

# Relatório Final do Ensaio de Proficiência em Físico-química para Calibração de Medidores de Gás 1<sup>a</sup> Rodada



**PEP-Inmetro**

PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA DO INMETRO



# ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM FÍSICO-QUÍMICA PARA CALIBRAÇÃO DE MEDIDORES DE GÁS - 1ª RODADA

Período de Realização: 04/11/19 a 06/03/20

## RELATÓRIO FINAL - Nº 002/2020

### ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO PROMOTORA DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA



Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Tecnologia - Dimci

Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias

RJ – Brasil – CEP: 25250-020

E-mail para contato: [pep-inmetro@inmetro.gov.br](mailto:pep-inmetro@inmetro.gov.br) – Telefone: (21) 2145-3002

### COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

Adelcio Rena Lemos (Inmetro/Dimci/GT-PEP)

Andreia de Lima Fioravante (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Carla Thereza Coelho (Inmetro/Dimci/GT-PEP)

Cristiane Rodrigues Augusto Chelles Iglesias (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Jose Ricardo Bardellini da Silva (Inmetro/Dimci/GT-PEP) - Coordenador PEP-Inmetro

Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci/GT-PEP)

### COMITÊ TÉCNICO

Andreia de Lima Fioravante (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Claudia Cipriano Ribeiro (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Cristiane Rodrigues Augusto Chelles Iglesias (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Gabriel Sarmanho (Inmetro/Dimci)

Viviane Fernandes Mello (Inmetro/Dimci/Dimqt)

Werickson Fortunato (Inmetro/Dimci)

## SUMÁRIO

1. Introdução .....	3
2. Materiais e Métodos.....	4
2.1. Preparação do Item de Ensaio.....	4
2.2. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio .....	4
2.3. Análise Estatística dos Resultados dos Participantes.....	5
2.3.1. Índice z .....	5
2.3.2. Índice Zeta ( $\zeta$ ) .....	6
3. Resultados e Discussão .....	6
3.1. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio .....	6
3.2. Resultados dos Participantes .....	7
3.2.1. Métodos Utilizados pelos Participantes .....	7
3.2.2. Resultados Reportados pelos Participantes .....	7
3.2.3. Avaliação de Desempenho dos Participantes.....	12
3.2.3.1. Índice z.....	12
3.2.3.2. Índice Zeta ( $\zeta$ ) .....	17
4. Confidencialidade .....	21
5. Conclusões .....	22
6. Participantes .....	22
7. Referências Bibliográficas .....	24

## **1. Introdução**

Ensaio de Proficiência (EP) é uma ferramenta utilizada para a verificação da competência técnica de laboratórios na execução de ensaios ou calibrações, aumentando a confiabilidade dos resultados analíticos e permitindo a identificação e correção de problemas. Para um laboratório ser considerado competente é necessário que demonstre sua capacidade de medição e assegure a rastreabilidade e confiabilidade de seus resultados. A participação de laboratórios em ensaios de proficiência (EP) tem por finalidade a avaliação do seu desempenho. Com isso, os resultados obtidos servem para identificar fontes de erro do laboratório, verificando a qualidade das atividades desenvolvidas, assim como se constituem em uma ferramenta de melhoria e possibilitam a tomada de ações corretivas ou preventivas, sendo um dos itens necessários para a acreditação de ensaios pela norma NBR ISO/IEC 17025 [1].

Os laboratórios acreditados precisam garantir a validade dos resultados e monitorar seu desempenho por meio de comparação com resultados de outros laboratórios e, para tal, devem participar de atividades de EP a cada quatro anos, cobrindo as partes significativas de seu escopo, conforme orientações da Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre).

Entende-se como detector de gás todos os instrumentos que se enquadram na seguinte nomenclatura: detector de gás, medidor de gás, analisador de gás e indicador de gás. Os detectores de gás são classificados em dois grupos: detectores com indicação direta e detectores com indicação indireta da grandeza a ser medida. Os detectores com indicação direta apresentam o valor da grandeza a medir sem a necessidade de efetuar nenhum tipo de conversão para a interpretação da mesma, já os detectores com indicação indireta utilizam de uma segunda grandeza de medição para a obtenção do valor real da grandeza alvo de medição, como, por exemplo, sinais elétricos [2].

Detectores de gás (ou monitores de gás) são peças críticas de equipamento de segurança usadas para proteger vidas e propriedades. São equipamentos obrigatórios em ambientes de trabalho em espaços confinados segundo a regulamentação de trabalho NR-33 – Segurança e saúde nos trabalhos em espaços confinados [3]. Segundo esta regulamentação, tais equipamentos devem estar certificados ou possuir documento contemplado no âmbito do Sistema Brasileiro de Avaliação da Conformidade – Inmetro.

Com a publicação do DOQ-Cgcre-088 (Orientação para a realização de calibração de detectores de gás) [2] o Inmetro, em 2015, sob coordenação do Laboratório de Análise de Gases do Inmetro (Lanag), realizou uma Comparação Interlaboratorial para calibração de medidores de gases, como demanda da

Comissão Técnica (CT-05) da Cgcre do sub-comitê de medidores de gases, visando estabelecer uma avaliação do desempenho dos laboratórios acreditados que contemplavam esse escopo. Como surgiram novas demandas para realização de um novo EP organizado pelo Inmetro, o GT-PEP criou um programa para sistematizá-lo.

Este EP teve como objetivo:

- Determinar o desempenho de laboratórios para o ensaio proposto;
- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos participantes;
- Contribuir para a melhoria contínua das medições de cada participante.

## 2. Materiais e Métodos

### 2.1. Preparação do Item de Ensaio

Inicialmente foram disponibilizados 02 (dois) itens de ensaio: um medidor de gases de leitura direta do tipo 4 (quatro) gases e um medidor de gás metano com leitura indireta, de propriedade do Lanag/Inmetro. A tabela 1 apresenta os itens de ensaio (medidor de 4 gases e medidor de leitura indireta) a serem utilizados neste EP, com as respectivas faixas de medição.

Os itens constantes desta rodada tiveram suas referências internas previamente ajustadas com MRC do Inmetro.

Tabela 1 – Itens de ensaio (Medidores) e respectivas faixas nominais

Equipamento	Componente	Faixa nominal
Equipamento portátil de leitura direta para Medição 4 gases (CH <sub>4</sub> / H <sub>2</sub> S / CO / O <sub>2</sub> / CH <sub>4</sub> )	H <sub>2</sub> S	18 a 25 micromol/mol
	CO	50 a 100 micromol/mol
	O <sub>2</sub>	18 a 21 %mol/mol
	CH <sub>4</sub>	50 % LEL (2,5 %mol/mol)
Equipamento portátil de leitura indireta para Medição de metano (CH <sub>4</sub> )	CH <sub>4</sub>	50 % LEL (2,5 %mol/mol)

Fonte: Dimci/Dimqt/Lanag

Ao iniciar as medições com os participantes, o medidor de gases de leitura indireta apresentou problemas de funcionamento e não pode ser utilizado no EP. Portanto, este relatório apresenta os resultados dos participantes no EP para calibração de detectores de gases com leitura direta.

### 2.2 Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio

Dadas as características do item do EP, o estudo de homogeneidade e estabilidade não são aplicáveis.

### 2.3 Análise Estatística dos Resultados dos Participantes

Como cada participante trouxe e utilizou seu próprio MRC na calibração do item de ensaio de proficiência, o valor de consenso utilizado foi a média das diferenças entre o valor lido e o valor certificado ( $\Delta$ ) para cada parâmetro analisado.

Testes de *outlier* foram realizados a fim de detectar possíveis resultados discrepantes.

Para a avaliação de desempenho dos participantes, e seguindo a ABNT ISO/IEC 17043:2011 [4], foi utilizado o teste estatístico *z-score* ( $z$ ).

