UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL ESCOLA DE ENGENHARIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO

DANIEL HOMRICH DA JORNADA

IMPLANTAÇÃO DE UM GUIA ORIENTATIVO DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO PARA AVALIADORES DE LABORATÓRIO DA REDE METROLÓGICA RS

Daniel Homrich da Jornada

IMPLANTAÇÃO DE UM GUIA ORIENTATIVO DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO PARA AVALIADORES DE LABORATÓRIO DA REDE METROLÓGICA RS

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção da Universidade Federal do Rio Grande do Sul como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Produção, modalidade Acadêmica, na área de concentração em Sistemas da Qualidade

Orientadora: Prof^a. Carla Schwengber ten Caten, Dra.

Porto Alegre

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL ESCOLA DE ENGENHARIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO MESTRADO ACADÊMICO

Daniel Homrich da Jornada

IMPLANTAÇÃO DE UM GUIA ORIENTATIVO DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO PARA AVALIADORES DE LABORATÓRIO DA REDE METROLÓGICA RS

Orientadora: Prof^a. Dra. Carla Schwengber ten Caten Área de Concentração: Sistemas da Qualidade.

Banca Examinadora:

Prof^a. Maria Teresa Raya Rodriguez, Dra. ECOLOGIA/UFRGS

> Prof^a. Morgana Pizzolato, Dra. PPGEP/UFRGS

Eng. Gregory Kyriazis, Dr. DIMCI/INMETRO

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção como requisito parcial à obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO

Porto Alegre

2009

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Produção e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós Graduação em Engenharia de Produção da Universidade Federal do Rio Grande do Sul,

Prof^a. Carla Schwengber ten Caten, Dra.

PPGEP/UFRGS

Orientadora

Prof. Flávio Sanson Fogliatto, PhD.

Coordenador PPGEP/UFRGS

Professora Maria Teresa Raya Rodriguez, Dra.

ECOLOGIA/UFRGS

BANCA EXAMINADORA:

Professora Morgana Pizzolato, Dra.

PPGEP/UFRGS

Engenheiro Gregory Kyriazis, Dr. DIMCI/INMETRO



AGRADECIMENTOS

Dedico este trabalho a minha esposa, Carolina, e agradeço-a pelo apoio incondicional e compreensão total nesta Jornada. Agradeço também aos meus familiares, em especial aos meus pais, pelo incentivo, e aos meus irmãos, especialmente ao Felipe, pelas várias discussões sobre o tema incerteza de medição.

A todos aqueles que colaboraram para o êxito desta dissertação, sobretudo, ao grupo de especialistas de incerteza que participaram da revisão do Guia Prático de Incerteza do Avaliador: Filipe de Medeiros Albano, Gregory Kyriazis, Luiz Henrique Ferreira, Magali da Silva Rodrigues, Morgana Pizzolato, Noara Foiatto e Paulo Roberto Couto. Agradecimentos também a toda a equipe da Rede Metrológica RS, representada pelo engenheiro João Lerch.

A minha orientadora, pelos ensinamentos, orientações e conhecimentos compartilhados que contribuíram para a execução deste trabalho.

Por fim, agradeço a Universidade Federal do Rio Grande do Sul, pela oportunidade de passar por um ensino de qualidade.

RESUMO

Esta dissertação aborda a implantação de um guia orientativo de incerteza de medição aplicável aos avaliadores de laboratório da Rede Metrológica RS. A incerteza de medição é um importante tema para organismos de avaliação de laboratórios, como é o caso da Rede Metrológica RS, pois consiste em um dos requisitos básicos para o reconhecimento de competência de laboratórios. Dessa forma, é fundamental garantir que todos os avaliadores possuam um nível de conhecimento adequado sobre incerteza de medição. Assim, o objetivo principal deste trabalho consiste em implantar o referido guia orientativo de incerteza, propiciando melhorias no processo de avaliação da Rede Metrológica RS. Adicionalmente, foi elaborado um fluxograma explicativo dos passos para a expressão da incerteza de medição, assim como listadas componentes de incerteza típicas para áreas de ensaio e calibração e elaborada uma check-list para auxílio aos avaliadores quando da avaliação da incerteza. A implantação do guia orientativo de incerteza dos avaliadores foi realizada segundo as etapas do ciclo de melhoria PDCA. Na etapa *plan* foram coletados dados que corroboraram para uma necessidade de maior qualificação do grupo de avaliadores com relação à incerteza, sendo a área de ensaios a mais carente. Na etapa do, a minuta do documento foi elaborada de acordo com tópicos previamente definidos com um grupo de especialistas, que envolveu avaliadores experientes e membros da Rede Metrológica RS, assim como especialistas em incerteza do Inmetro. Na etapa check, a minuta do documento passou pela análise crítica do grupo de especialistas consultados e na etapa act foram realizados os ajustes finais e aprovado o documento. Como resultado, foi evidenciada a melhoria do nível de conhecimento dos avaliadores com relação ao tema. Tal fato pôde ser comprovado através da aplicação de provas antes e após o treinamento no novo documento elaborado, mostrando melhoria dos conhecimentos dos avaliadores com relação à incerteza.

Palavras – chave: Metrologia. Incerteza de Medição. Guia Orientativo.

ABSTRACT

This work is concerned with the implantation of a measurement uncertainty guideline applicable to Rede Metrológica RS' assessors. Measurement uncertainty is a quite relevant subject for all laboratory assessment bodies, such as Rede Metrológica RS, because it consists in an elementary requirement for laboratory competence recognition. Thus, it is essential to assure that all assessors have an adequate level of knowledge about measurement uncertainty. Therefore, the main objective of this work consists in the implantation of the referred guideline, yielding improvements on Rede Metrológica RS' assessment process. Additionally, a flow-chart was elaborated to help assessors better understand the procedure to the expression of uncertainty in measurement. A list of common uncertainty sources in calibration and testing fields was prepared, as well as a check-list to help assessors carry out measurement uncertainty assessment. The guideline implementation was carried out following the steps of PDCA improvement cycle. During the step 'plan', some data were collected that corroborated the identified need for better qualification of assessors with respect to measurement uncertainty theory and application. The most deficient field identified was testing assessors. On 'do' step, a guideline draft was prepared in accordance with the topics previously agreed with a group of experts, formed by experienced assessors and Rede Metrológica RS' collaborators, as well as, invited uncertainty experts from Inmetro. On the step 'check', the guideline draft was analyzed by the same group of experts and during the step act, the final adjustments were made and the guideline was formally approved. As a result, an improvement on the assessors' level of knowledge concerning measurement uncertainty was achieved. This was possible to verify by applying assessors' written exams about measurement uncertainty, before and after the training on the new guideline. The exams showed the improvement of the assessors.

Key - words: Metrology. Measurement Uncertainty. Guidelines.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Distribuições de probabilidade e seus divisores apropriados para o tipo de componente de incerteza	30
Figura 2	Planilha de incerteza	39
Figura 3	Etapas de implantação do guia orientativo de incerteza	44
Figura 4	Áreas de atuação dos avaliadores de laboratórios	46
Figura 5	Percentual de avaliadores por área de atuação na pesquisa realizada	51
Figura 6	Percentual de avaliadores na pesquisa classificados com bom conhecimento de incerteza ou com domínio do procedimento de cálculo estratificado de acordo com a área de atuação	53
Figura 7	Percentual de dúvidas apontadas pelos avaliadores de acordo com a sua área de atuação	56
Figura 8	Grupo de especialistas entrevistados	62
Figura 9	Representantes de laboratórios consultados	64
Figura 10	Comparativo entre os documentos de referência de incerteza de medição	71
Figura 11	Fluxograma dos passos para a expressão da incerteza de medição	75
Figura 12	Componentes de incerteza específicas em áreas de calibração	78
Figura 13	Componentes de incerteza específicas em áreas de ensaio	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Incerteza relativa de s em função do número de medições repetidas	31
Tabela 2	Fator de abrangência em função do grau de liberdade efetivo	35
Tabela 3	Respostas dos avaliadores técnicos para o número de avaliações realizadas	52
Tabela 4	Respostas dos avaliadores técnicos para tempo de experiência em avaliações	52
Tabela 5	Respostas dos avaliadores técnicos para o conhecimento sobre o procedimento do GUM	54
Tabela 6	Valores dos resíduos padronizados para a Tabela de Contingência	55
Tabela 7	Dúvidas dos avaliadores sobre incerteza de medição, conforme pesquisa realizada	55
Tabela 8	Grau de conhecimento geral dos avaliadores sobre o tema incerteza de medição nas suas áreas de atuação como avaliador	57
Tabela 9	Sugestões dos avaliadores para melhoria do processo de avaliação da incerteza de medição	58
Tabela 10	Teste t para médias de não-conformidades detectadas em incerteza por avaliação em laboratórios de ensaio e calibração, presumindo variâncias	
Tabela 11	diferentes Teste t para médias de não-conformidades totais por avaliação em	59
Tabela 12	laboratórios de ensaio e calibração, presumindo variâncias diferentes Sugestões de tópicos para o guia orientativo de incerteza dos avaliadores	60 72
Tabela 13	Índice de ocorrência relativa de sugestões no RM 68	83
Tabela 14	Notas antes e após o treinamento dos avaliadores, estratificadas por área	
Tabela 15	de atuação Teste-t para nota média antes e após o treinamento	84 85
Tabela 16	Comentários dos avaliadores sobre o RM 68 e o FR 53	86

LISTA DE SÍMBOLOS

X_i	Grandeza de entrada i
x_i	Estimativa da grandeza de entrada i
Y	Mensurando
y	Estimativa do mensurando
f	Relação funcional entre as grandezas de entrada e o mensurando
$u_c(y)$	Incerteza padrão combinada
U	Incerteza expandida
S	Desvio padrão amostral
σ	Desvio padrão da população
$S_{\overline{x}}$	Desvio padrão amostral da média
c_i	Coeficiente de sensibilidade
$u(x_i)$	Incerteza padrão
$u_i(y)$	Contribuição de incerteza
u(s)	Incerteza relativa do desvio padrão amostral
$ u_{\!e\!f\!f}$	Grau de liberdade efetivo
V_i	Grau de liberdade associado a uma componente de incerteza
n	Número total de medições repetidas de um mesmo mensurando
N	Número total de grandezas de entrada do modelo matemático da medição

LISTA DE ABREVIATURAS

A2LA American Association for Laboratory Accreditation

ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas

BIPM Bureau International des Poids et Mesures

CBM Comitê Brasileiro de Metrologia

CIPM Comitê Internacional de Pesos e Medidas

CITAC Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry

EA European Accreditation

GUM Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

IEC International Electro-Technical Committee

INMETRO Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial

IPAC Instituto Português de Acreditação

ISO International Organization for Standardization

JCGM Joint Committee for Guides in Metrology

NPL National Physical Laboratory

RMRS Rede Metrológica RS

TAG Technical Advisory Group on Metrology

UKAS United Kingdom Accreditation Service

VIM Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais da Metrologia

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS	15
1.2	TEMA E OBJETIVOS	17
1.3	JUSTIFICATIVA	18
1.4	MÉTODO	20
1.4.1	Classificação da Pesquisa	20
1.4.2	Método de Trabalho	21
1.5	DELIMITAÇÕES DO TRABALHO	21
1.6	ESTRUTURA DO TRABALHO	22
2	REVISÃO TEÓRICA	23
2.1	MÉTODO DO GUM	23
2.1.1	Contextualização	23
2.1.2	Definição de incerteza de medição	24
2.1.3	Importância da incerteza de medição	25
2.1.4	Detalhamento do método do GUM	26
2.1.5	Arredondamentos	38
2.1.6	Uso de Planilhas de Incerteza	39
2.1.7	Resumo do método do GUM	39
2.1.8	Premissas para a aplicação do método do GUM	40
2.1.9	Análise crítica dos pontos positivos do GUM	41
2.1.10	Análise crítica dos pontos negativos do GUM	41
2.2	MÉTODOS ALTERNATIVOS AO GUM	42
	~	
3	ETAPAS DE IMPLANTAÇÃO DO GUIA ORIENTATIVO	
3.1	ETAPA PLAN	
3.1.1	Pesquisa com os avaliadores	
3.1.2	Levantamento de dados históricos	
3.1.3	Entrevistas com especialistas	46

3.1.4	Pesquisa de documentos de referência	47
3.1.5	Consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza	47
3.2	ETAPA DO	48
3.3	ETAPA CHECK	48
3.4	ETAPA ACT	49
4	RESULTADOS DA IMPLANTAÇÃO DO GUIA ORIENTATIVO	50
4.1	RESULTADOS DA ETAPA <i>PLAN</i>	50
4.1.1	Pesquisa com os avaliadores	50
4.1.2	Levantamento de dados históricos	58
4.1.3	Entrevista com especialistas	61
4.1.4	Análise crítica de documentos derivados do GUM	65
4.1.5	Consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza	72
4.2	RESULTADOS DA ETAPA DO	73
4.2.1	Descrição geral do guia orientativo de incerteza elaborado	73
4.2.2	Tópico 'o que é incerteza'	74
4.2.3	Tópico 'breve revisão sobre o método de expressão da incerteza de medição'	74
4.2.4	Tópico 'modelos matemáticos da medição'	76
4.2.5	Tópico 'considerações sobre componentes de incerteza'	77
4.2.6	Tópico 'validação de planilhas de incerteza de medição'	80
4.2.7	Tópico 'monitoramento e análise crítica da incerteza de medição'	80
4.2.8	Tópico 'o que o avaliador deve avaliar em termos de incerteza'	81
4.2.9	Descrição da check-list FR 53	82
4.3	RESULTADOS DA ETAPA CHECK	82
4.4	RESULTADOS DA ETAPA ACT	83
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	88
5.1	CONCLUSÕES	88
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	90
	REFERÊNCIAS	92
	APÊNDICES	100

1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo, serão apresentadas as considerações iniciais, o tema e objetivos do trabalho, as justificativas para sua realização, o método de pesquisa adotado, as delimitações do trabalho e a estrutura utilizada.

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A medição consiste em um conjunto de operações que tem por objetivo determinar o valor de uma grandeza específica, chamada de mensurando, a qual é um atributo de um fenômeno, corpo ou substância que pode ser quantitativamente determinado (INMETRO, 2007a). Theisen (1997) ressalta que a medição se caracteriza como um procedimento experimental pelo qual o valor de uma grandeza é determinado como um múltiplo e/ou fração de uma unidade de medida, estabelecida por um padrão.

A metrologia, por sua vez, é a ciência que tem por finalidade prover confiabilidade, credibilidade, universalidade e qualidade às medições (INMETRO, 2007a; CBM, 2008). A metrologia aborda todos os aspectos teóricos e práticos relativos às medições, independentemente do campo da ciência ou tecnologia (INMETRO, 2007a).

No contexto industrial, a busca por competitividade exige cada vez melhores padrões de qualidade. A realização de medições é fundamental para monitoramento da qualidade e tais medições, para que sejam confiáveis, devem ser realizadas de acordo com procedimentos documentados, métodos apropriados e padrões calibrados (THEISEN, 1997).

Percebe-se que a metrologia, no atual cenário de competitividade, vem ganhando cada vez maior importância. Estima-se que cerca de 4 a 6% do PIB nacional dos países industrializados sejam dedicados aos processos de medição (BIPM, 1998 *apud* CBM, 2008). A importância da metrologia vem crescendo devido à busca por constante inovação e à grande necessidade de harmonização nas relações de troca, atualmente muito mais intensas, complexas, e envolvendo um grande número de grandezas a serem medidas. Especificamente no Brasil, a entrada em operação das Agências Reguladoras intensificou sobremaneira a demanda por metrologia em áreas que antes não necessitavam de um grande rigor, confiabilidade e imparcialidade nas medições, como alta tensão, grandes vazões e grandes volumes de fluidos (CBM, 2008).

Outro fator importante à medição é a credibilidade do resultado. Neste sentido, destaca-se a importância de um sistema formal de acreditação de laboratórios por organismos independentes (THEISEN, 1997). A acreditação na área da metrologia é o reconhecimento, por um organismo de avaliação independente, da competência técnica de um laboratório de calibração ou ensaio em prover resultados de medições específicos válidos (INMETRO, 2007b). Genericamente, pode-se dizer que a acreditação é um instrumento que visa a fornecer credibilidade, perante os clientes de laboratórios e demais partes interessadas, referentemente a resultados de ensaios ou calibrações.

Existe atualmente uma série de ferramentas visando a prover confiabilidade às medições. Destaca-se, nesse sentido, a norma ISO/IEC 17025, a qual estabelece requisitos gerais para a competência técnica de laboratórios de calibração e de ensaio e é utilizada como base nos processos de avaliação de laboratórios (ABNT, 2005). Como fatores que influenciam na confiabilidade das medições, podem-se citar a qualificação do pessoal, as acomodações e condições ambientais, métodos de medição validados, equipamentos e padrões calibrados, técnicas adequadas de amostragem e manuseio correto dos itens de ensaio e calibração. As ferramentas para assegurar a confiabilidade das medições incluem o uso de técnicas estatísticas, dentre elas, o controle interno da qualidade (ABNT, 2005).

Um parâmetro fundamental para a confiabilidade da medição é a sua exatidão, que é definida como o grau de concordância entre o resultado de uma medição e o valor verdadeiro do mensurando (INMETRO, 2007a). Cabe ressaltar que o resultado de uma medição é apenas uma aproximação, ou estimativa, do valor do mensurando, pois a medição estará sempre sujeita a efeitos aleatórios e sistemáticos que impossibilitarão o conhecimento do valor exato do mensurando (INMETRO, 2007a). Nesse sentido, a declaração de um resultado de uma calibração ou de um ensaio sem uma indicação de quão inexata pode estar essa estimativa torna o resultado incompleto (EA, 1999; ABNT/INMETRO, 2003; EURACHEM, 2000). Assim, pode-se dizer que, ao declarar o resultado de uma medição, o grau de dúvida associado a tal medição necessita ser explicitado pelo laboratório, de forma a possibilitar uma adequada interpretação do resultado da medição.

Nesse sentido, faz-se necessário introduzir o conceito de incerteza de medição, que consiste em um parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando (ABNT/INMETRO, 2003). A incerteza de medição pode ser entendida como um grau de dúvida remanescente associada ao resultado de uma medição.

A expressão da incerteza de medição é um dos requisitos necessários estabelecidos pela norma ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005). Nesse contexto, a correta expressão da incerteza de medição por parte dos laboratórios de ensaio e de calibração pode ser considerada como um fator fundamental, pois impacta diretamente na interpretação do resultado da medição. Por outro lado, o conhecimento aprofundado do avaliador de laboratórios com relação ao tema também consiste em um aspecto necessário para a adequada avaliação da incerteza, em atendimento aos requisitos da ISO/IEC 17025.

1.2 TEMA E OBJETIVOS

O presente trabalho aborda a questão da expressão da incerteza de medição em ensaios e calibrações. Esse é um tema importante devido ao seu impacto tanto para os laboratórios de metrologia, quanto para seus clientes e demais partes interessadas. No caso dos laboratórios, a importância reside na questão de determinar o grau de dúvida associado às medições e, ao mesmo tempo, cumprir com requisitos de normas de qualidade, como a ISO/IEC 17025, para reconhecimento de competência técnica. Para os clientes dos laboratórios, a importância do tema está na utilização da incerteza de medição como uma informação fundamental para a adequada tomada de decisões.

Por outro lado, destaca-se, também, a importância do tema para os organismos de avaliação de laboratórios, como é o caso da Rede Metrológica RS, que têm como um dos requisitos básicos para o reconhecimento de competência de laboratórios a avaliação da incerteza de medição. Garantir que todos os avaliadores de laboratórios possuam um nível de conhecimento adequado sobre incerteza de medição é uma tarefa não trivial devido à complexidade do tema e à grande variedade de áreas da metrologia. A falta de conhecimento, por parte do avaliador, sobre o tema pode comprometer um processo de avaliação de laboratório.

Assim sendo, o objetivo principal deste trabalho é o de implantar um guia orientativo de incerteza para avaliadores de laboratórios, enfocando o caso da Rede Metrológica RS, propiciando, desta forma, melhorias no processo de avaliação de laboratórios com relação à incerteza de medição.

Para atingir ao objetivo principal deste trabalho, foram definidos os seguintes objetivos secundários:

- a) identificar as deficiências dos avaliadores de laboratório da Rede Metrológica RS em relação à incerteza de medição;
- b) elaborar ferramentas para auxiliar os avaliadores na condução da avaliação da incerteza de medição em laboratórios reconhecidos ou postulantes ao reconhecimento pela Rede Metrológica RS;
- c) elevar o nível de conhecimento dos avaliadores da Rede Metrológica RS com relação ao tema.

1.3 JUSTIFICATIVA

A incerteza pode ser entendida como uma medida da qualidade da medição (HOWARTH; REDGRAVE, 2004 *apud* PIZZOLATO, 2006). Nesse sentido, é possível dizer que quanto menor a incerteza, melhor a qualidade da medição realizada. A incerteza surge como um diferencial competitivo para os laboratórios de ensaio e calibração, pois o cliente tende a buscar aquele laboratório que tenha melhor qualidade na sua medida e, portanto, a menor incerteza.

Ressalta-se que a incerteza de medição é fundamental em diversas situações, tais como (EA, 2003; SOMMER; KOCHSIEK, 2002; ISO, 1998):

- a) na calibração de equipamentos, instrumentos e padrões, para verificar se os mesmos encontram-se dentro das tolerâncias definidas;
- b) na área legal, para verificar conformidade de resultados de medições com limites de tolerâncias legais;
- c) no controle de riscos associados à tomada de decisão de aprovar ou rejeitar uma amostra ou produto ensaiado, frente a limites estabelecidos;
 - d) como ferramenta auxiliar para monitorar a validade de resultados de medições.

A incerteza de medição é um parâmetro que impacta diretamente em custos para o cliente da medição e demais partes interessadas. Por exemplo, os custos com calibração de equipamentos de medição em uma indústria podem ser reduzidos, através do estabelecimento de intervalos de calibração maiores, quando for possível evidenciar que a grandeza em questão não contribui significativamente para a medição na qual ele é utilizado (EA, 2003; ISO, 1998).

Diversos documentos descrevem como a incerteza pode afetar a tomada de decisões na aprovação ou rejeição de amostras ou produtos ensaiados. Segundo EURACHEM/CITAC (2007a) e EA (1998) a incerteza é particularmente útil para quantificar a probabilidade de erro de decisão. Se a incerteza não for considerada nos critérios de decisão, um fator importante a destacar é que, quanto maior a incerteza, maior a probabilidade de que seja cometido um erro de decisão, isto é, aprovar a amostra quando na verdade deveria reprová-la, ou vice-versa.

Dessa forma, se a incerteza não for quantificada de uma maneira adequada, a interpretação do resultado também será prejudicada. Tal fato pode implicar em custos com desperdícios e retrabalhos desnecessários para o cliente da medição e demais partes interessadas. Por essa razão, faz-se necessário dar a devida atenção ao tema.

Adicionalmente, EA (2003) ressalta que a incerteza de medição é uma ferramenta de valiosa utilidade para os laboratórios, no sentido de possibilitar a identificação dos fatores que mais influenciam no resultado da medição para que, dessa forma, sejam implementados controles adequados para a garantia da qualidade e melhoria contínua do sistema de medição.

Diversos trabalhos na literatura apontam a incerteza de medição como uma das maiores dificuldades nos casos de implantação da norma ISO/IEC 17025 (CARVALHO; NEVES, 2003; JORNADA *et al.*, 2008; STEMPNIAK; LANDGRAF, 2006; PAIVA; SAIKI, 2003). Ainda que seja um tema não trivial para a maioria dos laboratórios, a incerteza de medição é um dos requisitos necessariamente avaliados pelos organismos de avaliação de laboratórios pela ISO/IEC 17025.

Um levantamento realizado pelo A2LA, organismo de avaliação de laboratórios dos Estados Unidos, apontou a incerteza de medição como um dos itens de maior incidência de não-conformidades nas avaliações realizadas, perdendo apenas para os problemas relacionados à rastreabilidade das medições (A2LA, 2002). Nesse estudo, constatou-se que foram registradas não-conformidades com relação à incerteza de medição em mais de 30 % das avaliações realizadas pelo organismo (A2LA, 2002). Isso demonstra, por um lado, a necessidade de um maior aprimoramento por parte dos laboratórios, mas por outro, ressalta também a importância do avaliador conhecer a fundo o tema, de forma que possa verificar eficazmente a incerteza de medição apresentada pelo laboratório avaliado.

No caso da Rede Metrológica RS, o número de avaliações de laboratórios realizadas vem crescendo consideravelmente. Nos últimos três anos, foi registrado um aumento de 168% em tal número. No mesmo período, houve um aumento de 23 % no número de avaliadores

qualificados pelo organismo, totalizando atualmente 35 avaliadores aptos a realizar avaliações, os quais são prestadores de serviços remunerados por avaliação realizada.

Com o aumento do número de avaliações de laboratório e com o ingresso de novos avaliadores, justifica-se uma maior atenção com relação ao aprimoramento dos conhecimentos técnicos dos avaliadores, sobretudo com relação à incerteza de medição, devido à complexidade envolvida com o tema. Especialmente devido ao crescente número de avaliadores, justifica-se, também, uma ação no sentido de buscar a maior padronização das avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS, independente do avaliador que esteja atuando. O objetivo principal dessa dissertação, qual seja, o de implantar um guia orientativo de incerteza de medição para avaliadores da Rede Metrológica RS, vem ao encontro de tais necessidades, proporcionando melhorias no processo de avaliação de laboratórios. Tais melhorias visam a um maior aprimoramento dos conhecimentos técnicos dos avaliadores e a uma maior padronização das avaliações, através do estabelecimento de instruções específicas sobre a avaliação da incerteza de medição.

1.4 MÉTODO

O método de pesquisa utilizado no presente trabalho é explicado a seguir, sendo detalhado com relação a sua classificação de pesquisa e método de trabalho.

1.4.1 Classificação da Pesquisa

Segundo classificação de Boaventura (2004) *apud* Pizzolato (2006) a presente pesquisa pode ser considerada como aplicada, sendo orientada à geração de conhecimentos dirigidos à solução de problemas específicos na área de incerteza de medição.

Com relação a sua abordagem, a pesquisa é fundamentalmente quantitativa, pois envolve estudos estatísticos de dados coletados, porém é complementada por uma análise qualitativa na coleta de opiniões de diferentes especialistas no tema. Segundo Gressler (2003) *apud* Pizzolato (2006), a abordagem qualitativa, usada complementarmente nesse trabalho, objetiva a levar em consideração todos os elementos de um problema estudado, numa visão sistêmica.

Quanto aos procedimentos metodológicos utilizados, este trabalho utiliza elementos da pesquisa-ação, pois a atuação foi explicitada na situação de investigação e pesquisa definida.

1.4.2 Método de Trabalho

O método trabalho utilizado foi estruturado de acordo com quatro etapas distintas. As etapas foram classificadas com base no ciclo de melhoria PDCA e são:

- 1) Planejamento: (etapa *plan*) identificação das necessidades de aprimoramento dos avaliadores da Rede Metrológica RS com relação à incerteza de medição, pesquisa junto ao referencial teórico e definição da abrangência do guia orientativo de incerteza.
- 2) Execução: (etapa *do*) elaboração de uma versão, sob forma de minuta, do guia orientativo de incerteza de acordo com o planejado.
- 3) Verificação: (etapa *check*) análise, por um grupo de especialistas no tema, da minuta do guia orientativo de incerteza elaborada, identificando possíveis oportunidades de melhoria e correções.
- 4) Ação: (etapa *act*) realização dos ajustes finais no guia orientativo de incerteza, aprovação oficial do documento, treinamento dos avaliadores da Rede Metrológica RS no documento e validação parcial da implantação do guia orientativo de incerteza, através de aplicação de provas com os avaliadores.

