

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE MEDIÇÃO DE RUGOSIDADE: ASPECTOS CRÍTICOS NA DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO E DO DESVIO-PADRÃO DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Mayara Moraes, mayara.vmoraes@hotmail.com¹

Thuany Fátima Melo, thuany.melo@grad.ufsc.br¹

Sueli Fischer Beckert, sueli.f@ufsc.br¹

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Av. João Colin 2700, Joinville/SC – Brasil. CEP: 89218-035.

Resumo: Ensaio de Proficiência é uma ferramenta para auxiliar na avaliação do desempenho de laboratórios de ensaios e de calibrações através de comparações interlaboratoriais. A importância da realização de programas de ensaio de proficiência (PEP) no País é fundamental para aumentar a credibilidade dos resultados das medições e, consequentemente, facilitar o comércio internacional e prevenir barreiras técnicas. A participação em programas de ensaios de proficiência também tem sido uma exigência de organismos de acreditação para que laboratórios possam manter suas acreditações nas redes nacionais de calibração ou de ensaios. Usualmente, para laboratórios de calibração é utilizado o Erro Normalizado (E_n) como método estatístico para avaliação do desempenho de um laboratório para realização de um serviço de medição. Neste caso, são comparados os resultados de medição do laboratório com os valores de referência (obtidos) com incertezas de medição significativamente menores. No entanto, quando se trata de medição de rugosidade, é inviável utilizar este método de avaliação diante da dificuldade de enquadrar um determinado laboratório como referência, devido a variabilidade existente no mensurando ou pelas incertezas decorrentes do método de medição. Assim, a aplicação do teste z-score é recomendável, o qual mede o desvio do resultado de cada laboratório participante (x_{pi}) a partir do valor designado (μ), por comparação com o desvio padrão do ensaio de proficiência (σ_{pi}). Considerando que o valor designado e o desvio-padrão do ensaio de proficiência são obtidos dos resultados dos laboratórios participantes, uma tratativa de dados discrepantes deve ser realizada. Este artigo compara diferentes métodos estatísticos para determinação do valor designado e do desvio-padrão do ensaio de proficiência e faz uma análise crítica sobre suas aplicações em comparações laboratoriais de medição e rugosidade. Um estudo de caso para os parâmetros R_a e R_z é conduzido, no qual é demonstrada a viabilidade da utilização do método robusto descrito no anexo C da norma ISO 13528 (2015).

Palavras-chave: rugosidade, comparação interlaboratorial, score-z

1. INTRODUÇÃO

Os ensaios de proficiência são ferramentas que buscam garantir a qualidade analítica dos resultados dos laboratórios participantes. Segundo Silva (2008), é importante um laboratório participar de um programa de comparação interlaboratorial para demonstrar a qualificação (ou não) de seus resultados em avaliações realizadas conforme a ABNT NBR ISO/IEC 17025 (2005). O seu desempenho é definido em relação a um valor previamente definido ou em consenso com as respostas obtidas pelo grupo, fornecendo assim meios de comparação com laboratórios similares e a verificação da influência de fatores responsáveis pela variabilidade de seus resultados (Chui et al, 2009).

Em geral, a análise estatística utilizada para a avaliação do desempenho dos laboratórios participantes em comparações interlaboratoriais é realizada através do teste Z-score ou do Erro Normalizado. Este é aplicável quando a incerteza de medição associada ao valor de referência é significativamente menor que a incerteza declarada pelo laboratório participante do programa de ensaio de proficiência; do contrário poderá ser ineficaz para detectar eventuais diferenças. Desta forma, é comum a aplicação do Erro normalizado em resultados de características metrológicas aplicáveis aos laboratórios de calibração. Por exemplo: volume de vidraria (Paraná Metrologia, 2016), comprimento em micrômetro (Setting, 2016), temperatura em termômetros digitais (PTA, 2017).

Para os casos de não existir um valor definido previamente, a orientação da norma ISO 13528 (2015) é pela utilização do teste Z-score, como pode ser observado em alguns programas realizados: concentração de chumbo em sangue (Instituto Adolfo Lutz, 2015), resistência a tração em metal (Global, 2016), coliformes totais em água bruta (Rede Metrológica, 2017).

Em ensaios de proficiência de rugosidade é muito difícil estabelecer um valor de referência devido a variabilidade existente no mensurando e no sistema de medição, sendo então aplicável o teste Z-score. Mas a variabilidade obtida nos resultados dos participantes pode também gerar limitações na definição do valor designado (x_{pi}) e do desvio padrão do ensaio de proficiência (σ_{pi}).