Como uma forma de ajudar os laboratórios a melhorarem os seus procedimentos de avaliação de incerteza de medição, em caráter apenas informativo, também foi avaliado o índice zeta ( $\zeta$ ) em conjunto com o índice  $z$  para os participantes que reportaram a incerteza de medição e o fator de abrangência (ver item 9.6.3, ISO 13528:2015 [5]).

#### 2.3.1. Índice $z$

O índice  $z$  representa uma medida da distância do resultado apresentado por um laboratório específico em relação ao valor designado do ensaio de proficiência e, portanto, serve para verificar se o resultado da medição de cada participante está em conformidade com o valor designado. O índice  $z$  será calculado conforme a equação 1.

$$z_i = \frac{x_i - X}{\hat{\sigma}} \quad (1)$$

Onde,

$x_i$  é a média das diferenças entre o valor da medição e o valor do certificado ( $\Delta$ ) do  $i$ -ésimo participante;

$X$  é o valor designado deste EP, que será o valor de consenso com base nos resultados dos participantes;

$\sigma$  é o desvio-padrão para o ensaio de proficiência, que nesta rodada equivale a 10 % do valor designado ( $X$ ).

A interpretação do valor do  $z$ -score está descrita abaixo:

$|z| \leq 2,0$  indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$2,0 < |z| < 3,0$  indica desempenho “questionável” e gera um sinal de alerta;

$|z| \geq 3,0$  indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

### 2.3.2. Índice Zeta ( $\zeta$ )

O índice Zeta pode ser útil quando um dos objetivos do EP é avaliar a habilidade do participante de produzir resultados próximos ao valor de referência considerando a incerteza declarada [5]. O índice Zeta é calculado de acordo com a equação 2:

$$\zeta_i = \frac{x_i - x}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x)}} \quad (2)$$

Onde,

$x_i$  é a média das diferenças entre o valor da medição e o valor do certificado ( $\Delta$ ) do i-ésimo participante

$X$  é o valor designado deste EP, que será o valor de consenso com base nos resultados dos participantes;

$u(x_i)$  é o valor da incerteza-padrão combinada de  $x_i$  obtida pelo i-ésimo participante;

$u(X)$  é o valor da incerteza-padrão calculada com base nos resultados reportados pelos participantes.

A interpretação do valor do índice Zeta ( $\zeta$ ) para avaliação do desempenho de cada participante é semelhante ao índice  $z$  tradicional e está descrita abaixo:

$|\zeta| \leq 2,0$  indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$2 < |\zeta| < 3,0$  indica desempenho questionável e gera um sinal de alerta;

$|\zeta| \geq 3,0$  indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. Valor Designado

O valor designado foi atribuído via valor de consenso entre os participantes, o qual consistiu no emprego do “algoritmo A” descrito no Anexo C da norma ISO 13528:2015 [5]. Este método produz uma estimativa de tendência central de caráter robusto e, portanto, menos influenciada por valores atípicos presentes no conjunto de dados.

A tabela 2 apresenta os valores de consenso das diferenças ( $\Delta$ ) entre o valor medido informado por cada participante e o valor do certificado do MRC utilizado pelo mesmo, para cada componente medido, e seus respectivos desvios-padrão para avaliação de proficiência (DPAP).

Tabela 2 – Valores de consenso das diferenças ( $\Delta$ ) e desvio-padrão para avaliação de proficiência (DPAP)

Componente	Valor de Consenso	Desvio-padrão
H <sub>2</sub> S	-0,528 micromol/mol	0,668 micromol/mol
CO	-1,171 micromol/mol	1,192 micromol/mol
O <sub>2</sub>	0,131 %mol/mol	0,150 %mol/mol
CH <sub>4</sub>	0,711 % LEL	1,403 % LEL

Fonte: Dimci/Dimqt/Lanag

## 3.2. Resultados dos Participantes

### 3.2.1. Métodos Utilizados pelos Participantes

Os participantes do EP utilizaram seu método rotineiro de medição.

Os participantes realizaram as medições nas dependências do Lanag/Inmetro. A realização da calibração foi acompanhada por um pesquisador do Lanag, atuando como testemunha do ensaio de proficiência. Cada participante trouxe seu(s) cilindro(s) de MRC junto com seu(s) respectivo(s) certificado(s) original(is), e demais equipamentos (multímetro) e acessórios (reguladores, conexões, mangueira etc.) para uso neste EP. Também forneceram uma cópia do(s) certificado(s) do(s) MRC utilizado(s) nas medições quando de sua vinda ao Inmetro.

### 3.2.2. Resultados Reportados pelos Participantes

As tabelas de 3 a 6 abaixo apresentam o valor médio de todas as medições informadas por cada participante e as estimativas das incertezas informadas por cada participante. **Os participantes são identificados nos gráficos, tabelas e textos deste relatório pelos três últimos caracteres do seu código de identificação.**

Tabela 3 – Resultados dos participantes para calibração do medidor do componente H<sub>2</sub>S.

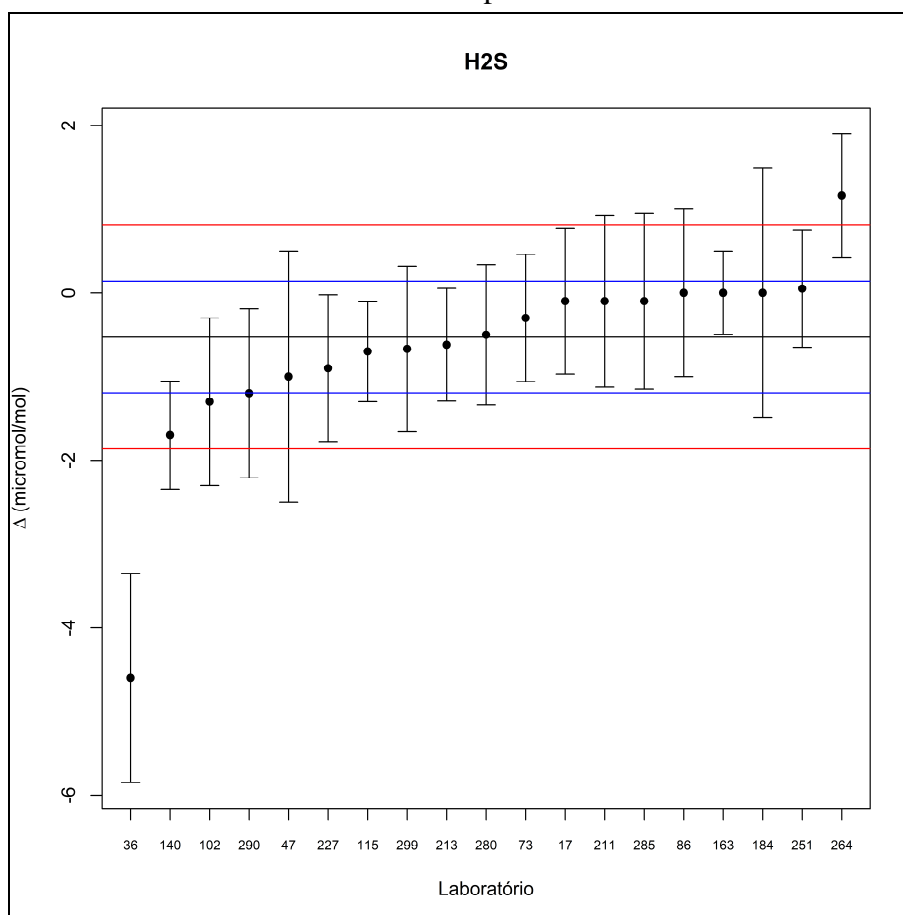
Código do Participante	Concentração descrita no certificado do MRC	Média das concentrações determinadas	Unidade	Incerteza expandida reportada
017	25,10	25,00	micromol/mol	2
036	25,60	21,00	micromol/mol	2,5
047	20,00	19,00	micromol/mol	3



Código do Participante	Concentração descrita no certificado do MRC	Média das concentrações determinadas	Unidade	Incerteza expandida reportada
073	25,30	25,00	micromol/mol	1,8
086	25,00	25,00	micromol/mol	2
102	25,30	24,00	micromol/mol	2
115	20,10	19,40	micromol/mol	1,2
140	25,70	24,00	micromol/mol	1,286
163	25,00	25,00	micromol/mol	1
184	26,00	26,00	micromol/mol	3
211	26,10	26,00	micromol/mol	2,05
213	9,95	9,33	micromol/mol	1,4
227	24,90	24,00	micromol/mol	2
251	24,95	25,00	micromol/mol	1,4
264	24,50	25,66	micromol/mol	1,49
280	25,10	24,60	micromol/mol	1,7
285	40,10	40,00	micromol/mol	2,1
290	25,20	24,00	micromol/mol	2,02
299	26,00	25,33	micromol/mol	2,0

Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 1 - Gráfico referente aos resultados das diferenças ( $\Delta$ ) dos participantes para calibração do medidor do componente H<sub>2</sub>S.



