da aviação comercial, sendo os resultados obtidos por cada laboratório transmitidos por fac-símile, correio eletrônico ou qualquer outro meio considerado adequado.

Os laboratórios designados no item 6 do presente procedimento deverão responder à solicitação de participação no presente “Programa de Comparação Interlaboratorial – Grandeza Física massa” dentro de 15 dias, a partir da data de recebimento do convite. Quanto à ficha de controle de recebimento do instrumento (Anexo 5), esta deverá ser preenchida na chegada do instrumento no laboratório e enviada imediatamente ao Órgão Central. O mesmo deve ser feito na ficha de controle de expedição (Anexo 6) no momento do envio do instrumento.

5 - PADRÃO CIRCULANTE

Fabricante: KN WAAGEN tipo F1.

| Padrão de massa | Massa específica | Incerteza da massa específica |
|-----------------|------------------------|-------------------------------|
| 1 kg..... | 8000 kg/m ³ | 140 kg/m ³ |
| 100 g..... | 8000 kg/m ³ | 140 kg/m ³ |

500 mg.....8300 kg/m³

170 kg/m³

6 - LABORATÓRIOS CONVIDADOS A PARTICIPAR

6.1 – Lab 1;

6.2 – Lab 2;

6.3 – Lab 3;

6.4 – DCTA/IFI/CMA/LMF;

6.5 – Lab 4;

6.6 – Lab 5;

6.7 – Lab 6;

6.8 – Lab 7;

6.9 – Lab 8;

6.10 – Lab 9; e

6.11 – Lab 10.

7 - METODOLOGIA

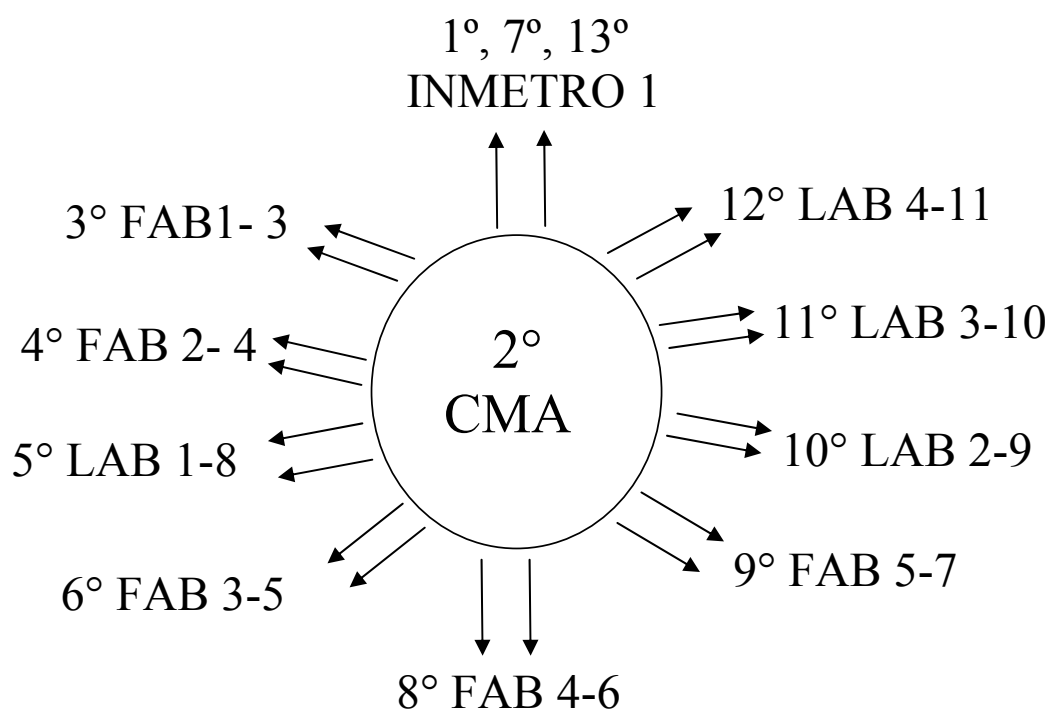
É recomendado que os laboratórios participantes deste Programa de Comparação Interlaboratorial utilizem seus próprios procedimentos de rotina para realizar as calibrações, porém, o anexo 2 apresenta um procedimento que alternativamente poderá ser utilizado. Neste caso, as planilhas do anexo 3 e anexo 4, deverão ser preenchidas e emitidas a CMA.

8 – ESTRUTURA DO PROGRAMA

O Programa de Comparação Interlaboratorial da Grandeza massa, foi formulado de forma a ter uma estrutura de desenvolvimento tipo “estrela”.