O objetivo deste artigo é avaliar os resultados de comparações interlaboratoriais de medição de rugosidade, por diferentes métodos estatísticos, de forma a estabelecer as vantagens e desvantagens da utilização de cada método na medição dos parâmetros Ra e Rz.

2. PARÂMETROS DE AMPLITUDE DE RUGOSIDADE

Ao se realizar a especificação geométrica de um produto ou a pesquisa em processos de fabricação, é frequente a utilização de parâmetros de rugosidade. Os parâmetros de amplitude tradicionais Ra e Rz utilizados neste artigo, estão definidos na norma ABNT NBR ISO 4287:2002, e as regras para comparação dos valores medidos com os limites de tolerância estão especificadas na norma ABNT NBR ISO 4288:2008.

O parâmetro Ra (desvio aritmético médio do perfil de rugosidade) é obtido através da média aritmética dos valores absolutos das ordenadas Z(x) calculada no comprimento de amostragem (l_r), conforme representado na Fig. (1). Caso sejam selecionados mais comprimentos de amostragem para medição, o valor de Ra será o valor médio sobre as medidas obtidas em cada comprimento de amostragem.

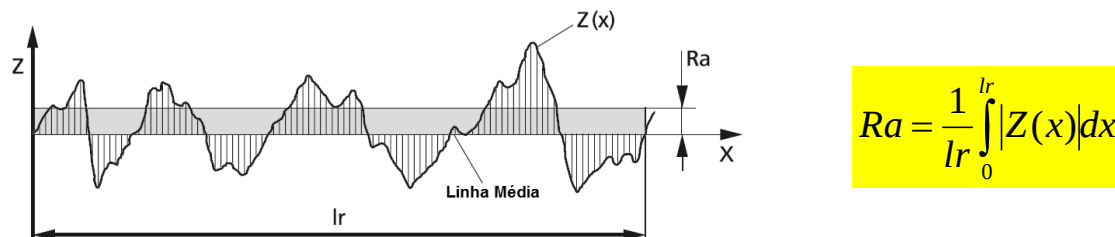


Figura 1. Parâmetro de amplitude Ra (Jenoptik, 2008).

O parâmetro de rugosidade Rz corresponde a soma da altura máxima dos picos do perfil Z_p e a maior das profundidades dos vales do perfil Z_v , no comprimento de amostragem como ilustra a Fig. (2). Quando o comprimento de avaliação é superior ao comprimento de amostragem ($l_n > l_r$), então Rz corresponde a média calculada sobre os valores de Rz obtidos em cada comprimento de amostragem.

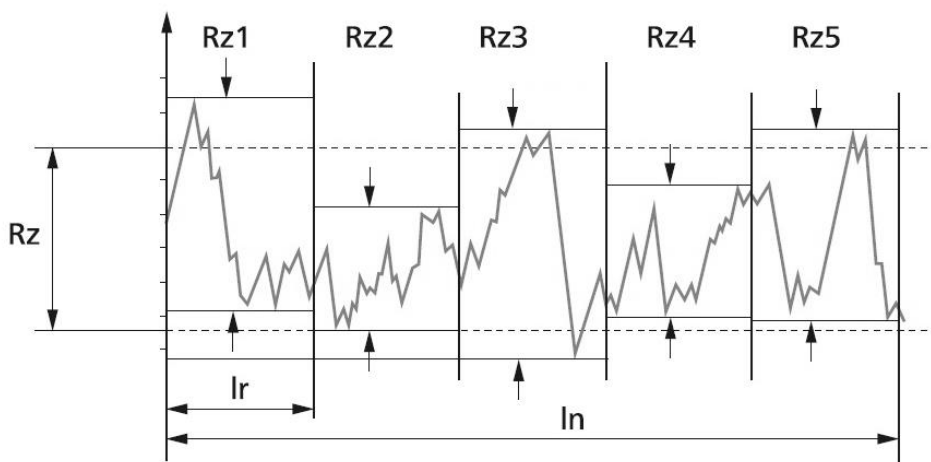


Figura 2. Parâmetro de amplitude Rz (Jenoptik, 2008).

A rugosidade é essencialmente sinônimo de marcas deixadas pela ferramenta, sendo o conjunto de pequenas saliências e reentrâncias que caracterizam uma superfície. Para Alves (2002), a rugosidade desempenha um papel importante nos componentes mecânicos, tendo influência na qualidade de deslizamento, resistência ao desgaste, possibilidade de ajuste forçado, resistência oferecida pela superfície ao escoamento de fluidos e lubrificantes, qualidade de aderência que a estrutura oferece às camadas protetoras, resistência à corrosão e a fadiga, vedação e aparência. Como característica especificada em projetos mecânicos, torna-se necessário assegurar que as medições realizadas em diferentes condições sejam compatíveis.

