

**AÇÕES PARA CAPACITAR O CETEM COMO REFERÊNCIA
LABORATORIAL PARA O SETOR DE ROCHAS ORNAMENTAIS:
ESTIMATIVA DE INCERTEZAS NO CONTROLE DIMENSIONAL DE
CORPOS DE PROVA**

Daniel Pimentel Tavares

Aluno de Graduação da Engenharia de Minas, 10º período,
IFES

Período PIBIC/CETEM: agosto de 2014 a julho de 2015,
danielpimenteltavares@gmail.com

Luciana Marelli Mofati

Orientadora, Geógrafa, *M.Sc.*

lmofati@cetem.gov.br

Nuria Fernández Castro

Coorientadora, Eng. de Minas, *M.Sc.*

ncastro@cetem.gov.br

Abstract

This study, part of CNPq scientific trainee program, was aimed to assist the regional Characterization Laboratory of Ornamental Stones - LABRO of CETEM, in determining measurement uncertainty used for dimensional control samples applied in the execution of technological characterization tests for ornamental stones. This is a requirement for obtaining accreditation tests based on a specific characterization standard, NBR 15845:2010, and also as established in ISO/IEC 17025:2005, standard that specifies the general requirements for the competence to carry out tests and/or calibrations, including sampling. Accreditation is the formal recognition of technical and managerial competence of a laboratory to perform testing or calibration, and in Brazil INMETRO is the body responsible for it. One of the competence requirements is to estimate measurements uncertainties and this study is based on EURACHEM guide / CITAC Guide methodology, which contains the steps to be followed in determining the measurement uncertainty sources and their quantification. The sources of uncertainty in the dimensional control of the samples used in LABRO testings were identified and quantified, and primary results indicates that they were related to being related to digital pachymeter and the repeatability of the measurements taken with him. Also, the relative standard uncertainty found was very small compared to the measured size of the samples.

Keywords: accreditation tests, measurement uncertainty, ornamental stones.

Resumo

O presente estudo, parte da atuação do bolsista de iniciação científica, teve por objetivo auxiliar o Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais – LABRO do Núcleo Regional do CETEM na determinação de incertezas de medição utilizadas para o controle dimensional de corpos de prova aplicados na execução de alguns ensaios, a fim de cumprir os requisitos mínimos para obtenção da acreditação de ensaios de

caracterização tecnológica de rochas ornamentais executados no LABRO, com base na norma NBR 15845:2010. A acreditação é o reconhecimento formal de competência técnica e gerencial de um laboratório para executar ensaios ou calibração, e no Brasil o INMETRO é o organismo responsável por concedê-la. Os requisitos de competência para laboratórios de ensaio ou calibração estão presentes na norma NBR ISO/IEC 17025:2005, sendo um deles a determinação da estimativa das incertezas do ensaio a ser acreditado. Como base para os procedimentos de cálculo dessas incertezas foi utilizado o guia EURACHEM/CITAC Guide, já que contém as etapas a serem seguidas na determinação das fontes de incerteza de medição e sua quantificação. As fontes de incerteza no controle dimensional dos corpos de prova foram identificadas e quantificadas, estando relacionadas ao paquímetro e à repetitividade das medições realizadas com ele. As incertezas padrão relativas encontradas foram muito pequenas em comparação com o tamanho medido dos corpos de prova.

Palavras chave: acreditação de ensaios, incerteza de medição, rochas ornamentais

1. INTRODUÇÃO

Com atuação na principal região produtora e exportadora de rocha ornamental do Brasil, o Núcleo Regional do Espírito Santo (NRES) desenvolve projetos relacionados à caracterização tecnológica e alterabilidade destes materiais e seus produtos. O Laboratório de Caracterização Tecnológica de Rochas Ornamentais do NRES, o LABRO, está sendo preparado para acreditar ensaios, no âmbito do Projeto FINEP/ABNTROCHAS, intitulado “Apoio à Normalização e Avaliação de Conformidade dos produtos de rochas ornamentais”. Adicionalmente, a acreditação é meta institucional do ciclo de 2011 a 2015 do Plano Diretor do CETEM (item 7.1, diretriz 6, pág. 22), além de respaldar o interesse nacional em ampliar a competitividade externa do segmento de rochas ornamentais e de revestimento.