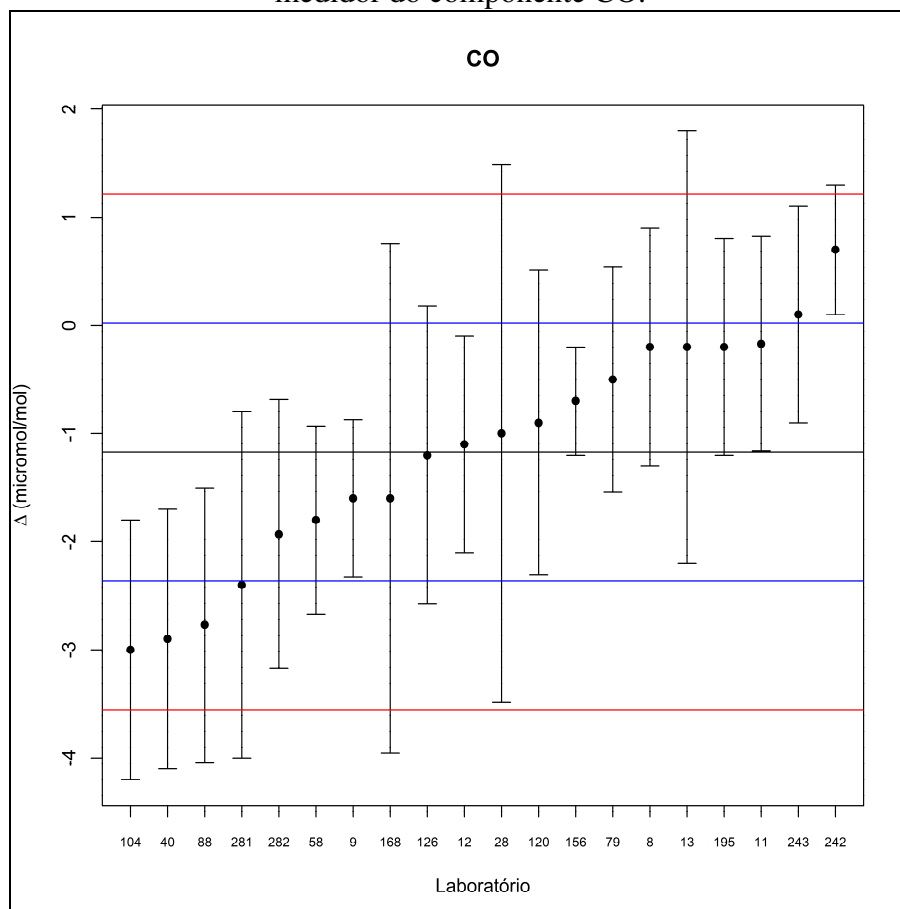
Fonte: Dimci/GT-PEP

Tabela 4 – Resultados dos participantes para calibração do medidor do componente CO.

<b>Código do Participante</b>	<b>Concentração descrita no certificado do MRC</b>	<b>Média das concentrações determinadas</b>	<b>Unidade</b>	<b>Incerteza expandida reportada</b>
<b>008</b>	99,90	99,70	micromol/mol	2,2
<b>009</b>	99,60	98,00	micromol/mol	1,5
<b>011</b>	100,50	100,33	micromol/mol	2,01
<b>012</b>	100,10	99,00	micromol/mol	2
<b>013</b>	49,20	49,00	micromol/mol	4
<b>028</b>	100,00	99,00	micromol/mol	5
<b>040</b>	103,30	100,40	micromol/mol	2,4
<b>058</b>	60,80	59,00	micromol/mol	2
<b>079</b>	100,50	100,00	micromol/mol	2,091
<b>088</b>	102,10	99,33	micromol/mol	2,55
<b>104</b>	100,3	97,30	micromol/mol	2,4
<b>120</b>	99,90	99,00	micromol/mol	3
<b>126</b>	99,90	98,70	micromol/mol	3,1
<b>156</b>	60,50	59,80	micromol/mol	1,0
<b>168</b>	100,80	99,20	micromol/mol	4,71
<b>195</b>	50,20	50,00	micromol/mol	2
<b>242</b>	50,30	51,00	micromol/mol	1,2
<b>243</b>	99,90	100,00	micromol/mol	2
<b>281</b>	100,40	98,00	micromol/mol	3,2
<b>282</b>	101,60	99,67	micromol/mol	2,5

Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 2 - Gráfico referente aos resultados das diferenças ( $\Delta$ ) dos participantes para calibração do medidor do componente CO.



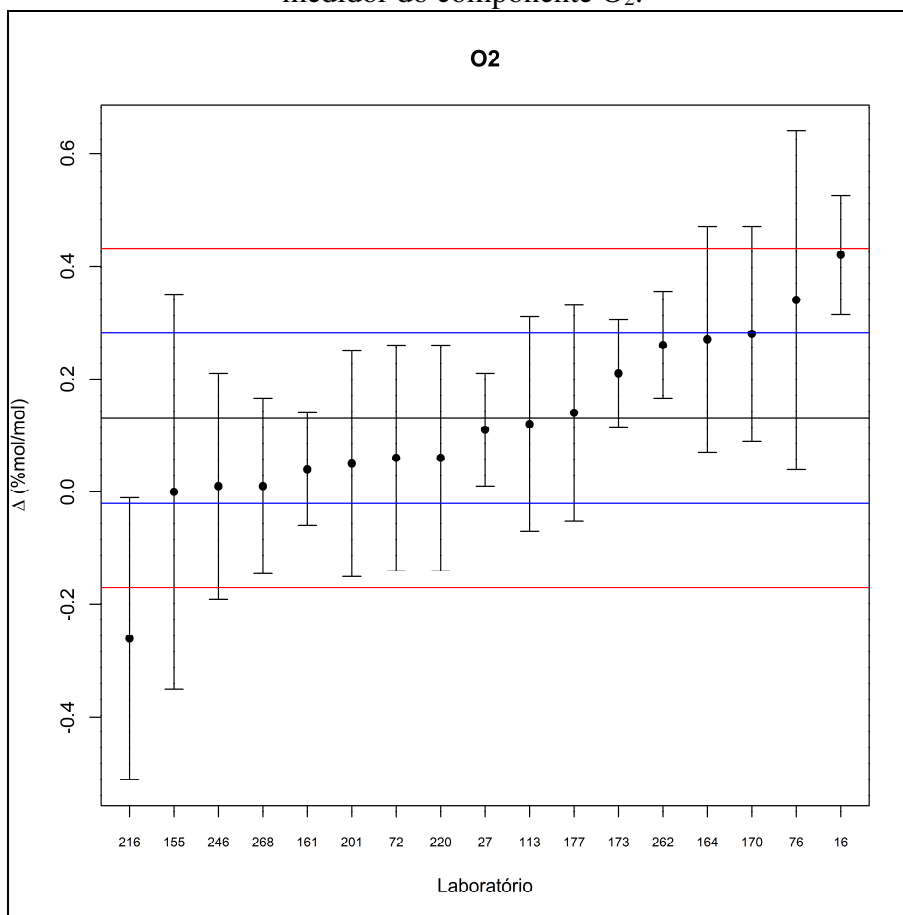
Fonte: Dimci/GT-PEP

Tabela 5 – Resultados dos participantes para calibração do medidor do componente O<sub>2</sub>.