1.5 DELIMITAÇÕES DO TRABALHO

O presente trabalho não objetiva a desenvolver um novo método ou a questionar a validade dos métodos existentes e reconhecidos para a expressão da incerteza de medição.

O guia orientativo de incerteza para os avaliadores será elaborado com base no método definido pelo Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM), por se tratar da referência internacional na área. Sendo assim, o foco da revisão teórica dessa dissertação está no método do GUM. Outros métodos alternativos ao GUM serão citados no referencial teórico deste trabalho, porém não serão objeto de estudo aprofundado.

Como o objetivo principal é implantar um guia orientativo de incerteza para avaliadores da Rede Metrológica RS visando a propiciar melhorias no processo de avaliação, a validação parcial deste trabalho se restringirá aos próprios avaliadores dessa organização, não sendo alvo o estudo com avaliadores de outras instituições ou mesmo com os laboratórios avaliados pela Rede Metrológica RS.

1.6 ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente trabalho está dividido em cinco capítulos. O primeiro capítulo traz uma descrição introdutória do tema analisado, assim como os objetivos da pesquisa, as justificativas, uma explanação sobre a metodologia utilizada, as delimitações e a estrutura do trabalho.

O capítulo 2 traz o referencial teórico sobre incerteza de medição, tendo como base fundamental o GUM. Serão apresentados todos os passos para a expressão da incerteza de medição, desde a definição do modelo matemático da medição até a quantificação da incerteza, as regras de arredondamentos e a apresentação de resultados.

O capítulo 3 descreve as etapas propostas pelo autor, no presente trabalho, para a implantação do guia orientativo de incerteza para os avaliadores da Rede Metrológica RS. As etapas propostas foram enquadradas de acordo com o ciclo PDCA de melhoria contínua.

No capítulo 4, é descrita a implementação das etapas propostas no capítulo anterior, visando à implantação do guia orientativo de incerteza para os avaliadores.

Por último, o capítulo 5 traz as conclusões e considerações finais referentes ao presente trabalho, bem com sugestões para trabalhos futuros.

2 REVISÃO TEÓRICA

Na revisão teórica é apresentada uma síntese do método do GUM e publicações a respeito do mesmo. O GUM é o enfoque da presente revisão por se tratar da referência internacional na área de incerteza. Ao final deste capítulo, é feita uma análise crítica, elencando pontos positivos e negativos do referido método.

Os métodos alternativos ao GUM, como a Simulação de Monte Carlo proposta em JCGM (2008) e métodos analíticos, são apenas brevemente referenciados, porém não são estudados em detalhe, pois não se tratam do objeto da presente pesquisa.

2.1 MÉTODO DO GUM

A seguir, será apresentada uma breve contextualização do método do GUM, a definição de incerteza de medição e a sua importância, o detalhamento do GUM, os critérios de arredondamento e o uso de planilhas eletrônicas, assim como um resumo do método, as premissas para sua aplicação e seus pontos positivos e negativos.

2.1.1 Contextualização

Em 1977, reconhecendo a falta de consenso internacional sobre a expressão da incerteza de medição, o Comitê Internacional de Peso e Medidas (CIPM), solicitou ao Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM) que tratasse o problema em conjunto com os laboratórios nacionais de metrologia e que uma recomendação sobre o tema fosse preparada (ABNT/INMETRO, 2003).

O grupo de trabalho responsável por esta tarefa desenvolveu a Recomendação INC-1 em 1980 para a Expressão de Incertezas Experimentais, que foi aprovada pelo CIPM em 1981 e ratificada em 1986. A partir dessa recomendação, em 1993 o ISO TAG 4 (ISO *Technical Advisory Group on Metrology*) elaborou o GUM, exibindo articulação multi-institucional e estabelecendo as bases para um consenso internacional em torno dos critérios estabelecidos para a expressão da incerteza de medição. O método utilizado pelo GUM estabelece regras gerais para avaliar e expressar a incerteza de medição, podendo ser aplicado desde o chão da fábrica até pesquisa fundamental (ABNT/INMETRO, 2003).

O GUM foi elaborado no sentido de harmonizar as metodologias utilizadas pelos laboratórios de metrologia para a estimativa da incerteza nas medições, bem como servir como um guia de fácil entendimento e implementação nas diferentes áreas da metrologia. Seu princípio consiste em demonstrar que a incerteza global do ensaio ou calibração incorpora diversas componentes de incerteza, que surgem de efeitos sistemáticos e aleatórios, propiciando, assim, a comparabilidade dos resultados de medições executadas por laboratórios distintos (ABNT/INMETRO, 2003).

A quantificação das incertezas de medições é uma exigência tanto para laboratórios que executam calibrações quanto para aqueles que realizam ensaios. A norma ISO/IEC 17025 estabelece a necessidade de que os laboratórios que buscam a acreditação segundo essa norma estabeleçam e implementem um procedimento para incerteza de medição (ABNT, 2005).

Com base nas exigências da norma ISO/IEC 17025, o Inmetro e a Rede Metrológica RS, assim como outros organismos de avaliação de laboratórios, estabeleceram suas políticas quanto à necessidade de expressão da incerteza de medição em ensaio e em calibração.

2.1.2 Definição de incerteza de medição

Incerteza de medição é formalmente definida pela GUM como um parâmetro, associado ao resultado da medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando (ABNT/INMETRO, 2003).

A definição formal do GUM traz vários pontos a destacar. Primeiramente, vale ressaltar que a incerteza está relacionada a um valor de medição, que é o resultado da medição propriamente dita, e não ao valor verdadeiro do mensurando. Tal abordagem é bastante operacional, na medida em que enfoca algo conhecido, que é o resultado da medição, em contraste com outras definições de incerteza que enfocam o erro da medição e o valor verdadeiro de um mensurando, que seriam medidas desconhecidas, portanto, seriam conceitos apenas ideais (ABNT/INMETRO, 2003). Ressalta-se, ainda, que o resultado da medição é apenas a melhor estimativa de tal valor verdadeiro e, na ausência de efeitos sistemáticos, geralmente é obtido pela média aritmética de *n* medições repetidas do mesmo mensurando.

O segundo ponto a destacar referentemente à definição do GUM é que a incerteza caracteriza uma faixa de dispersão ou intervalo, e não um valor pontual. Nesse sentido, a incerteza não deve ser confundida com erro, pois esse último consiste em um valor pontual e não uma faixa, como é a incerteza. Se fosse possível conhecer o valor exato do erro, ele

poderia ser eliminado através da aplicação de um fator de correção ao resultado da medição. Já a incerteza é a dúvida remanescente associada ao resultado da medição, não sendo possível a aplicação de qualquer fator de correção para a sua eliminação. No que se refere ao fator de correção para o erro da medição, como esse na prática nunca é conhecido de forma exata, sempre haverá uma incerteza remanescente associada à aplicação de tal fator de correção (ABNT/INMETRO, 2003). O conceito de erro e de incerteza antes da publicação do GUM eram confundidos e os dois eram usados frequentemente como sinônimos (KACKER *et al.*, 2007). O GUM deixa claro que o erro, na prática, é uma grandeza desconhecida sobre o estado da natureza do mensurando e a incerteza de medição é um parâmetro que quantifica o estado do conhecimento da natureza do mensurando, segundo aponta Kacker *et al.* (2007).

Por fim, cabe ressaltar que a incerteza corresponde a uma faixa de valores que podem ser atribuídos fundamentadamente ao mensurando, isto é, de uma forma fundamentada e realista, não devendo ser entendida como uma faixa de segurança (ABNT/INMETRO, 2003). Ou seja, a incerteza não deve, por um lado, ser subestimada e, por outro, tampouco deve ser superestimada.

2.1.3 Importância da incerteza de medição

Como um resultado de medição nada mais é do que meramente uma estimativa do valor verdadeiro do mensurando, a incerteza torna-se necessária para expressar o grau de dúvida associado ao resultado da medição (ABNT/INMETRO, 2003). A incerteza é fundamental em diversas situações, tais como para a interpretação do resultado da medição e para a verificação de conformidade, tanto na área de ensaio quanto na área de calibração (EA, 2003; NPL, 2001; SOMMER; KOCHSIEK, 2002; ISO, 1998, JORNADA, 2007).

Adicionalmente, a incerteza de medição pode ser um diferencial competitivo, pois o cliente tende a buscar aquele laboratório que tenha melhor qualidade na sua medida e, portanto, a menor incerteza.

A incerteza possibilita a comparabilidade das medições e é particularmente útil ao cliente na tomada de decisões. Quando há um limite de tolerância máximo ou mínimo para o mensurando, seja ele estabelecido por uma legislação ou de alguma outra forma, a incerteza torna-se imprescindível para avaliar a probabilidade de erro, ou acerto, na tomada de decisão.

A incerteza de medição também é uma ferramenta de valiosa utilidade para o laboratório, no sentido de possibilitar a identificação dos fatores que mais influenciam no

resultado do ensaio/calibração e, dessa forma, implementar controles adequados para a garantia da qualidade e melhoria contínua.

2.1.4 Detalhamento do método do GUM

A incerteza de medição compreende, em geral, muitos componentes. Alguns desses componentes podem ser estimados com base na distribuição estatística dos resultados das séries de medições e podem ser caracterizados por desvios padrão experimentais. Outros componentes, que também podem ser caracterizados por desvios padrão, são avaliados por meio de distribuições de probabilidade assumidas, baseadas na experiência ou em outras informações (ABNT/INMETRO, 2003).

Segundo o ABNT/INMETRO (2003) existem muitas fontes possíveis de incerteza em uma medição, dentre elas pode-se citar: *a*) realização imperfeita da definição do mensurando e definição incompleta; *b*) amostragem não representativa do mensurando definido; *c*) conhecimento inadequado dos efeitos das condições ambientais sobre a medição ou medição imperfeita das condições ambientais; *d*) erro de tendência pessoal na leitura de equipamentos analógicos; *e*) resolução finita do equipamento ou limiar de mobilidade; *f*) valores inexatos dos padrões de medição e materiais de referência; *g*) valores inexatos de constantes e de outros parâmetros obtidos de fontes externas e usados no algoritmo de redução de dados; *h*) aproximações e suposições incorporadas ao método e procedimento de medição; *ix*) variações nas medições repetidas do mensurando sob condições aparentemente idênticas.

Para estimar adequadamente as incertezas envolvidas em uma operação de medição é necessária a caracterização por completo do processo de medida. Devem ser considerados, além do próprio sistema de medição e seus eventuais acessórios, os procedimentos de como as medições são efetuadas e os dados tratados, a definição do mensurando e os princípios de medição envolvidos, a ação de grandezas de influência sobre o sistema de medição e/ou sobre o mensurando e a ação do operador, para citar os mais importantes (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008). Cada um desses elementos acrescenta uma componente de incerteza ao resultado da medição e devem ser convenientemente considerados e combinados para que se obtenha uma estimativa realista da incerteza do processo de medição.

A implementação do GUM parte da análise do modelo matemático da medição, que inclui todas as variáveis relevantes para o ensaio ou calibração. A incerteza global é então

estimada pela lei da propagação da incerteza (ELLISON; BARWICK, 1998). O modelo matemático da medição descreve a relação funcional f entre o mensurando Y e as N grandezas de entrada $X_1, X_2, ..., X_N$, que são consideradas variáveis aleatórias (ABN/INMETRO, 2003):

$$Y = \sum_{i=1}^{N} f(X_{i}, X_{2}, ..., X_{N})$$
 (1)

Cada variável X_i é avaliada em termos de sua respectiva esperança $E(X_i)$, ou média. O GUM não fornece um detalhamento do por que de utilizar a média como melhor estimativa para o mensurando. Contudo, Taylor (1997) fornece uma justificativa matemática para a utilização da média como a melhor estimativa do mensurando, baseada no Princípio da Máxima Verossimilhança. Para tanto, primeiramente, destaca-se que, ao realizar-se uma medição, haverá um número finito (e geralmente pequeno) de medições repetidas do mensurando $x_1, x_2, ..., x_n$.

A partir de tais medições, deseja-se estimar a melhor estimativa para o mensurando X. Por outro lado o valor exato de X e do seu desvio padrão σ fosse conhecido, de fato, poder-se-ia calcular a probabilidade de obtenção tais valores medidos $x_1, x_2, ..., x_n$. Por exemplo, se X é descrito por uma distribuição normal, a probabilidade de obter uma medida próxima ao valor medido x_1 , dentro de um pequeno intervalo dx_1 será (TAYLOR, 1997):

$$\Pr(x_{1} < X < x_{1} + dx_{1}) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-(x_{1} - X)^{2}/2\sigma^{2}} dx_{1}$$
(2)

Como não se está interessado no tamanho do intervalo dx_1 , nem no fator $\sqrt{2\pi}$, é possível simplificar a expressão (2) e calcular a probabilidade de obter as n medições multiplicando as probabilidades associadas a cada x_1 , tal que (TAYLOR, 1997):

$$\Pr(x_1, x_2, ..., x_n) \propto \frac{1}{\sigma^n} e^{-\sum (x_1 - X)^2 / 2\sigma^2}$$
 (3)

Contudo, a probabilidade descrita em (3) é dependente de X, o qual é desconhecido (ela também é dependente de σ , porém tal parâmetro não é objetivo neste momento). Desta

forma, pode-se atribuir um valor inicial qualquer X e computar a probabilidade $P_{\Gamma_1}(x_1, x_2, ..., x_n)$. Então, pode-se atribuir um segundo valor para X e computar novamente a probabilidade $P_{\Gamma_1}(x_1, x_2, ..., x_n)$. Se o segundo valor atribuído resultar em uma probabilidade maior, naturalmente esse valor seria escolhido em detrimento do primeiro (TAYLOR, 1997).

O processo matemático de busca por uma melhor estimativa para X, tal que a probabilidade de ocorrência dos $x_1, x_2, ..., x_n$ é máxima, é chamado de Princípio da Máxima Verossimilhança. No caso em questão, quer-se encontrar o valor de X que maximize a probabilidade (TAYLOR, 1997):

$$\Pr(x_{1}, x_{2}, ..., x_{n}) \propto \frac{1}{\sigma^{n}} e^{-\sum (x_{1} - X)^{2} / 2\sigma^{2}}$$
(4)

Tal probabilidade será máxima se o expoente $\sum (x_i - X)^2 / 2\sigma^2$ for minimizado. Para tanto, deriva-se o expoente com relação à X e iguala-se a derivada à zero (TAYLOR, 1997):

$$\sum_{i=1}^{n} (x_i - X) = 0 (5)$$

Se o valor de X for substituído pela definição de \bar{x} , tem-se:

$$\left(x_{1} - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_{i}\right) + \left(x_{2} - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_{i}\right) + \dots + \left(x_{n} - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_{i}\right) = x_{1} + x_{2} + \dots + x_{n} - \sum_{i=1}^{n} x_{i} = 0$$
(6)

Portanto, através do Princípio da Máxima Verossimilhança, pode-se demonstrar matematicamente algo que muitas vezes é intuitivo ao metrologista: que a melhor estimativa do mensurando é a média aritmética das *n* medições repetidas do mesurando, todas elas tendo incertezas iguais.

Quando o modelo matemático da medição f não for linear, é preferível obter Y através da média aritmética de n medições independentes de Y_k , cada qual tendo a mesma incerteza e baseada na repetição completa do procedimento de medição (ABNT/INMETRO, 2003), tal que:

$$Y = \overline{Y} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^{N} f(X_{1,k}, X_{2,k}, ..., X_{N,k})$$
(7)

Exemplos de modelos matemáticos de medições associadas à área de calibração podem ser consultados em EA (1999) e UKAS (2007), enquanto que para ensaio, podem ser consultados EURACHEM/CITAC (2000) e IPAC (2007).

As incertezas associadas às grandezas de entrada do modelo matemático da medição são avaliadas de acordo com os métodos de avaliação chamados pelo GUM de 'Tipo A' e 'Tipo B'. A avaliação do Tipo A da incerteza é o método que emprega uma análise estatística de uma série de medições repetidas no momento do ensaio/calibração. A incerteza padrão do Tipo A geralmente é expressa pelo desvio padrão experimental da média (ABNT/INMETRO, 2003).

O desvio padrão experimental da média é, neste caso, uma medida de incerteza associada ao valor da média, indicando a repetitividade da medição, sendo calculado por (ABNT/INMETRO, 2003):

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \tag{8}$$

Onde *s* é o desvio padrão experimental das *n* medições repetidas da medição. Em alguns casos, as medições repetidas podem estar correlacionadas e, assim, a Equação 8 pode não ser o estimador mais adequado da repetitividade. Isso pode ocorrer, por exemplo, em medições na área de freqüência e uma alternativa à Equação 8 é utilizar a variância Allan (ALLAN, 1987).

A avaliação do Tipo B é o método que emprega outros meios que não a análise estatística de uma série de medições repetidas no momento do ensaio/calibração (ABNT/INMETRO, 2003). Nesse caso, a avaliação da incerteza é baseada em outros conhecimentos, tais como (EA, 1999; ABNT/INMETRO, 2003): *a*) dados históricos de desempenho do método de medição; *b*) incertezas herdadas da calibração dos equipamentos e padrões; *c*) especificações dos equipamentos e padrões; *d*) faixa de condições ambientais, entre outros.

Com os métodos de avaliação do Tipo A e do Tipo B, estima-se a incerteza padrão de cada grandeza de entrada do modelo matemático da medição. A incerteza padrão, $u(x_i)$, é uma medida de dispersão equivalente a um desvio padrão. As incertezas padrão são

geralmente dependentes do tipo de componente de incerteza e da distribuição de probabilidade a ela associada (ABNT/INMETRO, 2003). O fator empregado para converter a componente de incerteza em uma incerteza padrão é frequentemente chamado de divisor (UKAS, 2007).

A distribuição de probabilidade para cada variável depende do tipo de informação que se tem disponível a respeito da respectiva componente de incerteza. A Figura 1 resume as distribuições de probabilidade aplicáveis de acordo com o tipo de informação disponível, assim como o seu divisor apropriado, tendo sido elaborada com base em ABNT/INMETRO (2003), UKAS (2007), EA (1999) e JCGM (2008).

Convém ressaltar que, no método do GUM, o conhecimento sobre a distribuição de probabilidade de cada grandeza de entrada, não é essencial. De fato, se todas as incertezas padrão já forem conhecidas, não é necessário saber as distribuições de probabilidade. Os únicos parâmetros matemáticos necessários para a aplicação do GUM são a esperança e o desvio padrão associado a cada grandeza de entrada, assim como as correlações existentes (KACKER *et al.*, 2007).

Tipo de Componente de Incerteza	Distribuição de Probabilidade	Divisor
Quando se conhecem apenas os valores máximos e mínimos	Retangular	$\sqrt{3}$
de variação ($\pm a$): por exemplo, o erro máximo admissível		, -
para um determinado equipamento ou o efeito causado pela		
resolução finita do equipamento utilizado		
Quando se conhecem os valores máximos e mínimos de	Triangular	$\sqrt{6}$
variação (±a) e o valor mais provável: exemplo, o erro de		, -
posicionamento de um instrumento em uma marca de escala		
Desvio padrão da média de <i>n</i> medições repetidas	t-Student	\sqrt{n}
Desvio padrão de dados históricos de repetitividade e/ou	t-Student	1
reprodutibilidade, quando o resultado do ensaio/calibração é		
obtido por meio de uma única medição e não por uma média		
Incerteza herdada da calibração de equipamentos e padrões	Normal ou t-Student,	Valor de k do
	conforme certificado	certificado de
	de calibração	calibração
Desvio padrão de um processo de contagem de elementos	Poisson	1
discretos, com média m e desvio padrão \sqrt{m}		

Figura 1 – Distribuições de probabilidade e seus divisores apropriados para o tipo de componente de incerteza Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

Observa-se, ainda, que para que uma componente de incerteza do Tipo A possua uma confiabilidade adequada, s deve ser obtido por meio de um número suficientemente grande de medições independentes. Isto porque s é apenas uma estimativa de σ e, sendo assim, ele

possui incerteza. De fato, uma medida de incerteza relativa de s com relação à σ , chamada aqui de u(s), pode ser avaliada por meio de (ABNT/INMETRO, 2003):

$$u(s) = [2(n-1)]^{-1/2}$$
(9)

A dedução da Equação 9 pode ser consultada em Taylor (1997). A partir de tal Equação, é possível observar que a incerteza relativa de s depende exclusivamente de n e que na medida em que n cresce, u(s) decresce:

$$\lim_{n \to \infty} ([2(n-1)]^{-1/2}) = 0 \tag{10}$$

De fato, a partir da Equação 9 é possível avaliar valores de n e verificar a incerteza relativa de s. A Tabela 1 apresente valores de u(s) em função de n.

Tabela 1 – Incerteza relativa de s em função do número de medições repetidas

n	u(s)
2	0,76
3	0,52
4	0,42
5	0,36
10	0,24
50	0,10

Fonte: ABNT/INMETRO (2003)

Não surpreendentemente, para um valor de n pequeno (por exemplo, $n \le 10$), u(s) será elevado ($u(s) \ge 0.24$). Vale ressaltar que isso não implica em dizer que $s \propto n$. De fato, n pode ser grande e s também, ao mesmo tempo.

Em determinadas situações, sobretudo quanto menor for *n*, uma avaliação do tipo B, pode ser tão confiável quanto uma avaliação tipo A (ABNT/INMETRO, 2003). O estudo de Bulba e Svoll (2006) corrobora com tal afirmação.

Se por um lado todas as componentes de incerteza devem ser consideradas na expressão da incerteza de medição, por outro lado deve-se também estar atento para eventual

dupla contagem de componentes de incerteza. O diagrama de causa e efeito, conforme recomendado por EURACHEM/CITAC (2000), pode ser utilizado, pois ajuda a evitar essa dupla contagem de componentes de incerteza, ao mesmo tempo em que facilita o agrupamento de componentes cujo efeito combinado possa ser avaliado. O trabalho de Silva (2008) apresenta um diagrama alternativo ao de causa e efeito, para uma análise das componentes de incerteza.

Uma vez obtidas todas as incertezas padrão, a lei de propagação de incertezas, que é a base do GUM, estabelece que cada incerteza padrão deva ser propagada para a incerteza combinada de Y, $u_c(y)$, através de uma expansão em série de Taylor, geralmente de primeira ordem. No caso de variáveis não-correlacionadas, $u_c(y)$ é dada por (ABNT/INMETRO, 2003):

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i})} = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} u_{i}^{2}(y)}$$
(11)

Onde c_i representa o coeficiente de sensibilidade associado a cada grandeza de entrada, o qual serve fundamentalmente como fator de conversão de unidades de medida, convertendo a incerteza padrão de cada variável, $u(x_i)$, para a mesma unidade de medida de Y. O produto entre a incerteza padrão, $u(x_i)$, e seu respectivo coeficiente de sensibilidade, c_i , dá origem a chamada contribuição de incerteza, $u_i(y)$, que corresponde a uma medida de dispersão equivalente a um desvio padrão, com a mesma unidade de medida do mensurando (ABNT/INMETRO, 2003).

Os coeficientes de sensibilidade são calculados através das derivadas parciais de Y em relação a cada variável X_i , avaliados na melhor estimativa de cada variável (ABNT/INMETRO, 2003):

$$c_{i} = \frac{\partial f}{\partial x_{i}} = \frac{\partial f}{\partial X_{i}} \bigg|_{X_{1}, X_{2}, \dots, X_{N}}$$
(12)

Desta forma, a Equação 11 pode ser reescrita como:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum u_{i}(y)^{2}} = \sqrt{\sum \left(\frac{\partial y}{\partial x_{i}} \cdot u(x_{i})\right)^{2}}$$
(13)

Quando o modelo matemático é demasiadamente complicado, uma alternativa para obter c_i é por meio de uma simulação numérica simples (ABNT/INMETRO, 2003). O método de simulação numérica de Kragten, descrito em EURACHEM/CITAC (2000) é uma opção nesse sentido.

Com base no valor calculado de $u_c(y)$, é possível estabelecer um intervalo de incerteza ao redor de y, tal que $y \pm u_c(y)$, sendo $u_c(y)$ equivalente a uma medida de dispersão de um desvio padrão.

A estrutura do GUM parte do princípio da validade da aplicação do Teorema do Limite Central. Tal teorema estabelece que se Y é uma função linear de grandezas de entrada, $Y = c_1X_1 + c_2X_2 + ... + c_NX_N$, então a distribuição de probabilidade de Y será aproximadamente normal, independentemente das distribuições de probabilidade de X_i (ABNT/INMETRO, 2003).

Dessa forma, quando a incerteza combinada não é dominada por uma componente do Tipo A obtida por poucas medições, ou quando ela não é dominada por uma única componente de incerteza com distribuição de probabilidade fortemente diferente da distribuição normal (por exemplo, uma distribuição retangular), pode-se assumir que a distribuição de probabilidade de *Y* será aproximadamente normal (ABNT/INMETRO, 2003).

A aproximação melhora na medida em que o número de componentes de incerteza que contribuem para $u_c(y)$ aumenta. Tal convergência será mais rápida na medida em que os valores das contribuições de incerteza forem mais próximos um dos outros e quanto mais próximas estão as distribuições de probabilidade de X_i de serem normal (ABNT/INMETRO, 2003).

Assim, considerando uma distribuição normal para *Y*, é possível estabelecer um intervalo de incerteza com uma determinada probabilidade de abrangência desejada, tal que (ABNT/INMETRO, 2003):

$$U = k_p \cdot u_c(y) \tag{14}$$

Onde U é a incerteza expandida que fornece um intervalo de incerteza com uma determinada probabilidade de abrangência p e k_p é o fator de abrangência dado pela distribuição normal. Para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95,45 % de uma distribuição normal, $k_p = 2$.

Quando o número de medições repetidas é pequeno (sobretudo se n < 10), é preferível considerar uma distribuição t-Student, ao invés da normal. Assim, o valor do fator de abrangência será em função também do grau de liberdade efetivo, v_{eff} (ABNT/INMETRO, 2003).

O GUM recomenda que o grau de liberdade efetivo seja obtido por meio da fórmula de Welch-Satterthwaite (ABNT/INMETRO, 2003):

$$v_{eff} = \frac{u_{c}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_{i}^{4}(y)}{V_{i}}}$$
(15)

Onde v_i são os graus de liberdade correspondentes a cada componente de incerteza. Para as componentes de incerteza do Tipo A, obtidas pelo desvio padrão da média, o respectivo grau de liberdade será n-1.

De acordo com Castrup (2000), o grau de liberdade na incerteza pode ser entendido como uma medida do grau de conhecimento ou credibilidade sobre uma determinada componente de incerteza estimada. Um alto grau de credibilidade em uma estimativa de uma componente de incerteza implicará em um respectivo alto grau de liberdade.

Para as componentes de incerteza do tipo B, o grau de liberdade depende da distribuição de probabilidade e do tipo de componente de incerteza. Quando a variável em questão for descrita por uma distribuição de probabilidade retangular ou triangular, pode-se considerar que $v_i \rightarrow \infty$. Isto porque tais distribuições possuem um intervalo definido por limites extremos especificados (a variável poderá assumir qualquer valor dentro de um intervalo desde -a até +a) e, desta forma, haverá alta credibilidade de que a variável esteja dentro de tal intervalo (EA, 1999). Um trabalho minucioso sobre os graus de liberdade das fontes de incerteza do tipo B pode ser consultado em Castrup (2000). Tal abordagem sobre os graus de liberdade associados a componentes de incerteza do Tipo B podem ser considerados como um artifício do método do GUM, pois naturalmente distribuições de probabilidade como a retangular ou a triangular não são matematicamente parametrizadas por graus de liberdade.

Tendo obtido um valor para v_{eff} , o valor correspondente da distribuição t-Student deve ser utilizado para encontrar um valor de k_p . A Tabela 2 apresenta valores de valores de k_p

para valores típicos de v_{eff} , considerando p = 95,45 %. Os valores para outras probabilidades de abrangência podem ser encontrados em Spiegel (2003).

