

Protocolo do EP Dimci/Lapep nº 003/2024 – Revisão nº 02

Ensaio de Proficiência em Físico-química para Calibração de Medidores de Gás - 2ª Rodada

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Tecnologia – Dimci

Laboratório de Programas de Ensaios de Proficiência - Lapep

Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - 25250-020

Telefone e fax: +55 21 2145-3002

E-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br

Site: <https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/fisico-quimica/calibracao-de-medidores-de-gas>

OBJETIVOS

- Avaliar o desempenho dos laboratórios participantes para executar os procedimentos de calibração de medidores gases;
- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos participantes;
- Contribuir para a melhoria contínua das medições de cada participante.

PARTICIPAÇÃO

O Lapep fará a divulgação do início deste EP por meio de correio eletrônico a partir da lista de demandas de EP que lhe chega anualmente. Serão incluídos nesta divulgação os laboratórios acreditados pela Cgcre para o grupo de serviços de calibração, físico-química, para monitores de gases e outros laboratórios interessados. Também serão utilizadas as mídias sociais do Inmetro para divulgação ampliada do EP.

Este EP será direcionado aos laboratórios que realizam serviços de calibração físico-química para monitores de gases. O número máximo será de 40(quarenta) participantes.

Para participar é necessário fazer a inscrição no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/fisico-quimica/calibracao-de-medidores-de-gas>).

Ressaltamos que a participação neste EP será cobrada, conforme descrito no item “Critérios para Inscrição” abaixo.

Na inscrição o participante deverá informar se irá realizar a medição para todos os gases, ou parte destes, que os monitores detectam. Como enfatizado na seção “**DISTRIBUIÇÃO DO ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**”, cada participante deverá usar seu próprio MRC durante as medições.

Ao se inscrever, o participante concorda com os termos seguintes e assume formalmente os compromissos abaixo:

- Concordar com a divulgação dos resultados pelo Inmetro em relatórios ou artigos, respeitando-se a confidencialidade do laboratório;
- Para o caso de laboratórios acreditados, concordar que sua identificação (código do laboratório) será conhecida pela Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre).

CRITÉRIOS PARA INSCRIÇÃO

- É indispensável ler atentamente todos os itens contidos no Protocolo.
- **Período de inscrição: 12/08/2024 a 30/08/2024.**
- Caso haja um número de inscrições que ultrapasse 40 participantes, serão convocados os 40 primeiros inscritos no EP.
- Caso o número de inscritos seja inferior a 15 participantes, o Comitê de Organização decidirá sobre a viabilidade de sua realização.
- **O valor para participação neste EP é de R\$ 2.297,82 (dois mil, duzentos e noventa e sete reais e oitenta e dois centavos).**
- O participante, definido conforme critério de participação, receberá um boleto bancário emitido por:
Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa – Fundep
Av. Pres. Antônio Carlos 6627/ Unid. Adm. II - Campus UFMG - CEP 31.270-901
Belo Horizonte - MG - Brasil
CNPJ 18.720.938/0001-41
Inscrição Estadual: Isenta
Inscrição Municipal: 302.408/001-7
- O não pagamento do boleto até o prazo de vencimento acarretará na desistência do participante. Este boleto não é pagável após o vencimento.
- Em caso de desistência por iniciativa do participante, após o pagamento da inscrição e antes do envio do equipamento, conforme cronograma de medição, o Inmetro reembolsará somente o valor de **R\$ 1.792,30 (hum mil, setecentos e noventa e dois reais e trinta centavos).**
- Caso o participante não envie os resultados de medição dentro do seu prazo estabelecido no protocolo do EP não terá seu desempenho avaliado e nem terá direito a devolução dos valores pagos.

ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

O item de ensaio de proficiência consistirá de um detector de gases portátil, de propriedade do Laboratório de Análise de Gases (Inmetro/Dimci/ Dquim/Lanag).

A Tabela 1 apresenta as características do item de ensaio com os respectivos pontos de comparação do EP.