O reconhecimento formal de competência técnica e gerencial de um laboratório para executar ensaios ou calibração é denominado “acreditação” e se baseia em guias e normas nacionais e internacionais. A acreditação de um laboratório de ensaios é concedida por ensaio para atendimento a uma determinada norma ou a um procedimento desenvolvido pelo próprio laboratório. O organismo autorizado no Brasil para conceder a acreditação é a Coordenação Geral de Acreditação – CGCRE do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO e a norma de referência que contém os requisitos de competência para laboratórios de ensaio e calibração é a Norma NBR ISO/IEC 17025:2005. A acreditação da CGCRE do INMETRO fornece o reconhecimento formal aos laboratórios que comprovam competência em realizar suas atividades, de acordo com os requisitos estabelecidos pela norma NBR 17025:2005, auxiliando, de maneira rápida, os clientes na busca por laboratórios que forneçam resultados confiáveis. Em todo ensaio, experimentação ou medição existe um erro, mesmo que mínimo. Este erro, ou incerteza de medição, é um parâmetro não negativo que, baseado nas informações utilizadas, caracteriza a dispersão dos valores atribuídos ao mensurando (VIM, 2012; EURACHEM, 2012). Calcular esta incerteza é essencial para credibilizar um ensaio, sabendo os intervalos de aceitação dos resultados do ensaio. Porém, buscar uma correta expressão do resultado e uma avaliação ideal e correta do mensurando pode ser até mais importante do que se conseguir uma incerteza cada vez menor (BIMP *et al*, 2008). Assim, o resultado de uma medição só é completo quando acompanhado de uma declaração de sua incerteza. Tendo em vista o exposto, o presente trabalho apresenta os procedimentos realizados para a avaliação das estimativas de incerteza de medição no controle dimensional de corpos de prova do ensaio de Resistência à compressão uniaxial, Módulo de Ruptura (flexão por carregamento em três pontos) e Coeficiente de dilatação térmica linear. As estimativas de incerteza para os ensaios de Flexão por carregamento em três pontos deverão ser refeitas com um paquímetro de leitura mínima de 200 mm, porém o procedimento foi realizado para

treinamento do corpo técnico do laboratório. As incertezas relativas para os Ensaios de Resistência à compressão uniaxial e de Coeficiente de dilatação térmica linear deverão ser complementadas com as demais incertezas do ensaio, para se chegar à incerteza expandida do mesmo, em cumprimento à norma NBR ISO/IEC 17025:2005. Por motivo de escopo, será aqui detalhado apenas o procedimento para o ensaio de Resistência a Compressão, sendo o procedimento idêntico para todos os ensaios analisados.

2. OBJETIVOS

Auxiliar o Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais – LABRO do CETEM na determinação de incertezas no controle dimensional de corpos de prova utilizados na execução dos ensaios, a fim de cumprir os requisitos mínimos para obtenção da Acreditação dos ensaios de caracterização executados no LABRO.

3. METODOLOGIA

No Brasil, a norma que estabelece os métodos de ensaio para rochas ornamentais é a NBR 15485:2010. A norma brasileira NBR ISO/IEC 17025:2005 apresenta os requisitos gerais necessários para comprovação de competência de laboratórios que realizam ensaios ou calibrações, sendo que um desses requisitos é a estimativa das incertezas em cada etapa do ensaio, e que deverá compor o resultado final do mesmo na forma de um intervalo que caracteriza a dispersão de valores que pode ser atribuída ao mensurando (VIM, 2012). Como o LABRO não realizará a amostragem dos materiais a serem ensaiados, e sim o cliente, os procedimentos de ensaio do laboratório serão iniciados após a verificação dimensional desses materiais em conformidade com os parâmetros estabelecidos pela norma ABNT NBR 15845:2010.

O guia EURACHEM/CITAC está sendo usado como base dos procedimentos de cálculo da estimativa de incertezas nas medições do LABRO, sob orientação de consultoria de especialistas em cálculo de incertezas, sendo considerado como o método mais adequado, de modo a fornecer confiabilidade e rastreabilidade dos dados obtidos, cumprindo assim um dos parâmetros requisitados pela NBR ISO/IEC 1705:2005. Todas as possíveis fontes de incerteza inerentes ao controle dimensional dos corpos de prova foram identificadas e separadas segundo o método mais adequado e quantificadas. A verificação dimensional dos corpos de prova foi realizada para certificar que estes materiais têm suas dimensões dentro de limites estabelecidos pela norma NBR 15845:2010. O anexo E da norma, referente ao ensaio de Resistência à compressão uniaxial, terá o procedimento do controle dimensional descrito neste trabalho.

Para essa comprovação, foram utilizados paquímetros calibrados da marca Mitutoyo, modelo 500-171-20B, de leitura de 150 mm. Foi realizada a repetitividade das medições em um corpo de prova aleatório que estava dentro das especificações da norma supracitada, sendo realizadas dez medidas de cada dimensão e calculado o desvio padrão, caracterizando o método Tipo A. Do certificado de calibração do paquímetro obteve-se a incerteza expandida do equipamento, caracterizando uma avaliação Tipo B. Essa incerteza expandida foi dividida pelo fator de abrangência para uma probabilidade de 95% (PEREIRA, 2015), ambos obtidos também do certificado de calibração, o que deu origem à incerteza padrão do equipamento. Futuramente deverá ser realizada a combinação de todas as incertezas do ensaio e, com o fator de abrangência já definido de acordo com o intervalo de confiança escolhido, ser calculada a incerteza expandida para o ensaio, que vira juntamente ao resultado final do mesmo na forma de um desvio padrão. As fórmulas dos cálculos utilizados para os métodos Tipo A e B encontram-se na Tabela 1, sendo σ = desvio padrão amostral, n = número de repetições, u = incerteza padrão e x = média do mensurando, k = fator de abrangência e U = incerteza expandida.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como pode ser observado na Figura 1, representando o diagrama de Ishikawa ou “diagrama de causa e efeito”, as fontes de incerteza encontradas no controle dimensional dos corpos de prova foram quanto ao funcionamento do paquímetro e na repetitividade das medições.

