

RESULTADOS DE UMA COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE RESISTÊNCIA ELÉTRICA CONDUZIDA PELO CTA

Alberto José de Azevedo Siqueira, albertojas@ig.com.br¹
Gilberto Walter Arenas Miranda, gilware@unitau.br²

¹Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial - CTA, Instituto de Fomento e Coordenação Industrial - IFI, Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial - CMA, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50, São José dos Campos – São Paulo, Brasil, CEP 12231-970

²UNITAU – Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Taubaté – Rua Daniel Danelli s/nº, Jardim Morumbi, Taubaté – São Paulo, Brasil, CEP 12040-440

Resumo: *A Comparação Interlaboratorial (CI), é poderosa ferramenta utilizada atualmente para avaliação de desempenho, verificação da capacidade de medição e competência técnica de laboratórios é a Comparação Interlaboratorial (CI). Tão bem aceita é esta ferramenta, que ela tornou-se requisito obrigatório para garantir a qualidade de resultados de ensaio e calibração. Em nível internacional, ela tem-se mostrado uma ferramenta essencial no estabelecimento da confiança e do reconhecimento mútuo entre laboratórios de diferentes países. A nível nacional, as Intercomparações são utilizadas de forma corrente por organismos de acreditação, com o objetivo de avaliar a capacidade de medição dos laboratórios acreditados. Este trabalho tem como objetivo a apresentação dos resultados da primeira comparação interlaboratorial de resistência elétrica conduzida pelo Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial – CTA, com a participação de seis (6) laboratórios, na calibração de um Resistor de 10 kΩ. O desempenho dos laboratórios foi avaliado a partir da análise de erro normalizado.*

Palavras-chave: *comparação interlaboratorial, resistor.*

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, tornou-se imprescindível para laboratórios de ensaio e/ou calibração, autônomos ou incorporados a uma organização maior, demonstrar sua capacidade de medição de forma eficiente e eficaz, evidenciando, assim, sua competência técnica. Embora a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos para a Competência Técnica de Laboratórios de Ensaio e Calibração, de utilização voluntária, não referencie como requisito mandatório, o uso de comparações interlaboratoriais num sistema de gestão baseado nesta norma apresenta-se como uma poderosa ferramenta para monitorar a validade dos ensaios e calibrações realizados.

O BIPM - Bureau International des Poids & Mesures, realiza comparações interlaboratoriais entre os institutos nacionais de metrologia - INM, pelo menos desde as décadas de 80, em todas as áreas da metrologia. (BIPM)

Tanto em nível internacional como nacional, esta ferramenta tem se mostrado essencial no estabelecimento da confiança e do reconhecimento mútuo entre laboratórios de diferentes países e de forma corrente por organismos de acreditação, com o objetivo de avaliar a capacidade de medição dos laboratórios acreditados.

É importante garantir que os sistemas e meios de medição apresentem informações confiáveis, pois medidas erradas ou inexatas podem conduzir a decisões erradas, com conseqüências sérias, representando custos e até mesmo o comprometimento de vidas. Por este motivo, é importante ter segurança na confiabilidade e exatidão das medidas realizadas pelos metrologistas.

Está comparação tem sido utilizada para diversos fins como: validação de novos métodos de calibração, avaliação do desempenho do INM, como requisito técnico para acreditação do laboratórios, certificação dos materiais de referência, entre outros. (Olivieri, Pompeia)

Com isso, em 2005, a Divisão de Confiabilidade Metrológica Aeroespacial, do Instituto de Fomento e Coordenação Industrial, do Centro Técnico Aeroespacial coordenou uma intercomparação relativa à calibração de Resistor Padrão realizada com a participação de seis laboratórios de metrologia.

Desta monta, as CI's (INMETRO - DOQ-CGCRE-005, 2002, EA, "EAL-P7") devem sempre abranger os mais diversos ramos e tipos de instrumentos metrológicos.

