



Instituto Português da **Q**ualidade

# Ensaio de Aptidão

## Emissões Gasosas 2024

Misturas Gasosas de  
 $\text{CO}_2 + \text{CO} + \text{NO}$  em  $\text{N}_2$

PET-000486-24

## Índice

<b>1. Introdução</b>	<b>3</b>
<b>2. Objetivos</b>	<b>3</b>
<b>3. Entidades Envolvidas e Funções</b>	<b>3</b>
<b>4. Procedimento</b>	<b>3</b>
4.1 Regras de Realização	3
4.2 Local	4
4.3 Preparação	4
4.4 Medições	4
<b>5. Resultados</b>	<b>4</b>
5.1 Exclusões	5
5.2 Correção dos Resultados	5
5.3 Conteúdo da Ficha de Envio dos Resultados	5
<b>6. Tratamento Estatístico</b>	<b>5</b>
6.1 Avaliação de Desempenho	6
6.2 Conteúdo do Relatório Final	6
6.3 Discussão dos Resultados	6
<b>7. Regras de Confidencialidade</b>	<b>6</b>
<b>8. Calendário</b>	<b>7</b>
<b>9. Custos</b>	<b>7</b>
9.1 Fontes de Custo	7
9.2 Custos de Participação	7
<b>10. Reclamações e Sugestões</b>	<b>8</b>
<b>11. Considerações Finais</b>	<b>8</b>
<b>12. Contactos</b>	<b>8</b>
<b>13. Referências</b>	<b>9</b>
<b>14. Registo de Alterações</b>	<b>9</b>
<b>FICHA DE INSCRIÇÃO</b>	<b>10</b>

## 1. Introdução

Este documento estabelece as linhas orientadoras da execução técnica e administrativa do Ensaio de Aptidão de **Emissões Gasosas – Misturas Gasosas de CO<sub>2</sub>+CO+NO em N<sub>2</sub> de 2024**.

## 2. Objetivos

Neste Ensaio de Aptidão, o Laboratório participante deverá fazer a análise de uma mistura gasosa de **CO<sub>2</sub>+CO+NO em N<sub>2</sub>** com frações molares desconhecidas, nos intervalos de medição de **5 ×10<sup>-2</sup> mol/mol a 15 ×10<sup>-2</sup> mol/mol para o CO<sub>2</sub>, 450 ×10<sup>-6</sup> mol/mol a 550 ×10<sup>-6</sup> mol/mol para o CO e 100 ×10<sup>-6</sup> mol/mol a 200 ×10<sup>-6</sup> mol/mol para o NO**.

O conhecimento exato das frações molares dos vários componentes da mistura é de elevada importância para podermos ter medições de confiança e rastreáveis. As frações molares envolvidas neste ensaio de aptidão foram escolhidas para estar dentro dos intervalos dos valores estabelecidos pela legislação.

As medições das frações molares destas misturas, de elevado nível de exatidão, são essenciais para suportar a monitorização com rastreabilidade a padrões nacionais e internacionais.

## 3. Entidades Envolvidas e Funções

- Entidades Promotoras: **RELACRE e IPQ**
- Coordenação do Ensaio de Aptidão:
  - ✓ Gestão e Organização: RELACRE
  - ✓ Responsabilidade Técnica: Dra. Florbela Dias – IPQ
  - ✓ Técnicos de laboratório IPQ: Eng.<sup>a</sup> Cristina Palma; Dr. ° Carlos Costa
- Tratamento Estatístico: Dra. Florbela Dias – IPQ
- Laboratórios participantes

## 4. Procedimento

### 4.1 Regras de Realização

Cada laboratório deverá:

- levar o seu equipamento em conformidade com o ensaio a realizar;
- fazer a amostragem no local do ensaio;
- realizar o ensaio com uma duração máxima de 2,5 horas;
- seguir a rotina normal do laboratório, no que respeita a operadores e equipamento utilizado.

## 4.2 Local

As misturas padrão que irão ser usadas foram preparadas e certificadas no Laboratório de Gases de Referência (LGR) do Instituto Português da Qualidade (IPQ).

O local de ensaio será na Caparica, IPQ-LGR. Terminado o prazo limite de inscrição, os Laboratórios serão informados do dia em que irão realizar o ensaio.

O LGR é responsável pelo estudo de estabilidade das misturas.