O início do Programa ocorrerá com a calibração inicial do Padrão Circulante pelo INMETRO, sendo o mesmo, a partir daí, enviado aos laboratórios que retornarem, em tempo hábil, o termo de aceitação de sua participação no Programa.

Nota: O Órgão Central do SISMETRA (Coordenação) reserva-se o direito de definir e alterar a seqüência de participação dos laboratórios abaixo discriminados, tendo em vista o bom andamento do Programa.



| Laboratórios Participantes | Cronograma Previsto |
|----------------------------|---------------------|
| INMETRO 1 | Maio/2008 |
| CMA | Julho/2008 |
| FAB 1-3 | Agosto/2008 |
| FAB 2-4 | Setembro/2008 |
| FAB 3-5 | Outubro/2008 |
| FAB 4-6 | Novembro/2008 |
| INMETRO 1 | Março/2009 |
| FAB 5-7 | Abril/2009 |
| LAB 1-8 | Abril/2009 |

| | |
|-----------|-------------|
| LAB 2-9 | Maio /2009 |
| LAB 3-10 | Maio /2009 |
| LAB 4-11 | Junho /2009 |
| INMETRO 1 | julho/2009 |

9 - RECEBIMENTO DO PADRÃO CIRCULANTE

O laboratório ao receber o padrão circulante deverá, no prazo de três dias úteis, enviar ao órgão coordenador (via fax: 0XX12 - 3941-4722) o formulário do anexo 6, com toda a informação solicitada.

10 - RESULTADOS DAS MEDIÇÕES

Os laboratórios deverão enviar os resultados utilizando as tabelas dos anexos 3 e 4, e informar o método de pesagem utilizado (ABBA, ABA, etc.) com a descrição detalhada das componentes de incerteza consideradas.

11 - RESULTADO DO PROGRAMA INTERLABORATORIAL

Cada um dos participantes do Programa será identificado por um código específico, o qual será de conhecimento somente do órgão coordenador e do próprio laboratório.

Após o encerramento do Programa, o Órgão Coordenador enviará os resultados da comparação aos participantes, de modo que os mesmos possam, por meio dos códigos supracitados, posicionarem-se no contexto dos resultados das medições efetuadas.

Será empregada a análise de erro normalizado En , a saber:

$$En = \left| \frac{V_{lab} - V_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \right|, \quad (1)$$

onde V_{lab} e U_{lab} são os valores da média e da incerteza expandida fornecidos pelo laboratório participante, e V_{ref} e U_{ref} são os valores da média e da incerteza expandida fornecidos pelo laboratório de referência (INMETRO/Dimec/Lamas).

Para resultados compatíveis com a referência, o erro normalizado deve ser menor ou igual a 1.

12 - COORDENAÇÃO

Alberto José de Azevedo Siqueira;

Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial - DCTA

Instituto de Fomento e Coordenação Industrial – IFI

Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial – CMA

Pç. Mal. Eduardo Gomes, 50

Vila das Acácias

CEP: 12231-970 – São José dos Campos - SP

Fone: (012) 3947-7170 / (012) 3947-7169

Fax: (012) 3941-4722

e-mail – albertoajas@ifi.cta.br

ANEXO 3

FORMULARIO PARA CALIBRAÇÃO DE MASSA

FORMULÁRIO PARA CALIBRAÇÃO DE MASSA

| REGISTRO DE MEDIÇÃO DE MASSA | | | |
|------------------------------|----------------------|-------------------------|---------|
| Solicitante: | | O.S: | fl: ½ |
| Endereço: | | Nº Série: | |
| Instrumento: Massa Padrão | Nº de Identificação: | | Modelo: |
| Fabricante: | Massa Padrão: | Processo de Calibração: | |
| | | | Data: |

Massa Padrão utilizada na calibração

| | | | |
|----------------------------|------------|--------------------------|--|
| Instrumento: | | Fabricante: | |
| Número de Série: | | Número de Identificação: | |
| Certificado de Calibração: | Incerteza: | Data da calibração: | |

Balança utilizada na calibração

| | | | |
|----------------------------|------------|--------------------------|--|
| Instrumento: | | Fabricante: | |
| Número de Série: | | Número de Identificação: | |
| Carga Máxima: | Resolução: | | |
| Certificado de Calibração: | Incerteza: | Data da calibração: | |