Tabela 1 – Itens de ensaio (Monitores) e respectivos pontos de comparação faixas nominais

Equipamento	Parâmetro	Faixa nominal
Detector portátil de leitura direta para Medição 4 gases (CH ₄ / H ₂ S / CO / O ₂). Modelo: Altair 4X Número de Série: 4002132 Fabricante: MSA	H ₂ S	25 micromol/mol
	CO	100 micromol/mol
	O ₂	18 %mol/mol
	CH ₄	50 % LEL (2,5 %mol/mol)

Fonte: Inmetro/Dimci/ Dquim/Lanag

DISTRIBUIÇÃO DO ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

O Laboratório de Programas de Ensaio de Proficiência (Lapep/Inmetro) agendará cada participante para realizar a medição nas dependências do Lanag/Inmetro. A realização do ensaio será acompanhada por um pesquisador do Lanag, atuando como testemunha das medições. Só será permitida a presença um participante no Laboratório ao longo do período das medições.

Esta rodada será realizada durante uma semana inteira (5 dias), conforme período estabelecido no cronograma, e prevê um número máximo de 40 participantes. Sendo assim, será agendado um número máximo de 08 (oito) participantes (de preferência, 4 pela manhã - de 9 h às 12 h, e 4 à tarde – de 13 h às 16 h). Cada participante terá um tempo máximo de 45 minutos na data e horário pré-agendado pelo Lapep/Inmetro, para realizar o seu procedimento de calibração do item de ensaio de proficiência.

PREPARO E ACONDICIONAMENTO

O Lanag é o responsável pela preparação e calibração do item de ensaio de proficiência e seu acondicionamento, por se tratar de item de sua propriedade e as medições serem realizadas em suas próprias instalações.

MANUSEIO E SEGURANÇA

Os participantes devem utilizar equipamentos de proteção individual (EPI) adequados durante a execução das medições.

DOCUMENTOS DO EP

Os documentos listados abaixo serão fornecidos aos participantes:

- (1) Protocolo do EP contendo todas as informações pertinentes, incluindo o cronograma de todas as etapas do EP e qualquer informação sobre método de medição e/ou preparação necessária;
- (2) Ficha de inscrição;
- (3) Agendamento da medição;
- (4) Código de identificação do participante no EP;
- (5) Formulário de registro de resultados;
- (6) Formulário de envio de resultados;
- (7) Relatório preliminar do EP;
- (8) Relatório final do EP; e
- (9) Certificado de participação no EP.

Os documentos 1, 2, 5, 6 e 8 serão disponibilizados no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/fisico-quimica/calibracao-de-medidores-de-gas>). Os documentos 3, 4, 7 e 9 serão enviados por e-mail.

CRONOGRAMA

Descrição	Data de Início	Data de Término/Data limite
Período de inscrições.	12/08/2024	30/08/2024
Prazo de confirmação do pagamento dos inscritos.	10/09/2024	24/10/2024
Elaboração do roteiro de medição.	25/10/2024	25/10/2024
Envio dos códigos de identificação dos participantes inscritos (para este envio será considerada a confirmação da inscrição através de pagamento).	29/10/2024	01/11/2024
Realização do ensaio nas dependências do Inmetro	04/11/2024	08/11/2024
Envio dos resultados pelos participantes, via site do Inmetro, para o Lapep.	11/11/2024	18/11/2024
Envio do relatório preliminar aos participantes.	17/12/2024	17/12/2024
Envio, pelos participantes, das considerações do relatório preliminar ao Lapep.	18/12/2024	07/01/2025
Emissão do relatório final.	21/01/2025	23/01/2025
Solicitação de disponibilização do relatório final no <i>site</i> do Inmetro para <i>download</i> .	24/01/2025	27/01/2025
Envio do certificado de participação no EP.	28/01/2025	30/01/2025

MÉTODOS DE MEDIÇÃO

Os participantes do EP deverão utilizar seu método rotineiro de calibração. Para o EP, cada participante deverá realizar no mínimo 3 (três) medições de cada gás com a respectiva incerteza-padrão e incerteza expandida do valor médio de cada gás.