Para isso, um Resistor Padrão de 10 kΩ foi utilizado como padrão circulante, sendo solicitado aos laboratórios participantes os seguintes resultados: os valores obtidos na calibração, a média e as incertezas de medição. Nesta

análise, baseada no conceito de erro normalizado, foi considerada como valor de referência o valor fornecido pelo Laboratório de Resistência do INMETRO.

De modo geral, quando um laboratório possui desempenho não satisfatório, ou não possui um resultado compatível com um valor de referência, são sugeridas tomadas de ações corretivas com o intuito de que o laboratório possa identificar e solucionar possíveis problemas envolvidos em seu processo.

O objetivo deste trabalho é apresentar os principais resultados e conclusões desta CI. Para isto na próxima seção serão apresentadas as informações gerais relativas à intercomparação. Em seguida serão apresentados os resultados e algumas observações. Por fim, serão feitas algumas considerações.

2. INFORMAÇÕES BÁSICAS

Esta comparação interlaboratorial de resistência padrão foi conduzida pela Divisão de Confiabilidade Metrológica (CMA) do Instituto de Fomento e Coordenação Industrial (IFI), do Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial (CTA) no período de abril de 2005 a novembro do mesmo ano. Seis laboratórios de metrologia participaram da intercomparação, sendo dois laboratórios pertencentes ao Comando da Aeronáutica, e quatro externos a este. Para garantir o anonimato dos participantes, cada laboratório foi identificado com um código, o qual foi de conhecimento apenas da organização e do próprio laboratório e do laboratório referência.

Por se tratar da primeira intercomparação de resistor padrão conduzida pelo CTA, a idéia era ter um panorama geral de como as calibrações estavam sendo efetuadas. Por isso, o método de calibração não foi estipulado, ficando sua determinação a critério do laboratório participante. O método de calibração e os padrões empregados, bem como as condições ambientais de cada laboratório no momento da calibração, são apresentados respectivamente nas Tabelas 1, 2 e 3. O padrão circulante escolhido para este programa foi o Resistor Padrão de 10 k Ω , marca: FLUKE, modelo: 742A-10k, número de série: 5065048.

Para cada laboratório foi solicitada a calibração do resistor de 10 k Ω . Foi pedido ainda que fosse informado o valor de medida, a média das leituras, a incerteza de medição (EA-4/02 -S1), o fator de abrangência (k), método de calibração pelo participante. Para avaliar o desempenho de cada laboratório foi utilizado o erro normalizado, em que o critério para que um laboratório tenha um resultado compatível com uma referência é o erro normalizado, En (ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, ABNT ISO/IEC GUIA 43-2), o qual é calculado por

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

tenha valor absoluto menor do que a unidade. Nesta expressão, X_{lab} é o valor fornecido pelo laboratório participante, X_{ref} é um valor de referência, U_{lab} é a incerteza declarada pelo laboratório e U_{ref} é a incerteza da referência. Foi considerado como valor de referência o valor fornecido pelo Laboratório de Resistência do INMETRO.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O método de calibração e os padrões empregados, bem como as condições ambientais de cada laboratório no momento da calibração, são apresentados respectivamente nas tabelas 1, 2 e 3:

Tabela 1: Métodos de calibração utilizados pelos laboratórios participantes e datas das respectivas calibrações.

Código	Método de Calibração	Data de Calibração
1- Ref.	Método por Comparação	14/04/2005 e 13/09/2005
2	Método da Substituição a 4 fios	30/06/2005
3	Método da razão com corrente fixa	10/05/2005
4	Leitura Direta	14/06/2005
5	Leitura Direta	15/07/2005
6	Método da razão com corrente fixa	02/05/2005

Tabela 2: Padrões utilizados pelos laboratórios participantes.

