

AÇÕES PARA CAPACITAR O CETEM COMO REFERÊNCIA LABORATORIAL PARA O SETOR DE ROCHAS ORNAMENTAIS

Thalissa Pizetta Altoé

Bolsista Capacitação Institucional, Engenheira de Minas

Francisco Wilson Hollanda Vidal

Orientador, Engenheiro de Minas, D. Sc.

Nuria Fernández Castro

Coorientadora, Engenheira de Minas, M. Sc.

Resumo

O Laboratório de Rochas Ornamentais – LABRO, do Núcleo Regional do Espírito Santo do CETEM está implementando o Sistema de Gestão da Qualidade Laboratorial (SGQL), de acordo à Norma NBR ISO/IEC 17025:2005, com o objetivo de obter a acreditação de ensaios, no escopo do projeto “Apoio à Normalização e Avaliação da Conformidade do setor de Rochas Ornamentais – ABNTROCHAS”, coordenado pela ABNT e financiado pela FINEP/MCTI. Nesse âmbito, está sendo finalizada a elaboração de documentos gerenciais e técnicos, realizou-se o levantamento das condições operacionais dos equipamentos e necessidades de adequação do LABRO e foram estimadas incertezas de medição correspondentes a dois ensaios da norma ABNT NBR 15845:2010. As incertezas foram estimadas por avaliação do tipo A, por repetitividade das medições e de Tipo B, com base nas informações do certificado de calibração do equipamento. O trabalho está em andamento e a maior dificuldade enfrentada é atender a necessidade de calibrações e aquisição de equipamentos calibrados.

1. Introdução

O Núcleo Regional do Espírito Santo do Centro de Tecnologia Mineral – NRES/CETEM atua na principal região produtora e exportadora do país de rochas ornamentais, desenvolvendo, dentre outros, estudos relacionados com a caracterização tecnológica e a alterabilidade de seus produtos e subprodutos.

Para a melhor empregabilidade da rocha, seja na parte estrutural ou como revestimento, torna-se indispensável o conhecimento das suas características tecnológicas, ou seja, a avaliação de seu comportamento nas edificações, onde a rocha é submetida a solicitações mecânicas e à ação de agentes externos (físicos, químicos e biológicos) que podem comprometer seu desempenho, durabilidade e a segurança das pessoas. As características tecnológicas das rochas, assim como a previsão do seu desempenho em serviço, são obtidas mediante análises e ensaios, executados segundo procedimentos rigorosos, estabelecidos, no Brasil, pela Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT.

Objetivando melhorar a competitividade e confiabilidade na qualidade dos produtos de rochas ornamentais, promovendo a expansão e consolidação de sua participação nos mercados interno e externo, o CETEM participa do projeto “Apoio à Normalização e Avaliação da Conformidade do setor de Rochas Ornamentais –

ABNTROCHAS”, coordenado pela ABNT e financiado pela FINEP/MCTI. O projeto visa à revisão e à elaboração de Normas Brasileiras harmonizadas com as normas internacionais e regionais, à elaboração e implementação de Programas de Avaliação da Conformidade e à capacitação e acreditação do Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais – LABRO, do CETEM, como um dos laboratórios de referência para rochas ornamentais, cumprindo os requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração, constantes na Norma NBR ISO/IEC 17025:2005. O selo da acreditação garante aos laboratórios a confiabilidade dos resultados emitidos por seus ensaios além de formalizar sua competência técnica.

A acreditação laboratorial é dividida em três fases que englobam a implementação do sistema de gestão da qualidade, etapas de avaliação e a manutenção da competência (caso seja concedido ao laboratório o selo da acreditação).

2. Objetivos

Auxiliar a implementação do Sistema de Gestão da Qualidade do LABRO, com base nos requisitos estabelecidos na Norma ISO IEC 17025:2005 de competência laboratorial.

2.1. Objetivos específicos

- Elaborar a documentação e armazenar os registros do Sistema de Gestão da Qualidade do LABRO; e
- efetuar diagnóstico dos requisitos técnicos do LABRO.