3. MÉTODOS ESTATÍSTICOS PARA DETERMINAÇÃO DE σ_{pt} E σ_{pt}

Neste artigo são comparados diferentes métodos estatísticos para avaliação dos resultados obtidos nos ensaios de proficiência de medição de rugosidade. Segundo a ISO 13528 (2015), o valor Z-score, utilizado para a avaliação do

desempenho dos laboratórios, é calculado conforme a Eq. (1). Ele representa distância relativa da medida do laboratório (x_i) em relação ao valor designado do ensaio de proficiência (x_{pt}), tendo como base o desvio-padrão do ensaio de proficiência σ_{pt} .

$$Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}} \quad (1)$$

O teste Z-score é avaliado da seguinte forma: se o valor de Z_i resultar em $|z| \leq 2$, o desempenho do laboratório é considerado aceitável; se o resultado for $2 < |z| < 3$, é considerado como um sinal de alerta para o laboratório em questão e se o resultado for $|z| > 3$, o desempenho é considerado como sendo inaceitável.

Diferentes métodos estatísticos estão disponíveis para determinação do valor designado do ensaio de proficiência (x_{pt}), e o desvio-padrão do ensaio de proficiência σ_{pt} . Sequencialmente são apresentados os métodos abordados na ISO 5725-2 (1994), no anexo C da ISO 13528 (2015) e no guia da Associação Nacional de Autoridades de Controle (NATA, 2004).

3.1. Análise Robusta: Algoritmo A da ISO 13528 (2015)

Quando o valor de referência de uma comparação interlaboratorial é estimado através do consenso entre os laboratórios participantes, a norma ISO 13528 (2015) apresenta o Algoritmo A para o cálculo da média e desvio padrão por análise robusta.

Inicialmente, o Algoritmo A calcula o valor designado partir da mediana obtida entre os resultados dos p laboratórios participantes, conforme Eq. (2). O desvio-padrão é obtido através da equação (3).

$$x^* = \text{mediana de } x_i \quad (i = 1, 2, \dots, p) \quad (2)$$

$$s^* = 1,483 \text{ mediana de } |x_i - x^*| \quad (3)$$

Através de iterações, os valores de x_i^* e s_i^* são atualizados, seguindo a condição estabelecida na Eq. (4), sendo o valor δ estimado conforme Eq. (5).

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta & \text{quando } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta & \text{quando } x_i > x^* + \delta \\ x_i & \text{demais casos} \end{cases} \quad (4)$$

$$\delta = 1,5 s^* \quad (5)$$

Na sequencia, são calculadas as novas estimativas para x^* e s^* a partir das Eq. (6) e Eq. (7), respectivamente, que serão utilizadas como parâmetros x_{pt} e σ_{pt} para o cálculo do Z-score Eq. (1). As iterações são realizadas até os valores de x^* e s^* convergirem no terceiro algarismo significativo.

$$x^* = \sum_{i=1}^p \frac{x_i}{p} \quad (6)$$

$$s^* = 1,134 \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2}{p-1}} \quad (7)$$

3.2. Análise Estatística com Exclusão de Dispersos (ISO 5725-2 (1994))

No caso onde se considera a média como sendo o valor designado, deve ser levado em conta a presença de *outliers* ou valores discrepantes, que devem ser identificados e removidos na compilação dos valores de referência que serão utilizados na comparação interlaboratorial. A norma ISO 5725-2 (1994), descreve o Teste de Cochran para análise da

homogeneidade das variâncias dos laboratórios (*within-laboratory variabilities*) e o Teste de Grubbs, que trata da avaliação da homogeneidade das médias obtidas pelos laboratórios (*between-laboratory variability*).

O primeiro teste a ser feito é o de Cochran, onde se testa a hipótese de que existem pequenas diferenças dentro das variações intralaboratoriais. A partir dos desvios-padrão s_i obtidos por cada laboratório participante, a estatística C do teste de Cochran é calculada conforme a Eq. (8), sendo s_{max} o maior desvio-padrão obtido.

$$C = \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad (8)$$

A estatística C deve ser comparada com os valores críticos, disponíveis na tabela 4 da ISO 5725-2 (1994). Se a estatística de teste for menor ou igual a seu valor crítico em nível de significância de 5%, o item testado é aceitável. Se a estatística de teste for maior que valor crítico em nível de significância de 5% e menor ou igual ao valor crítico em nível de 1%, o item testado é chamado de discrepante. Para o caso da estatística C apresentar um valor maior que o valor crítico em nível de significância de 1%, o dado é dito *outlier*. Se o desvio-padrão mais alto for classificado como um *outlier*, então o valor deve ser omitido e o teste de Cochran repetido sobre os valores restantes.