Se o valor calculado de v_{eff} não é um número inteiro, o que na prática será geralmente o caso, o valor correspondente de k_p pode ser interpolado ou arredondado para o próximo número inteiro mais baixo de v_{eff} (EA, 1999).

Tabela 2 – Fator de abrangência em função do grau de liberdade efetivo

\mathcal{V}_{eff}	k _{95,45%}
1	13,97
2	4,53
3	3,31
4	2,87
5	2,65
6	2,52
7	2,43
8	2,37
9	2,32
10	2,28
20	2,13
40	2,06
50	2,05
100	2,025
∞	2,000

Fonte: ABNT/INMETRO (2003)

Quando existirem correlações entre as componentes de incerteza o efeito de tais correlações devem ser incorporados à incerteza combinada (ABNT/INMETRO, 2003). A correlação existe quando duas grandezas de entrada, X_i e X_j , apresentam uma relação de dependência entre elas ou com uma terceira grandeza de entrada comum a ambas. Tal relação pode estar presente quando, por exemplo, as duas grandezas de entrada são medidas com um mesmo equipamento. Nesse caso, pode-se dizer que a correlação será forte (EA, 1999).

O coeficiente de correlação, $r(x_i,x_j)$, mede o grau de correlação linear entre duas variáveis. Ele pode variar desde – 1 até 1. No caso de duas grandezas de entrada medidas com um mesmo equipamento, pode-se dizer, para efeitos práticos, que $r(x_i,x_j) = 1$ (EA, 1999).

Efeitos de correlação podem reduzir a incerteza combinada quando, por exemplo, um instrumento é utilizado como um comparador entre um padrão e um em calibração. Tal caso consiste em uma correlação negativa. Em outras situações, os erros das medições de variáveis correlacionadas serão combinados em uma mesma direção e isso acarretará um aumento da

incerteza combinada. Esse caso consiste em uma correlação positiva. O efeito da correlação será negativo se $r(x_i,x_j) < 0$ e será positivo se $r(x_i,x_j) > 0$ (EA, 1999).

A relação de dependência entre duas variáveis também pode ser avaliada por meio da covariância. Por exemplo, se duas variáveis X_1 e X_2 dependem de um conjunto de variáveis não-correlacionadas Q_1 , Q_2 , ..., Q_N , tal que (EA, 1999):

$$X_1 = f(Q_1, Q_2, ..., Q_N)$$
 (16)

$$X_2 = g(Q_1, Q_2, ..., Q_N)$$
 (17)

Se $u^2(q_i)$ é o quadrado da incerteza associada à variável Q_i , então os quadrados das incertezas associadas à X_1 e com X_2 serão (EA, 1999):

$$u^{2}(x_{i}) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial f}{\partial q_{i}} \right]^{2} u^{2}(q_{i})$$
(18)

$$u^{2}(x_{2}) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial g}{\partial q_{i}} \right]^{2} u^{2}(q_{i})$$

$$(19)$$

Então, a covariância associada com X_1 e X_2 será (EA, 1999):

$$u(x_1, x_2) = \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial q_i} \frac{\partial g}{\partial q_i} u^2(q_i)$$
 (20)

Em razão de somente aqueles termos para os quais $\partial f/\partial q_i \neq 0$ e $\partial g/\partial q_i \neq 0$, para um dado i, contribuírem para o somatório da Equação 20, a covariância é zero se nenhuma variável é comum a ambos f e g.

A Equação 11 é então reescrita (ABNT/INMETRO, 2003):

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-j} \sum_{j=i+1}^{N} c_{i} c_{j} u(x_{i}) u(x_{j}) r(x_{i}, x_{j})}$$
(21)

Outra forma, alternativa à Equação 21, é através das covariâncias (ABNT/INMETRO, 2003):

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-j} \sum_{j=i+1}^{N} c_{i} c_{j} u(x_{i}, x_{j})}$$
(22)

A fórmula de Welch-Satterthwaite para cálculo do grau de liberdade efetivo é geralmente adequada para situações na qual as grandezas de entrada são mutuamente independentes. Entretanto, quando efeitos de correlação são levados em consideração essa equação pode distorcer o seu valor e gerar resultados incoerentes (COX e HARRIS, 2001). Aibe (2000) corrobora esta questão em seu estudo sobre a aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite com variáveis correlacionadas. De fato, a fórmula Welch-Satterthwaite é apenas uma aproximação e pode gerar incoerências mesmo quando se tratarem apenas de grandezas de entrada mutuamente independentes, como apontado pelo trabalho de Liu (2005). Nesse sentido, Liu (2005) propõe correções de mais alta ordem para o cálculo do grau de liberdade efetivo, através da aplicação da fórmula de Aspin corrigida.

No caso de grandezas de entrada correlacionadas, uma alternativa à fórmula de Welch-Satterthwaite é utilizar fórmula Generalizada proposta por Willink (2007). Se qualquer grupo de grandezas de entrada é estimada a partir de um conjunto de n medições repetidas, então v_{eff} pode ser obtido por:

$$v_{eff} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i})\right)^{2}}{\sum_{i=1}^{N} \frac{\left(c_{i} u(x_{i})\right)^{4}}{v_{i}}}$$
(23)

Isso será válido se $u_y^2 \ge \sum_{i=1}^{N} c_i^2 u^2(x_i)$

A Equação 23 difere da 15 no simples fato de que na Equação 23 o numerador é calculado como se não houvesse correlações. Ainda que seja uma aproximação, a fórmula de Willink (2007) é uma alternativa simples e adequada para a maioria dos casos, conforme demonstrado em seu estudo.

Quando a não-linearidade é significativa em f, termos de mais alta ordem da série de Taylor devem ser incorporados na expressão da incerteza combinada (ABNT/INMETRO,

2003). Quando a distribuição de probabilidade de cada X_i é simétrica ao redor de sua média, o termo de segunda ordem a ser adicionado à incerteza combinada será:

$$\sum_{i=1}^{N} \sum_{j=1}^{N} \left[\frac{1}{2} \left[\frac{\partial^{2} f}{\partial x_{i} \partial x_{j}} \right]^{2} + \frac{\partial f}{\partial x_{i}} \frac{\partial^{3} f}{\partial x_{i} \partial x_{j}^{2}} \right] u^{2}(x_{i}) u^{2}(x_{j})$$
(24)

Kacker *et al.* (2007) alertam que, para que o termo apresentado em na Equação 24 seja válido, todas as grandezas de entrada devem ser mutuamente independentes e serem descritas pela distribuição normal. Tais considerações não são apresentadas no GUM e podem ser altamente restritivas (KACKER *et al.*, 2007). Contudo, pelo aumento da complexidade nos cálculos, os termos de mais alta ordem geralmente não são considerados pelos metrologistas. Negligenciar termos de mais alta ordem pode acarretar em diferenças significativas nos resultados, sobretudo quando *f* não é linear. O exemplo da área de calibração de massas descrito em NPL (2006) demonstra um caso onde há diferenças significativas entre os resultados obtidos quando é considerado o termo de segunda ordem da série de Taylor.

2.1.5 Arredondamentos

A incerteza expandida deve ser arredondada para, no máximo, dois algarismos significativos, conforme recomenda EA (1999).

O valor numérico do resultado da medição deve ser arredondado para o mesmo número de casas decimais do valor da incerteza expandida (EA, 1999; EURACHEM, 2000). Para o processo de arredondamento, as regras usuais de arredondamento de números devem ser utilizadas, conforme ISO (1992). Entretanto, se o arredondamento diminui o valor numérico da incerteza de medição em mais de 5%, convém que o arredondamento seja feito para cima (EA, 1999). Tal situação visa a não subestimar a incerteza de medição.

2.1.6 Uso de Planilhas de Incerteza

Para aplicação do método do GUM, é recomendável a utilização de planilhas para reunir todos os dados sobre a incerteza de medição (EA, 1999, UKAS, 2007). A planilha de incerteza relaciona informações como componentes de incerteza e suas respectivas estimativas, os coeficientes de sensibilidade, contribuições de incerteza, incerteza padrão combinada, o fator de abrangência k e a incerteza expandida.

Uma planilha de incerteza, baseada no modelo proposto por UKAS (2007), é apresentado na Figura 2.

Símbolo	Componente de incerteza	Valor	Distribuição	Divisor	c_i	$u_i(y)$	V_i
		<u>±</u>	de				ou
			Probabilidade				$\mathcal{V}_{e\!f\!f}$
$u_c(y)$	Incerteza combinada						
U	Incerteza expandida						

Figura 2 – Planilha de incerteza

Fonte: adaptado de UKAS (2007)

A utilização de tais planilhas facilita a análise crítica da incerteza de medição. Por exemplo, se o laboratório está interessado em averiguar qual a componente de incerteza mais contribui para a incerteza padrão combinada, basta ele verificar dentre as contribuições de incerteza aquela que apresenta maior valor. A comparação é fácil e direta porque todas as contribuições de incerteza estão na mesma unidade de medida do mensurando. Segundo Kacker *et al.* (2007), a utilização de planilhas eletrônicas fornece transparência à expressão da incerteza de medição e é também fundamental nas comparações interlaboratoriais e na tarefa de avaliação de laboratórios.

Ainda que sejam importantes, o GUM não fornece nenhuma orientação quanto ao leiaute de tais planilhas de incerteza. Por isso, hoje não existe uma formatação padrão para esse tipo de documento.

2.1.7 Resumo do método do GUM

Segundo EA (1999), o procedimento de estimativa de incerteza nas medições consiste nos seguintes passos: a) definir o modelo matemático da medição $Y = f(X_1, X_2, ..., X_N)$: é a definição analítica daquele processo de medição, na qual y é o mensurando em questão e X são as grandezas de entrada, da qual dependem o mensurando; b) identificar e aplicar eventuais correções significativas: corrigir os erros sistemáticos a fim de não incorporá-los na incerteza; c) relacionar todas as componentes de incerteza, verificando tudo que possa ter influência significativa no resultado do ensaio ou calibração; d) calcular os coeficientes de sensibilidade; e) estimar as incertezas do tipo A e as do tipo B; f) estimar as correlações entre as grandezas de entrada, quando elas de fato existirem; g) estimar as contribuições de incerteza; h) obter a incerteza padrão combinada; i) obter a incerteza expandida, a partir do valor do fator de abrangência.

Cox e Harris (2001) sugerem 5 etapas para a expressão da incerteza. Na primeira etapa, é definido o mensurando, ou seja, aquilo que será medido. Na segunda etapa, devem ser definidas as grandezas de entrada, segundo as quais o resultado da medição depende. Na terceira etapa, deve-se definir um modelo matemático para a medição, que relacione o mensurando em termos das estimativas das grandezas de entrada. A quarta etapa consiste em resolver o modelo matemático para determinar a estimativa do mensurando. Na etapa, em conjunto com a anterior, deve-se determinar a incerteza da estimativa do mensurando em termos das incertezas das estimativas de entrada.

2.1.8 Premissas para a aplicação do método do GUM

Cox e Harris (2001) descrevem que, para a aplicação do método proposto pelo GUM, as seguintes situações devem ser atendidas: a) suficiente linearidade do modelo matemático da medição; b) aplicabilidade do Teorema do Limite Central, implicando na representação de Y através de uma distribuição normal ou tipo t-Student com v_{eff} graus de liberdade; c) adequação da fórmula de Welch-Satterthwaite.

De acordo com JCGM (2008) a linearidade se refere às grandezas de entrada no modelo matemático da medição. Quando f não é suficientemente linear, a linearização

geralmente pode ser obtida através de termos de ordens superiores da série de Taylor. O processo de cálculo, neste caso, pode-se tornar mais complexo (JCGM, 2008).

Em determinadas situações, especialmente quando uma componente de incerteza possui uma distribuição de probabilidade fortemente diferente da distribuição normal, a distribuição de saída pode não ser do tipo normal ou t-Student (COX; HARRIS, 2001). Diversos trabalhos já apontaram para tal fato. Um exemplo pode ser visto em Jornada e Pizzolato (2005).

Quando tais premissas não são atendidas, o GUM referencia que outros métodos, analíticos ou numéricos, devem ser aplicados.

2.1.9 Análise crítica dos pontos positivos do GUM

Pela análise crítica do GUM, destacam-se os seguintes pontos positivos:

- a) o GUM estabelece um método padronizado e detalhado, aceito internacionalmente,
 para a expressão da incerteza de medição;
- b) o método é universal, matematicamente consistente e de fácil aplicação, esclarecendo e diferenciando conceitos na área, tais como 'erro' e 'incerteza';
- c) o GUM não requer o conhecimento completo da distribuição de probabilidade das grandezas de entrada, apenas a esperança e o desvio padrão, assim como as eventuais correlações existentes;
- d) o método é transferível, isto é, o resultado de uma avaliação de incerteza pode ser utilizado como uma componente de incerteza de uma outra medição na qual o primeiro resultado é utilizado;
- e) não requer a distinção entre componentes de incerteza de origem aleatórias das de origem sistemáticas; a única distinção que é feita é com relação ao método de obtenção das componentes de incerteza, classificando em métodos do 'Tipo A' e do 'Tipo B'. Tal classificação é apenas conceitual e o tratamento de ambas as componentes é o mesmo;
- f) não requer softwares específicos para sua aplicação; com a simples utilização de calculadoras já é possível realizar todos os cálculos necessários; naturalmente, por uma questão de otimização, tais cálculos são frequentemente automatizados pelo uso de planilhas.

2.1.10 Análise crítica dos pontos negativos do GUM

Pela análise crítica do GUM, destacam-se os seguintes pontos negativos:

- a) quando o modelo matemático da medição não é linear e as incertezas associadas às grandezas de entrada não são pequenas, a incerteza combinada obtida pela Equação 11 pode não ser adequada;
- b) o método possui premissas para sua aplicação e não fornece indicações detalhadas de como avaliar se tais premissas são, ou não, atendidas em cada caso;
- c) o GUM não padroniza o uso de uma planilha de incerteza, fazendo com que atualmente não exista uma formatação única como modelo utilizada internacionalmente;
- d) o documento traz poucos exemplos e a maior parte deles se refere a medições físicas, não cobrindo, portanto, exemplos aplicados em várias outras áreas, sobretudo em ensaios;
- e) induz à utilização da distribuição normal ou da distribuição t-Student para o cálculo do fator de abrangência e quantificação da incerteza expandida, o que na prática, nem sempre é o mais adequado;
- f) não indica as restrições para a aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite, sobretudo quando as grandezas de entrada são correlacionadas.

2.2 MÉTODOS ALTERNATIVOS AO GUM

De acordo com Cox e Harris (2001), o método de Monte Carlo, diferentemente do método do GUM, utiliza o conceito de propagação das distribuições de probabilidade das grandezas de entrada, ao invés de somente a propagar as incertezas padrão das grandezas de entrada, como preconiza o último. A distribuição de probabilidade reúne, sob forma probabilística, toda a informação disponível sobre uma dada grandeza de entrada e toda essa distribuição é propagada pelo modelo matemático da medição ao mensurando *Y*.

O método de Monte Carlo se insere na categoria dos chamados 'métodos numéricos' para expressão da incerteza de medição. A descrição de tal método é dada em JCGM (2008), o qual constitui no chamado 'Suplemento 1 do GUM', sendo um documento que pode ser

aplicado, por exemplo, quando os requisitos para aplicação do GUM não são satisfeitos ou quando há dúvidas sobre a validade da aplicação do GUM.

Dessa forma, uma importante utilidade do método de Monte Carlo consiste na possibilidade de avaliar as aproximações do método do GUM (COX; HARRIS, 2001).

Recentemente publicado em nível internacional, o método de Monte Carlo descrito em JCGM (2008) vem sendo alvo de vários estudos e aplicações, suprindo a maioria das restrições do GUM. Contudo, o trabalho apresentado por Willink (2007) aponta que, no caso de grandezas de entrada correlacionadas, a única distribuição multivariada descrita em JCGM (2008) é o caso da normal multivariada, o que é consideravelmente limitante em termos de aplicação. Desta forma, segundo Willink (2007), a abordagem para grandezas de entrada correlacionadas no documento JCGM (2008) é deficiente para medições práticas quando há correlações.

Cox e Harris (2001) descrevem ainda outra categoria de método alternativo para a expressão da incerteza de medição. São os chamados 'métodos analíticos', nos quais se resolve analiticamente através de integração a convolução das grandezas de entrada. Esse método tem a vantagem de ser conceitualmente exato, pois não introduzem aproximações, porém, devido à sua complexidade, podem ser aplicados apenas a casos simples, tornando-se inviável nas situações práticas (COX; HARRIS, 2001).

Adicionalmente, um método proposto por Jornada e Jornada (2007) consiste em uma alternativa aos métodos apresentados anteriormente. Tal proposta consiste em um método numérico, fundamentado na integração numérica via Transformadas de Fourier e de Mellin. A base do método está na resolução da integral via o algoritmo da *Fast Fourier Transform* (FFT), abrangendo modelos matemáticos de adição e subtração, assim como de multiplicação e divisão. A implementação do método de Jornada e Jornada (2007) é uma forma mais otimizada do que a convolução direta – a qual pode ser empregada apenas na soma e possui complexidade computacional maior.

Apesar das vantagens, o método proposto por Jornada e Jornada (2007) é mais complexo de ser implementado do que Monte Carlo e, obviamente, do que o GUM. Necessita que o usuário possua conhecimentos mais avançados em matemática e requer a utilização de *softwares* para que se tenha sua implementação efetiva.

3 ETAPAS DE IMPLANTAÇÃO DO GUIA ORIENTATIVO

Para um melhor gerenciamento da implantação do guia orientativo de incerteza dos avaliadores, foi adotado como ferramenta o ciclo de melhoria PDCA. Detalhes sobre a utilização do PDCA podem ser consultados em Deming (1990).

A implantação do guia orientativo de incerteza foi divida em quatro macro-etapas, conforme o ciclo PDCA: planejamento (*plan*), execução (*do*), verificação (*check*) e ação (*act*). As etapas estão apresentadas na Figura 3 a seguir.

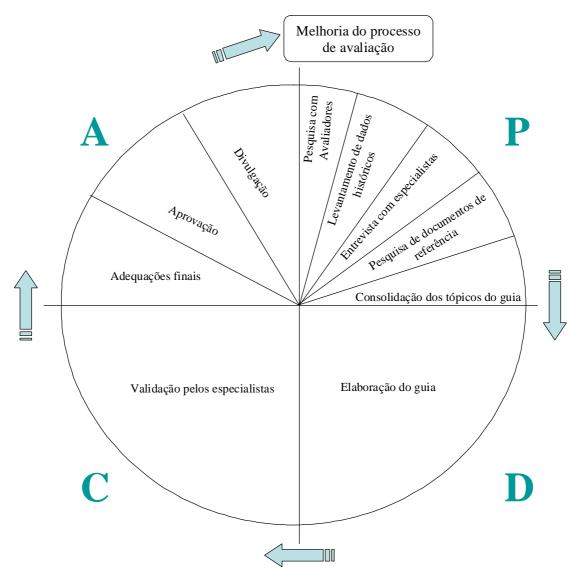


Figura 3 – Etapas de implantação do guia orientativo de incerteza Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

Na seqüência, são descritas detalhadamente cada uma das etapas.

3.1 ETAPA *PLAN*

A etapa *plan* consiste no planejamento das ações que deverão ser realizadas para implementação da melhoria. Nela, são definidas metas e métodos para a melhoria. A meta, neste caso, é propiciar melhorias no processo de avaliação de laboratórios da Rede Metrológica RS, especificamente quanto à incerteza de medição. O método para tanto é a implantação de um guia orientativo de incerteza que trará orientações aos avaliadores quanto à avaliação da incerteza em laboratórios de ensaio e calibração.

A etapa de planejamento para implementação do guia orientativo de incerteza está dividida em cinco subetapas, quais sejam: *a*) pesquisa quantitativa com os avaliadores da Rede Metrológica RS para identificação de suas deficiências e dúvidas com relação à incerteza de medição; *b*) levantamento de dados históricos das avaliações da Rede Metrológica RS para detectar eventuais discrepâncias entre as áreas de atuação ensaio e calibração; *c*) entrevistas com especialistas para obter um panorama mais abrangente sobre o tema e opiniões sobre as dificuldades na área; *d*) pesquisa de documentos de referência, derivados do GUM; *e*) consolidação dos tópicos do guia de orientativo incerteza dos avaliadores para planejar a elaboração do mesmo. A descrição detalhada de tais subetapas é apresentada a seguir.

3.1.1 Pesquisa com os avaliadores

A pesquisa com os avaliadores da Rede Metrológica RS visa a identificar as principais dúvidas dos mesmos quanto ao tema incerteza de medição, bem como propiciar uma oportunidade para uma auto-avaliação dos avaliadores quanto aos seus conhecimentos em incerteza. A pesquisa é realizada a partir de um questionário com perguntas abertas e fechadas aos avaliadores. A partir do resultado dessa pesquisa, espera-se poder definir uma base inicial para o guia orientativo de incerteza dos avaliadores, focando nas necessidades atuais dos avaliadores.

No grupo de avaliadores da Rede Metrológica RS há aqueles que estão qualificados para atuar tecnicamente somente na área de ensaios, somente na área de calibração, ou ainda, em ambas as áreas, conforme Figura 4. Os avaliadores que não atuam em nenhuma das áreas

técnicas são qualificados como de sistema de gestão e são responsáveis por avaliar somente os requisitos gerenciais da ISO/IEC 17025 nos laboratórios, não envolvendo os tópicos de incerteza. Desta forma, os avaliadores de sistema de gestão não são foco do presente trabalho.



Figura 4 – Áreas de atuação dos avaliadores de laboratórios Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

3.1.2 Levantamento de dados históricos

A partir de uma análise quantitativa de dados históricos de avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS, objetiva-se avaliar se existe, ou não, diferença significativa no número médio de não-conformidades detectadas com relação à incerteza de medição entre as áreas de ensaio e calibração. Desta forma, o levantamento pode justificar a necessidade de centrar esforços, ou não, em uma determinada área de atuação, bem como corroborar com a necessidade de estabelecimento do guia orientativo de incerteza. A referida análise se dá com base no histórico do número de não-conformidades detectadas por avaliação realizada e no número de não-conformidades específicas detectadas com relação à incerteza de medição, comparando-os entre as áreas de atuação de ensaio e calibração. Uma análise crítica é realizada com base nos resultados obtidos.

3.1.3 Entrevistas com especialistas

As entrevistas com especialistas objetivam identificar um panorama mais abrangente sobre a incerteza de medição aplicada às avaliações de laboratórios e, desta forma, obter opiniões diretas de especialistas em incerteza, de diferentes visões, para a melhor definição dos tópicos do guia orientativo de incerteza dos avaliadores. São entrevistados representantes da Rede Metrológica RS, avaliadores de laboratórios e especialistas convidados do Inmetro. As entrevistas são formadas por perguntas abertas.

3.1.4 Pesquisa de documentos de referência

Nesta etapa, é realizada uma pesquisa de referencial teórico sobre o tema, adicional a apresentada no capítulo 2 desta dissertação. Tal pesquisa abrange os principais documentos de referência derivados do GUM, os quais geralmente são mais utilizados na rotina dos laboratórios do que o próprio GUM. Isso porque tais documentos são simplificações do GUM que trazem exemplos aplicados em diversas áreas da metrologia.

A referida pesquisa tem como objetivo realizar uma breve análise crítica sobre os documentos, identificando seus pontos positivos e negativos e comparando-os com o GUM. Os documentos abordados são: EA (1999), EA (2003), EURACHEM/CITAC (2000), IPAC (2006), IPAC (2007), NORDTEST (2003) e UKAS (2007).

Tais documentos são utilizados como referências para a elaboração do guia orientativo de incerteza.

3.1.5 Consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza

Os tópicos incorporados ao guia orientativo de incerteza dos avaliadores são definidos com base nas dúvidas e dificuldades apontadas na pesquisa com os avaliadores e nas sugestões obtidas dos especialistas. A consolidação dos tópicos do documento passa pela aprovação da Rede Metrológica RS. O referencial teórico utilizado como base para a definição dos tópicos do guia orientativo de incerteza é fundamentalmente o GUM, juntamente com seus principais documentos derivados, identificados no item 3.1.4 desta

dissertação. A partir da consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza, o documento é, então, elaborado conforme descrito a seguir.

3.2 ETAPA *DO*

A etapa *do* consiste na execução daquilo que foi planejado anteriormente. No presente caso, é a elaboração de uma minuta do guia orientativo de incerteza propriamente dito, de acordo com os tópicos consolidados na etapa *plan*.

Convém ressaltar que o guia orientativo de incerteza, uma vez que será considerado um documento formal da Rede Metrológica RS, necessita ser elaborado de acordo com os padrões oficiais utilizados por essa organização. Para tanto, são seguidas as diretrizes do procedimento da Rede Metrológica RS 'RM 47 – Controle de Documentos e Dados' (RMRS, 2008), que define a formatação básica dos documentos da Rede Metrológica RS.

Uma vez elaborado o documento, ainda sob forma de minuta, uma análise crítica é procedida para verificar a adequação do mesmo, conforme etapa descrita a seguir.

3.3 ETAPA CHECK

Seguindo no ciclo PDCA, a etapa *check* é a verificação daquilo que foi realizado frente às ações planejadas. Em outras palavras, consiste em avaliar o resultado da etapa *do* com o previsto pela etapa *plan*.

No presente caso, a verificação consiste na análise crítica da minuta elaborada. Essa análise é conduzida pela equipe de especialistas participante da entrevista inicial descrita no item 3.1.3 desta dissertação. Cabe lembrar que também fazem parte dessa equipe avaliadores da Rede Metrológica RS.

O objetivo dessa verificação é avaliar se a minuta do guia orientativo de incerteza: *a*) abrange todos os temas previamente julgados como necessários, conforme etapa de consolidação descrita em 3.1.5; *b*) está adequadamente redigida; *c*) possui o potencial de atender aos propósitos estabelecidos.

Assim, ao término desta etapa, a minuta do documento pode ser considerada validada pela equipe de especialistas.

3.4 ETAPA ACT

A etapa *act* consiste em agir corretivamente para adequar o que foi realizado na etapa *do* para atender plenamente ao planejado anteriormente na etapa *plan*, bem como agir no sentido de padronizar a melhoria introduzida.

Essa etapa está divida em três subetapas, quais sejam: *a*) adequações finais na minuta do guia orientativo de incerteza; *b*) aprovação do documento; *c*) divulgação.

A primeira subetapa consiste em realizar as alterações julgadas necessárias ao documento, após as sugestões dos especialistas coletadas na etapa *check*. As adequações introduzidas no documento são consensadas com a coordenação da qualidade da Rede Metrológica RS e visam a introduzir melhorias à minuta do guia orientativo de incerteza.

Uma vez realizadas as adequações finais na minuta do guia orientativo de incerteza, o documento passa pela aprovação oficial da Rede Metrológica RS, conforme diretrizes estabelecidas no documento interno da organização, RM 47 (RMRS, 2008).

Após aprovação, o guia orientativo de incerteza é distribuído aos avaliadores e o documento é disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na *internet*, para que qualquer pessoa interessada, inclusive de laboratórios avaliados, possam ter acesso ao documento.

Os avaliadores são então treinados no novo documento. Ao término do treinamento, a opinião dos avaliadores é coletada através da aplicação de um questionário que considera a visão dos avaliadores para questões como atingimento aos objetivos previstos na elaboração do guia orientativo de incerteza e a contribuição do documento para a melhoria das avaliações de laboratório.

Ao concluir esta etapa, a introdução da melhoria é considerada padronizada, pois estará difundida para os avaliadores e será usada na rotina das avaliações de laboratórios realizadas pela Rede Metrológica RS. Assim, estará concluído um ciclo PDCA de melhoria.