3. Material e Métodos

Segundo a NBR ISO/IEC 17025:2005, a acreditação é o reconhecimento formal da competência do Laboratório para a realização de Ensaios e/ou Calibrações específicas. A acreditação de um laboratório de ensaios é concedida por ensaio para atendimento a uma determinada norma. No caso do LABRO, o escopo da acreditação e o atendimento à norma ABNT NBR 15845:2010 - Rochas para revestimento – Métodos de Ensaio.

O LABRO se enquadra hoje na primeira fase da acreditação que consiste na estruturação interna do laboratório. Durante o desenvolvimento deste trabalho, de seis meses de duração, foi finalizado o Manual da Qualidade (MQ), registro documental do sistema de gestão, no qual foram definidas as diretrizes administrativas e documentais do laboratório, as instruções e procedimentos para a realização de ensaios, de calibração interna e ensaios de proficiência e as instruções operacionais dos equipamentos. De fundamental importância para o estabelecimento de procedimentos adequados para a acreditação de ensaios laboratoriais é a estimação das incertezas das medições realizadas no laboratório, o que foi realizado conforme detalhado a seguir.

3.1. Incerteza de Medição

Segundo o Guia para Expressão da Incerteza na Medição (BIMP *et al.*, 2008) quando todos os componentes de erro conhecidos ou presumidos tenham sido avaliados e as correções adequadas tenham sido aplicadas, ainda permanece uma incerteza sobre o resultado declarado, isto é, de quão corretamente o resultado da medição

representa o valor da grandeza que está sendo medida. A incerteza do resultado de uma medição reflete a falta de conhecimento exato do valor do mensurando. De acordo com Vocabulário Internacional de Metrologia – VIM (INMETRO, 2012), a incerteza de medição é um parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas. A incerteza em um resultado de uma medição geralmente consiste de vários componentes que podem ser agrupados em duas categorias de acordo com o método utilizado para estimar seu valor numérico (BIMP *et al.*, 2008):

- Tipo A - avaliadas por métodos estatísticos, derivada de uma distribuição de frequência observada.
- Tipo B - avaliadas por outros meios, e usualmente baseadas em um conjunto de informações comparativamente confiáveis. Exemplo: incerteza do equipamento expressa no certificado de calibração.

O propósito da classificação em Tipo A e Tipo B é indicar as duas maneiras diferentes de avaliar os componentes de incerteza. Ambos os tipos de avaliação são baseados em distribuições de probabilidade e os componentes de incerteza resultantes de cada tipo são quantificados por variâncias ou desvios padrão.

Para listar as incertezas envolvidas nos ensaios da acreditação foi necessário acompanhar desde o recebimento das amostras, medição, realização dos ensaios até a obtenção dos resultados finais de cada ensaio de caracterização. Esse procedimento possibilitou avaliar as condições de funcionamento dos equipamentos, listar instrumentos necessários à realização dos ensaios e coletar informações para redigir as Instruções de Trabalho e Operacionais.

Considerando que o LABRO não possui todos os equipamentos calibrados, realizou-se a estimativa da incerteza apenas da etapa de recebimento das amostras, de acordo com o método proposto no Guia Eurachem (ELLISON; WILLIAMS, 2012) que descreve toda metodologia de cálculo a ser adotada. Nesse caso foi determinada apenas a incerteza padrão da medição dos corpos de prova, já que as etapas seguintes só serão concluídas quando as incertezas dos ensaios completos forem consideradas.

Nessa etapa foi considerada a medição dos corpos de prova seguindo os procedimentos de ensaio descritos nos anexos C - Coeficiente de Dilatação Térmica Linear, e Anexo E - Resistência à compressão Uniaxial da ABNT NBR 15845:2010.

Foram escolhidas duas amostras aleatórias para cada ensaio, essas já enumeradas e identificadas com um número de protocolo. Para a medição dos corpos de prova das amostras, foi utilizado um paquímetro digital Mitutoyo, modelo 500-171- 20B, calibrado.