O teste de Grubbs avalia a existência de valores discrepantes ou *outliers* nas extremidades do conjunto de médias obtidas pelos laboratórios. Para realização do teste de Grubbs, ordenam-se as médias obtidas pelos laboratórios participantes (x_i : $i = 1, 2, \dots, p$). A Equação (9) é aplicada para testar o maior valor de média obtida por um laboratório.

A Equação (10) testa o menor valor de média obtido. Para o cálculo da estatística G, tem-se como a média obtida sobre as médias dos laboratórios para a mesma característica avaliada e s o desvio-padrão amostral obtido sobre as médias dos laboratórios.

$$G_p = \frac{x_p - \bar{x}}{s} \quad (9)$$

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s} \quad (10)$$

A estatística G é comparada com os valores críticos apresentado na tabela 5 da ISO 5725-2 (1994), seguindo os mesmos critérios de análise adotados no Teste de Cochran. O teste deve ser repetido até não haver a presença de *outliers*.

O valor designado x_{pt} é a média sobre as médias dos laboratórios, excluídos os *outliers* identificados no Teste de Grubbs.

Chui et. Al (2009) e Oliveira (2006) afirmam que “a reprodutibilidade é uma combinação do desvio padrão dos participantes com o desvio padrão entre os participantes”. Levando isso em consideração, o σ_{pt} (desvio padrão do ensaio de proficiência) é calculado conforme a Eq. (11), onde σ_r^2 é a variância obtida dentro dos laboratórios estimada pela média das variâncias; e σ_L^2 é a variância entre os laboratórios. No caso, se o valor do laboratório utilizado na avaliação do Z-score for a média de uma série de medidas, deve ser considerado o desvio-padrão das médias, sendo este obtido pela razão do desvio-padrão de repetibilidade (σ_r) e a raiz do número de medições repetidas (n).

$$\sigma_{pt} = \sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 - \frac{\sigma_r^2}{n} + \sigma_r^2} \quad (11)$$

3.3. Análise Estatística conforme o Método Robusto NATA (2004)

Outra abordagem estatística utilizada na avaliação de desempenho dos resultados de medição dos laboratórios é baseada no guia da NATA (2004), que sofre pouca interferência dos valores atípicos (*outliers*). Sendo assim, neste método não é necessário reconhecê-los e eliminá-los.

Segundo este método, o valor designado (x_{pt}) é obtido através da mediana dos valores individuais (ou média) coletados por cada laboratório participante (Eq. (12)). A mediana é o valor central entre todos os valores (em caso de laboratórios pares) ou a média das duas observações centrais (se for ímpar).

$$x_{pt} = \text{mediana sobre os valores dos laboratórios} \quad (12)$$

O desvio padrão (σ_{pt}) é calculado com base na Amplitude Interquartílica Normalizada (IQN). Ela é obtida através da subtração entre o valor do 3º quartil do conjunto de dados e o valor do 1º quartil, multiplicando esta diferença por 0,7413 (conforme Eq. (13)).

$$\sigma_{pt} = IQN = 0,7413(Q_3 - Q_1) \quad (13)$$

O intervalo interquartil é $[-0,6745, +0,6745]$ na distribuição normal padronizada, sendo este mais estreito do que o familiar ± 1 desvio-padrão. Para converter um intervalo interquartil (IQR) em uma faixa ± 1 SD, ele deve ser ampliado pela relação das larguras de intervalo, ou seja, $2/1,3490$. Para converter então este intervalo ± 1 desvio-padrão (cuja largura é 2 desvios padrão) em uma quantidade equivalente a 1 desvio-padrão, este intervalo é então dividido pela metade. Assim, o IQR dividido por 1,3490 (ou equivalentemente multiplicado por 0,7413) é uma estimativa do desvio padrão.

4. MÉTODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para realizar a comparação interlaboratorial, houve a participação de 12 instituições que realizam a medição de rugosidade em suas atividades rotineiras. Elas foram nomeadas por código de modo que cada uma realizasse suas medições individualmente e tivessem conhecimento apenas de seus próprios resultados. Seguindo as normas da ABNT NBR ISO 4287 (2002) e a ABNT NBR ISO 4288 (2008), R_a e R_z foram os parâmetros medidos. Após a coleta de dados, os mesmos foram tratados de acordo com os métodos estatísticos apresentados no capítulo 3, a fim de comparar a aplicabilidade e abordagem dos mesmos.