Código do Participante	Concentração descrita no certificado do MRC	Média das concentrações determinadas	Unidade	Incerteza expandida reportada
016	17,98	18,40	%mol/mol	0,21
027	17,89	18,00	%mol/mol	0,20
072	18,04	18,10	%mol/mol	0,4
076	11,84	12,18	%mol/mol	0,60
113	17,98	18,10	%mol/mol	0,38
155	18,20	18,20	%mol/mol	0,7
161	18,04	18,08	%mol/mol	0,20
164	17,90	18,17	%mol/mol	0,4
170	18,02	18,30	%mol/mol	0,38
173	17,99	18,20	%mol/mol	0,19
177	18,36	18,50	%mol/mol	0,39
201	18,02	18,07	%mol/mol	0,4
216	21,06	20,80	%mol/mol	0,5
220	18,04	18,10	%mol/mol	0,4
246	14,99	15,00	%mol/mol	0,4
262	17,94	18,20	%mol/mol	0,19
268	14,99	15,00	%mol/mol	0,31

Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 3 - Gráfico referente aos resultados das diferenças ( $\Delta$ ) dos participantes para calibração do medidor do componente  $O_2$ .



Fonte: Dimci/GT-PEP

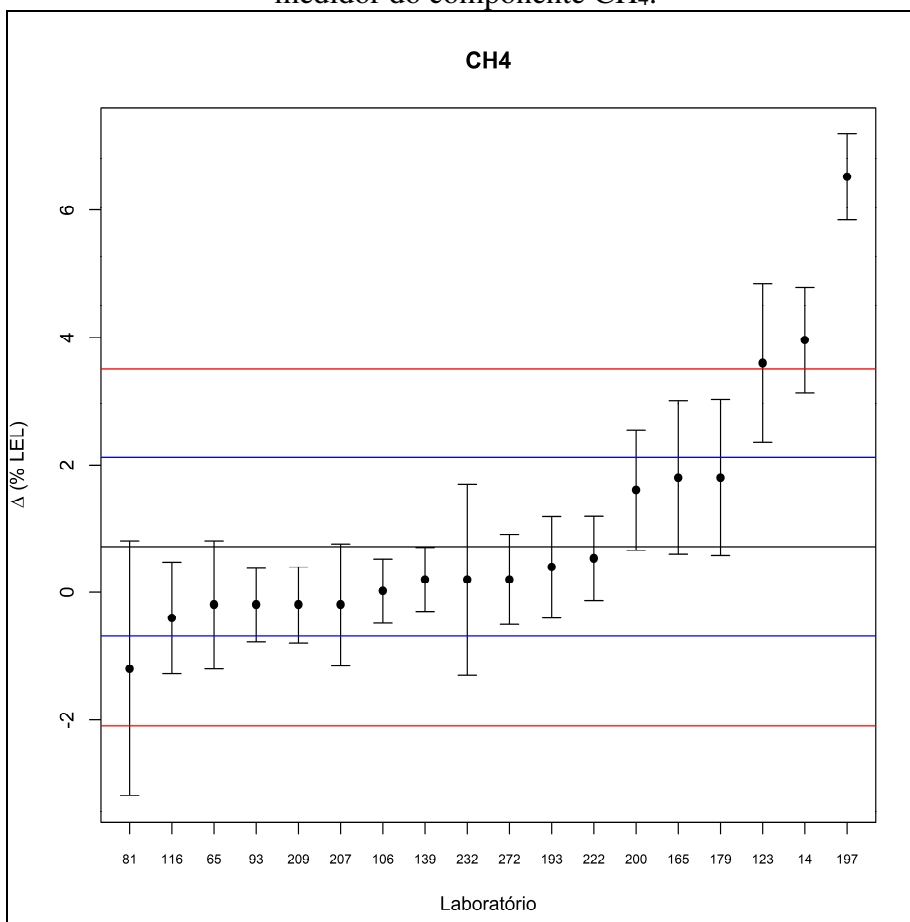
Tabela 6 – Resultados dos participantes para calibração do medidor do componente  $CH_4$ .

Código do Participante	Concentração descrita no certificado do MRC	Média das concentrações determinadas	Unidade	Incerteza expandida reportada
014	50,04	54,00	% LEL	2
065	50,20	50,00	% LEL	2
081	50,20	49,00	% LEL	4
093	50,20	50,00	% LEL	1,158
106	49,98	50,00	% LEL	1,0
116	50,40	50,00	% LEL	1,8
123	50,60	54,20	% LEL	2,50
139	49,80	50,00	% LEL	1
165	50,20	52,00	% LEL	4
179	50,20	52,00	% LEL	2,53
193	49,60	50,00	% LEL	1,6
197	49,80	56,33	% LEL	1,49
200	49,80	51,40	% LEL	2,20
207	29,20	29,00	% LEL	2
209	50,20	50,00	% LEL	1,2
222	49,80	50,33	% LEL	1,4

Código do Participante	Concentração descrita no certificado do MRC	Média das concentrações determinadas	Unidade	Incerteza expandida reportada
232	49,80	50,00	% LEL	3
272	49,80	50,00	% LEL	1,4

Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 4 - Gráfico referente aos resultados das diferenças ( $\Delta$ ) dos participantes para calibração do medidor do componente CH<sub>4</sub>.



Fonte: Dimci/GT-PEP

### 3.2.3. Avaliação de Desempenho dos Participantes

Para a avaliação de desempenho dos participantes, e seguindo a ABNT ISO/IEC 17043:2011, foi utilizado o teste estatístico z-score ( $z$ ). Para os laboratórios que também informaram a incerteza de medição do resultado ( $U_i$ ) e o fator de abrangência ( $k$ ), os quais eram opcionais, também foi utilizado o índice Zeta ( $\zeta$ ) para a avaliação de seu desempenho.

#### 3.2.3.1. Índice $z$

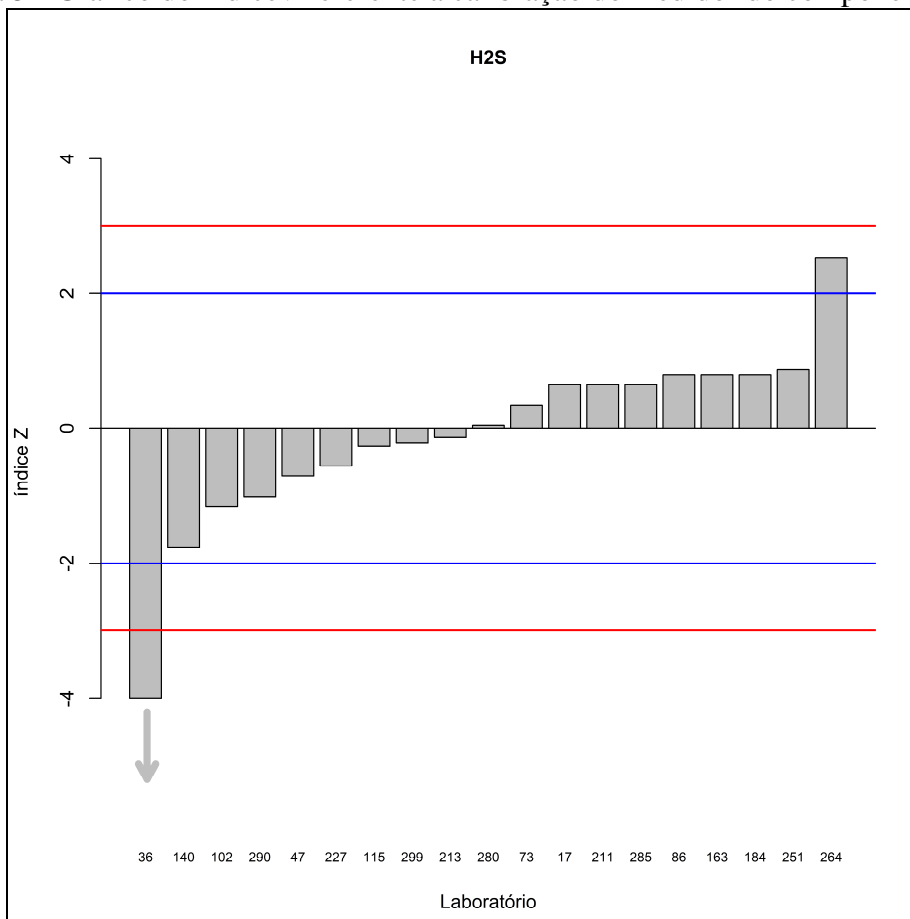
A avaliação de desempenho dos participantes, expressa através do índice  $z$ , é apresentada nas tabelas de 7 a 10, com seus respectivos gráficos nas figuras 5 a 8.