3.1.1. Avaliação do Tipo A da Incerteza de Medição

A avaliação do Tipo A, no LABRO, foi realizada considerando-se a repetitividade e a reprodutibilidade das medições e a análise estatística dos valores obtidos.

A repetitividade expressa o grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando, efetuadas sob as mesmas condições de medição (BIMP *et al.*, *op. cit.*). As condições de

repetitividade incluíram o mesmo procedimento de medição, mesmo operador, mesmo instrumento de medição, utilizado nas mesmas condições, mesmo local, e repetição, dez vezes, das medições do mesmo corpo de prova, para as amostras selecionadas, em um curto período de tempo.

A reprodutibilidade expressa o grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições modificadas de medição (BIMP *et al.*, 2008). Foi avaliada pelo valor limite da variação na média das medidas realizadas por diferentes operadores, utilizando o mesmo dispositivo de medição, medindo características idênticas nos mesmos corpos de prova e nas mesmas condições.

3.1.2. Avaliação do Tipo B da Incerteza de Medição

Segundo o VIM (INMETRO, 2012), a avaliação do Tipo B da incerteza de medição é determinada por meios diferentes daqueles adotados para uma avaliação do Tipo A, baseada em informação:

- Associada a valores publicados por autoridade competente.
- Associada ao valor de um material de referência certificado.
- Obtida a partir de um certificado de calibração.
- Obtida a partir da classe de exatidão de um instrumento de medição verificado.
- Obtida a partir de limites deduzidos da experiência pessoal.

A avaliação do Tipo B, no LABRO, foi baseada nas informações do certificado de calibração dos equipamentos.

3.2. Estimativa das Incertezas de Medição

3.2.1. Incerteza Padrão

Foi estimada a incerteza padrão dos resultados das medições repetitivas, do Tipo A, pelo desvio padrão dos resultados obtidos e, mediante combinação das incertezas constantes no certificado de calibração do paquímetro, obteve-se a incerteza expandida do instrumento de medição, do Tipo B. Essa incerteza expandida foi dividida pelo fator de abrangência ($k=2$) referente à probabilidade de 95% do certificado de calibração do paquímetro (PEREIRA, 2015), o que deu origem à incerteza padrão do equipamento. A Incerteza Padrão do Equipamento, dividida pela média do valor medido denomina-se incerteza padrão relativa e o mesmo aplica-se à incerteza padrão das medidas repetitivas.

3.2.1.1. Incerteza padrão do Equipamento

$$\mu(\diamond\diamond_1) \frac{a}{k} \quad (1)$$

=

Onde: a = Incerteza Expandida do paquímetro; k = fator de abrangência.

3.2.1.2. Incerteza padrão do Mensurado

$$\diamond\diamond(x_2) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (2)$$

Onde: s = desvio padrão; n = número de repetições.

4. Resultados e Discussão

Foi finalizado o Manual da Qualidade Laboratorial e, especificamente, documentos que fazem parte do Item 5.4 da NBR ISO/IEC 17025:2005 de Manuseio de Itens de Ensaio, que se referem aos procedimentos de ensaio, operação de equipamentos, registro de dados e procedimentos de controle do laboratório.

Foram realizados levantamentos das condições operacionais (temperatura e umidade) dos equipamentos do LABRO que constam no escopo da acreditação, ressaltando a necessidade de manutenção, calibrações e compra de equipamentos.

4.1. Levantamento da Incerteza de Medição

O levantamento das incertezas do recebimento das amostras é apresentado em Diagramas de Ishikawa nas Figuras 1 e 2. Esse diagrama também denominado de “diagrama de causa e efeito” é uma importante ferramenta da qualidade que permite o agrupamento e organização das causas de um determinado problema.