Código	Padrões Utilizados		
1- Ref.	Resistor 1 Ω - cod. TH1	Ponte automática de Resistência e Resistor 10 kW - cod. R2	Resistor 10 k Ω - cod. R1
2	Multímetro HP 3458A	Resistor ESI SR104	-
3	Multímetro HP 3458A	Calibrador Multifunção Fluke 5700A	Resistor L&N 4214
4	Multímetro HP 34401A	-	-
5	Multímetro HP 3458A	-	-
6	Multímetro HP 3458A	Calibrador Fluke 5700A	Resistor ESI SR104 -10k

Tabela 3: Condições ambientais de calibração de cada laboratório. Os números em parêntesis indicam a incerteza nos dois últimos algarismos.

Código	Temperatura (°C)	Umidade Relativa(%)
1- Ref.	23,00 (26)	55 (10)
2	23,00 (60)	50 (05)
3	23,00 (60)	55 (10)
4	não declarada	não declarada
5	23 (01)	50 (15)
6	22 (03)	58 (10)

Foram solicitados a cada laboratório os seguintes dados: valores de leitura, o valor médio e informações relativas à avaliação da incerteza de medição (EA-4/02 -S1). Os principais resultados das calibrações (média, incerteza de medição, fator de abrangência e nível de confiança) são apresentados na tabela a seguir:

Tabela 4: Média, incerteza de medição, fator de abrangência (k) e nível de confiança (N_C) relatado por cada participante.

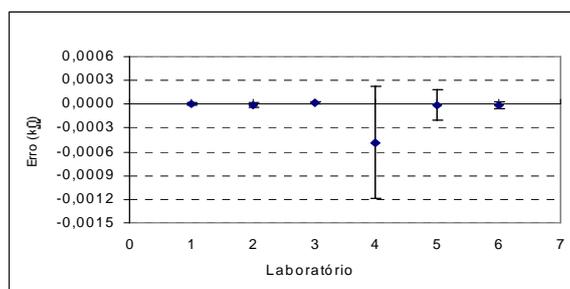
Código	Média (kΩ)	Incerteza (ppm)	Incerteza (kΩ)	k	N _C (%)
1- Ref. (inicial)	9,999811	1,7	0,000017	2,00	95,45
2	9,999794	3,0	0,000030	2,00	95,45
3	9,99983	2,0	0,000020	2,00	95,45
4	9,99933	71,0	0,000710	2,00	95,45
5	9,999797	19,0	0,000190	2,00	95,45
6	9,999804	4,6	0,000046	2,00	95,45
1 - Ref. (final)	9,999804	1,7	0,000017	2,00	95,45

Com os resultados das calibrações inicial e final pelo laboratório de referência, foi possível avaliar a estabilidade do padrão circulante durante a comparação interlaboratorial. A condição de estabilidade seria verificada caso o valor absoluto do erro normalizado entre esses resultados fosse menor do que 1. O valor encontrado foi -0,29, indicando que o padrão permaneceu estável durante o período de medições. A partir dos resultados da Tabela 4, foi possível avaliar o erro de cada laboratório (considerando-se o valor da primeira calibração realizada pelo INMETRO como Valor Verdadeiro Convencional - valor de referência) e o respectivo erro normalizado (Tabela 5):

Tabela 5: Valores de erro e erro normalizado para cada participante, em que o valor de referência considerado foi o valor declarado na primeira calibração realizada pelo INMETRO.

Código	Média (kΩ)	Incerteza (kΩ)	Erro (kΩ)	Erro Normalizado
1- Ref.	9,999811	0,000017	0,000000	-
2	9,999794	0,000030	-0,000017	-0,49
3	9,999830	0,000020	0,000019	0,72
4	9,999330	0,00071	-0,000481	-0,68
5	9,999797	0,00019	-0,000014	-0,07
6	9,999804	0,000046	-0,000007	-0,14

Os erros e as incertezas de cada laboratório são apresentados nas figuras a seguir:

**Figura 1: Valores de erro e incertezas de cada laboratório, considerando-se o valor da calibração inicial do INMETRO como valor verdadeiro convencional.**