Os participantes devem realizar a calibração sem realizar nenhum tipo de ajuste eletrônico ou qualquer outro tipo de tratamento que não seja autorizado pelo Lanag/Inmetro.

Cada participante deve trazer o seu cilindro de MRC junto com o seu respectivo certificado original e demais equipamentos e acessórios (reguladores, conexões, mangueiras etc.) para uso neste EP. O participante deve entregar uma cópia do certificado do MRC utilizado nas medições ao Lanag/Inmetro. Não será permitido o compartilhamento do MRC ou quaisquer outros acessórios entre os participantes.

Os participantes que não enviarem os resultados de no mínimo três medições e da incerteza do valor médio das medições não terão seu desempenho avaliado.

Caso seja identificado que dois participantes estejam utilizando um mesmo MRC, ambos não terão seus desempenhos analisados.

REGISTRO DAS MEDIÇÕES E ENVIO DOS RESULTADOS

No momento de realização das medições, os participantes receberão o formulário “Formulário de Registro de Resultados” impresso para coletar as leituras. Uma cópia rubricada pelo participante será deixada no Inmetro logo após a realização das medições.

Para o momento do envio dos resultados completos das medições ao Lapep, os participantes deverão fazer os registros das medições no arquivo Excel denominado “Formulário de Registro de Resultados”. Antes de preencher as informações e os resultados na planilha “Registro dos resultados”, é importante ler as orientações na planilha “Instruções”. Após o preenchimento dos dados, a planilha deverá ser protegida com uma senha, que garantirá a integridade dos dados. Se o laboratório utilizar o Office 2007 ou 2010, clicar na aba "Revisão" e depois em "Proteger Planilha". Irá abrir uma caixa de diálogo onde será necessário definir uma senha conhecida apenas pelo participante. Depois, clicar em "OK" e salvar a planilha. Se o participante utilizar uma versão do Office anterior a 2007, clicar no menu "Ferramentas", depois em "Proteger" e "Proteger Planilha". Definir uma senha na caixa de diálogo, conhecida apenas pelo participante, clicar em "OK" e salvar a planilha.

É necessário que cada participante traga seu notebook para preenchimento dos dados de medição, caso deseje fazer o registro eletrônico no momento da coleta das leituras.

Os participantes devem conferir as informações reportadas no formulário de registro de resultados, pois não poderão ser corrigidas ou alteradas após o prazo limite para o envio.

O envio do formulário de registro de resultados preenchido pelo participante se dará através de *upload* do arquivo ao preencher o **Formulário de envio de resultados**, disponível no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/fisico-quimica/calibracao-de-medidores-de-gas>).

O formulário de resultados deverá ser enviado à coordenação do EP em até **5 dias úteis após o término das medições**.

Observação: Somente serão analisados os resultados reportados no formulário de registro de resultados, identificado com o código do participante (enviado pelo Lapep), protegidos com senha e dentro do prazo estabelecido no cronograma.

VALOR DESIGNADO E SUA INCERTEZA

Para a atribuição do valor designado o Lanag irá realizar 5 calibrações antes do EP ser iniciado e uma calibração após as medições dos participantes.

O valor designado para ponto de medição/gás será determinado pelo Lanag/Inmetro por meio da equação 1.

$$e_{ref} = \frac{e_{inicial} + e_{final}}{2} \quad (1)$$

Onde:

e_{ref} = valor designado determinado pelo Lanag/Inmetro;

$e_{inicial}$ = erro obtido na calibração inicial realizada pelo Inmetro;

e_{final} = erro obtido na calibração final realizada pelo Inmetro;

A incerteza expandida será calculada por meio da equação 2.

$$U = k \sqrt{u_{e_{ref}}^2 + u_{est}^2} \quad (2)$$

Onde:

U_r = valor de incerteza expandida do valor designado;

$u_{e_{ref}}$ = incerteza-padrão combinada do valor designado;

u_{est} = incerteza-padrão da estabilidade do item;

k = fator de abrangência, que neste caso será igual 2.

A rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades (SI) será assegurada pelo uso de MRC para a calibração do item de ensaio de proficiência.

AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

A avaliação de desempenho dos participantes, seguindo a ABNT ISO/IEC 17043:2011 [3], será realizada por meio do erro normalizado para todos os participantes.

Os participantes deverão reportar a incerteza expandida de medição e o fator de abrangência (k) de suas medições.

Erro Normalizado (E_n)

Este parâmetro serve para verificar se o resultado da medição de cada participante está em conformidade com o valor designado, levando em consideração os resultados das medições e suas respectivas incertezas.

O erro normalizado é calculado conforme a Equação 3.

$$E_{ni} = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} \quad (3)$$

Onde:

y_i = resultado de medição obtida pelo i -ésimo participante;

y_{ref} = valor designado para cada ponto de calibração determinado pelo Inmetro;

U_{ref} = valor da incerteza expandida de y_i , obtida pelo Inmetro;

U_i = valor da incerteza expandida de y_i obtida pelo i -ésimo participante.

A interpretação do valor do (E_n) para avaliação do desempenho de cada participante está descrita abaixo:

$|E_n| \leq 1,0$ indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;
 $|E_n| > 1,0$ indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

CONFIDENCIALIDADE

Cada participante será identificado por código individual que será conhecido somente pelo próprio participante e pelos Comitês do Inmetro, com exceção dos laboratórios acreditados, que terão seu código de identificação disponível para conhecimento da Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre). O participante receberá, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação no EP. Este código deverá ser utilizado como identificação do participante no preenchimento do formulário de registro de resultados. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo Inmetro respeitando-se a confidencialidade.

Conforme estabelecido no item 4.10.4 da ABNT ISO/IEC 17043 [3], em circunstâncias excepcionais, uma autoridade reguladora de cada país pode requerer os resultados do EP e a identificação dos participantes ao provedor. Quando isto ocorrer, o provedor do EP notificará esta ação aos participantes.

Ao final deste EP, será fornecido certificado de participação aos participantes que enviaram seus resultados. Este certificado conterá o código de identificação do participante.

APELAÇÕES OU RECLAMAÇÕES

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação ou apelação referente ao ensaio de proficiência deverá enviar e-mail para pep-inmetro@inmetro.gov.br.

INFORMAÇÕES ADICIONAIS

Através do protocolo deste EP os participantes terão as informações e regras. O contato com o Lapep poderá ser feito pelo telefone +55 21 2145-3004 ou através do e-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br.

RELATÓRIO PRELIMINAR E FINAL

Os resultados dos participantes serão apresentados em um Relatório Preliminar que será enviado aos participantes para análise e passível de propostas de correções, apelações e reclamações pelos participantes. Estas considerações dos participantes serão analisadas pelos Comitês do Inmetro e, se julgadas pertinentes, serão incorporadas no Relatório Final do EP. Todas as considerações recebidas serão respondidas pelo Lapep.

O Relatório Final será disponibilizado no site do Inmetro no endereço (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/fisico-quimica/calibracao-de-medidores-de-gas>).

Os relatórios, preliminar e final, conterão informações como:

- nome e detalhes de contato do provedor de ensaio de proficiência e do coordenador;
- data de emissão e situação do relatório (por exemplo: preliminar ou final);
- declaração da extensão da confidencialidade dos resultados;
- identificação do item de ensaio, incluindo detalhes sobre sua preparação;

- resultados dos participantes, identificados apenas por seus códigos, apresentados em tabelas e gráficos;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados, incluindo detalhes sobre os valores designados e faixas de resultados aceitáveis e representações gráficas;
- procedimentos utilizados para estabelecer os valores designados, detalhes da rastreabilidade metrológica e das incertezas de medição;
- relação com nomes de todas as instituições participantes.

HISTÓRICO DA REVISÃO

- Atualização de datas no item “Cronograma”.
-