Leitura em mg

| Identif. do Padrão Ref (A): | | | | Identif. do Padrão Circ.(B): | | |
|-----------------------------|---------|----------------|-------------------|------------------------------|--|---------|
| Carga | Leitura | Média | $D=B-A$ | $C=\rho_{ar}*\Delta V+Ep$ | | $X=D+C$ |
| A | | | | | | |
| B | | | | | | |
| B | | | | | | |
| A | | | | | | |
| A | | | | | | |
| B | | | | | | |
| B | | | | | | |
| A | | | | | | |
| A | | | | | | |
| B | | | | | | |
| B | | | | | | |
| A | | | | | | |
| A | | | | | | |
| B | | | | | | |
| B | | | | | | |
| A | | | | | | |
| A | | | | | | |
| B | | | | | | |
| B | | | | | | |
| A | | | | | | |
| Média (x)= | | Desvio Padrão= | | Desv. Pad. Med= | | |
| Massa Nominal do A= | | | mg | E _p =: | | mg |
| Massa Específica do A= | | | kg/m ³ | Inc. do Pad. A= | | mg |
| Massa Nominal do B= | | | mg | Umidade= | | % |
| Massa Específica do B= | | | kg/m ³ | Pressão= | | mbar |
| | | | | Temperatura= | | °C |

CÁLCULO DE INCERTEZA

| | | |
|---|--------------|-------------------|
| ρ_a – massa específica do ar | $\rho_a =$ | kg/m ³ |
| ΔV – diferença de volumes | $\Delta V =$ | m ³ |
| E_p – erro padrão | $C =$ | mg |
| S_p – incerteza do padrão | $u_{est} =$ | mg |
| B – objeto padrão | | |
| A – padrão de referência | | |
| P_{atm} – pressão atmosférica | $u_{Patm} =$ | mbar |
| h – umidade | $u_h =$ | % |
| t – temperatura | $u_t =$ | °C |
| u_d – incerteza da massa específica do ar | | |
| u_E – incerteza do empuxo do ar | | |
| u_{dm} – deriva da massa | | |
| u_b – incerteza da balança | | |

PLANILHA DE INCERTEZA

| Componentes | Incerteza | Distribuição de Probabilidade | Coefficiente de Sensibilidade | Contribuição para Incerteza | Grau de Liberdade |
|-------------|-----------|-------------------------------|-------------------------------|-----------------------------|-------------------|
| u_{est} | | Normal | 1 | | 4 |
| u_{cc} | | Normal | 1 | | Infinito |
| u_{dm} | | Triangular | 1 | | Infinito |
| u_b | | Normal | 1 | | Infinito |
| u_E | | Normal | 1 | | Infinito |
| | | | $u_c =$ | | |
| | $k =$ | | $U_{EX} =$ | | |

**VALORES DE t - STUDENT (GRAUS DE LIBERDADE E NÍVEIS DA
CONFIANÇA)**

| Graus de liberdade ν | Fração p em porcentagem | | | | | |
|--------------------------------|---------------------------|-------|-------|----------------------|-------|----------------------|
| | 68,27 ^(a) | 90 | 95 | 95,45 ^(a) | 99 | 99,73 ^(a) |
| 1 | 1,84 | 6,31 | 12,71 | 13,97 | 63,66 | 235,80 |
| 2 | 1,32 | 2,92 | 4,30 | 4,53 | 9,92 | 19,21 |
| 3 | 1,20 | 2,35 | 3,18 | 3,31 | 5,84 | 9,22 |
| 4 | 1,14 | 2,13 | 2,78 | 2,87 | 4,60 | 6,62 |
| 5 | 1,11 | 2,02 | 2,57 | 2,65 | 4,03 | 5,51 |
| 6 | 1,09 | 1,94 | 2,45 | 2,52 | 3,71 | 4,90 |
| 7 | 1,08 | 1,89 | 2,36 | 2,43 | 3,50 | 4,53 |
| 8 | 1,07 | 1,86 | 2,31 | 2,37 | 3,36 | 4,28 |
| 9 | 1,06 | 1,83 | 2,26 | 2,32 | 3,25 | 4,09 |
| 10 | 1,05 | 1,81 | 2,23 | 2,28 | 3,17 | 3,96 |
| 11 | 1,05 | 1,80 | 2,20 | 2,25 | 3,11 | 3,85 |
| 12 | 1,04 | 1,78 | 2,18 | 2,23 | 3,05 | 3,76 |
| 13 | 1,04 | 1,77 | 2,16 | 2,21 | 3,01 | 3,69 |
| 14 | 1,04 | 1,76 | 2,14 | 2,20 | 2,98 | 3,64 |
| 15 | 1,03 | 1,75 | 2,13 | 2,18 | 2,95 | 3,59 |
| 16 | 1,03 | 1,75 | 2,12 | 2,17 | 2,92 | 3,54 |
| 17 | 1,03 | 1,74 | 2,11 | 2,16 | 2,90 | 3,51 |
| 18 | 1,03 | 1,73 | 2,10 | 2,15 | 2,88 | 3,48 |
| 19 | 1,03 | 1,73 | 2,09 | 2,14 | 2,86 | 3,45 |
| 20 | 1,03 | 1,72 | 2,09 | 2,13 | 2,85 | 3,42 |
| 25 | 1,02 | 1,71 | 2,06 | 2,11 | 2,79 | 3,33 |
| 30 | 1,02 | 1,70 | 2,04 | 2,09 | 2,75 | 3,27 |
| 35 | 1,01 | 1,70 | 2,03 | 2,07 | 2,72 | 3,23 |
| 40 | 1,01 | 1,68 | 2,02 | 2,06 | 2,70 | 3,20 |
| 45 | 1,01 | 1,68 | 2,01 | 2,06 | 2,69 | 3,18 |
| 50 | 1,01 | 1,68 | 2,01 | 2,05 | 2,68 | 3,16 |
| 100 | 1,005 | 1,660 | 1,984 | 2,025 | 2,626 | 3,077 |
| ∞ | 1,000 | 1,645 | 1,960 | 2,000 | 2,576 | 3,000 |