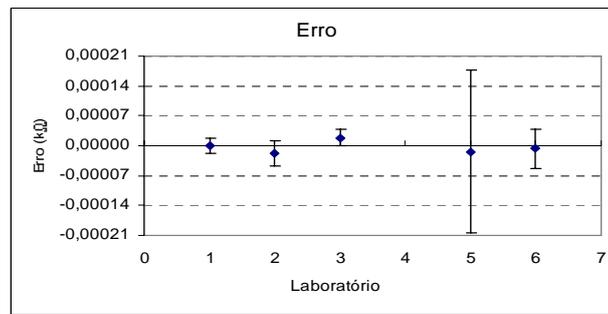


Figura 2: Valores de erro e incertezas de cada laboratório, excluindo-se o valor do laboratório 4.

Com o intuito de se comparar os resultados dos participantes entre si, foi calculada a matriz E_{nP} de erros normalizados entre os participantes, em que o elemento ij da matriz é

$$(E_{nP})_{ij} = \frac{X_i - X_j}{\sqrt{U_i^2 + U_j^2}}, \quad i, j = 2, 3, \dots, 6 \quad (2)$$

sendo X_i e X_j os resultados declarados pelo i -ésimo e j -ésimo laboratórios, nesta ordem, e U_i e U_j , as respectivas incertezas de medição. Os valores desta matriz são mostrados na tabela seguinte:

Tabela 6: Valores da matriz E_{nP} de erros normalizados entre os participantes.

	2	3	4	5	6
2	-	-0,998	0,653	-0,016	-0,182
3	0,998	-	0,704	0,173	0,518
4	-0,653	-0,704	-	-0,635	-0,666
5	0,016	-0,173	0,635	-	-0,036
6	0,182	-0,518	0,666	0,036	-

Como no caso anterior, os resultados de dois laboratórios i e j podem ser considerados compatíveis entre si se o valor absoluto de $(E_{nP})_{ij}$ for menor do que a unidade.

Na Tabela 1 é possível verificar que entre os cinco laboratórios participantes - excluindo-se o laboratório de referência - três métodos diferentes de calibração foram utilizados, quais sejam, o Método de Substituição a 4 fios (1 laboratório), Método da Razão com Corrente Fixa (2 laboratórios) e o Método de Leitura Direta (2 laboratórios). Na Tabela 4 é possível constatar que os dois participantes que se utilizaram deste último método possuem incertezas que são uma ordem de grandeza maior do que as dos demais laboratórios, os quais utilizaram outros métodos de calibração. A Tabela 3 mostra que as condições ambientais de calibração dos laboratórios participantes (dentre os valores declarados) são muito próximas umas das outras, variando em no máximo 1°C em temperatura e 8% em umidade relativa.

Os valores de erro normalizado apresentados na Tabela 5 indicam que todos os laboratórios possuem valores compatíveis com o valor de referência (INMETRO), uma vez que os valores absolutos de E_n de todos os participantes são menores do que 1. É possível afirmar a compatibilidade dos laboratórios, uma vez que a condição de estabilidade durante o período de medições do padrão circulante foi constatada. No entanto, cabe mencionar que o erro apresentado pelo laboratório de código 4 é, em valor absoluto, significativamente maior do que os dos demais participantes. Esta diferença talvez seja consequência da escolha do multímetro - este foi o único laboratório que utilizou um instrumento de 6½ dígitos, enquanto os outros participantes fizeram uso de multímetro de 8½ dígitos.

Na Tabela 6 é possível verificar que os resultados de todos os participantes, além de compatíveis com o valor do laboratório do INMETRO, são também compatíveis entre si, uma vez que os valores absolutos de todos os elementos da matriz E_{nP} de erros normalizados entre os participantes são inferiores à unidade.