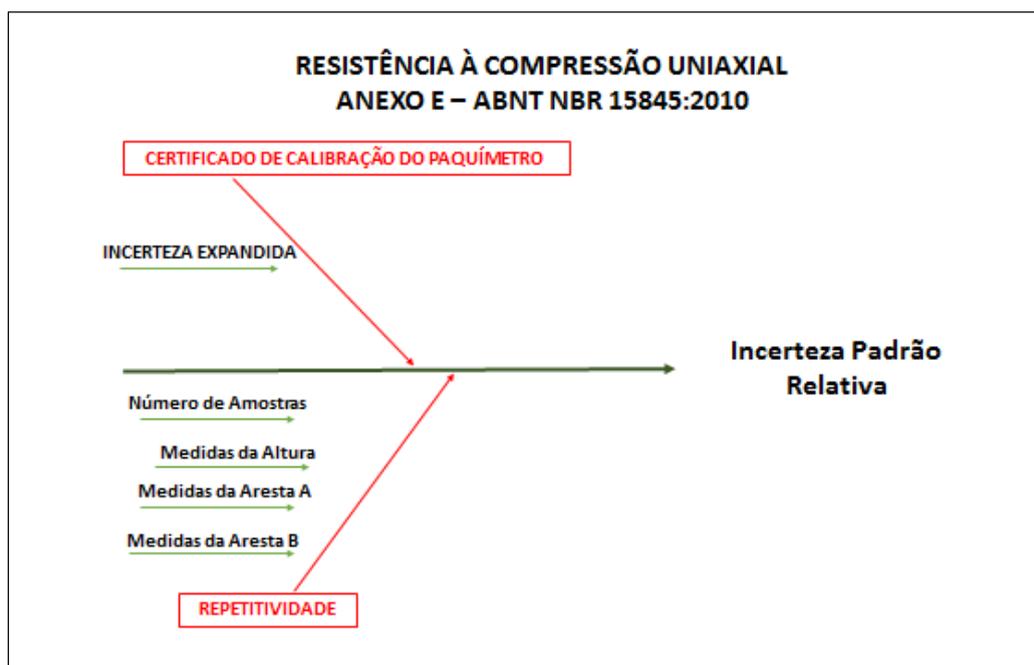


Figura 1. Diagrama de Ishikawa, Ensaio de Resistência à Compressão Uniaxial.