O artefato escolhido para o estudo está representado na Fig. (1), juntamente com a orientação da direção de medição. Trata-se de uma peça cilíndrica, com superfície aparentemente lisa. A Figura (2) permite observar o gráfico da rugosidade gerado em um laboratório independente antes e após as medições nos laboratórios participantes. Optou-se por essa análise para que se tivesse um maior controle das condições as quais a peça foi exposta durante o traslado entre os laboratórios, visto que a mesma poderia sofrer alterações e assim colocar em risco as respostas obtidas no estudo.

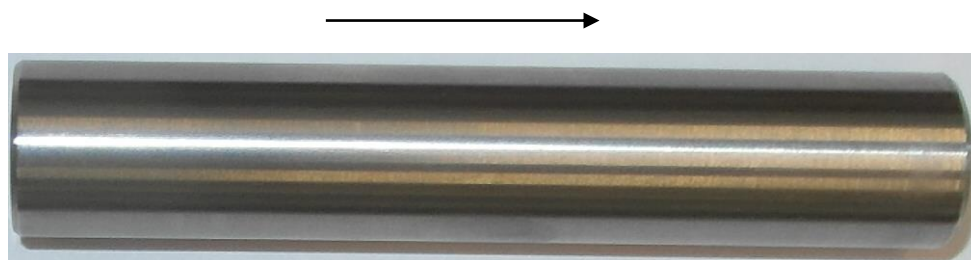


Figura 1. Artefato utilizado na comparação interlaboratorial.

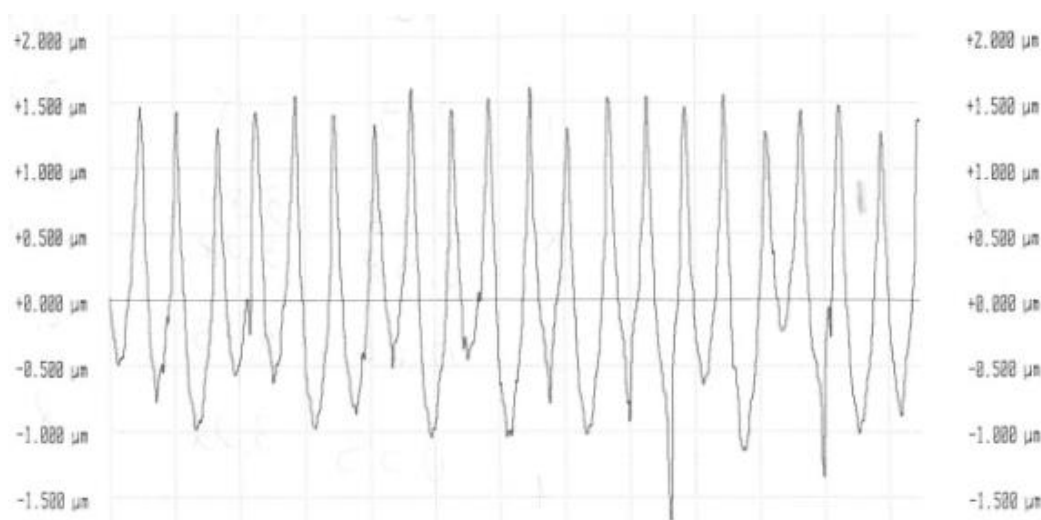


Figura 2 – Gráfico da rugosidade para o artefato utilizado, segundo um laboratório de confiança.

As Tabelas (1) e (2) apresentam os resultados das 12 instituições participantes. Foram realizadas medições em 3 posições da peça, e calculada a média das mesmas. Três replicações foram executadas em cada posição. A opção pela média em 3 posições distintas vem da necessidade de reposicionamento do rugosímetro.

Tabela 1 – Ra (µm) obtidos no programa de comparação interlaboratorial.

LAB	Geral				
	M1	M2	M3	Média	s
1	0,667	0,663	0,663	0,664	0,00231
2	0,610	0,607	0,610	0,609	0,00173
3	0,669	0,647	0,635	0,650	0,01724
4	0,477	0,479	0,472	0,476	0,00361
5	0,648	0,649	0,645	0,647	0,00208
6	0,639	0,639	0,640	0,639	0,00058
7	0,635	0,632	0,638	0,635	0,00300
8	0,622	0,619	0,610	0,617	0,00624
9	0,673	0,659	0,642	0,658	0,01552
10	0,638	0,639	0,638	0,638	0,00058
11	0,603	0,633	0,610	0,615	0,01570
12	0,596	0,594	0,593	0,594	0,00153

Tabela 2 –Rz (µm) obtidos no programa de comparação interlaboratorial.