Em alinhamento à abordagem voltada para a melhoria contínua, qualquer necessidade futura de aprimoramento do guia orientativo de incerteza gerará uma demanda para iniciar mais um ciclo PDCA e assim sucessivamente. Desta forma, o documento não deverá ser estático, mas sim, ser adaptável conforme as necessidades.

4 RESULTADOS DA IMPLANTAÇÃO DO GUIA ORIENTATIVO

A implantação do guia orientativo de incerteza dos avaliadores seguiu as etapas estabelecidas pelo ciclo de melhoria PDCA, conforme Figura 3, apresentada anteriormente no capítulo 3. Os resultados de cada etapa encontram-se descritos a seguir.

4.1 RESULTADOS DA ETAPA *PLAN*

A etapa *plan* de elaboração do guia orientativo de incerteza dos avaliadores foi dividia em cinco subetapas: *a*) pesquisa quantitativa com os avaliadores para identificação de suas deficiências e dúvidas com relação ao tema; *b*) levantamento de dados históricos das avaliações para detectar eventuais discrepâncias entre as áreas de ensaio e calibração; *c*) entrevistas com especialistas para obter um panorama mais abrangente sobre o tema e opiniões sobre as dificuldades; *d*) pesquisa de documentos de referência; *e*)consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza dos avaliadores. Os resultados obtidos em cada uma das subetapas são apresentados a seguir.

4.1.1 Pesquisa com os avaliadores

A pesquisa com os avaliadores foi realizada através de questionário que contou com perguntas abertas e fechadas, conforme apresentado no Apêndice A. O questionário foi respondido por e-mail. Dos 35 avaliadores em atividade da Rede Metrológica RS, houve um retorno de 25 respostas, ou aproximadamente 71%, evidenciando uma alta taxa de retorno.

A primeira pergunta do questionário refere-se à área técnica de atuação do avaliador, que deveria indicar se atuava em avaliações de laboratórios na área de calibração e/ou ensaio.

Dos respondentes da pesquisa, 48% estão qualificados para atuar somente na área de ensaio; 36% na área de calibração e ensaio simultaneamente; 12% somente em calibração e 4% somente sistema de gestão, conforme Figura 5 a seguir.

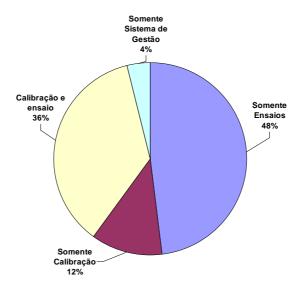


Figura 5 – Percentual de avaliadores por área de atuação na pesquisa realizada Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

Observa-se, portanto, que há um maior número de avaliadores qualificados para atuar na área de ensaios que na área de calibração. O retorno da pesquisa reflete neste ponto proporção similar a de todo o grupo de avaliadores. Se considerarmos a totalidade dos avaliadores em atividade na Rede Metrológica RS, 54,3 % estão qualificados para atuar somente na área de ensaio, 17,1 % na área de calibração e ensaio; 14,3 % somente em calibração e 14,3 % somente na área de sistema de gestão. Segundo Albano (2008), o número maior de avaliadores da área de ensaios reflete uma necessidade da Rede Metrológica RS por avaliadores técnicos especialistas em áreas específicas de ensaios, tais como química e microbiologia, uma vez que essas são áreas que apresentam maior crescimento no número de laboratórios avaliados.

A segunda e a terceira questões da pesquisa abordaram a experiência do avaliador, questionando o número aproximado de avaliações realizadas pelo avaliador e o seu tempo de experiência, em anos, como avaliador de laboratórios. Os resultados das questões três e quatro estão apresentados, sob forma de percentual, nas Tabelas 3 e 4 a seguir. Os percentuais foram calculados com base no número de respostas em cada uma das opções, dividido pelo número total de respostas para cada área de atuação.

Tabela 3 – Respostas dos avaliadores técnicos para o número de avaliações realizadas

Quantas avaliações em laboratórios	% pa	% Independente		
você já realizou?	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração	da área
Nunca realizei	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
Até 3	16,7%	0,0%	0,0%	8,3%
De 4 a 6 avaliações	16,7%	0,0%	0,0%	8,3%
De 7 a 10 avaliações	16,7%	0,0%	33,3%	12,5%
De 11 a 20 avaliações	25,0%	44,4%	0,0%	29,2%
Mais de 20 avaliações	25,0%	55,6%	66,7%	41,7%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Tabela 4 – Respostas dos avaliadores técnicos para tempo de experiência em avaliações

Quantos anos você tem de	e % para avaliadores atuantes em:			% Independente
experiência como avaliador?	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração	da área
Menos de 1 ano	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
De 1 a 2 anos	16,7%	0,0%	0,0%	8,3%
De 2 a 5 anos	50,0%	11,1%	33,3%	33,3%
De 5 a 10 anos	25,0%	55,6%	66,7%	41,7%
Mais de 10 anos	8,3%	33,3%	0,0%	16,7%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Percebe-se, pelas Tabelas 3 e 4 que o grupo de avaliadores da Rede Metrológica RS, independente da área de atuação, possui grande experiência em avaliações de laboratórios, seja em termos de número de avaliações realizadas ou em tempo de atuação como avaliador, pois 70,9% possuem pelo menos onze avaliações já realizadas e 57,9% possuem, no mínimo, cinco anos de experiência como avaliador. Observa-se também que os menos experientes são aqueles atuantes na área de ensaio.

A pesquisa com os avaliadores também proporcionou uma oportunidade para uma auto-avaliação quanto aos conhecimentos dos avaliadores em incerteza de medição. Na questão quatro, os avaliadores responderam à pergunta 'qual o seu grau de conhecimento sobre o procedimento de cálculo de incerteza segundo o Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM)?', podendo classificar suas respostas em uma das opções: desconheço, conheço pouco, conheço razoavelmente, possuo bom conhecimento e domínio o procedimento de cálculo.

A Tabela 5 a seguir foi estruturada de acordo com as respostas dos avaliadores para a quarta questão, estratificando-as de acordo com as áreas de atuação dos avaliadores. Para efeitos de comparação, os resultados também foram apresentados independentemente da área de atuação dos avaliadores.

33,3%

16,7%

Qual o seu grau de conhecimento sobre o procedimento de cálculo de	% pa	% Independente			
incerteza do GUM?		Ambas as Áreas	Somente Calibração	da área	
Não possuo conhecimento	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	
Conheço pouco	33,3%	0,0%	0,0%	16,7%	
Conheço razoavelmente	50,0%	40,0%	0,0%	33,3%	

16,7%

0.0%

Possuo bom conhecimento

Domino o procedimento de cálculo

Tabela 5 - Respostas dos avaliadores técnicos para o conhecimento sobre o procedimento do GUM

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

60,0%

0.0%

42,9%

57.1%

A partir dos resultados da Tabela 5, percebe-se que apenas 50% dos avaliadores (independente da área de atuação) possuem bom conhecimento ou dominam o procedimento de expressão da incerteza de medição segundo o GUM. Se for considerado o percentual de avaliadores classificados entre bom conhecimento de incerteza ou com domínio do procedimento de cálculo, percebe-se claramente que há diferenças entre aqueles atuantes somente na área de ensaios e os da área de calibração, conforme indicado na Figura 6:

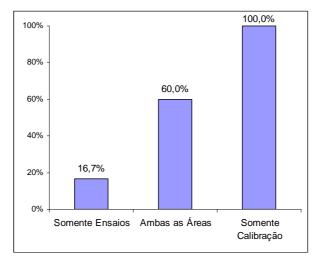


Figura 6 – Percentual de avaliadores na pesquisa classificados com bom conhecimento de incerteza ou com domínio do procedimento de cálculo estratificado de acordo com a área de atuação

Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

A Figura 6 indica que apenas 16,7% dos avaliadores da área de ensaio possuem classificação entre bom conhecimento de incerteza ou com domínio do tema. Este percentual aumenta para avaliadores atuantes em ambas as áreas e chega a 100% quando somente avaliadores da área de calibração são considerados.

Através da análise por Tabela de Contingência, conforme Tabela 6, pode-se concluir com um nível de significância $\alpha = 5\%$ que: a) há uma associação local entre o grau de conhecimento 'conheço pouco' e área 'somente ensaios'; b) há uma associação local entre o grau de conhecimento 'domino o procedimento de cálculo' e área 'somente calibração'. Em outras palavras, isso evidencia que a carência maior é encontrada nos avaliadores da área de ensaios, que são justamente aqueles com menor experiência em avaliações. A Tabela 6 apresenta os valores dos resíduos padronizados para a Tabela de Contingência.

Tabela 6 – Valores dos resíduos padronizados para a Tabela de Contingência

Qual o seu grau de conhecimento sobre o procedimento	% para avaliadores atuantes em:				
de cálculo de incerteza do GUM?	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração		
Não possuo conhecimento	-	-	-		
Conheço pouco	2,19	-1,12	-1,41		
Conheço razoavelmente	1,73	0,36	-2,22		
Possuo bom conhecimento	-1,73	1,42	0,64		
Domino o procedimento de cálculo	-2,19	-1,12	3,41		

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Os resíduos padronizados da Tabela 6 maiores que 1,96 indicam uma associação local significativa entre os níveis, considerando $\alpha = 5\%$. Como referência para a construção da Tabela de Contingência foi consultado Montgomery (2003).

Os resultados de tal levantamento indicam, por um lado, a sinceridade dos avaliadores da área de ensaios em suas respostas e, por outro, podem indicar uma falta de conhecimento conceitual. Muitos avaliadores da área de ensaio, sobretudo na química, podem ter respondido que não possuem bom conhecimento ou o domínio do método do GUM porque podem acreditar que o documento de referência da EURACHEM (2000) trata-se de um método alternativo ao GUM, quando, na verdade, é um documento derivado.

Considerando que o maior número de avaliadores atua justamente na área de ensaio, fica evidente a necessidade de tomada de ações para melhor qualificar o grupo de avaliadores da Rede Metrológica RS. O guia orientativo de incerteza proposto no presente trabalho é uma ação neste sentido.

A pesquisa também serviu para identificar as principais dúvidas dos avaliadores quanto ao tema incerteza de medição. A questão cinco do questionário foi uma pergunta aberta, na qual o avaliador era solicitado a descrever suas dúvidas sobre o procedimento de expressão da incerteza de medição. As dúvidas dos avaliadores foram agrupadas em cinco categorias, de acordo com a ocorrência: a) o que avaliar em termos de incerteza e como

proceder tal avaliação de forma adequada; b) dúvidas quanto à identificação de contribuições de incerteza pertinentes a ensaios ou calibrações; c) dúvidas no procedimento de cálculo de incerteza proposto pelo GUM; d) aplicações da incerteza em áreas específicas, como ensaios químicos e microbiológicos; e) solicitação de exemplos de cálculos de incerteza. A Tabela 7 apresenta o percentual de ocorrência das dúvidas dos avaliadores, agrupadas nas categorias descritas anteriormente. Os percentuais foram calculados considerando o número de sugestões em cada caso, dividido pelo número de sugestões em cada área de atuação.

Tabela 7 – Dúvidas dos avaliadores sobre incerteza de medição, conforme pesquisa realizada

Dúvidas dos Avaliadores	% pa	% Independente		
Duvidas dos Avanadores	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração	da área
O que avaliar em termos de incerteza e como proceder tal avaliação de forma adequada	32%	33%	20%	30%
Identificação de contribuições de incerteza pertinentes a ensaios ou calibrações	26%	0%	40%	26%
Dúvidas no procedimento de cálculo de incerteza proposto pelo GUM	16%	33%	20%	19%
Aplicações em áreas específicas, como em ensaios químicos e microbiológicos	16%	0%	20%	15%
Solicitação de exemplos práticos de cálculos de incerteza	11%	33%	0%	11%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Tais dúvidas foram analisadas e consideradas quando da elaboração do guia orientativo de incerteza dos avaliadores.

Cabe ressaltar, também, que a maioria das dúvidas foi apontada por avaliadores da área de ensaio (70,4%), o que indica uma maior carência em tal área. A Figura 7 mostra os percentuais das dúvidas em cada área de atuação. Os referidos percentuais foram calculados com base no número de dúvidas em cada área de atuação, dividido pelo número total de dúvidas apontadas.

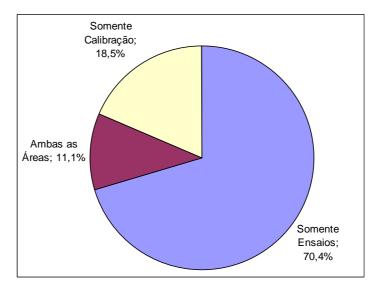


Figura 7 – Percentual de dúvidas apontadas pelos avaliadores de acordo com a sua área de atuação Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

A questão seis perguntava se o avaliador conhecia outro método de expressão da incerteza além do GUM e, caso positivo, o avaliador deveria indicar quais os métodos alternativos que conhecia. Do total, 72% responderam que não conheciam métodos alternativos de cálculo de incerteza. Dos 28% que alegaram conhecer métodos alternativos, 96% citaram métodos que são derivados do próprio GUM e apenas 4% citaram métodos que de fato são por princípio matemático distintos do GUM. Ainda que o grupo de avaliadores da Rede Metrológica RS seja de elevada experiência (conforme demonstrado nas Tabelas 3 e 4), tal resultado da pesquisa reforça a necessidade de aprimoramento de conceitos de incerteza nesse grupo.

Na questão sete, foi proporcionada novamente uma auto-avaliação quanto ao grau de conhecimento geral sobre o tema incerteza de medição na área de atuação do avaliador, incluindo a identificação de contribuições de incerteza relevantes na sua área, quantificação de tais contribuições e o processo de avaliação. A Tabela 8 apresenta as respostas, em percentuais, para a questão sete. Tais percentuais foram calculados considerando o número de respostas em cada opção, dividido pelo número de respostas em cada área de atuação.

Tabela 8 – Grau de conhecimento geral dos avaliadores sobre o tema incerteza de medição nas suas áreas de atuação como avaliador

Qual o seu grau de conhecimento geral	% pa	% Independente		
sobre o tema "incerteza" na sua área de atuação?	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração	
Não possuo conhecimento	8,3%	0,0%	0,0%	4,2%
Conheço pouco	16,7%	11,1%	0,0%	12,5%
Conheço razoavelmente	41,7%	11,1%	0,0%	25,0%
Possuo bom conhecimento	33,3%	44,4%	100,0%	45,8%
Domino o tema incerteza na minha área	0,0%	33,3%	0,0%	12,5%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Cabe ressaltar que essa questão difere da de número quatro no sentido de que a última enfoca os conhecimentos do avaliador no procedimento de expressão da incerteza propriamente dito, enquanto que a primeira enfoca nos conhecimentos gerais de incerteza na área de atuação do avaliador, envolvendo fundamentalmente a identificação de contribuições de incerteza relevantes para os ensaios e calibrações na área de atuação do avaliador, a quantificação das contribuições de incerteza e, também, o processo de avaliação da incerteza. Ainda que as referidas questões tenham objetivos distintos, elas estão de certa forma relacionadas. Tal fato pode ser comprovado pela correlação observada nas respostas de tais perguntas (p-value de 0,000000032). Assim, pode-se afirmar, de uma maneira geral, que aquele avaliador que possui poucos conhecimentos sobre o procedimento de expressão de incerteza de medição, também tem poucos conhecimentos gerais sobre o tema incerteza em sua área de atuação, incluindo a identificação e quantificação de contribuições de incerteza pertinentes e a avaliação da incerteza. Desta forma, aprimorar o conhecimento dos avaliadores no procedimento de expressão da incerteza de medição pode reduzir suas dúvidas dos avaliadores na avaliação da incerteza.

A questão oito da pesquisa solicitava sugestões dos avaliadores para o aprimoramento do processo de avaliação da incerteza de medição, quando da realização de avaliações em laboratórios de ensaio e calibração. A Tabela 9 apresenta as sugestões dos avaliadores agrupadas por tema. Os percentuais foram calculados considerando o número de sugestões em cada caso, dividido pelo número de sugestões em cada área de atuação.

Tabela 9 – Sugestões dos avaliadores para melhoria do processo de avaliação da incerteza de medição

Sugestões de melhoria do processo de avaliação	% pa	% Independente		
da incerteza de medição em laboratórios	Somente Ensaios	Ambas as Áreas	Somente Calibração	da área
Aprofundar conhecimentos dos avaliadores em métodos de cálculo de incerteza	22%	100%	33%	31%
Padronização de contribuições de incerteza	11%	0%	67%	23%
Padronização de critérios de avaliação	33%	0%	0%	23%
Maior discussão entre os avaliadores sobre o tema	33%	0%	0%	23%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Percebe-se, pela Tabela 9, que há grande necessidade de aprofundar o conhecimento dos avaliadores primeiramente com relação ao método de cálculo de incerteza. Também se percebe a necessidade de maior padronização das contribuições de incerteza em cada área de atuação e dos critérios de avaliação, além de uma maior discussão entre os avaliadores sobre o tema em áreas pouco exploradas, sobretudo em ensaios. Tais sugestões convergem para o objetivo do guia orientativo de incerteza, qual seja, o de melhorar o processo de avaliação de laboratórios com relação à avaliação da incerteza de medição. As sugestões e os resultados dessa pesquisa foram considerados para a definição dos tópicos do guia orientativo de incerteza dos avaliadores, conforme será exposto mais adiante nessa dissertação.

4.1.2 Levantamento de dados históricos

Nessa etapa, foi realizada uma análise quantitativa de dados históricos das avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS, para avaliar existência de eventuais diferenças entre o número de não-conformidades em incerteza de medição na área de ensaio e na área de calibração.

A análise foi realizada através do histórico do número de não-conformidades detectadas em cada avaliação realizada e o número de não-conformidades específicas detectadas com relação à incerteza de medição, comparando-os entre as áreas de atuação de ensaio e calibração. O histórico compreendeu o período de avaliações realizadas entre 2005 e 2007. Esse período foi definido em comum acordo com a coordenação da qualidade da Rede

Metrológica RS e deve-se ao fato de que, anterior a esse período, a ISO/IEC 17025 encontrava-se em outra edição e, portanto, os critérios de avaliação não eram os mesmos.

No levantamento realizado, foram analisados todos os relatórios das avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS no período especificado. A Tabela 10 apresenta as médias de não-conformidades detectadas nas avaliações de laboratórios especificamente relacionadas à incerteza de medição, estratificando entre as áreas de calibração e ensaio. Tais médias foram obtidas pela soma do total de não-conformidades detectadas durante o período, especificamente no que se refere à incerteza de medição, estratificada por laboratórios de calibração e de ensaio, dividido pelo número de avaliações realizadas.

Tabela 10 – Teste t para médias de não-conformidades detectadas em incerteza por avaliação em laboratórios de ensaio e calibração, presumindo variâncias diferentes

	Calibração	Ensaio
Média de não-conformidades em incerteza por avaliação	0,5361	0,2807
Variância	0,9388	0,4198
Número de avaliações realizadas no período	97	57
t calculado	1,9562	
t crítico uni-caudal	1,6551	

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Como pode ser visto pela Tabela 10, a pesquisa aponta que o número médio de não-conformidades relacionadas à incerteza é significativamente maior em laboratórios de calibração do que em laboratórios de ensaio, utilizando um teste t uni-caudal com um nível de significância de 5%. O teste t foi aplicado segundo Montgomery (2003).

Uma análise preliminar poderia levar à conclusão de que os laboratórios de ensaio encontram-se em um nível de qualificação muito superior em relação aos de calibração, quanto à adequada implementação da incerteza de medição. Então, seria possível concluir, precipitadamente, que o número de não-conformidades detectadas em incerteza não tem relação qualquer com os avaliadores e sim apenas com o nível de qualidade do laboratório e a sua área de atuação.

Entretanto, uma análise mais aprofundada sugere que esse fato não é a causa para a diferença entre as médias de não-conformidades detectadas. Se as médias de não-conformidades totais por avaliação forem comparadas (e não somente aquelas com relação à

incerteza), não se pode afirmar que há diferenças significativas entre as áreas de ensaio e calibração, para um nível de significância de 5%, conforme apresentado na Tabela 11:

Tabela 11 – Teste t para médias de não-conformidades totais por avaliação em laboratórios de ensaio e calibração, presumindo variâncias diferentes

	Calibração	Ensaio
Média de não-conformidades totais por avaliação	8,0825	8,0526
Variância	44,3890	35,3365
Número de avaliações realizadas no período	97	57
t calculado	0,0287	
t crítico uni-caudal	1,6568	

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Como os critérios para a avaliação de um laboratório de ensaio são os mesmos utilizados na área de calibração, é natural que a média de não-conformidades por avaliação seja semelhante em ambas as áreas, o que está confirmado na Tabela 11 apresentada anteriormente.

Então, é provável que a maior média de não-conformidades na área de calibração, especificamente com relação à incerteza de medição, se deva a outros fatores que não simplesmente a área de atuação do laboratório avaliado.

De fato, se fosse considerado somente o nível de conhecimento do laboratório com relação ao procedimento de cálculo de incerteza, seria natural esperar que um maior número de não-conformidades fossem detectadas em laboratórios de ensaio e não na área de calibração, como apontou a pesquisa. O maior número de não-conformidades na área de ensaio seria esperado devido a dois fatores. Primeiro, a incerteza para laboratórios de calibração é um requisito exigido há mais tempo, pelo menos desde a publicação internacional, em 1990, do ISO/IEC Guia 25 (ISO, 1990). Já na área de ensaio, é relativamente um requisito recente, sendo exigido, de fato, somente a partir do ano de 2003 (INMETRO, 2000), o que torna o tema menos explorado nessa última área. O segundo fator é que, em geral, os cálculos de incerteza em ensaios são mais complexos que os da área de calibração, envolvendo modelos matemáticos mais elaborados e um maior número de contribuições de incerteza. Assim, seria natural esperar justamente o contrário na pesquisa.

Contudo, os avaliadores da área de ensaio possuem, em geral, menor nível de conhecimentos sobre o tema incerteza de medição. Isso pode ser confirmado pela pesquisa

realizada com os avaliadores da Rede Metrológica RS, conforme apontado nas Tabelas 5 e 8, que apresentaram a auto-avaliação dos avaliadores quanto a conhecimentos sobre incerteza.

Como pôde ser visto na Figura 6, é evidente que há diferenças no nível de conhecimento sobre incerteza entre os avaliadores atuantes somente na área de ensaios e os da área de calibração.

Haja vista o exposto, pode-se justificar que a média de não-conformidades em incerteza nas avaliações de laboratórios de ensaio é menor do que a média em laboratórios de calibração possivelmente devido ao nível de conhecimento técnico dos próprios avaliadores sobre o tema incerteza de medição. Como os avaliadores de ensaios não dominam o tema incerteza, é natural que esses detectem um número menor de não-conformidades nas avaliações.

Assim, os resultados dessa etapa de pesquisa reforçam a necessidade de estabelecimento do guia orientativo de incerteza dos avaliadores e indicam a necessidade de centralização de maiores esforços na área de ensaio, que é aquela que apresenta avaliadores com maior quantidade de dúvidas e menor nível de conhecimento em incerteza.

O guia orientativo de incerteza dos avaliadores torna-se, assim, uma oportunidade real para sanar dúvidas dos avaliadores e aprimorar o nível das avaliações realizadas, padronizando conceitos e enfoques durante a avaliação de laboratórios na área de incerteza.

4.1.3 Entrevista com especialistas

As entrevistas realizadas individualmente com especialistas em metrologia tiveram como objetivo coletar as opiniões de tais profissionais quanto à avaliação da incerteza de medição para, dessa forma, auxiliar na definição dos tópicos do guia orientativo de incerteza. Foram entrevistados representantes da Rede Metrológica RS, avaliadores de laboratórios e especialistas convidados do Inmetro. Todos os entrevistados autorizaram a publicação das entrevistas.

De acordo com Pizzolato (2006), como as entrevistas individuais têm uma abordagem qualitativa, o grupo de pessoas escolhido não necessita ser estatisticamente representativo da população, mas deve propiciar informações úteis a respeito dela. A seleção dos entrevistados foi realizada em comum acordo com a coordenação da qualidade da Rede Metrológica RS e primou, nesse sentido, pela escolha de profissionais experientes na área de incerteza de medição, conforme segue: *a*) um avaliador experiente da Rede Metrológica RS

na área de calibração; b) um avaliador experiente da Rede Metrológica RS na área de ensaios; c) um avaliador experiente da Rede Metrológica RS em ambas as áreas; d) o Coordenador da Qualidade da Rede Metrológica RS; e) a Coordenadora do Comitê Técnico (CT) de Reconhecimento de Competência da Rede Metrológica RS; f) três especialistas do Inmetro em incerteza de medição.

A Figura 8 apresenta a relação dos nomes dos especialistas consultados neste trabalho:

Área	Especialista Entrevistado
Coordenador da Qualidade	Filipe de Medeiros Albano, MSc
CT de Reconhecimento de Competência	Dra. Morgana Pizzolato
Avaliador em ensaio e calibração	Eng. Luiz Henrique Ferreira
Avaliadora em calibração	Eng. Noara Foiatto
Avaliadora em ensaio	Magali da Silva Rodrigues, MSc
Especialista do Inmetro	Dr. Gregory Kyriazis
Especialista do Inmetro	Valter Y. Aibe, MSc
Especialista do Inmetro	Paulo Couto, MSc

Figura 8 – Grupo de especialistas entrevistados

Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

As entrevistas foram conduzidas de forma semi-estruturadas, ou seja, existindo apenas um roteiro básico de questionamentos, o qual pôde ser acrescentado de perguntas complementares para esclarecimentos. O roteiro básico com os entrevistados que consistiu em coletar as opiniões dos especialistas quanto a: a) principais dúvidas e dificuldades na área de incerteza por parte dos avaliadores; b) sugestões de prioridades a serem dadas para o guia orientativo de incerteza dos avaliadores; c) sugestões de tópicos a incluir no guia orientativo de incerteza dos avaliadores; d) outras recomendações e observações que o entrevistado julgar importante com relação à incerteza de medição nas avaliações.

Durante as entrevistas, foi percebido que os especialistas, devido as suas distintas áreas de atuação e experiências profissionais, possuem visões diferentes sobre questões com relação à incerteza de medição. Tal fato é perfeitamente justificável, pois a metrologia abrange diversas áreas, cada qual com suas especificidades. Ressalta-se, também, que todos os entrevistados consideraram o trabalho de implantação do guia orientativo de incerteza uma

válida oportunidade de melhoria no processo de avaliação de laboratórios da Rede Metrológica RS.

Um resumo das principais considerações individuais dos especialistas, durante as entrevistas realizadas, encontra-se no Apêndice B.

Com base nos resultados das entrevistas, pode-se concluir que:

- a) a importância da incerteza na tomada de decisão foi enfatizada por praticamente todos os entrevistados; convém que o guia orientativo de incerteza enfatize essa importância;
- b) a maioria dos entrevistados ressaltou que os clientes dos laboratórios, fundamentalmente a indústria, raramente conhecem o tema 'incerteza de medição' e geralmente não o consideram quando da tomada de decisões; no mesmo sentido, os avaliadores muitas vezes não atentam para essa questão; convém, assim, que o guia orientativo de incerteza realce o impacto da incerteza na tomada de decisões;
- c) como os clientes geralmente não exigem a expressão da incerteza dos resultados, principalmente na área de ensaio, os laboratórios muitas vezes não realizam uma investigação detalhada de sua incerteza;
- d) na área de ensaio, a carência com relação ao tema, tanto por parte dos avaliadores, quanto por parte dos laboratórios, é maior; portanto, convém que o guia orientativo de incerteza priorize as carências na área de ensaio;
- e) é necessário buscar enfoque claro, objetivo e simples na redação do guia orientativo de incerteza dos avaliadores, pois a idéia é que o documento seja uma instrução prática;
- f) deve-se manter o foco em elevar o nível de conhecimentos do grupo de avaliadores como um todo, priorizando a área de ensaio, que em média possui conhecimentos deficientes em incerteza, conforme ratificado pela pesquisa com os avaliadores, constante no item 4.2.1;
- g) a maior necessidade atual ainda está em disseminar os conceitos do método do GUM; a abordagem de outros métodos alternativos, como por exemplo Monte Carlo, poderá ser uma ação de treinamento futura da Rede Metrológica RS, porém não é prioritária no momento; dessa forma, o guia orientativo de incerteza dos avaliadores focou exclusivamente o método do GUM;

- h) convém agregar ao guia orientativo de incerteza dos avaliadores exemplos práticos de incerteza, na medida do possível;
- *a*) é importante o estabelecimento de uma *check-list* específica para auxiliar os avaliadores na avaliação da incerteza de medição.