## 4.3 Preparação

A preparação das misturas será realizada pelo método gravimétrico (método primário), segundo procedimento IPQ baseado na norma ISO 6142-1. Cada mistura é certificada pela análise da fração molar de cada analito individualmente, usando padrões primários, segundo procedimento IPQ baseado na norma ISO 6143.

O método analítico utilizado para esta certificação será a Espectroscopia de Infravermelho Não Dispersivo (NDIR). Os resultados são expressos com a incerteza associada de acordo com o GUM.

A fração molar dos vários componentes da mistura de **CO<sub>2</sub>+CO+NO em N<sub>2</sub>** encontra-se nos seguintes intervalos de medição:

Dióxido de Carbono (5 a 15) × 10<sup>-2</sup> mol/mol

Monóxido de Carbono (450 a 550) × 10<sup>-6</sup> mol/mol

Monóxido de Nitrogénio (100 a 200) × 10<sup>-6</sup> mol/mol

## 4.4 Medições

Cada laboratório participante deverá:

- efetuar pelo menos três medições;
- especificar o método e o procedimento de análise em detalhe;
- dar informação detalhada sobre a calibração realizada;
- fornecer informação detalhada acerca do cálculo da incerteza, (caso tenha procedimento); incluindo as fontes de incerteza e número de graus de liberdade;
- estabelecer a cadeia de rastreabilidade usada na certificação.

## 5. Resultados

Cada Laboratório participante irá receber uma **Ficha de Registo** para preencher os resultados e devolver devidamente preenchido à RELACRE, por correio eletrónico para [ensaios.aptidao@relacre.pt](mailto:ensaios.aptidao@relacre.pt), juntamente com o Relatório de Ensaio de Medição do próprio Laboratório.

Os resultados devem ser enviados, no máximo, até **10 dias úteis** após a realização do ensaio.

### 5.1 Exclusões

Os prazos de envio de resultados devem ser respeitados. Contudo nos casos em que os resultados sejam enviados fora do prazo estipulado, sem aviso prévio à RELACRE, poderá não ser garantida a inclusão dos mesmos no relatório final.

### 5.2 Correção dos Resultados

Apenas serão aceites correções de resultados desde que feitas por escrito, e dentro do prazo para envio de resultados, constante no Ficheiro de Envio de Resultados.

### 5.3 Conteúdo da Ficha de Envio dos Resultados

O **Ficheiro de Envio de Resultados** tem o seguinte conteúdo:

- Identificação do laboratório;
- Identificação do responsável;
- N<sup>o</sup> certificado de acreditação (apenas para Laboratórios Acreditados);
- Identificação do equipamento utilizado;
- Resultados das medições e respetivas unidades;
- Data dos ensaios.

## 6. Tratamento Estatístico

**Composição de Referência ( $x_{Ref}$ )** – obtida a partir de um conjunto de medições efetuadas pelo LGR, usando a técnica de preparação gravimétrica (método primário) conforme procedimento IPQ, baseado na norma ISO 6142-1, com certificação da composição conforme procedimento IPQ, baseado na norma ISO 6143.

**Incerteza Combinada ( $u_{Ref}$ )** – a partir das incertezas associadas a cada fonte de incerteza o LGR calcula a incerteza combinada segundo o GUM.

**Incerteza Expandida ( $U_{Lab}$ )** – é a multiplicação do fator de expansão,  $k$ , pela incerteza combinada, segundo o GUM.

## 6.1 Avaliação de Desempenho

A avaliação de desempenho de cada laboratório vai ser feita pelo método do Erro Normalizado ( $E_n$ ) de acordo com a norma internacional ISO 13528:

$$E_n = \frac{(x_{Lab} - x_{Ref})}{\sqrt{U_{Lab}^2 + U_{Ref}^2}}$$

Sendo:  $E_n$  = Erro Normalizado;  $X_{Ref}$  = Composição de Referência;  $X_{Lab}$  = Composição do Laboratório;  $U_{Ref}$  = Incerteza expandida da composição de referência;  $U_{Lab}$  = Incerteza expandida da composição do laboratório.

Consideram-se:

Desempenho Satisfatório:  $|E_n| \leq 1,0$

Desempenho Insatisfatório:  $|E_n| > 1,0$

## 6.2 Conteúdo do Relatório Final

O Relatório final contempla:

- uma tabela com os resultados obtidos pelos laboratórios;
- representação gráfica dos valores dos laboratórios (codificados) e dos Valores de Referência;
- representação do Erro Normalizado de cada laboratório.