LAB	Geral				
	M1	M2	M3	Média	s
1	3,070	3,070	3,047	3,06	0,0133
2	2,900	2,933	2,933	2,92	0,0191
3	2,821	2,702	2,673	2,73	0,0784
4	2,421	2,506	2,401	2,44	0,0558
5	2,975	2,923	2,949	2,95	0,0260
6	2,933	2,946	2,968	2,95	0,0177
7	3,107	3,093	3,137	3,11	0,0225
8	2,780	2,790	2,746	2,77	0,0231
9	3,890	3,851	3,726	3,82	0,0857
10	2,786	2,791	2,793	2,79	0,0036
11	2,739	3,146	2,843	2,91	0,2115
12	2,892	2,914	2,926	2,91	0,0172

5. ANÁLISES E RESULTADOS

A partir dos resultados apresentados nas Tabelas (1) e (2), foram calculados os valores designados e os desvios-padrão do ensaio de proficiência. A Tabela (3) apresenta os valores de x_{pt} e σ_{pt} obtidos pelos métodos estatísticos propostos para o parâmetro de rugosidade Ra.

Na aplicação do método estatístico apresentado na ISO 5725-2 (1994), não foi identificado nenhum desvio-padrão discrepante ou *outlier* através do teste de Cochran. Pelo teste de Grubbs, foi identificada a média do laboratório 4 como *outlier*, e a mesma não foi considerada no cálculo de x_{pt} . Na compilação utilizando o Algoritmo A da ISO 13528 (2015), somente 2 iterações foram necessárias para convergência dos valores de referência.

Os valores de x_{pt} e σ_{pt} obtidos pelos 3 métodos se mostraram próximos, sendo que todos identificaram que o laboratório 4 apresentou resultado não aceitável

Tabela 3 – Resultados dos parâmetros de Ra (µm) nas três normas abordadas.

LAB	Média	ISO 5725-2 (1994)			NATA (2004)			ISO 13528 (2015) Algoritmo A		
		x_{pt}	σ_{pt}	z-score	x_{pt}	σ_{pt}	z-score	x_{pt}	σ_{pt}	z-score
1	0,664	0,633	0,025	1,3	0,637	0,025	1,1	0,630	0,027	0,91
2	0,609			-1,0			-1,1			-0,91
3	0,650			0,7			0,5			0,45
4	0,476			-6,8			-6,4			-5,28
5	0,647			0,6			0,4			0,35
6	0,639			0,3			0,1			0,09
7	0,635			0,1			-0,1			-0,05
8	0,617			-0,7			-0,8			-0,65
9	0,658			1,1			0,9			0,70
10	0,638			0,2			0,1			0,05
11	0,615			-0,8			-0,9			-0,70
12	0,594			-1,7			-1,7			-1,39

A Tabela (4) apresenta os valores de x_{pt} e σ_{pt} obtidos pelos métodos estatísticos propostos para o parâmetro de rugosidade Rz.

Na realização dos testes de Cochran e de Grubbs, foram identificados 1 *outlier* para desvio-padrão (laboratório 4) e 2 outliers para média (laboratórios 4 e 9), respectivamente. Na aplicação do Algoritmo A, foram necessárias 6 iterações até a convergência dos valores.

Os valores de x_{pt} obtidos pelos 3 métodos se mostraram próximos. No caso do σ_{pt} , apesar de parecer que o desvio-padrão obtido pelo Algoritmo A apresenta-se maior, estatisticamente não é possível afirmar uma diferença entre eles.

Para o parâmetro de rugosidade Rz, o laboratório 9 apresentou medidas não aceitáveis, e o laboratório 4 também não teve valores aceitáveis para os valores de Z-score.

Tabela 4 – Resultados dos parâmetros de Ra (μm) nas três normas abordadas.