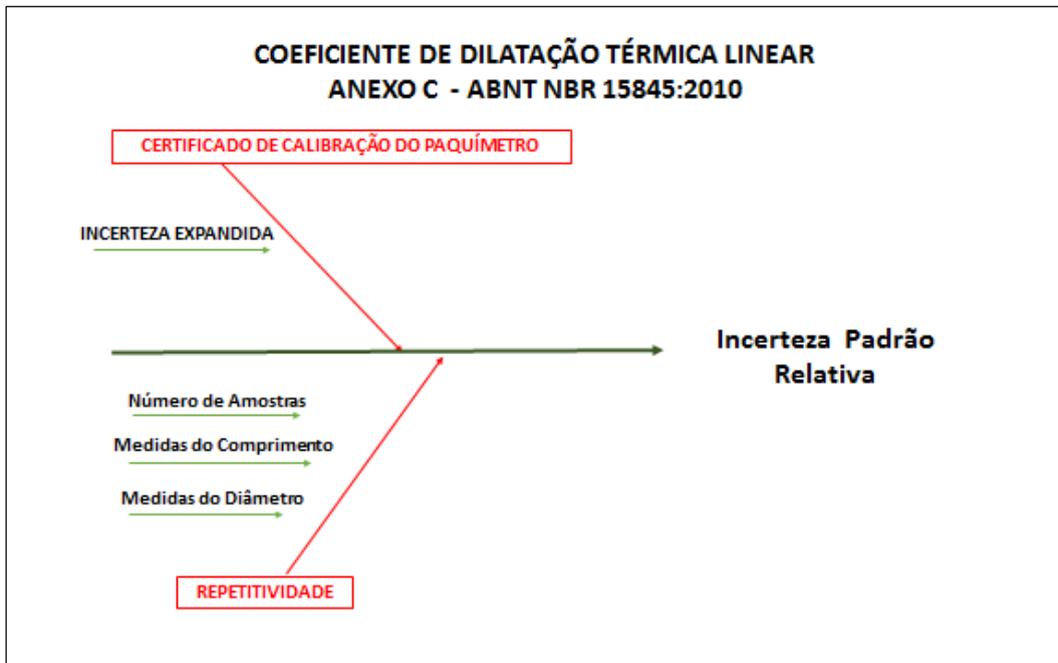


Figura 2. Diagrama de Ishikawa, Ensaio de Coeficiente de Dilatação Térmica Linear.

O trabalho está em andamento e, para todos os ensaios, ainda serão estimadas as incertezas de medição nas etapas seguintes, realizadas em equipamentos que ainda devem ser calibrados: balanças, estufas, dilatômetro e prensa hidráulica. A calibração para ser confiável deve ser realizada por laboratório acreditado pelo Inmetro e que conste na Rede Brasileira de Calibração (RBC) e devido às dificuldades financeiras e as travas legais para contratação de serviços, impostas pela Lei de Licitações e contratos, especialmente pela localização do LABRO (interior do Espírito Santo) o processo é demorado, embora esteja em andamento, mas no fechamento do período deste trabalho não estava finalizado.

Com a calibração dos demais equipamentos necessários para a realização completa desses ensaios, será possível finalizar a determinação da estimativa de todas as incertezas dos mesmos. Isto permitirá a realização das auditorias internas e externas exigidas para a acreditação. Dessa forma, será garantido ao Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais - LABRO do CETEM o cumprimento de todos os requisitos exigidos na norma NBR ISO/IEC 17025:2005, proporcionando aos clientes confiança e credibilidade nos resultados gerados.

5. Conclusão

O processo de acreditação do LABRO está finalizando a fase de estruturação interna, nas etapas de implementação do Sistema de Gestão da Qualidade e início das calibrações. No que tange ao Sistema de Gestão da qualidade, com o empenho de pesquisadores, bolsistas, técnicos e consultores, o Manual da Qualidade e procedimentos administrativos, gerenciais e operacionais estão sendo finalizados de acordo com cronograma estabelecido. No entanto, a maior dificuldade hoje é atender a necessidade de calibrações e compra de equipamentos calibrados, devido a entraves logísticos, burocráticos e financeiros. Isso interfere na determinação

das incertezas dos ensaios e avanço nas etapas da acreditação, testes de proficiência e adequação do LABRO para a obtenção da acreditação.

6. Agradecimentos

Agradeço à coorientadora Nuria F. Castro pela orientação e dedicação, à Luciana M. Mofati, Daniel Tavares e Millena Basílio pela colaboração e ao CNPq pela bolsa concedida.

7. Referências Bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. NBR 15845:2010. **Rochas para Revestimento – Métodos de Ensaio**. Rio de Janeiro, publicada em 10/06/2010.

_____ - ABNT. NBR ISO/IEC 17.025:2005. **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**. Rio de Janeiro, Errata 2, publicada em 25/09/2006.

BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML (2008). **Evaluation of measurement data - guide to the expression of uncertainty in measurement**. Joint Committee for Guides in Metrology, Technical report, Bureau International des Poids et Mesures, JCGM 100:2008. Primeira versão desse documento referente ao ano de 1995 foi traduzido pelo INMETRO e ABNT, terceira edição brasileira em 2003. Disponível em: <http://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf>. Acesso em: 16 abr/. 2015.

ELLISON S. L. R.; WILLIAMS A. (Eds). **Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement**, Third edition, 2012. ISBN 978-0-948926-30-3.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA E QUALIDADE INDUSTRIAL – INMETRO - **Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012)**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2012. 94p.

PEREIRA, O. M. **Treinamento de Incerteza em Medições: Cálculo de Incerteza**. CETEM-NRES. Cachoeiro de Itapemirim, 2015.