## 6.3 Discussão dos Resultados

Após a emissão do Relatório *Draft*, a RELACRE, convocará uma reunião para a discussão dos resultados e agendamento de novos ensaios e metodologias de suporte.

## 7. Regras de Confidencialidade

Para assegurar que os resultados de cada participante são apenas conhecidos pelo próprio, será atribuído, pela RELACRE, um código alfanumérico que acompanhará o Relatório Final.

A divulgação pública dos códigos apenas será permitida com o acordo escrito de todos os participantes e organizadores.

## 8. Calendário

Como orientação é apresentado o calendário, onde estão definidas as fases, responsabilidades e os períodos estabelecidos para cada uma das fases.

AÇÃO	Responsabilid.	maio		Junho				julho				agosto				setembro		
		3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>
PREPARAÇÃO E CERTIFICAÇÃO DAS MISTURAS GASOSAS	LGR / IPQ																	
REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS (*)	LABORATÓRIOS																	
ENVIO DE RESULTADOS	LABORATÓRIOS																	
RECERTIFICAÇÃO	LGR / IPQ																	
ANÁLISE ESTATÍSTICA	IPQ																	
ENVIO RELATÓRIO	RELACRE																	
DISCUSSÃO DE RESULTADOS	RELACRE, IPQ E LABORATÓRIOS																	

(\*) Após terminado o prazo limite de inscrição, os Laboratórios serão informados do dia em que vão realizar o ensaio.

## 9. Custos

### 9.1 Fontes de Custo

As fontes de custo são:

- Gestão administrativa do projeto;
- Gestão técnica e análise estatística dos resultados;
- Materiais de referência certificados e análise laboratorial.

### 9.2 Custos de Participação

A inscrição nestes Ensaios deve ser realizada através do preenchimento das respetivas **Ficha de Inscrição** em anexo.

Deverão ser seguidas/cumpridas as seguintes condições:

- As inscrições só são consideradas **válidas mediante o pagamento prévio à data-limite de inscrição**;
- Para beneficiar do preço de Associado a **quota deverá estar regularizada**;
- No caso de se verificar a existência de dívidas em atraso, a inscrição poderá ainda ficar condicionada até que se verifique o pagamento das mesmas;
- As inscrições e desistências devem ser efetuadas por escrito;
- Em caso de **desistência fora do prazo** ou não entrega dos resultados, haverá lugar a uma **retenção de 40 % do preço de inscrição** em compensação das despesas administrativas efetuada e prejuízos sofridos por cancelamento de última hora;
- Por motivos de logística interna agradecemos que os **prazos de inscrição** especificados sejam cumpridos, sob pena de **penalização de uma faturação adicional de 25,00 euros**, em compensação das despesas administrativas e prejuízos sofridos por inscrição fora do prazo;
- A RELACRE reserva-se o direito de cancelar ou adiar a realização do ensaio, caso o número de inscritos seja insuficiente.;
- **É obrigatório o envio em anexo da requisição ou nota de encomenda sempre que aplicável.**

## 10. Reclamações e Sugestões

É política da RELACRE promover a melhoria contínua do seu serviço, visando contribuir para a melhoria técnica dos participantes. Deste modo, qualquer comentário ou sugestão de melhoria são sempre bem-vindos.

Comprometemo-nos também a prestar a devida atenção a qualquer insatisfação ou reclamação que nos seja enviada, que será analisada atempadamente e enviada resposta no prazo de um mês após a sua receção.

## 11. Considerações Finais

Caso necessário, e por acordo entre as entidades envolvidas, este programa de execução será modificado e/ou mais específico nos ensaios posteriores.

## 12. Contactos

O Programa disponibiliza os seguintes elementos de contacto, para prestar informações e esclarecer quaisquer dúvidas:

[ensaios.aptidao@relacre.pt](mailto:ensaios.aptidao@relacre.pt)

### 13. Referências

-  ISO 6142-1 – “Gas Analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Gravimetric method”.
-  ISO 6143 – “Gas Analysis – Comparison methods for determination and checking the composition of calibration gas mixtures”.
-  GUM – “Guide to the expression of uncertainty in measurement”.
-  NP EN ISO/IEC 17025 - Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios
-  ISO/IEC 17043 – Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.
-  ISO 13528 – “Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons”.

**Nota: Considerar as versões em vigor.**

### 14. Registo de Alterações

Edição	Data	Revisão
1	2024-04-04	1.ª Edição do Programa de Execução do Ensaio de Aptidão de Emissões Gasosas 2024.