^a Para grandeza z descrita por uma distribuição normal, com esperança μ_z e desvio padrão σ o intervalo $\mu_z \pm k\sigma$ abrange $p = 68,27; 95,45$ e $99,73$ por cento da distribuição para $k = 1, 2$ e 3 , respectivamente.

ANEXO 4

FORMULARIO DE CALIBRAÇÃO DE MASSA

RESULTADOS DAS CALIBRAÇÕES**Balança utilizada na calibração**

| | |
|----------------------------|--------------------------|
| Instrumento: | Fabricante: |
| Número de Série: | Número de Identificação: |
| Carga Máxima: | Resolução: |
| Certificado de Calibração: | Incerteza: |

| Valor Nominal | Erro (mg) | Incerteza (mg) | Fator de Abrangência |
|---------------|-----------|----------------|----------------------|
| 500 mg | | | |
| 100 g | | | |
| 1 kg | | | |

Os resultados apresentados na tabela são válidos para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

ANEXO 5

FICHA DE RECEBIMENTO DO INSTRUMENTO

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL
CONTROLE DE RECEBIMENTO DO INSTRUMENTO**

Programa: _____

Grandeza: _____

Instrumento circulante: _____

Laboratório: _____

Técnico responsável: _____

Data de chegada do instrumento: _____

Data estimada para envio do resultado: _____

O instrumento foi recebido pelo laboratório:

() Em mãos () Por transportadora () Outra forma (Discriminar).

Foi observado dano físico evidente? () Sim () Não

Se positivo, discriminar:

O instrumento estava embalado adequadamente: () Sim () Não (Discriminar).

O instrumento se encontra em boas condições de limpeza?

() Sim () Não (Discriminar).

Data: _____

Assinatura: _____

Nota: Após o preenchimento, encaminhar ao Órgão Coordenador do Programa

ANEXO 6

FICHA DE EXPEDIÇÃO DO INSTRUMENTO

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL
CONTROLE DE EXPEDIÇÃO DO INSTRUMENTO**

Programa: _____

Grandeza: _____

Instrumento circulante: _____

Laboratório: _____

Técnico responsável: _____

Data de expedição do padrão: _____

O instrumento foi expedido ao DCTA/IFI/CMA:

() Em mãos () Por transportadora () Outra forma (discriminar).

Foi observado dano físico evidente? () Sim () Não

Se positivo, discriminar: _____

O instrumento se encontra em boas condições de limpeza?

() Sim

() Não (Discriminar)

Tempo efetivo de medição: () dias

Data de saída do instrumento circulante:

Observações

Data: _____

Assinatura: _____

Nota: Após o preenchimento, encaminhar ao Órgão Coordenador do Programa

ANEXO 7

CONVITE FEITO AOS LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO DE MASSA PARA
PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAIS

PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL CALIBRAÇÃO DE PADRÕES DE MASSA

A Divisão de Confiabilidade Metrológica (CMA), do Instituto de Fomento e Coordenação Industrial (IFI), vem através deste, convidá-lo para a participação do Programa de Comparação Interlaboratorial – PCI, de calibração de Massa.

Um PCI consiste na realização de calibração/ensaios pelos laboratórios participantes em amostras distribuídas por um coordenador, no caso, a CMA. A participação em programas interlaboratoriais é requisito da norma ABNT NBR ISO 17025:2005 (item 5.9) como forma de um laboratório demonstrar sua competência técnica, do desempenho, da capacidade de medição, de um método de calibração e registrar a melhoria contínua de suas técnicas para garantia da qualidade de resultados.