Adicionalmente ao grupo de especialistas, também foram consultados um representante de laboratório de ensaio e um de calibração, conforme Figura 9. O objetivo desta consulta foi observar a percepção de laboratórios com relação às avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS, especificamente quanto à incerteza de medição, e como essa incerteza é entendida pelos clientes dos laboratórios, complementando a entrevista com os especialistas. A seleção dos entrevistados foi feita de comum acordo com a coordenação da qualidade da Rede Metrológica RS.

Área de Atuação	Entrevistado
Gerente de Laboratório de Calibração	Nilo Gustavo Custódio Ardais
Gerente de Laboratório de Ensaio	Andréa Vidal dos Anjos

Figura 9 – Representantes de laboratórios consultados

Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

Um resumo das principais considerações individuais dos representantes dos laboratórios encontra-se no Apêndice C.

Com base nos resultados das entrevistas com os representantes dos laboratórios, pode-se concluir que:

- a) as avaliações da Rede Metrológica RS possuem boa imagem perante os laboratórios e são consideradas semelhantes às do Inmetro;
- b) quanto à incerteza de medição, há um atual enfoque dos avaliadores quanto as componentes consideradas pelos laboratórios na expressão da incerteza de medição; contudo, não há uma padronização de tais componentes, dependendo muito da visão e conhecimentos de cada avaliador;
- c) a implantação do guia orientativo de incerteza pode ser uma valiosa ferramenta para padronizar as componentes de incerteza exigidas nas avaliações de laboratório; isso facilitaria tanto o trabalho do avaliador, quanto do laboratório avaliado.

Os resultados das entrevistas com os especialistas e com os representantes de laboratórios foram considerados quando do estabelecimento dos tópicos do guia orientativo de incerteza dos avaliadores, conforme descrito a seguir:

4.1.4 Análise crítica de documentos derivados do GUM

A seguir, é apresentado o resultado de uma pesquisa que teve por objetivo análisar criticamente os principais documentos derivados do GUM, identificando pontos positivos e negativos e comparando-os com o GUM. Os documentos abordados são: EA (1999), EA (2003), EURACHEM/CITAC (2000), IPAC (2006), IPAC (2007), NORDTEST (2003) e UKAS (2007).

4.1.4.1 DOCUMENTO EA (1999)

O documento EA (1999) é direcionado à área de calibração, trazendo uma consistente revisão teórica do GUM e diversos exemplos aplicados. Contudo, muito dos conteúdos teóricos encontram-se somente na parte de exemplos do documento, o que pode comprometer sua clareza e dificultar a busca de informações pelo leitor. O documento, como um dos poucos, ressalta a importância do detalhamento de um modelo matemático da medição que contemple todas as componentes de incerteza, em consonância com o GUM.

Quando a incerteza padrão combinada é dominada fortemente por uma única distribuição diferente da normal, EA (1999) traz um método alternativo para o estabelecimento do fator de abrangência k. Tal método é baseado na convolução e, como tal, é válido apenas para modelos matemáticos aditivos. Contudo, tal restrição não é advertida no documento.

Adicionalmente, destacam-se como pontos positivos o fato de que o documento trata do caso de variáveis correlacionadas e discute a aplicação da melhor capacidade de medição, que é a menor incerteza que um laboratório de calibração pode obter dentro de seu escopo de acreditação.

Por fim, vale destacar que o documento, uma vez que traz uma consistente revisão teórica do método do GUM, poderia exemplificar o caso de aplicações de incerteza que

consideram a expansão de mais alta ordem da série de Taylor. Infelizmente tal caso não é contemplado no documento.

4.1.4.2 DOCUMENTO EA (2003)

O EA (2003) é o mais abrangente documento derivado do GUM para a área de ensaio, sendo aplicável a qualquer de medição quantitativa. Ele traz uma revisão teórica bastante resumida do GUM, porém agrega valor quando detalha meios para o usuário avaliar as aproximações envolvidas na aplicação do método, especificamente com relação à aplicabilidade do Teorema do Limite Central.

Quando a incerteza padrão combinada é dominada fortemente por uma única distribuição diferente normal, o documento traz um método alternativo para a obtenção do fator de abrangência k. EA (2003) sugere, nessa situação, utilizar o k correspondente da distribuição dominante. Essa é uma abordagem bastante prática, porém o devido cuidado deve ser dado na sua aplicação, pois pode acarretar em aproximações não controladas na expressão da incerteza de medição.

Adicionalmente, outro ponto positivo a destacar de EA (2003) é que o documento descreve como os dados de validação de métodos e de controle de qualidade podem ser utilizados na expressão da incerteza de medição em ensaios. Tais dados incluem tanto os estudos intralaboratoriais, como os interlaboratoriais.

Por se tratar de um documento genérico da área de ensaios, não há qualquer tipo de exemplo, o que pode dificultar o entendimento dos conceitos pelo leitor.

4.1.4.3 DOCUMENTO EURACHEM/CITAC (2000)

O guia de incerteza descrito em EURACHEM/CITAC (2000) é o mais completo documento orientativo de incerteza específico à área de ensaios químicos e físico-químicos. Traz uma revisão teórica resumida do GUM e agrega diversos exemplos em sua área.

EURACHEM/CITAC (2000) foi desenvolvido com base no trabalho de Ellison e Barwick (1998a). Em tal trabalho, os autores propõem um protocolo para avaliação da incerteza de medição aplicado à química analítica, a partir de dados de estudos de validação de métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório, considerando as informações sobre a

precisão, exatidão e robustez do método obtida em tais estudos. Os autores explicam como combinar tais componentes de incerteza no âmbito do método do GUM. Posteriormente, Barwick *et al.* (2000) exemplificam uma aplicação prática desse protocolo.

Adicionalmente, os trabalhos de Barwick e Ellison (1998) e Ellison e Barwick (1998b) propõem princípios de uma abordagem que utiliza o diagrama de causa e efeito para avaliar as incertezas. Considerando tais trabalhos, o documento EURACHEM/CITAC (2000) foi publicado no sentido de detalhar os princípios de aplicação do GUM no ambiente da química analítica. Assim, como grande vantagem, está a sua linguagem direta e os exemplos práticos incorporados ao longo do documento, que consideram os dados de validação de método e de controle de qualidade do laboratório. Isto proporcionou um melhor entendimento sobre os conceitos de incerteza para comunidade da área química.

Para facilitar a sua aplicação, EURACHEM/CITAC (2000) traz uma relação de componentes de incerteza típicas na área da química e descreve como a incerteza pode ser expressa em função da concentração do analito na amostra.

Também como pontos positivos, EURACHEM/CITAC (2000) traz duas ferramentas gráficas que auxiliam o laboratório: o diagrama de causa e efeito e o gráfico das contribuições de incerteza. O primeiro é utilizado para apresentar as componentes de incerteza, evitando dupla contagem de uma componente e agrupando aquelas cuja origem é a mesma. O segundo é utilizado para identificar visualmente aquelas componentes que mais influenciam a incerteza combinada e, dessa forma, propiciar uma oportunidade para que o laboratório tome ações de melhoria. Adicionalmente, o guia descrito em EURACHEM/CITAC (2000) apresenta o método de simulação de Kragten para facilitar a obtenção dos coeficientes de sensibilidade.

Cabe também ressaltar que EURACHEM/CITAC (2000), como um guia simplificado de incerteza, não observa em detalhes as premissas para a aplicação do GUM. O documento não aborda o caso de grandezas de entrada correlacionadas, o que de fato pode ocorrer na área da química, e induz à utilização do valor de k=2, como constante, o que em diversas aplicações pode ser inadequado. Também convém observar que a equação utilizada para avaliação da incerteza associada à interpolação em uma curva de regressão, EURACHEM/CITAC apresenta uma equação resumida para o caso de regressão linear simples não ponderada. Neste sentido, a equação descrita em ABNT/INMETRO (2003) é preferível, por ser genérica.

Dois outros documentos específicos já foram elaborados sendo derivados de EURACHEM/CITAC (2000). Um deles descreve um guia de incerteza específico para o

processo de amostragem na química (EURACHEM/CITAC, 2007a) e o outro trata de como utilizar as informações de incerteza para a correta interpretação de resultados de medição e para a avaliação da conformidade frente a limites especificados (EURACHEM/CITAC, 2007b).

4.1.4.4 DOCUMENTO IPAC (2006)

O documento IPAC (2006) aborda uma área de ensaios com poucas referências sobre a expressão da incerteza de medição. Trata-se da área microbiológica. O documento apresenta uma abordagem fácil e traz exemplos aplicados, os quais utilizam como base dados de validação de métodos e de controle da qualidade.

Na área microbiológica, as contagens de bactérias podem ser descritas por uma distribuição de probabilidade log-normal. Desta forma, IPAC (2006) descreve um tratamento necessário para converter os dados para uma base logarítmica e, após os cálculos, retornar para a unidade de medida do ensaio.

Pelas dificuldades específicas da área, a aplicação dos conceitos de IPAC (2006) fornece apenas uma estimativa simplificada da incerteza, a qual considera apenas os efeitos aleatórios de reprodutibilidade. Dessa forma, o documento não aborda em detalhes o método do GUM e nem trata da questão de avaliar o modelo matemático da medição.

4.1.4.5 DOCUMENTO IPAC (2007)

O documento IPAC (2007) é específico para a área de ensaios químicos e físicoquímicos. Possui clareza e didática facilitada para o leitor. Traz diversos exemplos e, sendo específico, descreve formas de como o laboratório de ensaio pode estimar a precisão e a exatidão do método e utilizar tais informações na incerteza de medição. Também descreve uma abordagem que utiliza dados de comparações interlaboratoriais.

Ainda como ponto positivo, o documento explica como combinar a incerteza dos padrões utilizados para construir uma curva de regressão com a incerteza do valor interpolado na curva.

Sendo um guia simplificado, IPAC (2007) não observa em detalhes as premissas para aplicação do GUM, induzindo à utilização do valor constante de k=2, o que pode estar inadequado. O documento também não trata do caso de grandezas de entrada correlacionadas.

4.1.4.6 DOCUMENTO NORDTEST (2003)

O guia NORDTEST (2003) é aplicável a laboratórios de ensaios químicos e físicoquímicos da área de meio ambiente. O documento traz diversos exemplos aplicados e demonstra, com uma abordagem bastante simplificada, como utilizar dados de validação e controle de qualidade. Ainda como pontos positivos, NORDTEST (2003) traz um roteiro para sua aplicação, facilitando o entendimento por parte do leitor.

Por outro lado, NORDTEST (2003) é um guia mais simplificado do que EURACHEM/CITAC (2000) e IPAC (2007) e, assim como os anteriores, induz à utilização do valor constante de k=2.

Em suas simplificações, NORDTEST (2003) não aborda em detalhes a especificação do modelo matemático da medição, e considera apenas como componentes de incerteza a precisão e a exatidão. Nesse último, ressalta-se que o documento recomenda a inclusão da estimativa do erro sistemático do método na expressão da incerteza de medição, o que, segundo ABNT/INMETRO (2003) é desaconselhável. Em o laboratório conhecendo a estimativa do erro sistemático do método, o ideal é aplicar o devido fator de correção ao resultado da medição (ABNT/INMETRO, 2003).

4.1.4.7 DOCUMENTO UKAS (2007)

O documento UKAS (2007) é um guia genérico de incerteza de medição, sendo aplicável tanto a ensaios quanto a calibrações. Contudo, sua extensa seção de exemplos cobre apenas essa última área.

UKAS (2007) detalha o processo de especificação do modelo matemático da medição e discute como utilizar informações prévias do histórico de repetitividade da medição na expressão da incerteza, na situação em que o mensurando é obtido por meio de uma medida única. Nesse ponto, convém ressaltar que UKAS (2007) considera erradamente tais dados históricos como componentes do Tipo A. Dados históricos, ainda que tenham sido obtidos por meio de uma avaliação estatística, são consideradas pelo GUM como componentes do Tipo B (ABNT/INMETRO, 2003).

Adicionalmente como pontos positivos, vale destacar que UKAS (2007) discute a aplicação da melhor capacidade de medição e descreve um método alternativo para o

estabelecimento do fator de abrangência k, quando a incerteza padrão combinada é dominada fortemente por uma única distribuição diferente normal. Tal método, similar ao descrito em EA (1999) é baseado na convolução e, como tal, é válido apenas para modelos matemáticos aditivos. Contudo, tal restrição, assim como em EA (1999) não é advertida no documento.

Por fim, vale destacar que o documento, uma vez que traz uma consistente revisão teórica do método do GUM, poderia exemplificar o caso de aplicações de incerteza que consideram a expansão de mais alta ordem da série de Taylor. Da mesma forma que em EA (1999), tal caso não é contemplado no documento.

4.1.4.8 COMPARATIVO ENTRE OS DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

A Figura 10 apresenta um resumo comparativo entre os principais documentos de referência descritos anteriormente, identificando suas aplicações, principais pontos positivos e principais pontos negativos e comparando-os com o GUM.

Doc	Aplicações	Pontos positivos específicos	Pontos negativos específicos
GUM	Calibração e ensaio em geral	 padroniza um método aceito internacionalmente; método universal aplicável a qualquer medição; matematicamente consiste e derivável; detalhado e, ao mesmo tempo, de fácil aplicação, esclarecendo e diferenciando conceitos na área; não requer o conhecimento completo da distribuição de probabilidade das variáveis; o método é transferível; não requer a distinção entre componentes de origem aleatórias e sistemáticas; não requer softwares específicos. 	 na não linearidade modelo matemático da medição, u_c(y) pode não ser inadequada; não detalha como avaliar as aproximações geradas na sua aplicação; não padroniza a formatação de uma planilha de incerteza; traz poucos exemplos; induz à utilização da distribuição normal ou da distribuição t-Student, o que na prática, nem sempre é o mais adequado; não indica as restrições para a aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite.
EURACHEM/CITAC (2000)	Ensaio químico e físico-químico	 traz o gráfico das contribuições de incerteza; considera dados de validação e controle de qualidade; traz diversos exemplos aplicados; traz relação de componentes de incerteza típicas na área química; apresenta o método de simulação de Kragten; incerteza em função da concentração do analito; guia de incerteza mais completo da sua área. 	 a equação simplificada utilizada nos exemplos para avaliação da incerteza associada a uma curva de regressão se aplica somente à regressão linear simples não ponderada; induz ao valor constante k = 2; não trata possíveis correlações; guia simplificado, sem observar as premissas para aplicação do GUM.
EA (1999)	Calibração em geral	 traz diversos exemplos aplicados; detalha a estabelecimento do modelo matemático da medição; traz método alternativo para o k; trata do caso de correlações; discute a melhor capacidade de medição. 	 não traz casos de expansão de mais alta ordem da série de Taylor; não especifica que o método alternativo para o k é específico para modelos aditivos; muitas informações da teoria estão somente dentro dos exemplos.
EA (2003)	Ensaio em geral	 abrangente a qualquer ensaio quantitativo; define meios para avaliar as aproximações com relação ao Teorema do Limite Central; traz método alternativo para o k; considera dados de validação e controle de qualidade. 	não traz exemplos, sendo um documento pouco prático.
UKAS (2007)	Calibração e ensaio em geral	 traz diversos exemplos em calibrações; detalha a estabelecimento do modelo matemático da medição; discute como utilizar informações prévias de repetitividade na incerteza; traz método alternativo para o k; discute a melhor capacidade de medição. 	 não especifica que o método alternativo para o k é específico para modelos aditivos; não exemplifica casos na área de ensaios; considera erradamente dados históricos como componente do Tipo A; não traz casos de expansão de mais alta ordem da série de Taylor.
NORDTEST (2003)	Ensaio químico e físico-químico na área de meio ambiente	 traz diversos exemplos aplicados; exemplifica como utilizar dados de validação e controle de qualidade; traz um roteiro para sua aplicação. 	 guia simplificado, sem observar as premissas para aplicação do GUM; considera erros sistemáticos na incerteza; induz ao valor constante k = 2; não aborda o modelo matemático da medição; considera apenas componentes: exatidão e precisão.
IPAC (2006)	Ensaio microbiológico	 apresenta exemplos aplicados; abordagem de fácil cálculo; utiliza dados de validação e controle da qualidade 	 apresenta apenas uma estimativa simplificada da incerteza, sem considerar efeitos sistemáticos; não aborda o modelo matemático da medição.
IPAC (2007)	Ensaio químico e físico-químico	 documento claro e didático; detalha como combinar a incerteza dos padrões com uma curva de regressão; descreve abordagem baseada em dados de comparações interlaboratoriais; apresenta formas de estimativa da precisão e exatidão do método. 	 guia simplificado, sem observar as premissas para aplicação do GUM; induz ao valor constante k = 2; não trata possíveis correlações.

Figura 10 – Comparativo entre os documentos de referência de incerteza de medição.

Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

4.1.5 Consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza

Os tópicos definidos para o guia da incerteza dos avaliadores foram estabelecidos levando-se em consideração as sugestões obtidas através da pesquisa com os especialistas e representantes de laboratórios.

A Tabela 12 traz a tabulação dos tópicos sugeridos pelos entrevistados, de acordo com o índice de ocorrência relativa. Cada índice apresentado foi calculado somando-se o número de entrevistados que sugeriram o respectivo tópico dividido pelo total de entrevistados e multiplicado por 100. Dessa forma, a soma dos índices da Tabela 12 naturalmente não resulta em 100%:

Tabela 12 – Sugestões de tópicos para o guia orientativo de incerteza dos avaliadores

Sugestões de tópicos para o guia orientativo de incerteza dos avaliadores	Índice de ocorrência relativa
Descrever uma check-list com os itens a verificar quanto à incerteza	70%
Fornecer exemplos práticos de incerteza	40%
Padronização e orientações sobre componentes de incerteza na área de ensaio, incluindo a incerteza da amostragem, estudos de repetitividade e reprodutibilidade e curvas de regressão	40%
Padronização de componentes de incerteza na área de calibração	30%
Ressaltar a importância e o impacto da incerteza na tomada de decisão	30%
Descrever as formas como validar as planilhas eletrônicas de incerteza	30%
Realizar uma breve revisão sobre o método do GUM	20%
Descrever formas como monitorar e analisar criticamente a incerteza	20%
Realizar uma breve revisão sobre modelos matemáticos de medição	20%

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Observa-se que a sugestão de elaborar uma *check-list* é praticamente unânime entre os entrevistados. Também se observa a demanda por exemplos, orientações e padronizações de componentes de incerteza nas áreas de ensaio e calibração, assim como a necessidade de ressaltar a importância e o impacto da incerteza. Uma breve revisão sobre o método do GUM também se faz necessário, incluindo um tópico sobre modelos matemáticos de medição. Adicionalmente, também foi ressaltada a necessidade de descrever como o laboratório pode monitorar e analisar sua incerteza e as formas para executar as validações de planilhas eletrônicas de incerteza.

Assim sendo, tais tópicos listados na Tabela 12 foram os selecionados para serem abordados no guia orientativo de incerteza dos avaliadores. Adicionalmente, o guia orientativo de incerteza, por se tratar de um documento oficial da Rede Metrológica RS, deve obedecer à padronização dos documentos dessa organização. Assim, o documento deve conter ainda os seguintes tópicos padronizados pelo sistema de gestão da qualidade da Rede Metrológica RS: *a*) objetivo e campo de aplicação; *b*) referências; *c*) definições; *d*) metodologia.

4.2 RESULTADOS DA ETAPA DO

Uma vez definidos os tópicos do documento, a minuta do guia orientativo de incerteza dos avaliadores foi elaborada pelo presente autor. A formatação do documento obedeceu à padronização da Rede Metrológica RS.

4.2.1 Descrição geral do guia orientativo de incerteza elaborado

Em consenso com o grupo de especialistas, resolveu-se nomear o guia orientativo de incerteza dos avaliadores, por seu caráter prático e orientativo, como 'Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador de Laboratórios', sendo identificado no sistema de gestão da Rede Metrológica RS pelo código RM 68. Já a lista de verificação para avaliação da incerteza recebeu o nome de '*Check-list* para Avaliação da Incerteza de Medição', sendo identificada pelo código FR 53.

O RM 68 foi elaborado tomando-se como referência a estrutura de tópicos sugeridos pelos especialistas, conforme Tabela 12, e considerando também as dúvidas e sugestões dos avaliadores apresentadas nas Tabelas 7 e 9 e as considerações dos representantes dos laboratórios entrevistados. Os tópicos da minuta elaborada foram:

 a) objetivo e campo de aplicação: especifica que o guia é um documento complementar de avaliação da Rede Metrológica RS destinado a dirimir dúvidas dos avaliadores, assim como estabelecer critérios e orientações específicas para a avaliação da incerteza de medição, não substituindo o GUM;

- b) referências: apresenta as referências utilizadas de forma que o leitor, caso seja de seu interesse, possa se aprofundar com relação a qualquer aspecto abordado no documento;
- c) definições: remete às definições estabelecidas pelo VIM e pelo GUM;
- d) metodologia: descreve o procedimento a ser utilizado pela Rede Metrológica RS com relação à avaliação da incerteza, subdividido nos seguintes tópicos: *a*) o que é incerteza; *b*) importância e impacto da incerteza; *c*) breve revisão sobre o método de expressão da incerteza de medição; *d*) modelos matemáticos da medição; *e*) considerações sobre componentes de incerteza; *f*) validação de planilhas de incerteza de medição; *g*) monitoramento e análise crítica da incerteza de medição; *h*) o que avaliar em termos de incerteza durante uma avaliação de laboratórios.

Para um melhor entendimento, uma breve descrição sobre cada tópico do item 'metodologia' do guia orientativo de incerteza é apresentado na seqüência. A versão final do RM 68 encontra-se no Apêndice D.

4.2.2 Tópico 'o que é incerteza'

Esse tópico traz uma breve discussão sobre o conceito de incerteza de medição, detalhando a definição do GUM. O objetivo foi fundamentalmente explicar a diferença entre incerteza e erro e consolidar os conceitos, assim como detalhar a importância e impacto da incerteza para os laboratórios e seus clientes, incluindo a relevância da incerteza na tomada de decisões.

4.2.3 Tópico 'breve revisão sobre o método de expressão da incerteza de medição'

Esse item do guia orientativo de incerteza dos avaliadores descreve, sucintamente, o método do GUM, subdividindo-o em oito passos propostos pelo presente autor, apresentados sob forma de fluxograma. O fluxograma é uma ferramenta da qualidade fundamental para a padronização e entendimento de um determinado processo (CAMPOS, 1992).

O fluxograma proposto, conforme Figura 11, visa a facilitar o entendimento do passo a passo do método do GUM, fornecendo uma visão global sobre o referido método, uma vez que o GUM não contempla tais passos sob forma de fluxograma:

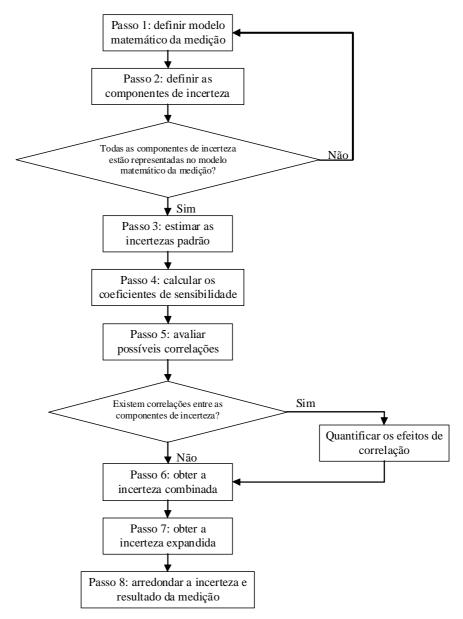


Figura 11 – Fluxograma dos passos para a expressão da incerteza de medição Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

O texto do RM 68 explica o detalhamento de cada um dos passos do fluxograma. O primeiro passo consiste em estabelecer um modelo matemático para a medição. Nesse passo, foi fornecido no RM 68 um exemplo de modelo matemático da medição para a área de ensaio e outro para a área de calibração.

O segundo passo consiste em definir as componentes de incerteza. Uma observação foi feita no sentido de atentar para uma análise cautelosa a fim de identificar todas as componentes de incerteza relevantes para a medição. O RM 68 adverte que, uma vez definidas as componentes de incerteza, deve-se verificar se todas elas estão devidamente

representadas como variáveis no modelo matemático da medição. Em caso negativo, deve-se complementar o modelo matemático pela introdução de tais variáveis.

O terceiro passo do fluxograma visa a estimar as incertezas padrão de cada uma das variáveis do modelo matemático da medição. Esse passo explica que as incertezas padrão são obtidas de acordo com os métodos de avaliação chamados pelo GUM de 'Tipo A' e 'Tipo B', detalhando cada um deles.

No quarto passo, são calculados os coeficientes de sensibilidade através das derivadas parciais do modelo matemático da medição em relação a cada uma das variáveis. Por envolver noções de cálculo diferencial, a obtenção de tais coeficientes é, não raras vezes, passível de dúvidas por parte dos avaliadores. Portanto, foi fornecido no RM 68 uma ajuda prática no cálculo de tais derivadas.

O quinto passo descreve como a correlação entre duas variáveis do modelo matemático da medição afeta a incerteza combinada de medição. São fornecidos exemplos de casos com variáveis correlacionadas no documento.

O passo seis apresenta como obter a incerteza combinada de medição, através da aplicação da lei de propagação de incertezas. O RM 68 inclui um exemplo em tal passo.

O sétimo passo explica a obtenção da incerteza expandida de medição, pela aplicação do Teorema do Limite Central. O RM 68 aborda, também, o cálculo dos graus de liberdade efetivos pela fórmula de Welch-Satterthwaite, para o caso de variáveis não correlacionadas, e pela equação generalizada de Willink, para o caso de variáveis correlacionadas. Ressalta-se que essa última equação não está compreendida pelo GUM, suprindo uma de suas limitações.

O passo oito explica a forma de arredondamento da incerteza e do resultado da medição, fornecendo um exemplo prático.

Muitas vezes, tanto os avaliadores, quanto os laboratórios avaliados, têm dúvidas quanto ao método descrito pelo GUM e acabam por realizar de forma incorreta ou, ainda, esquecer os passos desse método de expressão da incerteza. Assim, o fluxograma proposto objetivo propiciar um melhor entendimento do método do GUM para o leitor.

4.2.4 Tópico 'modelos matemáticos da medição'

Nesse tópico, foi feita uma breve descrição sobre o processo de estabelecimento do modelo matemático da medição, tarefa inicial fundamental para a expressão da incerteza de medição. Especial atenção foi dada a questão da necessidade do modelo matemático da

medição incorporar todas as variáveis que afetam a incerteza da medição, o que, na prática, muitas vezes não é observado.

4.2.5 Tópico 'considerações sobre componentes de incerteza'

Nesse item, são listadas possíveis componentes de incerteza em diversas áreas de calibração e ensaio, assim como é descrita a utilização de componentes de incerteza específicas, como o efeito da repetitividade e reprodutibilidade, curvas de regressão e a incerteza da amostragem.

