

# 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.

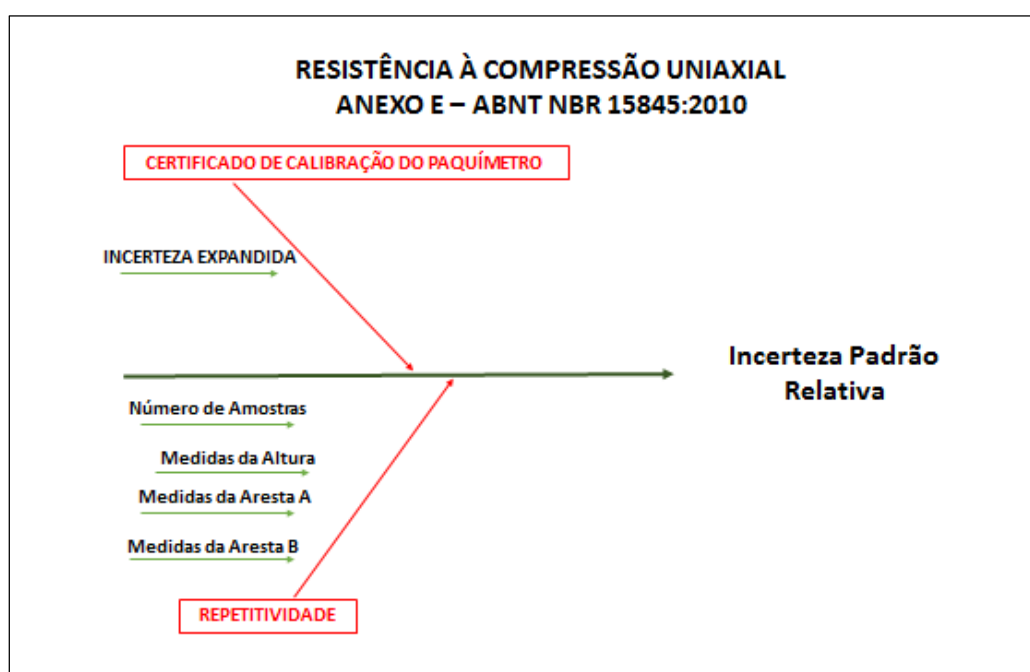


Figura 1. Diagrama de Ishikawa, Ensaio de Resistência à Compressão Uniaxial.

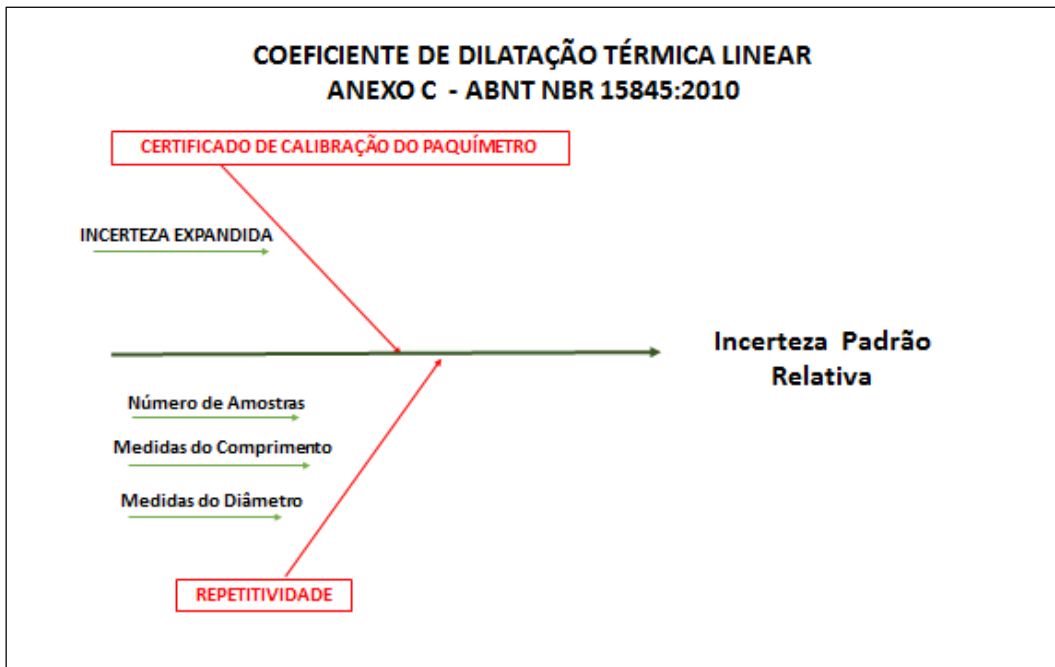


Figura 2. Diagrama de Ishikawa, Ensaio de Coeficiente de Dilatação Térmica Linear.

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/utils/common/documents/jcgm/JCGM\\_100\\_2008\\_E.pdf](http://www.bipm.org/utils/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.