Para que tais objetivos sejam atingidos, na busca de integração de todos os segmentos das atividades industriais e aeroespaciais, participarão destes PCI, laboratórios de empresas, Centros de Pesquisas e Instituições de Ensino, representadas por Universidades.

O desenvolvimento do PCI será feito da seguinte forma:

- A calibração das massas será feita no processo de massa absoluta;
- Os Laboratórios de Calibração de Massa, que responderem afirmativamente ao convite, receberão 03 (três) massas com os valores de 500 mg, 100g e 1 kg, para calibração, de acordo com um cronograma pré-estabelecido. Também será enviado um procedimento a ser adotado na calibração;
- É recomendado que os laboratórios participantes deste Programa de Comparação Interlaboratorial utilizem seus próprios procedimentos de rotina para realizar as calibrações, porém, o procedimento do PCI apresenta um escopo alternativo que poderá ser utilizado;

- O laboratório remeterá a coordenação do programa as massas padrões e os dados da calibração, onde será feita a análise dos dados;
- O CTA/IFI/CMA fará o relatório, o qual será enviado aos participantes, onde cada laboratório poderá avaliar seu desempenho em relação aos demais laboratórios.

É garantido o sigilo absoluto ao participante na apresentação dos resultados através de um código, conhecido somente por ele e pela coordenação do programa. Nos relatórios apresentados são utilizados apenas estes códigos.

O laboratório ao concordar em participar do PCI, deve informar a coordenação do programa por correio eletrônico (albertoajas@ifi.cta.br / albertoajas@ifi.cta.intraer), ou por correspondência no endereço:

Subdivisão de Capacitação Laboratorial
Divisão de Confiabilidade Metrológica
Instituto de Fomento e Coordenação Industrial
Pça. Mal. Eduardo Gomes, 50 – Vila das Acácias – São José dos Campos – SP
CEP 12.231-970. Caixa Postal 6001.

ANEXO 8

FICHA DE PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO
INTERLABORATORIAL – GRANDEZA FÍSICA MASSA

FICHA DE PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL – GRANDEZA FÍSICA MASSA

1. LABORATÓRIO

| |
|----------------------|
| NOME: |
| INSTITUIÇÃO: |
| ENDEREÇO: |
| TELEFONE: |
| ENDEREÇO ELETRÔNICO: |

2. CONFIRMAÇÃO NO PROGRAMA

| | |
|---|------|
| <input type="checkbox"/> SIM – Concordo com as condições e prazos estabelecidos no procedimento e me comprometo com o cumprimento das mesmas. | OBS: |
| <input type="checkbox"/> NÃO | OBS: |

3. OPERADOR QUE REALIZARÁ AS MEDIÇÕES

| |
|---------------|
| NOME: |
| CARGO/FUNÇÃO: |
| TELEFONE: |

4. SUPERVISOR

| |
|---------------|
| NOME: |
| CARGO/FUNÇÃO: |
| TELEFONE: |

LOCAL/DATA

CHEFE DO LABORATÓRIO

ANEXO 9

GUIA PARA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

GUIA PARA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

1 - FICHA DE CALIBRAÇÃO

Neste item apresentam-se, detalhadamente, a título de exemplo, as etapas para preenchimento da FICHA DE CALIBRAÇÃO (ANEXO A3), referente à calibração de Massa. A descrição feita abaixo é baseada no método de medição por comparação direta.

1.1 – MEDIÇÕES: Serão realizadas cinco (05) observações da diferença em massa entre o padrão circulante (B) e o padrão de referência (A), utilizando o método da dupla substituição. Cada observação da diferença é composta de quatro leituras, duas no padrão de referência do laboratório e duas no padrão circulante, leituras estas realizadas no esquema *ABBA*. Ou seja, serão realizadas cinco observações *ABBA*, *ABBA*, *ABBA*, *ABBA*, *ABBA*.

Onde:

A - Padrão do laboratório; e

B – Padrão circulante.