Uma relação de componentes de incerteza específicas que podem ser relevantes em diversas áreas ensaio é apresentada no RM 68, estratificando por área de calibração e de ensaio. A relação foi elaborada baseada nas referências identificadas no item 3.1.4 desta dissertação e nos seguintes documentos adicionais: A2LA (2007), ABNT/INMETRO (2003), INMETRO (2006), ISO (1994), RMRS (2003) e RMRS (2004).

A relação de componentes de incerteza específicas para a área de calibração que foi incluída no RM 68 encontra-se na Figura 12.

Área de Calibração	Componentes de incerteza específicas
Eletricidade	a) incerteza herdada da calibração
	b) deriva do padrão
	c) condições ambientais
	d) incerteza de correções para erros sistemáticos
	e) efeitos das resoluções do padrão e instrumento em calibração
	f) desvio padrão da média das medições
Massa	a) incerteza herdada da calibração da massa de referência
	b) deriva do padrão
	c) desvio padrão da média das medições
	d) efeito da resolução da balança
	e) condições ambientais
	f) empuxo do ar
Temperatura	a) incerteza herdada da calibração do termômetro de referência
	b) deriva do padrão
	c) efeitos das resoluções do padrão e instrumento em calibração
	d) instabilidade e heterogeneidade do banho termostático
	e) correção da coluna emergente, quando da calibração de
	termômetros de imersão parcial
	f) tensão parasita da chave comutadora, para calibração de
	termopar
	g) temperatura da junção de referência, para calibração de
	termopar
	h) cabo de compensação, quando da calibração de termopares
	i) desvio padrão da média das medições
Dimensional	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) condições ambientais
	d) compressão elástica, relacionada à força de medição aplicada
	e) erro de cosseno
	f) erros geométricos (planeza e paralelismo)
	g) efeitos das resoluções do padrão e instrumento em calibração
	h) desvio padrão da média das medições
Pressão	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) incerteza de correções para erros sistemáticos
	d) efeitos das resoluções do padrão e instrumento em calibração
	e) desvio padrão da média das medições
	f) incerteza da diferença de altura entre o padrão e o instrumento
	em calibração
Torque	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) incerteza de correções para erros sistemáticos
	d) posicionamento do ponteiro do instrumento em calibração
	e) efeito da resolução do padrão
	f) desvio padrão da média das medições Componentes de incertora específicas em ércas de calibração

Figura 12 – Componentes de incerteza específicas em áreas de calibração

Fonte: figura elaborada pelo autor, (2009).

A relação de componentes de incerteza específicas para a área de ensaio que foi incluída no RM 68 encontra-se na Figura 13.

Área de Ensaio	Componentes de incerteza específicas	
Ensaios Químicos e Físico-	Ensaios titulométricos:	
Químicos	 a) incerteza do volume gasto na titulação da amostra 	
	b) incerteza do volume gasto na titulação do branco	
	c) incerteza da massa molar	
	d) incerteza da pureza do titulante	
	e) incerteza das diluições	
	f) repetitividade e reprodutibilidade intralaboratorial	
	Ensaios gravimétricos:	
	a) incerteza da massa inicial	
	b) incerteza da massa final	
	c) repetitividade	
	Ensaios instrumentais (espectrofotometria, cromatografia, etc.):	
	a) incerteza da curva de calibração	
	b) repetitividade	
	c) incerteza do volume ou massa tomada de amostra	
	d) incerteza de diluição	
	e) incerteza da recuperação	
	f) incerteza dos padrões	
Ensaios Microbiológicos e	Reprodutibilidade intralaboratorial	
Ecotoxicológicos		
Ensaios Mecânicos	Ensaios de Tração/Compressão:	
	a) incerteza na medição da força aplicada	
	b) incerteza na medição das dimensões do corpo de prova	
	c) condições ambientais	
	d) repetitividade	
	Ensaios de Dureza:	
	a) incerteza do padrão utilizado na verificação interna	
	indireta ou incerteza da calibração externa direta	
	b) repetitividade	
	c) efeito da resolução do durômetrod) condições ambientais	
	Ensaios de Impacto:	
	a) incerteza da máquina de ensaio	
	b) repetitividade	
	c) efeito da resolução da máquina	
	d) perdas por atrito	
	e) condições ambientais	
	e, condigues unicientuis	

Figura 13 – Componentes de incerteza específicas em áreas de ensaio

Fonte: figura elaborada pelo autor (2009).

As Figuras 12 e 13 são apenas orientativas. Em última análise, caberá ao avaliador verificar se as componentes listadas anteriormente são pertinentes em cada situação e se haverá outras componentes relevantes a serem consideradas.

As listagens das componentes de incerteza apresentadas nas Figuras 12 e 13 são uma útil ferramenta de apoio, tanto para os avaliadores, quanto para os laboratórios, pois condensam em um só documento, sob forma pioneira, informações sobre componentes de incerteza que se encontram em referências isoladas.

4.2.6 Tópico 'validação de planilhas de incerteza de medição'

O tópico em questão exemplifica maneiras pelas quais as planilhas eletrônicas utilizadas por laboratórios podem ser validadas, a fim de atender a requisitos normativos da ISO/IEC 17025.

A ISO/IEC 17025 determina em seu requisito 5.4.7 que os laboratórios devem assegurar que o *software* de computador desenvolvido pelo usuário esteja documentado em detalhes suficientes e apropriadamente validado, como adequado para uso (ABNT, 2005). Nesse contexto, o guia orientativo de incerteza destaca que a validação através da reprodução manual dos cálculos executados das planilhas eletrônicas de incerteza utilizadas pelo laboratório é apenas uma das formas de garantir tal validação. Outra possibilidade seria, por exemplo, a conferência das fórmulas de tais planilhas. Nesse caso, é ressaltado que deve ser verificado se todas as fórmulas constantes na planilha estão corretas e se essas referenciam as células pertinentes da planilha. Por fim, o guia ressalta que o avaliador deve buscar os registros do laboratório que evidenciem essa validação.

4.2.7 Tópico 'monitoramento e análise crítica da incerteza de medição'

Um importante fator que o avaliador deve considerar durante as avaliações é como o laboratório analisa criticamente a incerteza de medição. Nesse sentido, o RM 68 ressalta que a incerteza impacta em diversos pontos o sistema de gestão do laboratório e, portanto, deve ser devidamente monitorada e analisada. Tais pontos incluem:

- a) o processo de análise crítica de pedidos, propostas e contratos, para verificar se o laboratório possui um nível de incerteza capaz de satisfazer a necessidade do cliente;
- b) a garantia da qualidade, para monitorar a validade de resultados de ensaio e calibração;
- c) a identificação de oportunidades de melhoria, atuando sobre as variáveis que mais afetam a incerteza de medição;
- d) a validação de métodos, verificando se a incerteza do método é adequada para a aplicação do método em questão.

4.2.8 Tópico 'o que o avaliador deve avaliar em termos de incerteza'

Neste tópico, o RM 68 fornece uma listagem de itens que o avaliador deve verificar quando está avaliando a incerteza de medição de um laboratório. Adicionalmente, há uma referência a *check-list* FR 53, que detalha os itens a serem verificados, que incluem:

- a) a coerência do método de expressão da incerteza de medição utilizado pelo laboratório, tendo como referência o GUM ou com outra referência reconhecida nacional ou internacionalmente;
- b) as componentes de incerteza identificadas pelo laboratório, verificando se todos os fatores relevantes para o ensaio/calibração foram considerados;
- c) a adequação da forma como as componentes de incerteza foram estimadas;
- d) a adequação de todos os cálculos realizados pelo laboratório, incluindo cálculo dos coeficientes de sensibilidade, da incerteza padrão combinada e da incerteza expandida;
- e) o emprego dos critérios de arredondamento e a forma de declaração da incerteza nos certificados de calibração/relatórios de ensaio;
- f) a validação das planilhas eletrônicas de incerteza;
- g) a análise crítica da incerteza de medição por parte do laboratório
- h) a correta apresentação da melhor capacidade de medição.

4.2.9 Descrição da check-list FR 53

A *check-list* para avaliação da incerteza de medição, FR 53, foi elaborada no sentido de auxiliar o avaliador durante a atividade de avaliação do laboratório. A *check-list* identifica os itens que necessitam ser verificados pelo avaliador, quando da avaliação da incerteza.

A check-list foi subdivida nos seguintes tópicos de verificação por parte do avaliador: a) método de incerteza utilizado pelo laboratório; b) componentes de incerteza; c) validação das planilhas eletrônicas de incerteza; d) apresentação da incerteza; e) treinamento do pessoal quanto ao tema; f) adequação da incerteza na validação de métodos; g) a incerteza na garantia da qualidade de ensaio e calibração; h) a consideração da incerteza na análise crítica de pedidos; a) o controle de documentos relacionados à incerteza. O desdobramento de cada um dos tópicos listados anteriormente pode ser consultado no Apêndice E.

4.3 RESULTADOS DA ETAPA CHECK

Após a elaboração da minuta do guia orientativo de incerteza dos avaliadores e da *check-list* para avaliação da incerteza, os documentos passaram por uma verificação, na etapa *check*, pelo grupo de especialistas entrevistados anteriormente.

A verificação realizada teve como objetivo avaliar se os documentos elaborados abrangiam todos os tópicos previamente julgados como necessários, bem como se foram adequadamente redigidos e se possuem o potencial de atender aos propósitos estabelecidos. O resumo dos comentários dos especialistas encontra-se tabulado na Tabela 13. Os valores da Tabela 13 foram estratificados pelo tipo de sugestão e índice de ocorrência relativa, calculado como o número de sugestões recebidas por tipo, dividido pelo total de sugestões recebidas e multiplicado por 100 para obter uma medida em percentual.

Tabela 13 – Índice de ocorrência relativa de sugestões no RM 68

Tipo de sugestão	Índice de Ocorrência relativa
Correções gramaticais, de ortografia e de redação	52,8 %
Adequações técnicas e novos conteúdos propostos	20,8 %
Alterações na formatação de texto, figuras ou tabelas	18,1 %
Correção de unidades de medida e símbolos	4,2 %
Inclusão de referências específicas	4,2 %

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Ao total, foram recebidas 72 sugestões dos especialistas quanto à minuta do guia orientativo de incerteza, RM 68. Desse grupo, a maior parte (52,8 %) referiu-se a correções gramaticais, de ortografia e de forma de redação do guia. Adicionalmente, 20,8 % das sugestões recebidas referem-se a pequenas adequações técnicas e a recomendações para inclusão de novos conteúdos técnicos específicos. Destacam-se como principais sugestões a inclusão de um tópico que aborde as formas adequadas para a expressão da melhor capacidade de medição em laboratórios de calibração, assim como a inclusão das fórmulas utilizadas pelo GUM para a quantificação da incerteza de um valor medido através de uma curva de regressão. Ambos os tópicos foram incorporados à versão final do RM 68.

Com relação a *check-list* para avaliação da incerteza, FR 53, foram recebidos apenas dez comentários dos especialistas. Todos esses se referiram apenas a sugestões de alterações na forma de redação de determinados itens específicos da *check-list*, visando a um melhor entendimento para o leitor. Tais sugestões foram incorporadas à versão final do FR 53.

Uma vez alteradas as minutas de acordo com as sugestões recebidas, os documentos passaram por uma nova consulta pelo grupo de especialistas, apenas para ratificar as versões finais, tanto do RM 68, quanto do FR 53. Para cada consulta, foi dado um prazo de uma semana ao grupo de especialistas. A consulta foi encaminhada via *e-mail*.

4.4 RESULTADOS DA ETAPA ACT

Seguindo a visão do ciclo PDCA, a etapa *act* consistiu primeiramente em agir corretivamente para adequar aquilo que foi realizado para o planejado. Assim, as minutas do

RM 68 e do FR 53 foram aprimoradas, aproveitando as sugestões de melhoria dos especialistas descritas na etapa *check*.

Após as adequações finais, os documentos foram oficialmente aprovados pela Rede Metrológica RS. As versões finais encontram-se nos Apêndices D e E. A divulgação dos documentos para os avaliadores se deu por meio de uma seção de treinamento durante o evento anual de retreinamento dos avaliadores chamado de 'Seminário dos Avaliadores'. Para uma validação parcial da implantação do guia orientativo de incerteza, foram aplicadas, durante o evento, uma prova antes e outra depois do treinamento e verificado o incremento da nota média dos avaliadores em tais avaliações. As provas foram individuais, sem consulta e abordaram as questões de incerteza de medição tratadas no RM 68 e no FR 53. Todas as questões receberam igual peso, sendo a nota avaliada numa escala de 0 a 100. Os avaliadores tiveram um prazo 30 minutos para responder cada uma das provas. Os modelos de prova aplicadas encontram-se nos Apêndices F e G. As médias das notas antes e após a apresentação do treinamento encontram-se na Tabela 14:

Tabela 14 – Notas antes e após o treinamento dos avaliadores, estratificadas por área de atuação

	Nota antes do treinamento nas áreas			Nota após o treinamento nas áreas				
	Somente calibração	Somente ensaio	Ambas as áreas	Independente da área	Somente calibração	Somente ensaio	Ambas as áreas	Independente da área
Média	58,0	57,1	68,1	59,3	82,7	79,6	69,7	78,2
Desvio padrão	11,9	10,2	11,1	10,9	4,3	11,0	11,3	10,9
Número de dados	3	14	4	21	3	14	4	21

Fonte: tabela elaborada pelo autor, (2009).

Observa-se pelos dados da Tabela 14 que houve uma melhoria na nota média dos avaliadores em todas as áreas de atuação. Para confirmar tal melhoria as notas médias antes e após o treinamento foram comparadas através de um teste t, conforme Tabela 15:

Tabela 15 – Teste-t para nota média antes e após o treinamento

Área de atuação	t calculado	t crítico bi-caudal (α = 5 %)	p-value
Somente calibração	3,4	3,2	0,04
Somente ensaio	5,6	2,1	0,000007
Ambas as áreas	0,2	2,4	0,8
Independente da área	5,6	2,0	0,000002

Fonte: tabela elaborada pelo autor, (2009).

Pela avaliação dos dados da Tabela 15, pode-se concluir que houve uma melhoria significativa das notas médias dos avaliadores, independente da área de atuação (p-value de 0,000002), e também especificamente para as áreas somente calibração (p-value de 0,04) e somente ensaio (p-value de 0,000007). Ainda que a diferença não tenha sido significativa para os avaliadores que atuam em ambas as áreas (p-value de 0,8), a nota média de tais avaliadores é consideravelmente elevada (nota de aproximadamente 70), o que possibilita concluir que não é um fator problemático. O importante a destacar, pelos resultados obtidos da aplicação das provas, é que foi possível evidenciar uma melhoria geral dos conhecimentos dos avaliadores, independente da área de atuação e, também, especificamente na área de ensaios, onde as carências justamente eram as maiores.

Pode-se concluir, portanto, que a ação de melhoria introduzida com o guia orientativo de incerteza dos avaliadores, RM 68, e com a *check-list* para avaliação de laboratórios, FR 53, foi eficaz no sentido de melhorar a média geral de conhecimentos técnicos dos avaliadores. Tal resultado evidencia a contribuição dos documentos para propiciar melhorias no processo de avaliações de laboratórios quanto à incerteza de medição e possibilitaram, dessa forma, a validação parcial da implantação dos documentos.

Adicionalmente, ao término do treinamento, foi fornecido um questionário para avaliar a percepção de cada avaliador quanto ao guia orientativo de incerteza, RM 68, e a *check-list* para avaliação da incerteza, FR 53.

A primeira pergunta do questionário foi: 'você acredita que o RM 68 – Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador – contribuiu ou contribuirá para o aprimoramento de seus conhecimentos sobre o método de expressão da incerteza de medição definido pelo Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM) e nas suas dúvidas referente ao tema?' O avaliador pôde optar dentre três opções: *a*) acredito que contribuiu/contribuirá

significativamente para meu aprimoramento no tema; *b*) acredito que contribuiu/contribuirá razoavelmente para meu aprimoramento no tema; *c*) acredito que não contribuiu/contribuirá para meu aprimoramento no tema. Do total de 21 respondentes, 71 % acreditam que o guia orientativo de incerteza, RM 68, contribuiu/contribuirá significativamente para seu aprimoramento no tema e 29 % acreditam que o guia orientativo de incerteza contribuiu/contribuirá razoavelmente. Nenhum respondente alegou acreditar que o RM 68 não contribui/contribuirá para seu aprimoramento no tema.

A segunda pergunta do questionário foi: 'você acredita que o FR 53 – Check-list para Avaliação da Incerteza de Medição – o auxiliará na tarefa de avaliação da incerteza de medição em laboratórios'? O avaliador pôde optar dentre três opções: a) acredito que auxiliará significativamente na tarefa de avaliação da incerteza; b) acredito que auxiliará razoavelmente na tarefa de avaliação da incerteza; c) acredito que não auxiliará na tarefa de avaliação da incerteza. Do total, 76 % acreditam que a check-list, FR 53, auxiliará significativamente na tarefa de avaliação da incerteza e 24 % acreditam que auxiliará razoavelmente. Nenhum respondente alegou acreditar que a check-list FR 53 não auxiliará na tarefa de avaliação da incerteza.

Finalizando o questionário, foi reservado um espaço para comentários gerais sobre o RM 68 e FR 53 apresentados. Foram recebidos 16 comentários dos avaliadores, que foram agrupados entre: *a*) comentários positivos que ressaltam a importância do trabalho; *b*) sugestões de melhoria no RM 68; *c*) outros assuntos. A Tabela 16 apresenta os comentários gerais dos avaliadores, de acordo com o índice de ocorrência relativa, calculado como o número de comentários em um determinado estrato, dividido pelo número total de comentários recebidos e multiplicado por 100.

Tabela 16 – Comentários dos avaliadores sobre o RM 68 e o FR 53

Comentários dos avaliadores sobre o RM 68 e o FR 53 apresentados	Índice de Ocorrência relativa
Comentários positivos, ressaltando a importância do trabalho	81 %
Sugestões de melhoria no guia orientativo de incerteza RM 68	12 %
Outros	6 %

Fonte: tabela elaborada pelo autor (2009).

Após a seção de treinamento, o guia orientativo de incerteza, RM 68, foi revisado para incluir duas sugestões recebidas durante o Seminário dos Avaliadores. As sugestões se referiram à inclusão da tabela t-Student e da componente de incerteza da diferença de altura na lista de componentes de incerteza na área de calibração em pressão.

À luz dos resultados obtidos, foi possível evidenciar o grau de satisfação geral dos avaliadores e a importância do presente trabalho. Assim, a implantação do guia orientativo de incerteza que propicia melhorias no processo de avaliação de laboratórios foi considerada padronizada, pois foi disseminada para os avaliadores e passou oficialmente a ser considerada na rotina das avaliações da Rede Metrológica RS.

Cabe ressaltar que os laboratórios reconhecidos pela Rede Metrológica RS, por sua vez, também foram comunicados da elaboração dos documentos. Tanto o RM 68, quanto o FR 53, encontram-se disponíveis para acesso através do *website* da Rede Metrológica RS.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo, são ressaltados os resultados obtidos frente aos objetivos previamente definidos para o presente trabalho. Adicionalmente, são apresentadas sugestões para trabalhos futuros visando a suprir necessidades alternativas identificadas na realização do trabalho.

5.1 CONCLUSÕES

O presente trabalho apresentou a implantação de um guia orientativo de incerteza de medição para os avaliadores de laboratórios da Rede Metrológica RS. O documento foi concebido com o propósito de aprimorar os conhecimentos dos avaliadores dessa organização com relação à incerteza de medição.

A implantação de tal guia orientativo de incerteza foi realizada em quatro macroetapas, à luz do ciclo PDCA de melhoria. A primeira etapa, de planejamento, compreendeu a realização de: *a*) uma pesquisa com os avaliadores da Rede Metrológica RS a fim de identificar suas dúvidas e deficiências com relação à incerteza de medição; *b*) um levantamento de dados históricos das avaliações para detectar eventuais discrepâncias entre as áreas de ensaio e de calibração com relação à incerteza de medição; *c*) entrevistas com especialistas para obter um panorama abrangente sobre o tema e opiniões sobre as dificuldades envolvidas; *d*) pesquisa de documentos de referência na área de incerteza de medição; e) consolidação dos tópicos do guia orientativo de incerteza dos avaliadores para planejar a elaboração do mesmo.

A segunda etapa, de execução, consistiu em elaborar o guia orientativo de incerteza planejado na etapa anterior, obedecendo à formatação de documentos oficiais da Rede Metrológica RS. Por seu caráter prático e orientativo, o documento recebeu o nome de 'Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador', sendo identificado por RM 68.

Na terceira etapa de implantação do guia orientativo de incerteza, a minuta do documento elaborada na etapa anterior foi verificada por um grupo de especialistas, os quais responderam com um total de 72 sugestões. A maior parte dessas sugestões (52,8 %) referiuse a correções gramaticais, de ortografia e a sugestões de alterações na forma de redação de pontos específicos da minuta elaborada.

Na quarta etapa, foram realizadas as adequações finais no documento, sua aprovação formal pela Rede Metrológica RS e a sua divulgação aos avaliadores de laboratórios,

realizada em uma seção de treinamento. O documento também foi disponibilizado publicamente no *website* da Rede Metrológica RS. Ao concluir esta etapa, a melhoria foi considerada padronizada, pois foi colocada na rotina das avaliações de laboratórios realizadas pela Rede Metrológica RS.

Em relação aos objetivos secundários estabelecidos, foi possível evidenciar o pleno atendimento aos mesmos. Quanto ao objetivo secundário **identificar as deficiências dos avaliadores de laboratório da Rede Metrológica RS em relação à incerteza de medição** foi possível verificar a maior carência na área de ensaios com relação ao tema e as principais dúvidas dos avaliadores, que foram: *a*) o que avaliar em termos de incerteza e como proceder tal avaliação de forma adequada; *b*) identificação de contribuições de incerteza pertinentes a ensaios ou calibrações; *c*) dúvidas no procedimento de expressão da incerteza descrito pelo GUM; *d*) aplicações do método de incerteza em áreas específicas; *e*) solicitação de exemplos práticos de incerteza.

Para o objetivo secundário elaborar ferramentas para auxiliar os avaliadores na condução da avaliação da incerteza de medição em laboratórios reconhecidos ou postulantes ao reconhecimento pela Rede Metrológica RS foi elaborado um fluxograma que resume em oito passos o método de expressão da incerteza de medição do GUM. Tal fluxograma encontra-se na Figura 11 e foi, também, incorporado ao guia orientativo de incerteza, RM 68. Adicionalmente, foi elaborada uma lista de componentes de incerteza típicas para área de ensaio e outra para a área de calibração, visando a auxiliar o avaliador na identificação das componentes de incerteza. Em calibração, foram compreendidas as subáreas de: a) eletricidade; b) massa; c) temperatura; d) dimensional; e) pressão; f) torque. Já em ensaio, foram compreendidas: a) química e físico química, estratificada em ensaios titulométricos, ensaios gravimétricos e ensaios instrumentais; b) microbiologia e ecotoxicologia; c) mecânica, estratificada em ensaios de tração/compressão, dureza e impacto. As listas de componentes de incerteza encontram-se nas Figuras 12 e 13. Ainda com relação a este objetivo secundário, foi estabelecida uma check-list que fornece orientações específicas aos avaliadores da Rede Metrológica RS, auxiliando na avaliação da incerteza de medição. Tal documento foi elaborado paralelamente ao guia orientativo de incerteza, sendo identificado como FR 53 - Check-list para Avaliação da Incerteza de Medição. A check-list foi estruturada de acordo com os seguintes tópicos que o avaliar deve verificar com relação à incerteza de medição: a) método de incerteza utilizado pelo laboratório; b) componentes de incerteza aplicáveis ao ensaio ou calibração; c) validação das planilhas eletrônicas de

incerteza; *d*) apresentação da incerteza; *e*) treinamento do pessoal quanto ao tema; *f*) adequação da incerteza na validação de métodos; *g*) incerteza na garantia da qualidade de ensaio e calibração; *h*) consideração da incerteza na análise crítica de pedidos; *i*) controle de documentos relacionados à incerteza.

Por fim, com relação ao objetivo secundário elevar o nível de conhecimento dos avaliadores da Rede Metrológica RS com relação ao tema, foi possível observar que a introdução do guia orientativo de incerteza aprimorou os conhecimentos dos avaliadores quanto à incerteza de medição, conforme indicado nas Tabelas 14 e 15. Para medir o aprimoramento dos conhecimentos, foi aplicada uma prova antes e outra depois da seção de treinamento dos avaliadores e verificado o incremento da nota média dos avaliadores. Tal resultado evidencia a contribuição dos documentos para a melhoria das avaliações de laboratório com relação ao tema e possibilita, dessa forma, a validação parcial da implantação dos documentos.

Pelo exposto, considera-se que o objetivo principal desse trabalho foi atingido, qual seja, o de implantar um guia orientativo de incerteza de medição orientativo aos avaliadores de laboratórios da Rede Metrológica RS, propiciando melhorias no processo de avaliação de laboratórios com relação à incerteza de medição.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Incerteza de medição é um tema não trivial, especialmente quando focado nas avaliações de laboratórios. O presente trabalho abordou o caso específico da implantação de um guia orientativo de incerteza na Rede Metrológica RS. Sugere-se, como trabalho futuro, avaliar o impacto de ações semelhantes em outros organismos de avaliação de laboratórios, tais como outras Redes Estaduais de Metrologia, ou mesmo no Inmetro, como organismo nacional de acreditação de laboratórios.

Adicionalmente, sugere-se, para uma validação total do trabalho, realizar o monitoramento do número de não-conformidades específicas detectadas com relação à incerteza de medição após a implantação do RM 68 e do FR 53 na Rede Metrológica RS, comparando as áreas de ensaio e calibração. A tendência é que as diferenças existentes entre as áreas de calibração e ensaio sejam reduzidas, uma vez que o grupo de avaliadores elevou seus conhecimentos gerais com relação ao tema.

Ressalta-se também que o presente trabalho abordou o método de expressão da incerteza de medição descrito pelo GUM, por se tratar da referência internacional na área. Vislumbra-se como possibilidade de trabalho futuro a abordagem de métodos alternativos, fundamentalmente com relação ao Suplemento 1 do GUM.

REFERÊNCIAS

AIBE, Valter. Efeito da correlação no cálculo do número de graus de liberdade efetivo.. In: Imeko World Congress, 16, 2000, Viena. **Anais...** Viena: IMEKO, 2000. 1 CD-ROM.

AIBE, Valter. **Valter Aibe:** depoimento [ago 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Rio de Janeiro: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

ALBANO, Filipe de Medeiros. **Filipe de Medeiros Albano:** depoimento [maio 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

ALBERTAZZI JR, A.; SOUZA, A. R. DE. Fundamentos de Metrologia Científica e Industrial. 1. ed. Barueri, SP: Manole, 2008. v. 1, 405 p.

ALLAN, D. W. (1987), IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-36, p. 646-654.

AMERICAN ASSOCIATION FOR LABORATORY ACCREDITAION (A2LA). **G108**: Guidelines for Estimating Uncertainty for Microbiological Counting Methods. 1. ed., 2007. Disponível em: <<u>www.a2la.org/guidance/MU_for_Micro_Labs.pdf</u>>. Acesso em: 22 nov. 2008.

_____. **Most Commonly Cited Deficiencies.** Disponível em: http://www.a2la.org/guidance/Common_17025_Defs.pdf>. Acesso em: 26 nov. 2008.

ANJOS, Andréa Vidal dos. **Andréa Vidal dos Anjos:** depoimento [maio 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

ARDAIS, Nilo. **Nilo Ardais:** depoimento [jul 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR ISO/IEC 17025**: requisitos gerais para a competência de laboratórios de calibração e ensaio. 2. ed. Rio de Janeiro: 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT) e INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Guia para a Expressão da Incerteza de Medição**. 3. ed. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003. 120 p.

ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL (RMRS). **RM 47 – Controle de Documentos e Dados**. Revisão. 09, 2008.

_____. RM 53 – Orientações sobre declaração da incerteza de medição em metrologia dimensional. Revisão 02, 2004. Disponível em:

http://www.redemetrologica.com.br/ftp/dados/rec/DOC_9.pdf. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. RM 55 – Orientações sobre declaração da incerteza de medição na área de torque. Revisão 01, 2003. Disponível em:

http://www.redemetrologica.com.br/ftp/dados/rec/DOC_11.pdf. Acesso em: 25 nov. 2008.

BARWICK, Vicki J.; ELLISON, Stephen L. R. Using validation data for ISO measurement uncertainty estimation. Part 2. Measurement uncertainty estimates compared with collaborative trial expectation. Anal. Commun., 1998, 35, 377.

BARWICK, Vicki J.; ELLISON, Stephen L. R.; RAFFERTY, Mark J. Q.; GILL, Rattanjit S. The evaluation of measurement uncertainty from method validation studies. Part 2: The practical application of a laboratory protocol. Accred. Qual. Assur., 2000, 5, 104.

BULBA, Edivaldo; SVOLL, Victor R. Another argument to consider the reliability of the uncertainty Type B similar to Type A. In: IMEKO WORLD CONGRESS, 18, 2006, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro: IMEKO, 2006. 1 CD-ROM.

CAMPOS, Vicente Falconi. TQC – Controle da qualidade total: no estilo japonês. Minas Gerais: FDG, 5. ed., 1992.

CARVALHO, Alexandre Dias de; NEVES, João Alberto. Causas fundamentais das dificuldades na implementação da ISO/IEC 17025 em laboratórios de calibração. In: METROLOGIA, 2003. Recife. **Anais...** Recife: SBM, 2003. 1 CD-ROM.

CASTRUP. Estimating category B degrees of freedom. In: MEASUREMENT SCIENCE CONFERENCE, 2000, Anaheim. Anais... Anaheim: MSC, 2000. 1 CD-ROM.

COMITÊ BRASILEIRO DE METROLOGIA (CBM). **Diretrizes Estratégicas para a Metrologia Brasileira: 2008-2012**. CBM, 2008. 46 p. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/noticias/conteudo/diretrizesEstrategicas.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

COUTO, Paulo Roberto. **Paulo Roberto Couto:** depoimento [jul 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Rio de Janeiro: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

COX, M. G. e HARRIS, P. M. GUM Supplements. In: CIE EXPERT SYMPOSIUM ON UNCERTAINTY EVALUATION, METHOD FOR ANALYSIS OF UNCERTAINTIES IN OPTICAL RADIATION MEASUREMENT, 2001, Viena. **Anais...** Viena: CIE, 2001. 1 CD-ROM.

DEMING, W. E. **Qualidade: a revolução da administração**. Rio de Janeiro: Marques – Saraiva, 1990.

ELLISON, Stephen L. R.; BARWICK, Vicki J. The evaluation of measurement uncertainty from method validation studies. **Accreditation and Quality Assurance**, Heidelberg, v. 101, n. 3, 1998(a).

_____. Using validation data for ISO measurement uncertainty estimation. Part 1. Principles of an approach using cause and effect analysis. **Analyst**, Londres, v. 123, junho, p. 1387-1392, 1998(b).

EURACHEM/CITAC. **Quantifying Uncertainty in Analitical Measurement**. 2. ed. 2000. Disponível em: http://www.eurachem.org/guides/QUAM2000-1.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. **Measurement uncertainty arising from sampling**. EURACHEM, CITAC, EUROLAB, Nordtest, UK RSC AMC. 1. edition, 2007(a). Disponível em: <www.measurementuncertainty.org>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. Use of uncertainty information in compliance assessment. EURACHEM, CITAC, EUROLAB, Nordtest, UK RSC AMC. 1. edition, 2007(b). Disponível em: <www.measurementuncertainty.org>. Acesso em: 25 nov. 2008.

EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACREDITATION (EA). **EA-4/02** – **Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration**. 1999. 79 p. Disponível em: http://www.european-

<u>accreditation.org/Docs//0002_Application%20documents/0002_Application%20documents%20for%20Laboratories%20Series%204/00100_EA-4-02rev01.PDF</u>>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. EA-4/16 – Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing. 2003. 27 p. Disponível em: http://www.european-accreditation.org/Docs//0002 Application% 20documents/0002 Application% 20documents% 20for% 20Laboratories% 20Series% 204/00700 EA-4-16rev00.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

FERREIRA, Luiz Henrique. **Luiz Henrique Ferreira:** depoimento [maio 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

FOIATTO, Noara. **Noara Foiatto:** depoimento [ago 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia**. 5ª edição. Brasília, SENAI/DN, 2007(a). 74 p. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/infotec/publicacoes/vim.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. DOQ-CGRE-001 – Orientações para a acreditação de laboratórios de calibração e de ensaio. Revisão 02. 2007(b). 24 p. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-1_02.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. **DOQ-CGRE-008** – **Orientações sobre validação de métodos ensaios químicos**. Revisão 02. 2007(c). 25 p. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-8_02.pdf>.

Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. DOQ-CGCRE-011 - Orientações para a expressão da melhor capacidade de medição nos escopos de acreditação de laboratórios de calibração. Revisão 00, 2005. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-11_00.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

DOQ-CGCRE-017 - Orientação para realização de calibração de medidores
analógicos de pressão. Revisão 00, 2006. Disponível em:
< <u>www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-17_00.pdf</u> >. Acesso
em: 25 nov. 2008.
Carta-Circular nº 001 /DQUAL/DICLA - Política de transição para adoção da Norma ABNT ISO/IEC 17025. Rio de Janeiro: 2000. Disponível em:
< http://www.inmetro.gov.br/kits/cartacircular17025.pdf >. Acesso em: 28 dez. 2008
INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). ISO 5725: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Geneva, 1994.
ISO Guide 25: General requirements for the competence of calibration and testing laboratories. Geneva, 1990.
ISO 14253-1: Geometrical Product Specification (GPS) – Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment; Part 1: Decision rules for proving conformance or nonconformance with specifications. Geneva, 1998.
ISO 31-0: quantities and units. Geneva, 1992.
INSTITUTO PORTUGUÊS DE ACREDITAÇÃO (IPAC). OGC005 - Guia para a Estimativa de Incertezas em Ensaios Microbiológicos . Revisão de janeiro de 2006. Disponível em: < <u>www.ipac.pt/docs/publicdocs/regras/OGC005.pdf</u> >. Acesso em: 25 nov. 2008.
OGC007 - Guia para a Quantificação de Incerteza em Ensaios Químicos. Revisão de janeiro de 2007. Disponível em: <www.ipac.pt docs="" ogc007.pdf="" publicdocs="" regras="">. Acesso em: 25 nov. 2008.</www.ipac.pt>

JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY (JCGM). **JCGM 101:** Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" — Propagation of distributions using a Monte Carlo method. BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP e OIML. JCGM, 2008. Disponível em: http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_101_2008_E.pdf Acesso em: 09 jan. 2009.

JORNADA, Daniel Homrich da; JORNADA, Felipe Homrich da. Cálculo de incerteza da medição: estudo comparativo entre os métodos do GUM, de Monte Carlo e de integração numérica. In: ENQUALAB - ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2007, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2007. 1 CD-ROM.

_____. Calcular a incerteza em ensaios é realmente importante? **Jornal da Metrologia**, Rede Metrológica RS, v. 59, 2007.

JORNADA, Daniel Homrich da *et al.* Implantação da norma ISO/IEC 17025 nos laboratórios da Universidade de Caxias do Sul. In: ENQUALAB - ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2008, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2008. 1 CD-ROM.

JORNADA, Daniel; PIZZOLATO, Morgana. Uso de planilhas eletrônicas para implementação do método de Monte Carlo para estimativa da incerteza de medição. In: ENQUALAB - ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2005, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2005. 1 CD-ROM.

KACKER, Raghu; SOMMER, Klaus-Dieter; KESSEL, Rüdiger. Evolution of modern approaches to express uncertainty in measurement. **Metrologia**, Sevres, v. 44, p. 513-529, 2007.

KYRIAZIS, Gregory. **Gregory Kyriazis:** depoimento [jul 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Rio de Janeiro: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

LIU, Zhimin. Higher order corrections to the Welch-Satterthwaite formula. **Metrologia**, Sevres, v. 42, p. 449-457, 2005.

MONTGOMERY, D; RUNGER, G. C. Applied Statistics and Probability for Engineers. Nova Iorque: John Wiley, 3. edition, 2003.

NATIONAL PHYSICAL LABORATORY (NPL). **Measurement Good Practice Guide No. 11: A Beginner's Guide to Uncertainty of Measurement**. Crown, 2ª ed. Teddington, 2001. Disponível em: < http://www.npl.co.uk/>. Acesso em: 25 nov. 2008.

_____. Software Support for Metrology Best Practice No. 6: Uncertainty Evaluation. Teddington, 2006. Disponível em: < http://resource.npl.co.uk/cgi-bin/download.pl?area=npl_publications&path_name=/npl_web/pdf/dem_es11.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2008.

NORDTEST. **Uncertainty from Sampling:** A Nordtest handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty estimation. 1. edition, 2007. Disponível em: www.nordicinnovation.net>. Acesso em: 25 nov. 2008.

PAIVA, Rosemeire R.; SAIKI, Mitiko. Implantação do sistema de gestão da qualidade no Laboratório de análise por ativação neutrônica do IPEN-CNEN/SP. In: METROLOGIA, 2003, Recife. **Anais...** Recife: SBM, 2003. 1 CD-ROM.

PIZZOLATO, Morgana. **Mapeamento da estrutura global que fornece confiança às medições: análise da inserção brasileira**. Tese de Doutorado em Engenharia de Produção. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2006.

_____. Morgana Pizzolato: depoimento [mar 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

RODRIGUES, Magali da Silva. **Magali da Silva Rodrigues:** depoimento [maio 2008]. Entrevistador: D. H. da Jornada. Porto Alegre: REDE METROLÓGICA RS, 2008. Entrevista concedida ao projeto de elaboração do Guia Prático de Incerteza do Avaliador da Rede Metrológica RS.

SILVA, Paulo Afonso Lopes da. Incerteza de medição: alternativas para o Diagrama de Ishikawa e para o gráfico das contribuições individuais. In: ENQUALAB - ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2008, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2008. 1 CD-ROM.

SOMMER, Klaus D.; KOCHSIEK, Manfred. Role of measurement uncertainty in deciding conformance in legal metrology. **OIML BULLETIN**, v. XLIII, n. 2, 2002.

STEMPNIAK, Charles R.; LANDGRAF, Wagner R. Software para Avaliar e Expressar a Incerteza de Medição. In: ENQUALAB - ENCONTRO PARA A QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 2006, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2006. 1 CD-ROM.

TAYLOR, John R. An introduction to error analysis. Sausalito: University Science Books, 2. Edition, 1997. 327 p.

THEISEN, Álvaro Medeiros de Farias. **Fundamentos da metrologia industrial**: aplicação no processo de certificação ISO 9001. Porto Alegre: 1. ed., 1997. 205 p.

UNITED KINGDOM ACCREDITATION SERVICE (UKAS). **M3003** – **The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement**. 2. edition, Londres, 2007. Disponível em: www.ukas.com/Library/downloads/publications/M3003.pdf – Acesso em: 25 nov. 2008.

WILLINK, R. A generalization of the Welch–Satterthwaite formula for use with correlated uncertainty components. **Metrologia**, Sevres, v. 44, p. 340-349, 2007.

Apêndice A – Modelo de Questionário de Diagnóstico com os Avaliadores da RMRS

O questionário abaixo visa a identificar avaliação de laboratórios pela Rede Metrológica medição". A partir deste trabalho, será elaborado incerteza em laboratórios, compreendendo as dúvidas Portanto, pedimos a gentileza que as pencaminhadas até o dia 05/10/2007 qualidade@redemetrologica.com.br. Caso prefira, o por fax: (51) 3347-8745. Sua participação é fundamenta	RS, enfocando o tema "incerteza de o um guia orientativo de avaliação da s mais frequentes dos avaliadores. erguntas abaixo sejam respondidas e para o seguinte e-mail: questionário também pode ser enviado			
1. Qual(is) a(s) sua(s) área(s) de atuação como avaliador?				
Ensaios: Físico-químicos Químicos Microbiológicos Mecânicos Metalográficos Ecotoxicológicos Elétricos Análises Clínicas Outros:	Calibrações: Dimensional Pressão Força, Torque e Dureza Elétrica Temperatura Massa Volume e massa específica Tempo e Freqüência Outras:			
2. Quantas avaliações em laboratórios você já realizou aproximadamente (incluindo as avaliações pela RMRS, por outros organismos, auditorias internas e avaliações em treinamento)?				
☐ Nunca realizei☐ Até 3☐ De 4 a 6 avaliações	☐ De 7 a 10 avaliações☐ De 11 a 20 avaliações☐ Mais de 20 avaliações			
3. Quantos anos você tem de experiência como avaliador de laboratórios (incluindo as avaliações pela RMRS, por outros organismos, auditorias internas e avaliações em treinamento)?				
☐ Menos de 1 ano ☐ De 1 a 2 anos ☐ De 2 a 5 anos	☐ De 5 a 10 anos ☐ Mais de 10 anos			
4. Qual o seu grau de conhecimento sobre o proc medição definido pelo Guia para a Expressão				
Desconheço o procedimento de cá Conheço pouco Conheço razoavelmente Possuo bom conhecimento Domino o procedimento de cálcul				

3.	GUM e suas dúvidas e dificuldades quanto à avaliação em laboratórios do tema "incerteza de medição" (o que avaliar, como avaliar, evidências, etc.)?
6.	Você conhece outros métodos de cálculo de incerteza além do GUM?
	☐ Não. ☐ Sim. Citar:
7.	Qual o seu grau de conhecimento geral sobre o tema "incerteza de medição" na sua área de atuação (definição de fontes de incerteza relevantes na área, quantificação das fontes, processo de avaliação, etc.)?
	Não possuo conhecimentos sobre incerteza na minha área de atuação Conheço pouco Conheço razoavelmente Possuo bom conhecimento
8.	Domino o tema incerteza na minha área Sugestões para aprimoramento do processo de auditoria do tema "incerteza de medição" em laboratórios:
Identi	ificação (OPCIONAL):
	Nome: E-mail: Telefone:

Apêndice B – Resumo das entrevistas individuais realizadas com especialistas

Para Albano (2008), as principais dúvidas dos avaliadores residem em: a) falta de conhecimento aprofundado sobre a sistemática de cálculo de incerteza; b) dificuldade na identificação das contribuições de incerteza pertinentes para a medição alvo da avaliação; c) ainda que os avaliadores sejam todos treinados, percebe-se uma dificuldade de entendimento e aplicação de conceitos na prática (sobretudo na área de ensaio); d) abordagens para quantificação das contribuições de incerteza para, desta forma, quantificar a variabilidade envolvida na medição. Segundo Albano (2008), a área de ensaios é aquela na qual se concentram as maiores dúvidas, pela complexidade envolvida. O maior número de nãoconformidades detectadas na área de calibração reflete o bom conhecimento dos avaliadores nesta área e não significa que em ensaios os problemas sejam menores (ALBANO, 2008). Pelo contrário, por tais motivos, muitas vezes a incerteza em ensaio não é sequer verificada de maneira aprofundada nas avaliações; muitos avaliadores verificam apenas se o laboratório possui o procedimento de incerteza, porém não avaliam os cálculos em si (ALBANO, 2008). Aibe (2008) concorda que a maior carência está na área de ensaio e ressalta que, quando do início das avaliações de laboratórios, há mais de quinze anos atrás, não havia exigências de cálculo de incerteza na área de ensaios, diferentemente do que ocorreu na área de calibração. Portanto, a maior parte dos avaliadores de ensaio que ingressaram, até então, não conhecia incerteza de medição e, por isso, há grande discrepância entre o nível de conhecimento dos avaliadores sobre o tema (AIBE, 2008).

Kyriazis (2008) destaca que, além da complexidade maior envolvida na área de ensaio, um fator que intensifica as dúvidas é a própria ISO/IEC 17025, que dá margem a interpretações diversas ao estabelecer os requisitos de incerteza para laboratórios de ensaio, conforme item 5.6.2 da norma (ABNT, 2005):

"Em alguns casos, a natureza do método de ensaio pode impedir o cálculo rigoroso, metrologicamente e estatisticamente válido da incerteza de medição. Nesses casos, o laboratório deve pelo menos tentar identificar todos os componentes de incerteza e fazer uma estimativa razoável [...]".

Kyriazis (2008) lembra que o texto da ISO/IEC 17025, quanto à incerteza em ensaio, não é claro em diversos pontos. Primeiramente, alguém poderia questionar o que vem a ser um cálculo rigoroso, metrologicamente e estatisticamente válido da incerteza, conforme cita a

norma. Ainda com base no texto da norma, o que é fazer uma "estimativa razoável" da incerteza? São questões, segundo Kyriazis (2008), que deveriam ser melhor esclarecidas.

Outro problema apontado por Albano (2008), compartilhado também por Couto (2008), é que, com freqüência, o cliente do laboratório de ensaio, fundamentalmente a indústria, não possui nenhum conhecimento sobre incerteza e não está preparado para lidar com a incerteza reportada nos relatórios de ensaios. Tal ponto se mostra crítico para Albano (2008), pois as indústrias vêm trabalhando com intervalos de especificação cada vez mais estreitos e poucas dessas consideram a incerteza do resultado do ensaio na decisão de aprovar ou rejeitar um lote. Já Kyriazis (2008) acredita que, na medida em que os processos industriais se sofisticarem, haverá uma atenção cada vez maior para a incerteza na área de ensaios.

Um guia orientativo de incerteza orientativo aos avaliadores ajudaria, segundo Albano (2008), a dirimir as dúvidas dos avaliadores e a elevar o nível de qualidade das avaliações realizadas pela Rede Metrológica RS e dos laboratórios por ela reconhecidos. O guia também poderia ser utilizado diretamente pelos próprios laboratórios reconhecidos pela Rede Metrológica RS, quando da realização de auditorias internas de seus sistemas de gestão, sugere Albano (2008). O enfoque principal do guia, para Albano (2008), deve ser: a) priorizar a área de ensaios, que é a que apresenta maiores dúvidas; b) ter uma abordagem prática com exemplos incluídos; c) identificar todas as etapas que devem ser verificadas pelo avaliador através de uma *check-list*, ressaltando a identificação de todas as contribuições de incerteza relevantes para a medição, a quantificação adequada de tais contribuições, o correto cálculo da incerteza, a periodicidade de validação das planilhas pelo laboratório, o entendimento do pessoal do laboratório dos conceitos relacionados à incerteza e a compatibilidade da melhor capacidade de medição do laboratório, que é a menor incerteza que o laboratório pode obter (requisito aplicável a laboratórios de calibração); d) orientar quanto ao uso de informações contidas em cartas de controle, estudos de repetitividade e reprodutibilidade e curvas de regressão para a quantificação de contribuições de incerteza.

Já Pizzolato (2008) ressalta a importância da necessidade do avaliador técnico conhecer o princípio da medição para, dessa forma, poder avaliar adequadamente as contribuições de incerteza consideradas pelo laboratório.

Na sua opinião, Pizzolato (2008) acredita que há laboratórios, principalmente na área de ensaio, que não consideram a contribuição de repetitividade ou reprodutibilidade da medição em suas incertezas. Pizzolato (2008) sugere que haja uma maior cobrança por parte

dos avaliadores quanto à consideração dessa contribuição de incerteza, pois ela geralmente é a dominante.

Pizzolato (2008) aconselha que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores ressalte a importância do avaliador verificar a compatibilidade da incerteza declarada pelo laboratório com a melhor capacidade de medição (para laboratórios de calibração). Como um ponto adicional, Pizzolato (2008) recomenda que o guia destaque o impacto da incerteza na interpretação de um resultado de medição e como um indicador quantitativo da qualidade da medida (ou seja, quanto menor a incerteza, mais qualidade há na medição realizada).

Para Pizzolato (2008), também convém que o guia enfatize os desdobramentos que o avaliador deve atentar ao avaliar a incerteza em um laboratório, consistindo em verificar: *a*) como a incerteza é considerada pelo laboratório na análise crítica de pedidos do cliente; ou seja, o laboratório avalia se sua incerteza é coerente com a necessidade do cliente? *b*) se o pessoal do laboratório entende os conceitos e a importância da incerteza, incluindo seu impacto para o cliente, bem como conhece as contribuições de incerteza relevantes às medidas executadas; *c*) se o laboratório avalia se sua incerteza atende às necessidades do cliente e busca reduzi-la, sempre que possível, em alinhamento com os princípios de melhoria contínua da ISO/IEC 17025; *d*) se o laboratório oferece cooperação ao cliente para a correta interpretação do resultado da medição, de forma a considerar a incerteza nesta análise.

Pizzolato (2008) enfatiza a necessidade de que o guia orientativo de incerteza tenha uma linguagem amigável e clara para o avaliador, fornecendo um passo a passo do que avaliar. Para Pizzolato (2008), pode-se utilizar fluxogramas explicativos, exemplos e perguntas do tipo sim/não (*check-list*). Na medida em que o guia orientativo de incerteza será disponibilizado de forma pública no site da Rede Metrológica RS, Pizzolato (2008) acredita que o documento também servirá para que os próprios laboratórios possam realizar o cálculo da incerteza de uma forma mais consistente.

Para Ferreira (2008), que é avaliador em ambas as áreas, a maior dificuldade na avaliação da incerteza reside na necessidade de conhecimento, por parte do avaliador, das contribuições de incerteza relevantes para a medição em questão. Ferreira (2008) sugere que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores tenha um enfoque similar a de uma *check-list* (lista de verificação), descrevendo todos os itens que devem ser verificados durante a avaliação de um laboratório, no que se refere à incerteza de medição. Ferreira (2008) também destaca a necessidade de tal guia enfatizar a importância do avaliador observar os documentos complementares de avaliação da Rede Metrológica RS que estejam relacionados de alguma

forma à incerteza, quais sejam: RM 53, RM 54, RM 55 e RM 59. Além disso, é importante, na visão de Ferreira (2008), que o guia enfatize a necessidade do avaliador confrontar as planilhas de incerteza frente aos certificados de calibração dos padrões e equipamentos envolvidos na medição, a fim de avaliar a incerteza herdada e, no caso de laboratórios de calibração, verificar o atendimento à melhor capacidade de medição.

Rodrigues (2008), na visão de avaliadora de ensaios, ressalta que muitos laboratórios na sua área utilizam cartas de controle para quantificar contribuições de incerteza devido à repetitividade e à reprodutibilidade. Contudo, adverte que muitos laboratórios não especificam quais são as condições de reprodutibilidade envolvidas na carta de controle e, desta forma, outras contribuições de incerteza também são necessárias considerar. Uma orientação de como considerar tais contribuições adicionais seria importante para os avaliadores, na visão de Rodrigues (2008). Convém ser dada especial atenção à contribuição devido à heterogeneidade das amostras, pois tal fator geralmente impacta no resultado do ensaio, segundo opinião de Rodrigues (2008).

Rodrigues (2008) comenta que muitas vezes as planilhas eletrônicas utilizadas para calcular a incerteza não são vinculadas oficialmente ao sistema de gestão dos laboratórios avaliados, pois não são identificadas, controladas e não constam na lista mestra de documentos dos laboratórios. Outro problema freqüente é que os laboratórios não verificam periodicamente suas planilhas de incerteza, o que pode acarretar em uso de uma planilha com erros (RODRIGUES, 2008). Como sugestão, Rodrigues (2008) acredita que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores deve abordar a avaliação dos pontos críticos envolvidos na expressão da incerteza de medição, que seriam: *a*) contribuições de incerteza; *b*) validação e revalidação periódica das planilhas eletrônicas; *c*) entendimento do pessoal do laboratório, especialmente daqueles que executam as medições, sobre noções de incerteza de medição.

Para Kyriazis (2008) e Aibe (2008), um fator fundamental a ser verificado pelo avaliador é a expressão correta e completa do modelo matemático da medição. A partir de uma modelagem correta e completa, todas as contribuições relevantes de incerteza e a forma como elas impactam o resultado já estarão apresentadas no próprio modelo matemático da medição (AIBE, 2008; KYRIAZIS, 2008). Assim, a incerteza da medição será conseqüência do modelo matemático da medição (KYRIAZIS, 2008).

Kyriazis (2008) recomenda que o foco do guia orientativo de incerteza dos avaliadores seja em elevar o nível geral de conhecimentos de incerteza do grupo de avaliadores e, para tanto, tenha uma linguagem simples e direta e, se possível, agregando

exemplos. Kyriazis (2008) sugere que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores contemple os seguintes tópicos: *a*) o impacto da incerteza de medição para a indústria na tomada de decisão; *b*) revisão sobre modelos matemáticos de medição; *c*) revisão sobre o método de expressão da incerteza de medição focando exclusivamente no GUM, que é o método universalmente aceito, de maior utilização e de fácil implementação; *d*) lista de verificação para o avaliador.

Foiatto (2008), na visão de avaliadora da área de calibração, acredita que as maiores dificuldades estão em saber quais são as contribuições a serem consideradas na incerteza de medição. Foiatto (2008) sugere que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores padronize as contribuições que obrigatoriamente deverão constar nas planilhas de incerteza dos laboratórios de calibração. Uma dúvida comum dos avaliadores e dos laboratórios, na visão de Foiatto (2008), é saber atribuir a distribuição de probabilidade apropriada para cada contribuição de incerteza, o que demonstra a necessidade de realizar uma breve revisão sobre o método do GUM no guia orientativo de incerteza dos avaliadores. Por fim, ressalta a importância de incorporar uma *check-list* no guia orientativo de incerteza dos avaliadores, de forma a facilitar a cobrança dos avaliadores, de forma objetiva, dos requisitos de incerteza.

Já Couto (2008) sugere que o guia orientativo de incerteza dos avaliadores ressalte: *a*) a importância da incerteza de medição; *b*) como o avaliador deve verificar o entendimento dos conceitos de incerteza por parte do pessoal do laboratório e como o laboratório faz uso dessa informação de incerteza; *c*) para laboratórios de ensaio, a necessidade de validação do método; *d*) uma *check-list* de avaliação da incerteza por área de atuação (calibração/ensaio), baseado no método do GUM.

Em especial com relação aos tópicos do guia orientativo de incerteza, Aibe (2008) destaca a necessidade de o avaliador verificar a correta validação das planilhas eletrônicas utilizadas pelos laboratórios avaliados. A validação é a confirmação de que os requisitos específicos para um determinado uso pretendido são atendidos (ISO 17025). No caso de planilha eletrônica, a validação consiste em comprovar que todos os cálculos realizados pela mesma estão corretos. Aibe (2008) ressalta que, muitas vezes, essa validação é realizada manualmente e, pelo fato de que algumas contribuições serem muito pequenas e não afetarem a incerteza combinada, eventuais erros nas planilhas eletrônicas não são detectados pelo método manual. Para solucionar esse problema Aibe (2008) sugere que a validação manual seja realizada com base em valores simulados de contribuições de incerteza, de forma que todas elas impactem na incerteza combinada, não deixando nenhuma contribuição como

dominante. Assim, se houver erros de cálculo na planilha eletrônica, a validação manual provavelmente irá indicar um resultado discordante.