Tabela 7 - Resultados do índice z dos participantes na calibração do medidor do componente H<sub>2</sub>S.

Código do Participante	Índice z	Código do Participante	Índice z
017	0,64	211	0,64
036	-6,10	213	-0,14
047	-0,71	227	-0,56
073	0,34	251	0,86
086	0,79	264	2,53
102	-1,16	280	0,04
115	-0,26	285	0,64
140	-1,76	290	-1,01
163	0,79	299	-0,21
184	0,79	---	---

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 5 - Gráfico do índice z referente à calibração do medidor do componente H<sub>2</sub>S.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que:

- 1 participante apresentou resultado insatisfatório, ou seja,  $|z| \geq 3$ ;
- 1 participante apresentou resultado questionável, ou seja,  $2,0 < |z| < 3,0$ ; e
- 17 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|z| \leq 2,0$ .

Tabela 8 - Resultados do índice z dos participantes na calibração do medidor do componente CO.

Código do Participante	Índice z	Código do Participante	Índice z
008	0,81	104	-1,53
009	-0,36	120	0,23
011	0,84	126	-0,02
012	0,06	156	0,39
013	0,81	168	-0,36
028	0,14	195	0,81
040	-1,45	242	1,57
058	-0,53	243	1,07
079	0,56	281	-1,03
088	-1,34	282	-0,64

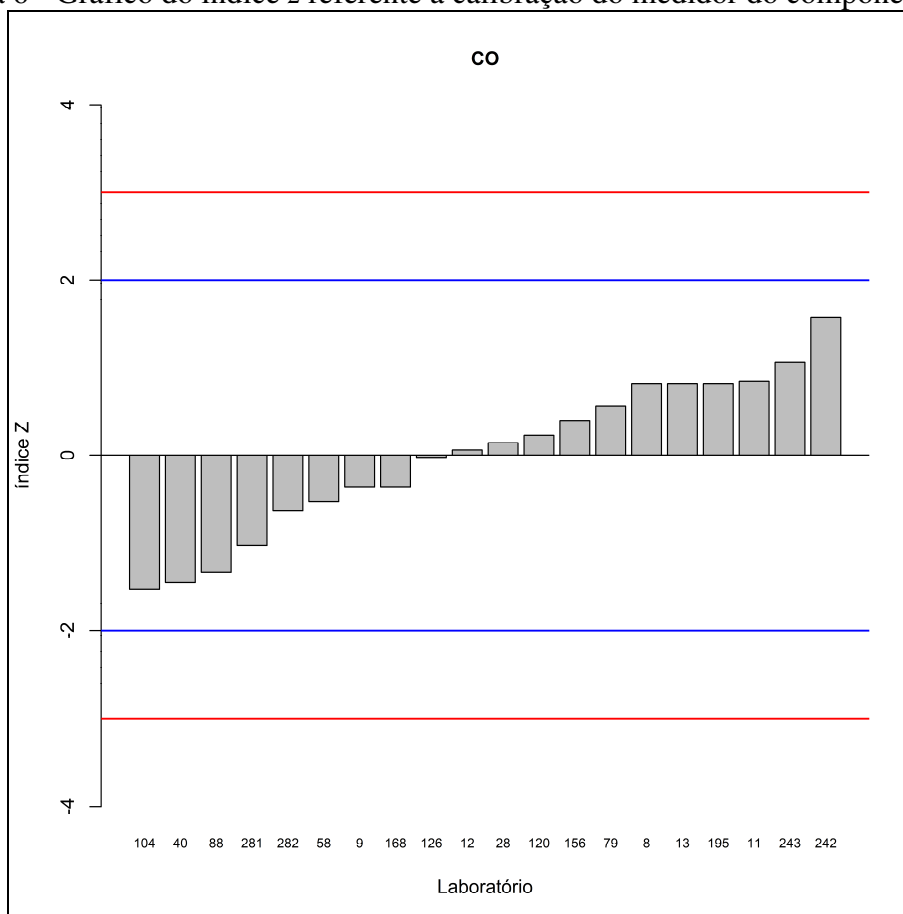
Resultado satisfatório

Resultado questionável

Resultado insatisfatório

Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 6 - Gráfico do índice z referente à calibração do medidor do componente CO.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que:

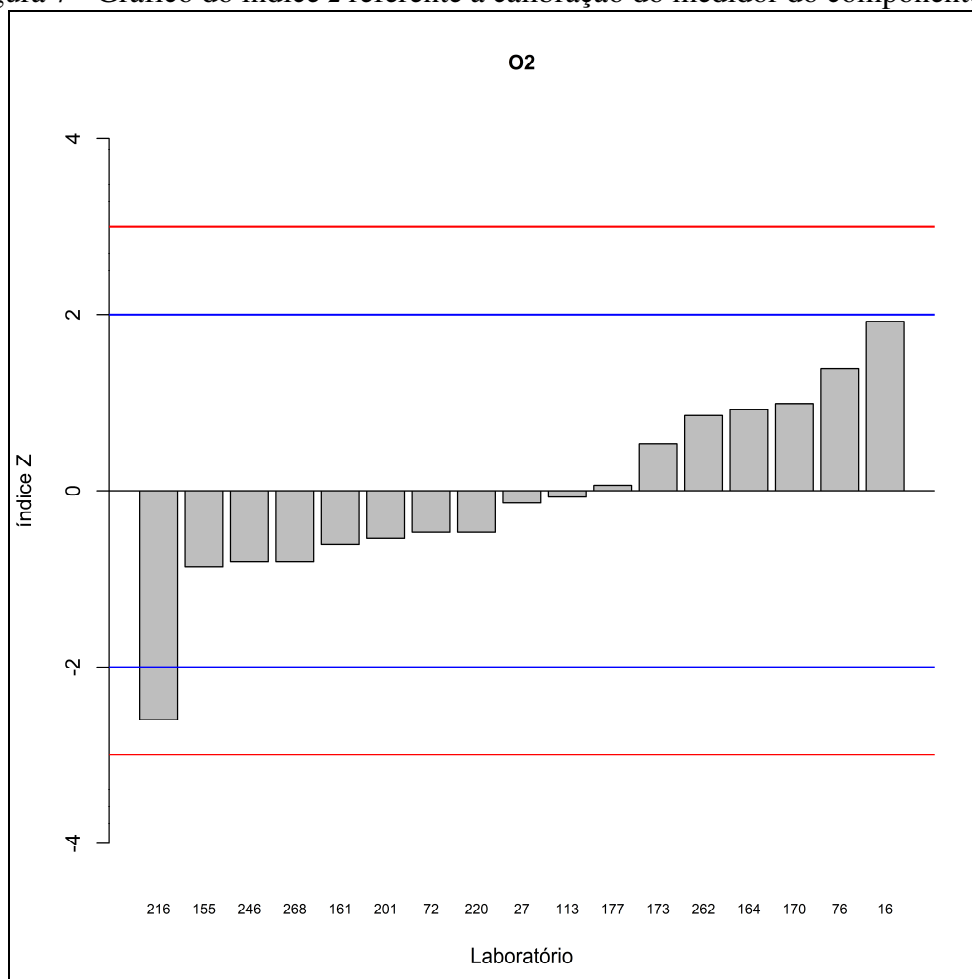
- 20 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|z| \leq 2,0$ .