1.2 - MÉDIA DAS LEITURAS DO PADRÃO E DO OBJETO EM UMA OBSERVAÇÃO:

A média das leituras do padrão e do objeto em uma observação é calculada a partir de:

$$\bar{A} = \frac{A_1 + A_2}{2} \quad \text{(Equação 1)}$$

$$\bar{B} = \frac{B_1 + B_2}{2} \quad \text{(Equação 2)}$$

1.3 – DIFERENÇA DAS LEITURAS (D) EM UMA OBSERVAÇÃO: efetuar a diferença entre a média das leituras do padrão (\bar{A}) e a média das leituras do objeto (\bar{B}) da seguinte forma:

$$D = \bar{B} - \bar{A} \quad \text{(Equação 3)}$$

1.4 –CORREÇÃO DO EMPUXO DO AR (C_E) – efetuar a correção devido ao empuxo do ar (obtida a partir do produto da diferença de volume pela massa específica do ar) e ao erro existente na massa padrão do laboratório, de acordo com a fórmula:

$$C_E = \rho_a \times \Delta V \quad (\text{equação 4})$$

onde:

ρ_a – massa específica do ar

ΔV – diferença do volume

1.5 – CORREÇÃO EM MASSA (C)– correção a ser aplicada na massa a partir da correção do empuxo do ar e do erro do padrão pela fórmula:

$$C = C_E + E_p. \quad (\text{equação 5})$$

onde:

E_p – erro do padrão em massa absoluta.

1.6 - MASSA ESPECÍFICA DO AR (ρ_{ar}) - a massa específica do ar é importante para se proceder à correção devido ao efeito do empuxo do ar. Para calculá-la é necessário que se conheça a temperatura do ambiente, t (em °C), a umidade relativa do ar, h (em porcentagem), e a pressão atmosférica, P_{atm} (em mbar). A fórmula abaixo mostra como se efetua o cálculo:

$$\rho_{ar} = \frac{[0,348444.P_{atm} - h.(0,00252.t - 0,020582)]}{(273,15 + t)} \text{ kg / m}^3 \quad (\text{Equação 6})$$

onde

P_{atm} – pressão barométrica do laboratório em mbar

h – umidade do laboratório %; e

t – temperatura do laboratório em °C.

1.7 – DIFERENÇA DE VOLUME (ΔV) – a diferença de volume é necessária para eliminar o efeito do empuxo do ar. A fórmula é dada por:

$$\Delta V = \left(\frac{m_B}{\rho_B} - \frac{m_A}{\rho_A} \right) m^3 \quad (\text{Equação 7}),$$

onde

- m_B é a massa nominal do objeto (em kg);

- ρ_B é a massa específica do objeto (em kg/m³);

- m_A é a massa absoluta do padrão (em kg);

- ρ_A é a massa específica do padrão (kg/m³).

1.8 – VALOR DA OBSERVAÇÃO DO ERRO DA MASSA OBJETO (X) – é a soma da diferença da leitura (D) com correção na massa (C), sendo X determinado pela fórmula:

$$X_i = D_i + C \quad (\text{Equação 8})$$

1.9– MÉDIA DAS OBSERVAÇÕES DOS ERROS DA MASSA (\bar{X}) - é a média dos valores encontrados nas 5 observações, por meio da seguinte expressão:

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5}{5} \quad (\text{Equação 9})$$

1.10 - DESVIO PADRÃO EXPERIMENTAL: efetuar o cálculo do desvio padrão das observações, por meio da seguinte expressão:

$$s(X) = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + (X_3 - \bar{X})^2 + (X_4 - \bar{X})^2 + (X_5 - \bar{X})^2}{5 - 1}} \quad (\text{Equação 10})$$

1.11 - DESVIO PADRÃO DA MÉDIA: O desvio padrão da média é o componente da incerteza relativo à variabilidade dos dados, sendo igual à razão entre o desvio padrão experimental $s(X)$ e a raiz quadrada do número de medições n , que no presente caso é igual à 5. Portanto, calcula-se o desvio padrão da média das leituras ($s(\bar{X})$) por meio da seguinte expressão:

$$s(\bar{X}) = \frac{s(X)}{\sqrt{n}} = \frac{s(X)}{\sqrt{5}} \quad (\text{Equação 11})$$

2 - INCERTEZA DA MEDIÇÃO

Os itens a seguir apresentam recomendações para se avaliar as incertezas de medição referentes à calibração de Massa.

2.1 - INCERTEZA PADRÃO COMBINADA (u_c): A incerteza padrão combinada da calibração da massa é avaliada a partir de 6 (seis) componentes. Destas, uma é classificada como sendo do tipo A, u_{est} , e as outras classificadas como sendo do tipo B (vide itens 3.3.3 a 3.3.5 da referência 2.4). A expressão para a avaliação da incerteza combinada é:

$$u_c = \sqrt{(u_{est})^2 + (u_{cc})^2 + (u_{dm})^2 + (u_b)^2 + (u_E)^2}, \quad (\text{Equação 12})$$

sendo cada uma destas componentes descritas a seguir.

