



**Protocolo de Ensaio de Proficiência n.º 002/2011 (Dimci/Dicep) – 04/julho/2011**

## **Ensaio de Proficiência em Condutividade Eletrolítica**

### **3ª Rodada - 10 a 100 $\mu\text{S cm}^{-1}$**

#### **PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Ensaio de proficiência (EP) é uma ferramenta para a determinação do desempenho de laboratórios na execução de ensaios ou calibrações. A realização de Ensaios de Proficiência no País é fundamental para o aumento da credibilidade dos resultados das medições e, conseqüentemente, contribui para facilitar o comércio internacional e prevenir barreiras técnicas.

Afinado com a política industrial brasileira, que visa a maior competitividade da indústria nacional e a melhor qualidade de seus produtos e seguindo as diretrizes da ISO/IEC 17043:2010, o Inmetro promove o EP em Condutividade Eletrolítica, 3ª rodada.

#### **ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**



Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci

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

#### **COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO**

Dameres da Silva Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)  
Fabiano Barbieri Gonzaga (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)  
Valnei Smarçaro da Cunha (Inmetro/Dimci/Dquim)

#### **COMITÊ TÉCNICO**

Carla Matos Ribeiro (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Fabiano Barbieri Gonzaga (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Isabel Cristina Serta Fraga (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Jéssica Corrêa Lopes (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)  
Paulo Paschoal Borges (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Sidney Pereira Sobral (Inmetro/Dimci/Dquim)  
Werickson Fortunato de Carvalho Rocha (Inmetro/Dimci/Dquim)

#### **OBJETIVOS**

- Avaliar o desempenho de laboratórios em medição de condutividade eletrolítica entre 10 e 100  $\mu\text{S cm}^{-1}$ .
- Monitorar o desempenho contínuo dos laboratórios em medições de condutividade eletrolítica.
- Identificar eventuais problemas de medição na referida grandeza.

## PARTICIPAÇÃO

Pode participar do ensaio de proficiência (EP) qualquer laboratório que realize calibração de medidores de condutividade, bem como utilizem frequentemente medições de condutividade eletrolítica. Para participar, é necessário se inscrever no *site* do Inmetro ([www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp)). O número máximo de participantes será de 80 (oitenta) laboratórios. Os laboratórios serão inscritos levando-se em consideração a ordem de chegada da ficha de inscrição. **Ressaltamos que a participação neste EP é gratuita, com data final de inscrição 15/07/2011.**

## DOCUMENTOS DO PROGRAMA

No *site* do Inmetro ([www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp)) estarão disponíveis todos os formulários do EP, que constam de:

- Ficha de inscrição;
- Formulário de Recebimento do Item de Ensaio;
- Formulário de Registro de Resultados.

## ITEM DE ENSAIO

Frasco contendo aproximadamente 250 mL de solução com condutividade eletrolítica entre 10 e 100  $\mu\text{S cm}^{-1}$ . Cada frasco foi devidamente identificado, contendo no rótulo nome do programa, número da rodada e número da amostra.

Para este EP foi selecionado um valor de condutividade entre 10 e 100  $\mu\text{S cm}^{-1}$  devido a sua relevância nas medições em soluções de baixa condutividade eletrolítica, as quais são necessárias na determinação da pureza da água – matéria-prima de vários processos químicos – destacando-se as indústrias farmacêuticas e de alimentos.

## ENVIO DO ITEM DE ENSAIO

Na data previamente determinada, será enviada para cada laboratório participante 1 (uma) caixa de isopor lacrada contendo o item de ensaio para ser analisado. A caixa de isopor é preenchida com material adequado para evitar dano ao frasco. A coordenação deste EP é responsável pelo envio do item de ensaio aos laboratórios participantes e este envio será feito através de Sedex.

No ato do recebimento do item de ensaio, o laboratório deverá realizar uma inspeção para verificar algum dano que possa invalidar os resultados das medições. O resultado da inspeção deve ser registrado no formulário de recebimento de item de ensaio. O formulário deve ser preenchido e enviado diretamente pelo *site* do Inmetro ([www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp)).

## CRONOGRAMA

Prazo final para inscrição dos participantes	15/Julho/2011
Disponibilização no <i>site</i> do Inmetro dos formulários e envio do código de identificação de cada laboratório	22/Julho/2011
Envio do item de ensaio	29/Julho/2011
Envio dos resultados à coordenação deste EP	17/Agosto/2011
Divulgação do Relatório Preliminar aos participantes	21/Outubro/2011
Prazo final para os laboratórios participantes enviarem suas considerações sobre o Relatório Preliminar à coordenação deste EP	28/Outubro/2011
Disponibilização do Relatório Final no <i>site</i> do Inmetro para <i>download</i>	25/Novembro/2011

## MÉTODOS DE MEDIÇÃO

Os laboratórios participantes do EP deverão utilizar um de seus métodos de medição de condutividade eletrolítica rotineiros, porém a medição deverá ser obrigatoriamente realizada na temperatura de medição de 25 °C. O laboratório deverá realizar obrigatoriamente 5 (cinco) medições da amostra (5 alíquotas diferentes). Os laboratórios que não enviarem os resultados das cinco medições serão excluídos do EP.