Tabela 9 - Resultados do índice z dos participantes na calibração do medidor do componente O<sub>2</sub>.

Código do Participante	Índice z	Código do Participante	Índice z
016	1,92	173	0,53
027	-0,14	177	0,06
072	-0,47	201	-0,54
076	1,39	216	<b>-2,60</b>
113	-0,07	220	-0,47
155	-0,87	246	-0,80
161	-0,60	262	0,86
164	0,93	268	-0,80
170	0,99	---	---

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 7 - Gráfico do índice z referente à calibração do medidor do componente O<sub>2</sub>.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que:

- 1 participante apresentou resultado questionável, ou seja,  $2,0 < |z| < 3,0$ ; e
- 16 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|z| \leq 2,0$ .

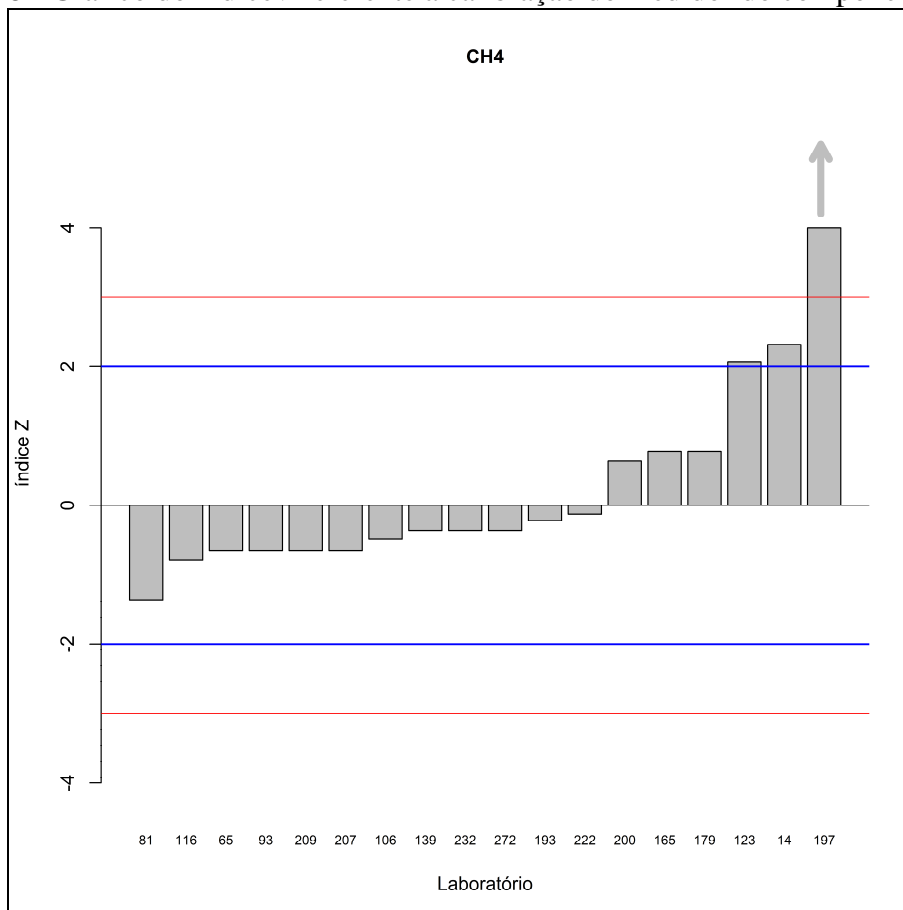


Tabela 10 - Resultados do índice z dos participantes na calibração do medidor do componente CH<sub>4</sub>.

Código do Participante	Índice z	Código do Participante	Índice z
014	2,32	179	0,78
065	-0,65	193	-0,22
081	-1,36	197	4,15
093	-0,65	200	0,63
106	-0,49	207	-0,65
116	-0,79	209	-0,65
123	2,06	222	-0,13
139	-0,36	232	-0,36
165	0,78	272	-0,36

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 8 - Gráfico do índice z referente à calibração do medidor do componente CH<sub>4</sub>.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que:

- 15 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|z| \leq 2,0$ .
- 2 participantes apresentaram resultado questionável, ou seja,  $2,0 < |z| < 3,0$ ; e
- 1 participante apresentou resultado insatisfatório, ou seja,  $|z| \geq 3$ ;

### 3.2.3.2. Índice Zeta ( $\zeta$ )

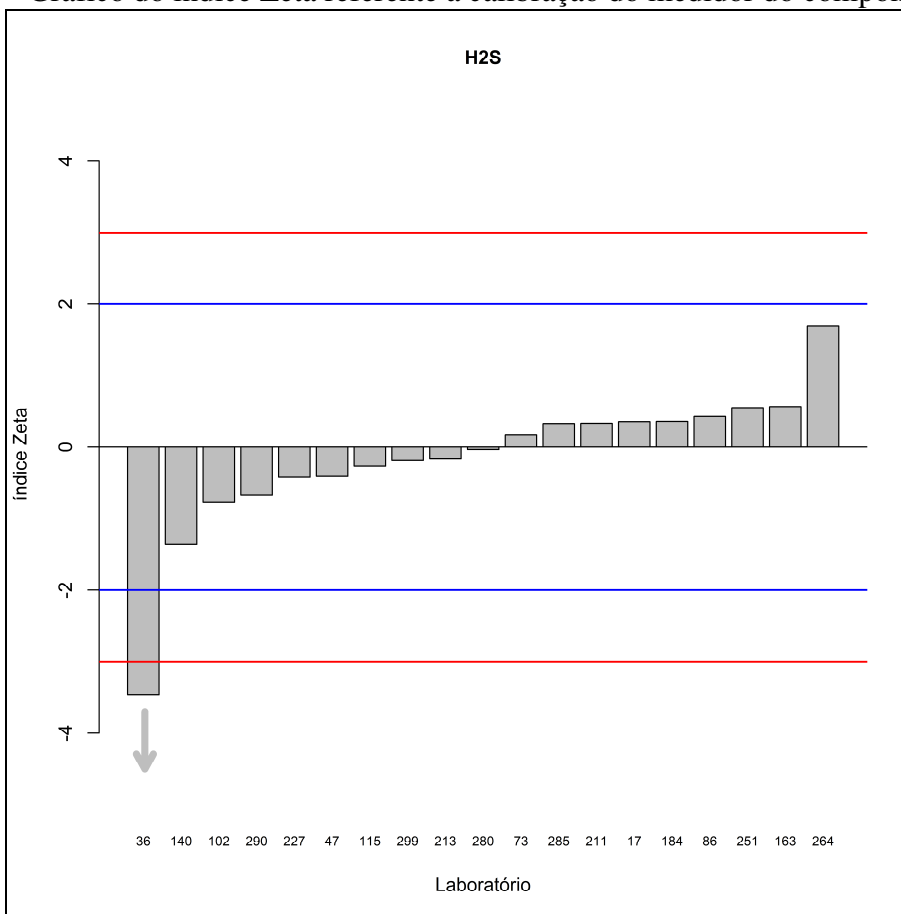
As tabelas 11 a 14 e as figura 9 a 12 apresentam os resultados do índice Zeta para os participantes que informaram a incerteza de medição do resultado ( $U_i$ ) e o fator de abrangência ( $k$ ).

Tabela 11 - Resultados do índice Zeta dos participantes na calibração do medidor do componente de  $H_2S$ .