2.1.1 – COMPONENTE DE INCERTEZA TIPO A: Neste guia a incerteza do tipo A é avaliada como sendo o desvio padrão da média calculado pela Equação 10. Ou seja:

$$u_{est} = s(\bar{X}). \quad (\text{Equação 13})$$

2.1.2 – COMPONENTES DE INCERTEZA DO TIPO B: Quatro componentes de incerteza do tipo B, u_{cc} , u_{dm} , u_b e u_E , serão consideradas neste guia.

2.1.2.1 – A primeira componente, u_{cc} , é a incerteza do certificado de calibração do Padrão de Massa, a qual pode ser obtida pela razão da incerteza expandida, U_{cc} , pelo fator de abrangência k_{cc} , ambos declarados no certificado de calibração:

$$u_{cc} = \frac{U_{cc}}{k_{cc}}. \quad (\text{Equação 14})$$

2.1.2.2 – A segunda componente, u_{dm} , é a incerteza declarada a partir da diferença entre o valor da massa padrão do último certificado, com o penúltimo certificado, dividido por raiz de 6.

$$u_{dm} = \frac{|deriva_{massa}|}{\sqrt{6}} \quad (\text{Equação 15})$$

2.1.2.3 – A terceira componente, u_b , é a incerteza declarada no certificado de calibração da balança, dividido pelo fator de abrangência (k_b).

$$u_b = \frac{U_b}{k_b}, \quad (\text{Equação 16})$$

onde:

U_b – incerteza declarada no certificado da balança; e

k_b – fator de abrangência declarado no certificado da balança.

2.1.2.4 – a quarta componente, u_E , é a incerteza da correção do empuxo do ar. Para obtê-la deve-se prosseguir como descrito abaixo:

- inicialmente, calcula-se o coeficiente de sensibilidade do empuxo devido à massa específica do ar c_{Ed} pela fórmula:

$$c_{Ed} = \left(\frac{m_B}{\rho_B} - \frac{m_A}{\rho_A} \right); \quad (\text{Equação 17})$$

onde

- m_B é a massa nominal do objeto (em kg);

- ρ_B é a massa específica do objeto (em kg/m³);

- m_A é a massa do padrão declarada no certificado (em kg);

- ρ_A é a massa específica do padrão (kg/m³).

- em seguida calcula-se u_d , que é a incerteza da massa específica do ar. Para se conhecer a incerteza da massa específica do ar deve-se proceder da seguinte forma:

- primeiramente calcula-se o coeficiente de sensibilidade c_{dP} pela fórmula:

$$c_{dP} = \frac{0,348444}{(273,15 + t)}; \quad (\text{Equação 18})$$

onde

t – é a temperatura do laboratório em °C.

- com c_{dP} e a incerteza da pressão, u_P , pode-se calcular a contribuição u_{dP} pela fórmula:

$$u_{dP} = c_{dP} \cdot u_P; \quad (\text{Equação 19})$$

- em seguida calcula-se o coeficiente de sensibilidade c_{dt} pela fórmula:

$$c_{dt} = \frac{0,348444 \cdot P_{atm} + 0,667756 \cdot h}{(273,15 + t)^2}; \quad (\text{Equação 20})$$

onde

P_{atm} – pressão atmosférica do laboratório em mbar

h – umidade do laboratório; e

t – temperatura do laboratório em °C.

- com c_{dt} e a incerteza da temperatura, u_t , pode-se calcular a contribuição u_{dt} pela fórmula:

$$u_{dt} = c_{dt} \cdot u_t; \quad (\text{Equação 21})$$

- calcula-se o coeficiente de sensibilidade c_{dh} pela fórmula:

$$c_{dh} = \frac{(0,020582 - 0,00252 \cdot t)}{(273,15 + t)}; \quad (\text{Equação 22})$$

onde

t – temperatura do laboratório em °C.

- com c_{dh} e a incerteza da umidade, u_h , pode-se calcular a contribuição u_{dh} pela fórmula:

$$u_{dh} = c_{dh} \cdot u_h; \quad (\text{Equação 23})$$

- o cálculo da incerteza da massa específica do ar é feita com a seguinte fórmula:

$$u_d = \sqrt{(u_{dP})^2 + (u_{dt})^2 + (u_{dh})^2} \quad (\text{Equação 24})$$

- com c_{Ed} e a incerteza da massa específica do ar, u_d , pode-se calcular a contribuição u_{Ed} pela fórmula:

$$u_{Ed} = c_{Ed} \cdot u_d; \quad (\text{Equação 25})$$

- em seguida calcula-se o coeficiente de sensibilidade do empuxo do ar devido à massa do padrão, c_{EmA} , pela fórmula:

$$c_{EmA} = \frac{\rho_{ar}}{\rho_A}; \quad (\text{Equação 26})$$

onde

- ρ_{ar} é a massa específica do objeto (em kg/m^3);
- ρ_A é a massa específica do padrão (kg/m^3).
- com c_{EmA} e a incerteza da massa do padrão, u_{mA} , pode-se calcular a contribuição u_{EmA} pela fórmula:

$$u_{EmA} = c_{EmA} \cdot u_{mA}; \quad (\text{Equação 27})$$

- calcula-se então o coeficiente de sensibilidade devido à massa específica do padrão, c_{EdA} , pela fórmula:

$$c_{EdA} = \frac{m_A \cdot \rho_{ar}}{(\rho_A)^2}; \quad (\text{Equação 28})$$

onde

- ρ_{ar} é a massa específica do ar (em kg/m^3);
- m_A é a massa do padrão declarada no certificado (em kg);
- ρ_A é a massa específica do padrão (kg/m^3).
- com c_{EdA} e a incerteza da massa específica do padrão, u_{dA} , pode-se calcular a contribuição u_{EdA} pela fórmula:

$$u_{EdA} = c_{EdA} \cdot u_{dA}; \quad (\text{Equação 29})$$

- por fim calcula-se o coeficiente de sensibilidade devido à massa específica do objeto, c_{EdB} , pela fórmula:

$$c_{EdB} = \frac{-m_B \cdot \rho_{ar}}{(\rho_B)^2}; \quad (\text{Equação 30})$$

onde

- ρ_{ar} é a massa específica do ar (em kg/m^3);

- m_B é a massa nominal do objeto (em kg);
- ρ_B é a massa específica do objeto declarada na seção 5 deste procedimento (kg/m^3).
- com c_{EdB} e a incerteza da massa específica do objeto, u_{dB} , declarada na seção 5 deste procedimento, pode-se calcular a contribuição u_{EdB} pela fórmula:

$$u_{EdB} = c_{EdB} \cdot u_{dB}; \quad (\text{Equação 31})$$

- o cálculo da incerteza da correção devida ao empuxo do ar é feita com a seguinte fórmula:

$$u_E = \sqrt{(u_{Ed})^2 + (u_{EmA})^2 + (u_{EdA})^2 + (u_{EdB})^2} \quad (\text{Equação 32})$$

2.2 - INCERTEZA EXPANDIDA(U)

Para expressar a incerteza expandida da calibração da Massa, a incerteza padrão combinada (u_c) deve ser multiplicada por um fator de abrangência k , correspondente a um determinado nível de confiança:

$$U = k \cdot u_c \quad (\text{Equação 33})$$

Para se calcular o valor de k , é necessário encontrar o valor dos graus de liberdade efetivos (v_{eff}), por intermédio da expressão:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4}{\left[\frac{(u_{est})^4}{4} \right]} \quad (\text{Equação 34})$$

Utilizar a tabela t -Student (ANEXO A5) para encontrar o fator de abrangência k para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

Nota₁: A tabela t -Student fornece os fatores de abrangência para um determinado número de graus de liberdade e um determinado nível de confiança. A primeira coluna contém os graus de liberdade efetivo, enquanto a primeira linha traz os diferentes níveis de confiança; os outros valores são os fatores de abrangência. Para obter o fator de abrangência correto, deve-se escolher a coluna correspondente ao nível de confiança desejado (no caso, 95% aproximadamente) e escolher a linha correspondente ao número de graus de liberdade

efetivo (calculado pela equação (34)) Por exemplo, para um valor de graus de liberdade efetivos igual a 50, o valor de k encontrado na tabela para 95% é 2,01.

Nota₂: Quando o número de graus de liberdade efetiva for não inteiro, deve-se tomar o próximo valor inteiro inferior. Por exemplo, se $v_{eff} = 4,8$, considerar $v_{eff} = 4$.

ANEXO 10

QUESTIONÁRIOS ENVIADOS AOS PARTICIPANTES DO PROGRAMA DE
COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE MASSA, PARA AVALIAÇÃO

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE MASSA
(ABSOLUTA)**

QUESTIONÁRIO I

Laboratório Participante:

Responsável:

1 Qual a formação do técnico que realizou a calibração do Programa de comparação Interlaboratorial (PCI)?

2 Qual o tempo de experiência do técnico na calibração de massa?

3 Foi encontra dificuldade no cumprimento do PCI. Qual?

Sim

Não

4 Quanto a metodologia empregada, houve dificuldade na sua execução?

Sim

Não

5 Foi necessário algum estudo complementar para a realização dos cálculos.

Sim

Não

6 Em caso afirmativo especifique?

7 O equipamento utilizado na calibração de massa foi:

Balança Eletrônica

Comparador