## REGISTRO DAS MEDIÇÕES E ENVIO DOS RESULTADOS

Os laboratórios deverão realizar os registros das medições no arquivo Excel denominado “Formulário de registro de resultados”, contendo 1 (uma) planilha. **Antes de preencher as informações e os resultados na planilha, é importante seguir as orientações contidas na planilha “Instruções”.**

Após o preenchimento dos dados, a planilha deverá ser protegida com uma senha. A senha é a assinatura digital do laboratório e garantirá a integridade dos dados. Se o laboratório utilizar o Office 2007, clicar na aba "Revisão" e depois em "Proteger Planilha". Irá abrir uma caixa de diálogo onde será necessário definir uma senha conhecida apenas pelo laboratório. Depois, clicar em "OK" e salvar a planilha. Se o laboratório 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 laboratório, clicar em "OK" e salvar a planilha.

Para que o Comitê Técnico possa acessar os dados enviados pelos laboratórios, é importante seguir as instruções de proteção da planilha descritas acima. Em que caso de dúvida, entrar em contato com a coordenação do EP (e-mail: pep-dimci@inmetro.gov.br).

O arquivo, com a planilha protegida com senha, deverá ser enviado à coordenação do EP através do E-mail: pep-dimci@inmetro.gov.br até **17/08/2011**.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

Para a avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, e de acordo com a ISO/IEC 17043:2010, será utilizado o teste estatístico índice z ou z-score e para os laboratórios que também informarem a incerteza de medição do resultado e o fator de abrangência, os quais são opcionais, também será utilizado o Erro Normalizado para a avaliação de seu desempenho.

O índice z será calculado conforme a Equação 1.

$$z_i = \frac{y_i - y_{ref}}{s} \quad (1)$$

Onde:

$y_{ref}$  = valor de referência, designado pelo Label/Dquim/Inmetro;

$y_i$  = resultado médio das cinco medições da amostra de um laboratório específico i;

s = valor da incerteza combinada, designado pelo Label/Dquim/Inmetro.

A interpretação do valor do índice z está descrita abaixo:

$|z| \leq 2$  - Resultado satisfatório

$2 < |z| < 3$  - Resultado questionável

$|z| \geq 3$  - Resultado insatisfatório.

O erro normalizado será calculado conforme a Equação 2.

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

Onde:

$y_{ref}$  = valor de referência, designado pelo Label/Dquim/Inmetro;

$y_i$  = resultado médio das cinco medições de um laboratório específico i;

$U_{ref}$  = valor de incerteza combinada do valor designado, obtido pelo Label/Dquim/Inmetro;

$U_i$  = valor de incerteza expandida informado por um laboratório específico i.

O critério de aceitação do erro normalizado é:

$ En  \leq 1$	Resultado Satisfatório
$ En  > 1$	Resultado Insatisfatório

### **Crítérios para o Ensaio de Proficiência:**

1. O laboratório deverá realizar obrigatoriamente 5 (cinco) medições da amostra (5 alíquotas diferentes), caso contrário, os seus resultados não serão avaliados.
2. Os laboratórios deverão utilizar um de seus métodos de medição de condutividade eletrolítica rotineiros, porém deverão seguir o critério estabelecido no item “MÉTODOS DE MEDIÇÃO” deste documento, onde a medição deverá ser obrigatoriamente realizada na temperatura de medição de 25 °C.
3. Os resultados do índice z e do erro normalizado reportados no relatório serão dados somente com uma casa decimal depois da vírgula, obedecendo aos critérios de arredondamento.
4. Os resultados dos laboratórios serão apresentados em forma de tabelas e de gráficos.

### **VALOR DE REFERÊNCIA**

O valor de referência do item de ensaio será o valor obtido no estudo de caracterização realizado pelo Sistema Primário de Medição de condutividade eletrolítica do Laboratório de Eletroquímica (Label) da Divisão de Metrologia Química do Inmetro.

### **RELATÓRIO**

O comitê técnico irá elaborar o relatório preliminar e final do Ensaio de Proficiência. Na data estipulada no cronograma, os laboratórios participantes receberão o relatório preliminar do ensaio e terão até a data de **28/10/2011** para enviarem suas considerações (sugestões, dúvidas, etc.) à Coordenação deste EP por E-mail para o endereço pep-dimci@inmetro.gov.br. As considerações serão avaliadas pelo comitê técnico e, quando consideradas pertinentes, serão incorporadas ao relatório final.

O relatório final será divulgado no *site* do Inmetro, cujo endereço eletrônico é: ([www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiCondutividade.asp)).

O relatório preliminar e o relatório final conterão informações como:

- data de emissão dos resultados;
- identificação das amostras;
- relação dos laboratórios participantes;
- procedimentos usados para a análise estatística dos dados;
- resultados com os laboratórios identificados apenas por seus códigos;
- comentários sobre o desempenho dos laboratórios.

## **CONFIDENCIALIDADE E CERTIFICADO**

Os resultados do Ensaio de Proficiência serão confidenciais, isto é, cada laboratório será identificado por código individual. Este código será conhecido somente pelo próprio laboratório e pela coordenação do EP. O laboratório participante receberá, via correio eletrônico, o seu código de identificação correspondente a sua participação neste EP. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo Inmetro, respeitando-se a confidencialidade dos laboratórios.

Ao final do programa, será fornecido certificado de participação a todos os laboratórios participantes o qual conterá o(s) seu(s) código(s) de identificação.

## **INFORMAÇÕES ADICIONAIS**

Por meio do protocolo deste EP os laboratórios participantes terão todas as informações e regras necessárias ao EP. O contato com os participantes poderá ainda ser por telefone ou através do E-mail: [pep-dimci@inmetro.gov.br](mailto:pep-dimci@inmetro.gov.br).