Código do Participante	Índice $\zeta$	Código do Participante	Índice $\zeta$
017	0,42	211	0,39
036	-3,39	213	-0,10
047	-0,36	227	-0,36
073	0,23	251	0,61
086	0,48	264	1,75
102	-0,71	280	0,03
115	-0,19	285	0,38
140	-1,28	290	-0,61
163	0,63	299	-0,13
184	0,41	---	---

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 9 - Gráfico do índice Zeta referente à calibração do medidor do componente H<sub>2</sub>S.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice *Zeta*, pode-se observar que:

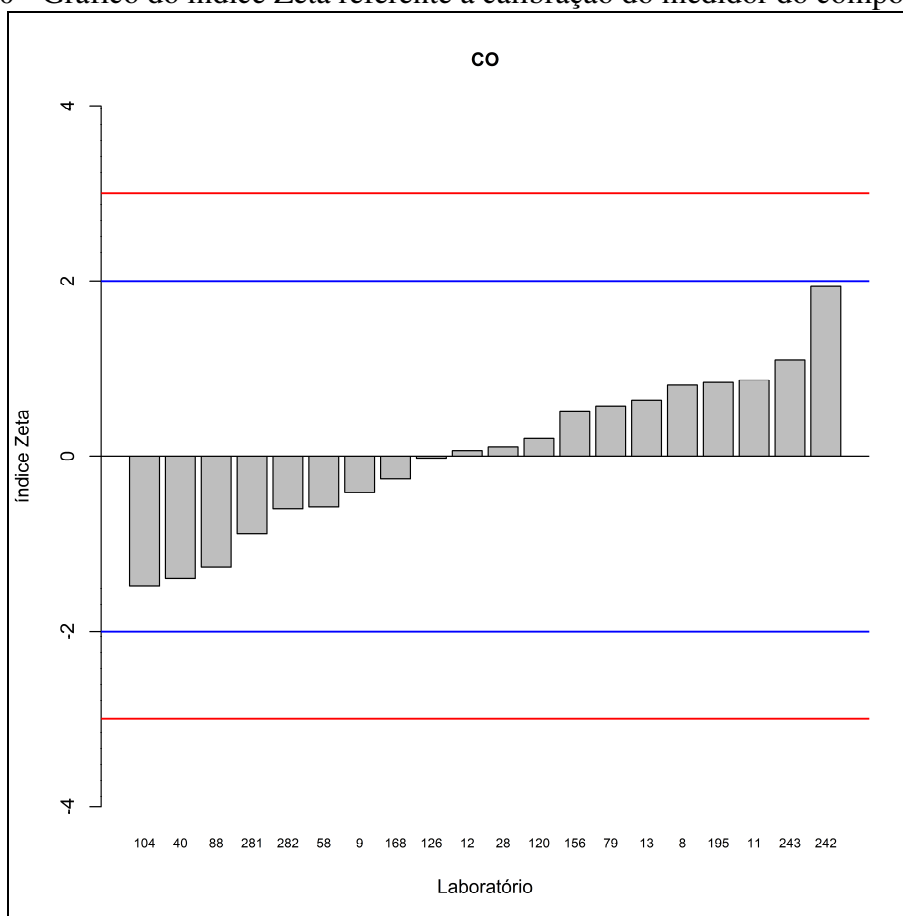
- 18 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|\zeta| \leq 2,0$ ;
- 1 participante apresentou resultado insatisfatório, ou seja,  $|\zeta| \geq 3$ .

Tabela 12 - Resultados do índice Zeta dos participantes na calibração do medidor do componente de CO.

Código do Participante	Índice $\zeta$	Código do Participante	Índice $\zeta$
008	0,81	104	-1,48
009	-0,42	120	0,21
011	0,87	126	-0,02
012	0,06	156	0,52
013	0,64	168	-0,26
028	0,10	195	0,84
040	-1,40	242	1,94
058	-0,57	243	1,10
079	0,57	281	-0,88
088	-1,26	282	-0,60

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 10 - Gráfico do índice Zeta referente à calibração do medidor do componente CO.



Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice Zeta, pode-se observar que:

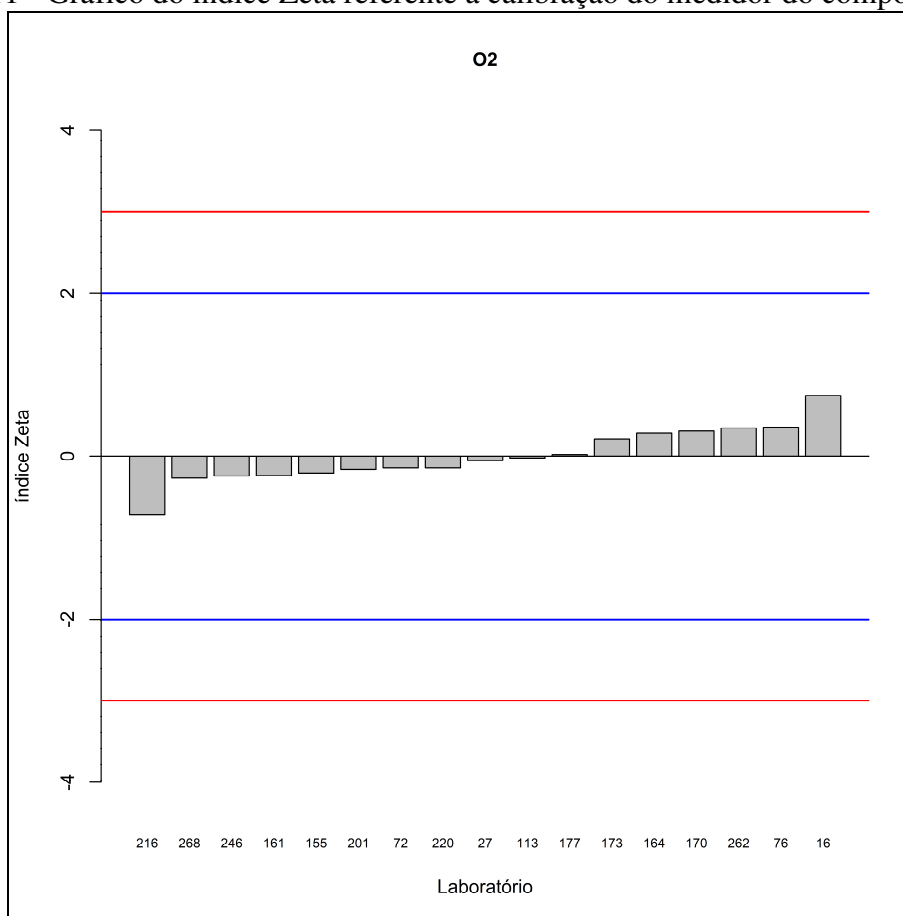
- 20 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|\zeta| \leq 2,0$ .

Tabela 13 - Resultados do índice Zeta dos participantes na calibração do medidor do componente de O<sub>2</sub>.

Código do Participante	Índice $\zeta$	Código do Participante	Índice $\zeta$
016	0,75	173	0,21
027	-0,05	177	0,02
072	-0,14	201	-0,16
076	0,36	216	-0,72
113	-0,02	220	-0,14
155	-0,21	246	-0,24
161	-0,24	262	0,34
164	0,28	268	-0,27
170	0,31	---	---

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 11 - Gráfico do índice Zeta referente à calibração do medidor do componente O<sub>2</sub>.