Tabela 1: Equações utilizadas para a avaliação quantitativa das incertezas pelos métodos Tipo A e Tipo B no controle dimensional de corpos de prova dos ensaios de rochas ornamentais.

ESTIMATIVA DE INCERTEZAS	
MÉTODO TIPO A	$u = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$
MÉTODO TIPO B	$u = \frac{U}{k}$
INCERTEZA PADRÃO RELATIVA	$\frac{u}{x}$



Figura 1: Fontes de incerteza no controle dimensional de corpos de prova do ensaio de resistência à compressão uniaxial de rochas ornamentais.

Fonte: Procedimento Operacional N° 02 do Sistema de Gestão da Qualidade Laboratorial da Coordenação de Apoio Técnico às Micro e Pequenas Empresas – CATE/CETEM

Ambos os métodos de avaliação da incerteza, seja Tipo A ou Tipo B, são representativos, apesar da diferente abordagem de cada um (BIMP *et al*, 2008). Os valores encontrados resultantes da quantificação das fontes de incerteza, como a incerteza expandida do paquímetro e as incertezas padrão e relativas do paquímetro e das medições encontram-se na Tabela 2.

Apesar de todos os valores encontrados serem consideravelmente baixos em relação ao resultado final, o maior valor encontrado de incerteza foi para a medição da Aresta B, onde ocorreu a maior dispersão de valores em relação à média. Essa incerteza poderá ser diminuída com um maior cuidado no manuseio do equipamento ao realizar as medições e com a correta manutenção do mesmo, sempre seguindo os procedimentos do ensaio e as boas práticas laboratoriais.

Tabela 2: Estimativa de incerteza no controle dimensional de corpos de prova do ensaio de resistência à compressão uniaxial de rochas ornamentais. ABNT NBR 15845: 2010 - ANEXO E

AVALIAÇÃO TIPO A - REPETITIVIDADE				
FONTE DE INCERTEZA	MÉDIA DAS MEDIÇÕES - \bar{x} (mm)	DESVIO PADRÃO - σ (mm)	INCERTEZA PADRÃO - u (mm)	INCERTEZA PADRÃO RELATIVA - u/x
Altura	69,95	0,018973666	0,006	8,57706E-05
Aresta A	71,23	0,053	0,016760072	0,000235296
Aresta B	70,88	0,153375	0,048501434	0,000684249

AValiação TIPO B - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO (PAQUÍMETRO)

FONTE DE INCERTEZA	MÉDIA DAS MEDIÇÕES - x (mm)	INCERTEZA EXPANDIDA – U(mm)	INCERTEZA PADRÃO - u (mm)	INCERTEZA PADRÃO RELATIVA - u/x
Paquímetro		0,02	0,01	
Paquímetro/Altura	69,95	-	-	0,000142951
Paquímetro/Aresta A	71,23	-	-	0,000140391
Paquímetro/Aresta B	70,88	-	-	0,000141078

Fator de abrangência: $k = 2$

5. CONCLUSÕES

No presente estudo realizaram-se as etapas iniciais da estimativa das incertezas dos ensaios de Resistência à compressão uniaxial, Coeficiente de dilatação térmica linear e Flexão por carregamento em três pontos. 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, sendo possível estimar com precisão suas incertezas expandidas. Dessa forma, será garantido ao Laboratório de Caracterização de Rochas Ornamentais - LABRO do CETEM o cumprimento de um dos requisitos exigidos na norma NBR 17025:2005, auxiliando o laboratório na acreditação dos ensaios propostos, fornecendo, assim, maior confiança e credibilidade nos resultados gerados.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço à orientadora Luciana M. Mofati pelo apoio e orientação, à Thalissa Pizetta e Nuria Castro pela colaboração e dedicação, aos técnicos do LABRO pelo apoio laboratorial, à toda equipe do CETEM-NRES, aos meus pais pelo incentivo e ao CNPq pela bolsa concedida (proc. nº 117150/2014-2).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS -. NBR ISO/IEC 17025:2005. **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**. Rio de Janeiro, Errata 2, publicada em 25/09/2006.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - NBR 15845:2010 Anexo E: Rochas para revestimento – **Determinação da resistência à compressão uniaxial**- Método de Ensaio. Rio de Janeiro, 2010.

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: 20 fev/2015.

CETEM - CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL -. **Plano Diretor 2011-2015**. Disponível em: <www.cetem.gov.br/documentos/plano_diretor_cetem_2011_2015.pdf>. Acesso em: 19 mar. 2015.

INMETRO - INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA **Avaliação da Conformidade**. Material impresso de divulgação. 5ª edição, maio de 2007.

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

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

Vocabulário Internacional de Metrologia: **Conceitos fundamentais e gerais e termos associados** (VIM 2012). Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2012. 94p.