LAB	Média	ISO 5725-2 (1994)			NATA (2004)			ISO 13528 (2015) Algoritmo A		
		x_{pt}	σ_{pt}	z-score	x_{pt}	σ_{pt}	z-score	x_{pt}	σ_{pt}	z-score
1	3,06	2,91	0,13	1,2	2,92	0,14	1,0	2,91	0,18	0,8
2	2,92			0,1			0,0			0,1
3	2,73			-1,4			-1,3			-1,0
4	2,44			-3,6			-3,3			-2,6
5	2,95			0,3			0,2			0,2
6	2,95			0,3			0,2			0,2
7	3,11			1,6			1,4			1,1
8	2,77			-1,1			-1,0			-0,8
9	3,82			7,0			6,4			5,1
10	2,79			-0,9			-0,9			-0,7
11	2,91			0,0			0,0			0,0
12	2,91			0,0			0,0			0,0

Como pode-se observar, embora cada norma utilize variáveis e formas diferentes para o cálculo do z-score, os laboratórios com resultados inaceitáveis foram identificados por todos os métodos testados.

Além da aplicação do método estatístico, cuidados devem ser tomados para que a coleta das medidas seja realizada de forma aleatória, evitando a ocorrência de efeitos sistemáticos. No caso da medição de rugosidade, onde uma interação com o mensurando existe, optou-se por fazer média de medições coletadas em 3 posições distintas (definidas previamente), evitando assim que uma mudança no mensurando pudesse ser atribuída ao laboratório. Isto exigiria que todos os laboratórios participantes tivessem o reposicionamento do apalpador sobre a superfície da peça durante a realização de suas medições.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho teve como objetivo comparar três métodos estatísticos para determinar os valores de x_{pt} e σ_{pt} a serem aplicados no cálculo do Z-score. O método descrito no Guia da NATA (2004) é de simples aplicação e de fácil interpretação. Ele não é impactado pelos valores extremos, mas por outro lado não leva em consideração na determinação dos valores de referência todos os valores obtidos pelos diferentes laboratórios.

O método estatístico descrito na ISO 5725-2 (1994) exige a realização de testes para verificação da existência de dados discrepantes, seja para os desvios-padrão ou para as médias dos laboratórios participantes, tendo que recorrer a tabela de valores críticos. E exige que novos testes sejam realizados, quando um dado discrepante é excluído. A retirada de vários valores pode comprometer a determinação dos valores de referência.

O método iterativo apresentado através do Algoritmo A descrito ISO 13528 (2015) faz uso de todos os dados obtidos pelos laboratórios participantes, e busca a convergência para o valor de referência, e não opera com o descarte de valores. Apesar de ter-se identificado no estudo de caso um valor maior para σ_{pt} , ele não é significativamente diferente dos valores obtidos pelos demais métodos. Em uma análise descritiva, os valores de Z-score ficariam menores, o que pesaria a tomada de ações corretivas no caso de índices inaceitáveis.

Desta forma, o Algoritmo A apresenta-se viável em sua aplicação, e permite análises consistentes sobre os resultados dos participantes em ensaios de proficiência.