Fonte: Dimci/GT-PEP

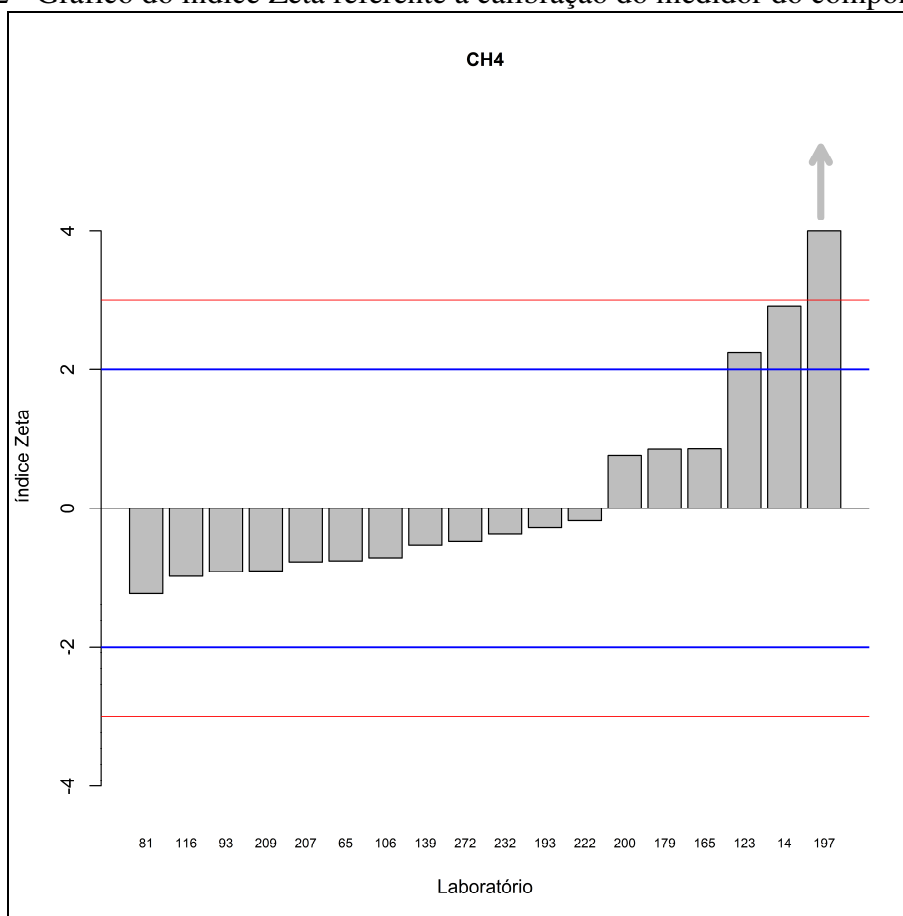
Através da análise do gráfico do índice *Zeta*, pode-se observar que:

- 17 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|\zeta| \leq 2,0$ .

Tabela 14 - Resultados do índice Zeta dos participantes na calibração do medidor do componente de CH<sub>4</sub>.

Código do Participante	Índice $\zeta$	Código do Participante	Índice $\zeta$
014	2,91	179	0,85
065	-0,77	193	-0,28
081	-1,23	197	5,58
093	-0,91	200	0,76
106	-0,72	207	-0,78
116	-0,98	209	-0,90
123	2,24	222	-0,17
139	-0,53	232	-0,37
165	0,86	272	-0,48

Resultado satisfatório  
 Resultado questionável  
 Resultado insatisfatório  
 Fonte: Dimci/GT-PEP

Figura 12 - Gráfico do índice Zeta referente à calibração do medidor do componente CH<sub>4</sub>.

Fonte: Dimci/GT-PEP

Através da análise do gráfico do índice *Zeta*, pode-se observar que:

- 18 participantes apresentaram resultado satisfatório, ou seja,  $|\zeta| \leq 2,0$ ;
- 2 participantes apresentaram resultado questionável, ou seja,  $2,0 < |\zeta| < 3,0$ ;
- 1 participante apresentou resultado insatisfatório, ou seja,  $|\zeta| \geq 3$ ;

#### 4. Confidencialidade

Cada participante foi identificado por código individual que é conhecido somente pelo próprio participante e pela coordenação do EP. O participante recebeu, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação no EP. Este código foi 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 de cada participante.

Conforme estabelecido no item 4.10.4 da ABNT ISO/IEC 17043:2011, em circunstâncias excepcionais, uma autoridade reguladora pode requerer os resultados do EP ao provedor.

## 5. Conclusões

A maioria dos participantes apresentou resultado satisfatório no EP. O objetivo de determinar o desempenho dos laboratórios para o ensaio proposto foi atingido.

Com base nas análises dos gráficos de índice z e índice Zeta, o participante de código 36 para medição do componente H<sub>2</sub>S e o participante de código 197 para medição do componente CH<sub>4</sub> obtiveram resultados insatisfatórios.

O estabelecimento de ações corretivas e a contínua participação em ensaios de proficiência desta natureza são ferramentas de grande contribuição para o aprimoramento das medições realizadas pelos laboratórios.

Finalmente, deve-se ressaltar a importância da participação dos laboratórios em exercícios de EP, por constituir uma ferramenta útil para monitorar os procedimentos de análises usados na rotina e avaliar os resultados das medições dos laboratórios, tornando-os capazes de desempenhar medições com maior confiabilidade.

## 6. Participantes

Vinte laboratórios se inscreveram na 1ª Rodada do Ensaio de Proficiência em Físico-química para Calibração de Medidores de Gás.

A lista dos participantes que enviaram os resultados à coordenação desse EP é apresentada na tabela 15. É importante ressaltar que a numeração da tabela é apenas indicativa do número de participantes no EP, não estando, em hipótese alguma, associada à identificação dos participantes na apresentação dos resultados.

Tabela 15 – Participantes.

Organização	
1.	Almont do Brasil Imp. Com. e Repr. Ltda.

<b>Organização</b>	
2.	Casa Offshore Comércio e Serviço Ltda.
3.	CEG
4.	Chrompack Instrumentos Científicos Ltda.
5.	Clean Environment Brasil Engenharia e Comércio Ltda.
6.	Consultoria SQM Ltda.
7.	DPUnion Instrumentação Analítica e Científica Ltda.
8.	Dräger Safety do Brasil Equipamentos de Segurança Ltda. – unidade Barueri
9.	Dräger Safety do Brasil Equipamentos de Segurança Ltda. – unidade Macaé
10.	General Instruments Eng. Rep. e Comércio Ltda.
11.	Gero Comércio e Serviços Ltda.
12.	Hideo Nakayama Imp. Exp. Com. e Ind. Ltda.
13.	Maersk H2S Safety Services Brasil Serviços de Segurança Contra Gás Sulfídrico Ltda.
14.	MSA do Brasil Equipamentos e Instrumentos de Segurança Ltda.
15.	Precisa Offshore C. L. Equip. Mec. Eletr. e de Segurança Ltda.
16.	PROT-SUL Comercio de Equipamentos de Proteção Individual Ltda.
17.	Tecnowolf Comercio Ltda.
18.	Testo do Brasil Instrumentos de Medição Ltda.
19.	Total Safety Ltda.
20.	Yorgos Ambiental Eireli

Fonte: Dimci/GT-PEP

Total de participantes: 20.



## **7. Referências Bibliográficas**

- [1] ABNT NBR ISO/IEC 17025, Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração, ABNT, Rio de Janeiro, 2017.
  - [2] Documento de caráter orientativo Inmetro - DOQ-CGCRE-088 - Orientação para a realização de calibração de detectores de gás, Revisão 01 – agosto/2018.
  - [3] NR-33 Segurança e Saúde nos Trabalhos em Espaços Confinados – Portaria MTE no.1409 de 29 de Agosto de 2012.
  - [4] ABNT NBR ISO/IEC 17043, Avaliação de conformidade — Requisitos gerais para ensaios de proficiência, ABNT, Rio de Janeiro, 2011.
  - [5] ISO 13528, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, ISO, Geneva, 2005.
-



Programa de Ensaio da Proficiência do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – PEP-Inmetro  
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ – Brasil – CEP: 25250-020  
Tel.: +55 21 2679-9745 – [www.inmetro.gov.br](http://www.inmetro.gov.br) – E-mail: [pep-inmetro@inmetro.gov.br](mailto:pep-inmetro@inmetro.gov.br)