4. CONCLUSÕES

O uso do critério de erro normalizado indicou que as calibrações executadas por todos os laboratórios participantes são compatíveis com aquela executada pelo Laboratório de Resistência do INMETRO. O mesmo critério também serviu para indicar que os participantes possuem resultados compatíveis entre si. Desta forma é possível afirmar que o desempenho dos técnicos na calibração de resistência, de acordo com os seus próprios procedimentos, foi satisfatório, e que a competência técnica dos participantes foi garantida, frente aos critérios adotados nesta Comparação Interlaboratorial.

A Coordenação do Programa de Comparação Interlaboratorial da Grandeza Resistência Elétrica sugere que novas comparações como estas sejam realizadas, com o apoio do INMETRO, de forma que se possa ter um aprimoramento contínuo por parte dos laboratórios participantes. Também seria interessante que outras comparações com mais padrões

circulantes pudessem ser realizadas, melhorando a estatística dos resultados, de forma que as conclusões possam ter um maior embasamento.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao pessoal do CTA pelo apoio e aos participantes da intercomparação e principalmente ao INMETRO por participar desta intercomparação como referencia.

6. REFERÊNCIAS

- ABNT ISO/IEC GUIA 43-1. Ensaio de Proficiência por comparação Interlaboratorial Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência, 2005.
- ABNT ISO/IEC GUIA 43-2. Ensaio de Proficiência por comparação Interlaboratorial Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratório, 2005.
- ABNT, “NBR ISO IEC 17025 – Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração”, ABNT, 2001.
- EA, “EAL-P7 - EAL Interlaboratory Comparisons”, EA, 1996.
- EA-4/02 -S1 “Expressão da Incerteza de Medição em Calibração”, EA, 1999.
- INMETRO, “DOQ-CGCRE-005 – Orientações Para a Organização de Comparações Interlaboratoriais Pelas Comissões Técnicas da DICLA – Revisão:00”, INMETRO, 2002.
- IPT, TÉCNICAS & MÉTODOS-7 – Programas Interlaboratoriais – Introdução à Metodologia e Análise dos Resultados, 1984.
- P.J.Pompeia , A.J.A.siqueira. Intercomparação de Década Resistiva: Melhoria no processo de calibração na FAB – Anais do 6º SEMETRO, p. 265, INMETRO 2005.
- Olivieri, J.C., Programas Interlaboratoriais, maio 2003.
- BIPM, Final Report, CCEM WGKC/2001-15, 2001
-, Metrologia, 1996, 33, 485-491
-, Metrologia, 2006, 43, TECK. Suppl. 07007

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

RESULTS OF AN INTERLABORATORY COMPARISONS OF ELECTRIC RESISTANCE DRIVEN BY CTA

Alberto José de Azevedo Siqueira, albertojas@ig.com.br¹
Gilberto Walter Arenas Miranda, gilware@unitau.br²

¹General-Command for Aerospace Technology - CTA, Industrial Foment and Coordination Institute - IFI, Reliability Metrological Aerospace Division - CMA, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50, São José dos Campos – São Paulo, Brazil, CEP 12231-970

²UNITAU - Department of Mechanical Engineering of Taubaté University – Rua Daniel Danelli, s/nº, Jardim Morumbi, Taubaté – São Paulo, Brazil, CEP 12040-440

Abstract: *One of the most powerful tools used now for acting evaluation, verification of the measurement capacity and technical competence of laboratories is the Interlaboratory Comparison (CI). This tool is accepted, it became mandatory requirement to guarantee the quality of test results and calibration. On the international level, it has been showing an essential tool in the establishment of the reliability and of the mutual recognition among laboratories of different countries. On the national level, are used in an evaluate way by accreditation organisms, with the objective of evaluating the capacity of measurement of the accredited laboratories. This work has as objective the presentation of the results of the first interlaboratory comparison of electric resistance driven by the Command-General of Aerospace Technology - CTA, with the participation of (6) six laboratories, in the calibration of a Resistor of 10 k Ω . The performance of the laboratories has evaluated from the analysis of normalized error.*

Key-Words: *Interlaboratory comparison, resistor.*