7. REFERÊNCIAS

- ABNT – NBR ISO 4287:2002, “Especificações geométricas do produto (GPS) – Rugosidade: Método do Perfil – Termos, definições e parâmetros da rugosidade”.
- ABNT – NBR ISO 4288:2008, “Especificações do Produto (GPS) – Rugosidade: Método do perfil – Regras e procedimentos para avaliação de rugosidade”.
- ABNT – NBR ISO/IEC 17025:2015, “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração”.
- Associação de Brasileira de Normas Técnicas, 2002, ABNT NBR ISO 4287, "Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Termos, definições e parâmetros da rugosidade", ABNT, Rio de Janeiro.
- Associação de Brasileira de Normas Técnicas, 2008, ABNT NBR ISO 4288, "Especificações geométricas de produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Regras e procedimentos para avaliação de rugosidade", ABNT, Rio de Janeiro.
- CHUI, Q. S. H., et al., 2009, “Parâmetros r e R obtidos de programa interlaboratorial – como usá-los”, Química Nova, Vol. 32, No. 8.
- Global PT Provider Ltd, 2016, Proficiency Testing Program for tensile properties of steel [PTM/MECH/10/14-15] - Final Report. Disponível em http://www.globalptprovider.com/download/19_PT%20REPORT_FINAL_TENSILE_2016.pdf, Acesso em 22 dez. 2016.
- GUIA RELACRE., 2000, “Validação de métodos internos de ensaio em análise química”, Vol. 13, 60 pg.
- Instituto Adolfo Lutz, 2015, Protocolo de Ensaio de Proficiência Centro de Contaminantes – NCI/01 - Chumbo – Sangue - Rodada 61, Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/insituto-adolfo-lutz/publicacoes/protocolo_da_61_rodadacopy.pdf, Acesso em 22 dez. 2016.
- ISO – 13528:2015, “Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons”.
- ISO – 5725-3:1994, “Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results”.
- Jenoptik, 2008, "Roughness measuring systems from Hommel-Etamic – Surface texture parameters in practice". Disponível em <[http://www.jenoptik.com/cms/jenoptik.nsf/res/Surface%20roughness%20parameters_EN.pdf/\\$file/Surface%20roughness%20parameters_EN.pdf](http://www.jenoptik.com/cms/jenoptik.nsf/res/Surface%20roughness%20parameters_EN.pdf/$file/Surface%20roughness%20parameters_EN.pdf)>. Acesso em 23 jan. 2017.
- NATA – “Guide to Nata Proficiency Testing”, 2004.
- OLIVEIRA, F. M., 2006, “Controle da Qualidade Analítica”. Disponível em: <http://labwin.com.br/artigos/curso_cqa_validacoes.pdf>. Acesso em: 12 fev. 2017.
- Paraná Metrologia, 2016, Ensaio de Proficiência em Calibração: Área de Volume e Massa Específica. Programa PEP 1305 – Rodada 008/2016, Disponível em: <http://paranametrologia.org.br/page/images/pep/2016/F_PEP_1303_008_2016_Instrucoes_aos_participantes.pdf>. Acesso em 22 dez. 2016.
- Proficiency Test Australia - PTA, 2017, Report No. 987 - Temperature Proficiency Testing Program Round Two. Disponível em <http://www.pta.asn.au/programs/reports>. Acesso em 13 fev.2017.
- Rede Metrológica, 2017. PEP em Análises Ambientais – Módulo: Análises Microbiológicas em Água MOD04 rev14, Disponível em http://www.redemetrologica.com.br/uploads/interlaboratories/59/1485858813_MOD%204%20rev14%20-%20PLANO%20DE%20A%C3%87%C3%83O%20MICRO%202017.pdf, Acesso em 13 fev. 2017.
- Setting, 2016, Protocolo do 3º Programa de Ensaios de Proficiência, Comparação Interlaboratorial Dimensional – PEP 003/2016, <http://www.setting.net.br/wp-content/uploads/2015/01/PROTOCOLO-PEP-Dimensional-003-2016-rev-02.pdf>. Acesso em 22 dez.2016.
- SILVA, M. R., 2008, “Programa de comparação interlaboratorial: uma ferramenta para a garantia de qualidade analítica entre os laboratórios”, Monografia. Universidade Católica do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre.

8. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

INTERLABORATORIAL COMPARISON OF RUGOSITY MEASUREMENT: CRITICAL ASPECTS IN DETERMINING THE DESIGNED VALUE AND STANDARD DEVIATION OF THE PROFICIENCY TEST

Mayara Moraes, Mayara.vmoraes@hotmail.com¹

Thuany Fátima Melo, thuany.melo@grad.ufsc.br¹

Sueli Fischer, Beckert,sueli.f@ufsc.br¹

¹Federal University of Santa Catarina, Av. João Colin 2700, Joinville/SC – Brasil. CEP: 89218-035.

Abstract: Proficiency test is a tool to aid in the performance evaluation of test and calibration laboratories through interlaboratory comparisons. The importance of conducting proficiency tests programs in the country is critical to increasing the credibility of measurement results and thus facilitating international trade and preventing technical barriers. The participation in proficiency testing programs has also been a requirement of accreditation for laboratories agencies to maintain their accreditation in national calibration or testing networks. Normally, for standardized calibration laboratories, the normalized error is used as a statistical method to evaluate the performance of a laboratory to perform a measurement service. In this case, the laboratory measurement results are compared with the references values (obtained) with significantly lower measurement uncertainties. However, when it comes to measurement of roughness, it is impracticable to use this method of evaluation by the difficulty of framing a particular laboratory as a reference, due to the variability in the measurement or the uncertainties arising from the measurement method. Thus, the z-score test is recommended, which measures the deviation of the result of each participating laboratory (X_i) from the designed value (μ), by comparison with the standard deviation of the proficiency test (σ). Considering that the designed value and the standard deviation of the proficiency test are obtained from the results of the participating laboratories, a disagreeable data treatment should be performed. This article compares different statistical methods for determining the designated value and the standard deviation of the proficiency test and makes a critical analysis of its applications in laboratory comparisons of measurement and roughness. A study for R_a and R_z parameters is conducted, which demonstrates the feasibility of using the robust method described in Annex C of ISO 13528:2015.

Keywords: roughness, interlaboratory comparison, z-score