Apêndice C – Resumo das entrevistas individuais realizadas com representantes de laboratórios

Na visão de Ardais (2008), tanto as avaliações da Rede Metrológica RS, quanto as do Inmetro são fundamentalmente técnicas, realizadas de forma semelhante, e buscando a melhoria do sistema de gestão dos laboratórios. Para Ardais (2008), há um grande enfoque dos avaliadores quanto às contribuições de incerteza consideradas pelo laboratório, havendo exigências específicas de contribuições de incerteza. O guia orientativo de incerteza dos avaliadores poderia padronizar as contribuições de incerteza exigidas, segundo sugestão de Ardais (2008). O cliente, contudo, raramente questiona a incerteza apresentada, pois na maioria dos casos não a entende perfeitamente e não sabe como utilizar essa informação (ARDAIS, 2008). Tal fato vai ao encontro do que já foi discutido e apresentado das entrevistas com os especialistas.

Na opinião de Anjos (2008), ainda que as avaliações tragam grandes benefícios ao seu laboratório, percebe-se certa heterogeneidade entre as exigências dos avaliadores da área de ensaio, sejam eles da Rede Metrológica RS ou do Inmetro, o que acaba por prejudicar os laboratórios avaliados. Muitos avaliadores não verificam em profundidade as planilhas de incerteza, restringindo-se a uma avaliação superficial. Já outros, que dominam melhor o tema, fazem uma avaliação minuciosa (ANJOS, 2008). Para Anjos (2008), a impressão que se tem é que o tema é complexo e que, em geral, os avaliadores preferem não se aprofundar na avaliação. Anjos (2008) acredita que orientações sobre o uso de contribuições de incerteza específicas da área de ensaio e a adoção de uma *check-list*, por parte dos avaliadores, facilitaria os laboratórios avaliados a atender os requisitos de incerteza de uma forma mais consistente.

Apêndice D - Guia Orientativo de Incerteza dos Avaliadores - RM 68

REDE ··············· METROLÓGICA	RM 68 – INCERTEZA DE MEDIÇÃO: GUIA PRÁTICO DO AVALIADOR DE LABORATÓRIOS	REVISAU. US
RS	PROCEDIMENTO DO SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE	FEV/2009

SUMÁRIO

- 1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO
- 2 REFERÊNCIAS
- 3 DEFINIÇÕES
- 4 METODOLOGIA

1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO

O presente documento estabelece critérios e orientações aos avaliadores da Rede Metrológica RS quanto à avaliação da incerteza de medição em laboratórios reconhecidos ou postulantes ao reconhecimento de competência pela Rede Metrológica RS segundo a NBR ISO/IEC 17025.

Este documento não deve ser entendido como um substituto ao Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM), que é considerado o método internacional de referência para a expressão da incerteza de medição. O presente documento visa a fornecer orientações complementares e a dirimir eventuais dúvidas dos avaliadores de laboratórios da Rede Metrológica RS, quando da realização de avaliações.

2 REFERÊNCIAS

- A2LA. G108 Guidelines for Estimating Uncertainty for Microbiological Counting Methods. 1a edição, 2007. Disponível em: www.a2la.org/guidance/MU for Micro Labs.pdf
- ABNT/INMETRO. Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM). Terceira edição brasileira em língua portuguesa. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003. 120 p.
- EURACHEM/CITAC. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 2^a ed., 2000. Disponível em: www.measurementuncertainty.org
- EURACHEM/CITAC. Measurement uncertainty arising from sampling. EURACHEM, CITAC, EUROLAB, Nordtest, UK RSC AMC. 1^a ed., 2007. Disponível em: www.measurementuncertainty.org
- European Co-operation for Acreditation (EA). EA-4/02 Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration. 1999. 79 p. Disponível em: www.european-accreditation.org/n1/doc/ea-4-02.pdf
- European Co-operation for Acreditation (EA). EA-4/16 EA Guidelines on the Expression of the Uncertainty in Quantitative Testing. 2003. 27 p. Disponível em: www.european-accreditation.org/n1/doc/ea-4-16.pdf
- INMETRO. Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia (VIM): portaria INMETRO nº 029 de 1995. INMETRO, SENAI/DN. 5ª edição. Rio de Janeiro: Ed. SENAI, 2007.

- INMETRO. DOQ-CGCRE-008 Orientação sobre a validação de métodos de ensaios químicos. Revisão 02, 2007. Disponível em: www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-8 02.pdf
- INMETRO. DOQ-CGCRE-011 Orientações para a expressão da melhor capacidade de medição nos escopos de acreditação de laboratórios de calibração. Revisão 00, 2005. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-11-00.pdf
- INMETRO. DOQ-CGCRE-017 Orientação para realização de calibração de medidores analógicos de pressão. Revisão 00, 2006. Disponível em: www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/CGCRE/DOQ/DOQ-CGCRE-17 00.pdf
- INMETRO. NIT-DICLA-021 Expressão da Incerteza de Medição. Revisão 03, 2007. Disponível em: www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/DICLA/NIT/NIT-DICLA-21 03.pdf
- IPAC. OGC005 Guia para a Estimativa de Incertezas em Ensaios Microbiológicos. Revisão de janeiro de 2006. Disponível em: www.ipac.pt/docs/publicdocs/regras/OGC005.pdf
- IPAC. OGC007 Guia para a Quantificação de Incerteza em Ensaios Químicos. Revisão de janeiro de 2007. Disponível em: www.ipac.pt/docs/publicdocs/regras/OGC007.pdf
- ISO. ISO 5725 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. ISO, 1994.
- NORDTEST. Uncertainty from Sampling: A Nordtest handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty estimation. 1^a ed., 2007. Disponível em: www.nordicinnovation.net
- UKAS. M3003 The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement. UKAS, 2^a Edição, 2007. Disponível em: www.ukas.com/Library/downloads/publications/M3003.pdf
- RM 02 PROCEDIMENTO PARA RECONHECIMENTO DE COMPETÊNCIA DE LABORATÓRIOS
- RM 53 ORIENTAÇÕES SOBRE DECLARAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO EM METROLOGIA DIMENSIONAL
- RM 55 ORIENTAÇÕES SOBRE DECLARAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO NA ÁREA DE TORQUE
- RM 59 POLÍTICA PARA A IMPLEMENTAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO EM LABORATÓRIOS DE ENSAIO
- FR 53 CHECK-LIST PARA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

3 DEFINIÇÕES

As definições constantes no GUM e no VIM se aplicam, em especial:

 Incerteza de medição: parâmetro, associado ao resultado da medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando (ABNT/INMETRO, 2003).

4 METODOLOGIA

4.1 O que é incerteza?

A definição formal do GUM para "incerteza de medição" traz vários pontos a destacar. Primeiramente, ressalta-se que a incerteza está relacionada a um valor de medição, que é o resultado da medição, e não ao valor verdadeiro do mensurando, o qual na prática não é conhecido. O resultado da medição é apenas a melhor estimativa de tal valor verdadeiro e, na ausência de efeitos sistemáticos, geralmente é obtido pela média aritmética de N medições repetidas do mesmo mensurando.

O segundo ponto a destacar é que a incerteza caracteriza uma faixa de dispersão ou intervalo, e não um valor pontual. Nesse sentido, a incerteza não deve ser confundida com "erro", pois esse último é um valor pontual e não uma faixa e usualmente pode ser corrigido, quando aplicado um fator de correção adequado. Já a incerteza é a dúvida remanescente associada ao resultado da medição. Ela mede o grau de desconhecimento sobre aquilo que está sendo medido.

Por fim, cabe ressaltar que a incerteza corresponde a uma faixa de valores que podem ser atribuídos fundamentadamente ao mensurando, isto é, de uma forma fundamentada e realista, não devendo ser entendida como uma "faixa de segurança". Ou seja, a incerteza não deve, por um lado, ser subestimada e, por outro, tampouco deve ser sobreestimada.

Exemplo 01: suponha que o diâmetro de uma peça medida por um laboratório através de uma média de observações repetidas seja de 10,32 mm, com incerteza de 0,03 mm (digamos que esse valor de incerteza tenha sido calculado pelo laboratório), para uma probabilidade de abrangência de 95,45%. Ou seja, o diâmetro da peça será $(10,32 \pm 0,03)$ mm. Em outras palavras, isso quer dizer que, com 95,45% de probabilidade, o intervalo de incerteza que vai desde 10,29 mm até 10,35 mm compreenderá o valor do diâmetro da peça e que a melhor estimativa para esse diâmetro é de 10,32 mm.

4.2 Importância e impacto da incerteza

Como um resultado de medição nada mais é do que meramente uma estimativa do valor verdadeiro do mensurando, a incerteza torna-se necessária para expressar o grau de dúvida associado ao resultado da medição. Dessa forma, a incerteza é fundamental em diversas situações, tais como:

a) na calibração de equipamentos, instrumentos e padrões, para verificar se os mesmos encontram-se dentro das tolerâncias definidas;

- b) na área de ensaios, para verificar se o resultado do ensaio pode ser aprovado ou não;
- c) na área legal, para verificar conformidade de resultados de medições com limites de tolerâncias legais;
- d) no controle de riscos associados à tomada de decisão de aprovar ou rejeitar uma amostra.

Adicionalmente, a incerteza de medição pode ser um diferencial competitivo, pois o cliente tende a buscar aquele laboratório que tenha melhor qualidade na sua medida e, portanto, a menor incerteza. Assim, a incerteza se constitui como um parâmetro fundamental que indica a qualidade da medição.

A incerteza possibilita a comparabilidade das medições e é particularmente útil ao cliente na tomada de decisões. Quando há um limite de tolerância máximo ou mínimo para o mensurando, seja ele estabelecido por uma legislação ou de alguma outra forma, a incerteza torna-se imprescindível para a interpretação correta do resultado da medição.

Exemplo 02: uma legislação estabelece que o teor máximo de contaminantes em uma amostra de pescado é de 0,200 mg/g. Se o resultado de uma medição for próximo a esse limite, por exemplo, 0,197 mg/g, surge uma dúvida: o nível de contaminantes na amostra, de fato, atende à legislação, ou ele está acima do permitido, uma vez que o resultado é apenas uma estimativa e esse apresenta uma incerteza? A Figura 1 ilustra tal situação.

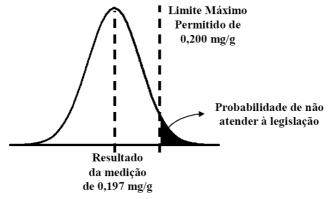


Figura 1. Impacto da incerteza na decisão de aprovar ou rejeitar uma amostra

Levando em consideração a incerteza, o usuário dessa medição pode avaliar qual a probabilidade do valor de contaminantes no pescado estar acima do limite máximo permitido pela legislação. Por exemplo, se a incerteza expandida da medição for de U=0.004 mg/g, para uma probabilidade de abrangência de 95,45% de uma distribuição normal, com fator de abrangência k=2, a probabilidade do nível de contaminantes não atender à legislação será conforme segue:

Primeiro transforma-se a variável para o escore-Z:

$$Z = \frac{X - x_i}{u_i(y)} = \frac{0,200 - 0,197}{0,004/2} = 1,5$$
 (1)

Onde X é o limite superior da legislação, x_i é o resultado da medição e $u_c(y)$ é o valor da incerteza padrão combinada da medição, equivalente a uma medida de dispersão de um desvio padrão, obtida por U/k.

E em seguida, calcula-se a probabilidade da variável assumir um valor padronizado maior do que o de escore-Z calculado:

$$P(X > z) = 1 - P(X \le z) = 1 - P(X \le 1.5) = 1 - 0.933 = 0.067$$
 (2)

Ou seja, há uma chance de aproximadamente 7% do pescado não atender ao limite máximo permitido de contaminantes. Este tipo de informação possibilita ao usuário dessa medição avaliar e definir um risco aceitável na sua tomada de decisão. Assim, se ele decidir considerar a amostra como aprovada, saberá que estará incorrendo em um risco de 7% de ter tomado uma decisão errada, ou seja, aprovar uma amostra quando na verdade deveria reprová-la.

Esse conceito de avaliação de risco se estende a várias situações e só pode ser conhecido caso a incerteza também a seja. Dessa forma, se a incerteza não tiver sido expressada de uma maneira adequada, a interpretação do resultado também será prejudicada, podendo acarretar em desperdícios e retrabalhos para o usuário da medição.

A incerteza de medição também é uma ferramenta de valiosa utilidade para o laboratório, no sentido de possibilitar a identificação dos fatores que mais influenciam no resultado do ensaio/calibração e, dessa forma, implementar controles adequados para a garantia da qualidade e melhoria contínua.

Tendo em vista o exposto, a cuidadosa avaliação da incerteza de medição por parte do avaliador da Rede Metrológica RS torna-se um fator fundamental na avaliação da competência técnica de laboratórios de calibração e ensaio.

4.3 Breve revisão sobre o método de expressão de incerteza de medição

O objetivo desse tópico é realizar, de uma maneira sucinta, uma revisão sobre o método de expressão da incerteza¹ descrito pelo GUM, que é a referência internacional na área. Maiores detalhes podem ser consultados no referido documento e nas demais publicações indicadas nas referências. Os passos do método podem ser resumidos no fluxograma da Figura 2.

-

¹ O termo "expressão da incerteza", conforme utilizado pelo GUM, foi empregado neste documento no seu sentido mais amplo, o qual compreende desde o estudo das componentes de incerteza e a sua estimativa, até a sua apresentação. Optou-se por não utilizar o termo "avaliação da incerteza" porque esse poderia ser confundido com a atividade de avaliação realizada pelo avaliador da Rede Metrológica RS.

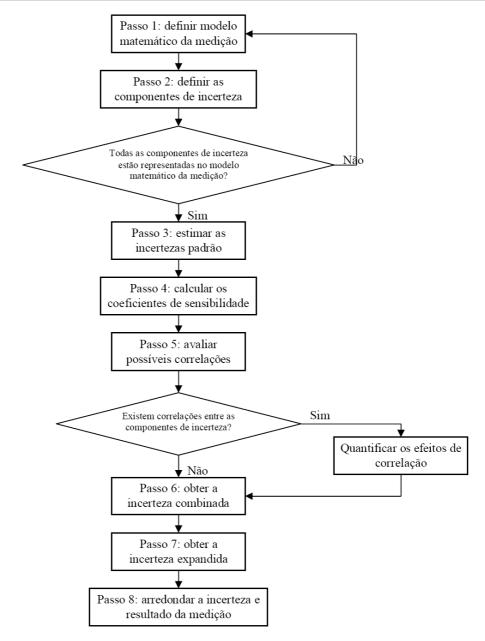


Figura 2. Fluxograma dos passos para a expressão da incerteza de medição

Ao final, convém apresentar todos os cálculos realizados por meio de uma "planilha de incerteza". Convém que tal planilha apresente, no mínimo, a descrição das componentes de incerteza, o valor das incertezas padrão, os coeficientes de sensibilidade, as contribuições para incerteza, a incerteza combinada, o valor do fator de abrangência k e a incerteza expandida.

Um modelo, baseado no documento do Inmetro NIT-DICLA-021, é apresentado na Tabela 1. Tal modelo é apenas orientativo, não sendo mandatório.

Grandeza	Estimativa	Distribuição	Incerteza	Coeficiente	Contribuição	Graus
		de	Padrão	de	para a incerteza	de
		probabilidade ²		sensibilidade	padrão	Liberdade ³
Xi	X ₁		u(x1)	C ₁	u₁(y)	
X,	X ₁		u(x1)	C ₁	u₁(y)	V ₁
X ₂	X ₂		u(x2)	C ₂	<i>u</i> ₂ (y)	V_2
-	-					-
-	-					-
X _N	X _N		u(x _n)	C _N	u _N (y)	V _N
Y	У	k=			u(y)	V _{err}

Tabela 1. Modelo de planilha de incerteza

A seguir, estão detalhados os passos descritos no fluxograma da Figura 2.

Passo 1: Estabelecer o Modelo Matemático da Medição

O GUM está baseado na "lei da propagação de incertezas". A expressão da incerteza de medição inicia pelo estabelecimento de um modelo matemático para a medição. Na maioria dos casos, o mensurando Y não é medido diretamente, mas é determinado a partir de N outras grandezas de entrada $X_1, X_2, ..., X_N$ através de uma relação funcional f:

$$Y = f(X_1, X_2, ..., X_N)$$
(3)

Tais grandezas de entrada são as variáveis do modelo matemático da medição.

Exemplo 03: se desejamos medir a tensão de ruptura, σ , de um corpo de prova em um ensaio de tração, temos uma relação funcional que depende da força F aplicada para romper o corpo de prova e a área A de sua seção transversal:

$$\sigma = f(F, A) = F/A \tag{4}$$

Em determinadas situações, o modelo matemático da medição pode ser tão simples quanto a expressão $Y = X_1 - X_2$. Isso é o caso, por exemplo, de uma medição direta, obtida por meio de uma comparação de duas grandezas.

Exemplo 04: em calibrações, o mensurando geralmente é o erro de indicação, definido pelo VIM como a indicação de um instrumento de medição menos um valor verdadeiro (convencional) da grandeza de entrada correspondente. Logo, o modelo matemático para o erro de indicação será:

$$EI = VI - VVC \tag{5}$$

Onde EI é o erro de indicação, VI é o valor indicado pelo instrumento e VVC é o valor verdadeiro convencional. Em alguns casos, pode ser difícil explicitar o modelo matemático da medição. Veja a seção 4.4 deste documento para maiores orientações quanto ao estabelecimento do modelo matemático da medição.

Passo 2: Definir as Componentes de Incertezas

A seguir, deve-se realizar uma análise crítica a fim de identificar todas as componentes de incerteza. Tais componentes podem estar atreladas a condições ambientais, operador, equipamentos e padrões utilizados, método de medição, amostragem e outros fatores.

Uma vez definidas as componentes de incerteza, deve-se verificar se todas elas estão devidamente representadas como grandezas de entrada no modelo matemático da medição. Em caso negativo, deve-se complementar o modelo matemático pela introdução de tais grandezas. Maiores detalhes sobre modelos matemáticos de medição constam no item 4.4.

Para auxiliar na definição das componentes de incerteza, o laboratório pode fazer uso do diagrama de causa e efeito, porém sua utilização não deve ser entendida como obrigatória. Os itens 4.5.2 e 4.5.3 deste documento apresentam uma relação de componentes de incerteza comum em diversos tipos de calibrações e ensaios.

Passo 3: Estimar as Incertezas Padrão

As incertezas associadas às variáveis do modelo matemático da medição são avaliadas de acordo com os métodos de avaliação chamados pelo GUM de "Tipo A" e "Tipo B". A avaliação do Tipo A da incerteza é o método que emprega uma análise estatística de uma série de observações repetidas no momento do ensaio/calibração. A incerteza padrão do Tipo A pode ser expressa pelo desvio padrão experimental da média, obtido conforme item 4.5.4 deste documento.

A avaliação do Tipo B é o método que emprega outros meios que não a análise estatística de uma série de observações repetidas no momento do ensaio/calibração. Nesse caso, a avaliação da incerteza é baseada em outros conhecimentos, tais como:

- a) dados históricos de desempenho do método de medição;
- b) incertezas herdadas da calibração dos equipamentos e padrões;
- c) especificações dos equipamentos e padrões;
- d) faixa de condições ambientais, entre outros.

Com os métodos de avaliação do Tipo A e do Tipo B, estima-se a incerteza padrão de cada grandeza de entrada do modelo matemático da medição. A incerteza padrão, $u(x_i)$, é uma medida de dispersão equivalente a um desvio padrão. As incertezas padrão são dependentes do tipo de componente de incerteza e da distribuição de probabilidade a ela associada. A Figura 3 exemplifica o caso de uma variável descrita por uma distribuição de probabilidade retangular, com largura $\pm a$. Para transformar essa componente de incerteza ($\pm a$) em uma incerteza padrão, deve-se dividir a por $\sqrt{3}$. O fator que é empregado para converter a componente de incerteza em uma incerteza padrão (no exemplo, o fator $\sqrt{3}$) é chamado de divisor.

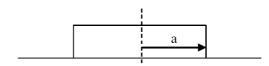


Figura 3. Variável aleatória com distribuição retangular

Por exemplo, imagine que o erro máximo admissível de um equipamento seja de $\pm 0,50$ %. Então, a incerteza padrão $u(x_i)$ correspondente, admitindo uma distribuição de probabilidade retangular, será de:

$$u(x_i) = \frac{0.50}{\sqrt{3}} = 0.29\% \tag{6}$$

A distribuição de probabilidade para cada variável depende do tipo de informação que se tem disponível a respeito da respectiva componente de incerteza. A Figura 4 fornece orientações quanto à atribuição de distribuições de probabilidade, assim como o seu divisor apropriado.

Tipo de Componente de Incerteza	Distribuição de Probabilidade	Divisor
Quando se conhecem apenas os valores máximos e mínimos de variação (±a): por exemplo, o erro máximo admissível para um determinado equipamento ou o efeito causado pela resolução finita do equipamento utilizado	Retangular	$\sqrt{3}$
Quando se conhecem os valores máximos e mínimos de variação (±a) e o valor mais provável: por exemplo, o erro de posicionamento de um instrumento em uma marca de escala	Triangular	$\sqrt{6}$
Desvio padrão da média de um conjunto de N medições repetidas	t-Student	\sqrt{N}
Desvio padrão de dados históricos de repetitividade e/ou reprodutibilidade, na situação em que o resultado do ensaio/calibração é obtido por meio de uma única medição e não por uma média	t-Student	1
Incerteza herdada da calibração de equipamentos e padrões	Normal ou t- Student, conforme certificado de calibração	Valor de k informado no certificado de calibração
Desvio padrão de um processo de contagem de elementos discretos, com média m e desvio padrão \sqrt{m}	Poisson	1

Figura 4. Distribuições de probabilidade e seus divisores apropriados para o tipo de componente de incerteza

Passo 4: Calcular os Coeficientes de Sensibilidade

Os coeficientes de sensibilidade, c_i , servem como fatores de conversão de unidades de medida, convertendo a incerteza padrão de cada variável, $u(x_i)$, para a mesma unidade de medida de Y. O produto entre a incerteza padrão, $u(x_i)$, e seu respectivo coeficiente de sensibilidade, c_i , dá origem a chamada contribuição de incerteza, $u_i(y)$, que corresponde a uma medida de dispersão equivalente a um desvio padrão, com a mesma unidade de medida do mensurando.

Os coeficientes de sensibilidade são calculados através das derivadas parciais de Y em relação a cada variável X. Abaixo estão apresentadas duas regras de aplicação das derivadas para cálculo dos coeficientes de sensibilidade em situações corriqueiras de laboratório:

Regra 1: se o modelo matemático da medição for uma pura soma de N variáveis, os coeficientes de sensibilidade serão todos iguais a um. Caso haja subtração, o sinal do coeficiente será negativo.

Exemplo 05: um laboratório deseja realizar uma pesagem de uma amostra contida em um recipiente. Para tanto, realiza a pesagem do recipiente vazio e, após colocada a amostra, realiza nova pesagem, correspondendo à massa total do recipiente com a amostra. A massa de amostra, M_a , será igual à massa total, M_t , menos a massa do recipiente vazio M_r (ou seja, $M_a = M_t - M_r$). Os coeficientes de sensibilidade c_{Mt} e c_{Mr} para as variáveis massa total e massa do recipiente vazio serão, respectivamente:

$$c_{Mt}=1$$

$$c_{Mr} = -1$$

Regra 2: se o modelo matemático da medição for apenas um produto de N variáveis, os coeficientes de sensibilidade serão iguais a (y/x_i), ou seja, eles serão iguais ao resultado da medição dividido pelo valor correspondente da variável que se quer calcular o coeficiente. Note que aqui não é utilizado o valor de incerteza da variável, mas sim, a melhor estimativa do valor da variável em si. Lembre-se que, para variáveis que estão dividindo em uma equação, pode-se também expressá-las na forma de produto. Isto é, se desejarmos passar $1/X^2$ para o numerador, teremos então $1.X^2$.

Exemplo 06: considerando o exemplo 03, do ensaio de tensão de ruptura, se o valor de força aplicada para romper o corpo de prova for de 2500 N e a área for de 50 mm², os coeficientes de sensibilidade para a força, c_F , e para a área, c_A , serão:

$$c_F = (F/A)/F = 1/A = 1/50 = 0.02 \text{ mm}^{-2}$$

 $c_A = (F.A^{-1})/A = -F.A^{-2} = -F/A^2 = -2500/50^2 = -1 \text{ N/mm}^4$

Observação: o sinal negativo no segundo coeficiente é devido ao expoente negativo da variável área, quando essa está sendo derivada, na sua multiplicação com a força.

As derivadas também podem ser estimadas por simulação numérica. O resultado, neste caso, será aproximado. O método da simulação de Kragten, descrito na Eurachem (2000), pode ser consultado.

Passo 5: Avaliar e Quantificar as Possíveis Correlações

A correlação existe quando duas grandezas de entrada, X_i e X_j , apresentam uma relação de dependência entre elas ou com uma terceira grandeza de entrada comum a ambas. Tal relação pode estar presente quando, por exemplo, as duas grandezas de entrada são medidas com um mesmo equipamento. Nesse caso, pode-se dizer que a correlação será forte.

O coeficiente de correlação, $r(x_i,x_j)$, mede o grau de correlação linear entre duas variáveis. Ele pode variar desde -1 até 1. No caso de duas grandezas de entrada medidas com um mesmo equipamento, pode-se dizer, para efeitos práticos, que $r(x_i,x_i) = 1$.

Efeitos de correlação podem reduzir a incerteza combinada quando, por exemplo, um instrumento é utilizado como um comparador entre um padrão e um em calibração. Tal caso consiste em uma correlação negativa. Em outras situações, os erros das medições de variáveis correlacionadas serão combinados em uma mesma direção e isso acarretará um aumento da incerteza combinada. Esse caso consiste em uma correlação positiva. O efeito da correlação será negativo se $r(x_i,x_j) < 0$ e será positivo se $r(x_i,x_j) > 0$.

Quando duas variáveis x_i e x_j são medidas simultaneamente em um processo de n medições repetidas, o coeficiente de correlação $r(x_i,x_j)$ é obtido da seguinte forma:

$$r(x_i, x_j) = \frac{s(x_i, x_j)}{s(x_i) \cdot s(x_j)} \tag{7}$$

Onde $s(x_i)$ é o desvio padrão associado a x_i , $s(x_j)$ é o desvio padrão associado a x_j e $s(x_i,x_j)$ é a covariância associada a x_i e x_j , obtidos através dos dados das n medições repetidas de x_i e x_j .

A relação de dependência entre duas variáveis também pode ser avaliada matematicamente por meio da avaliação das componentes de incerteza que são comuns entre ambas as variáveis. Isto pode ser feito através do cálculo da covariância. Por exemplo, suponha que duas variáveis X_1 e X_2 dependam de um conjunto de variáveis não-correlacionadas $Q_1, Q_2, ..., Q_N$. Assim:

$$X_1 = f(Q_1, Q_2, ..., Q_N)$$
 e $X_2 = g(Q_1, Q_2, ..., Q_N)$ (8)

Se $u^2(q_i)$ é o quadrado da incerteza associada à variável Q_i , então os quadrados das incertezas associadas à X_1 e com X_2 serão:

$$u^{2}(x_{i}) = \sum_{i=1}^{N} \left\lceil \frac{\partial f}{\partial q_{i}} \right\rceil^{2} u^{2}(q_{i})$$

$$(9)$$

$$u^{2}(x_{2}) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial g}{\partial q_{i}} \right]^{2} u^{2}(q_{i})$$

$$(10)$$

Então, a covariância associada com X_1 e X_2 será:

$$u(x_1, x_2) = \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial q_i} \frac{\partial g}{\partial q_i} u^2(q_i)$$
(11)

Em razão de somente aqueles termos para os quais $\partial f/\partial q_i \neq 0$ e $\partial g/\partial q_i \neq 0$, para um dado i, contribuírem para o somatório da Equação 10, a covariância é zero se nenhuma variável é comum a ambos f e g.

Exemplo 07: um laboratório de análises químicas realiza uma diluição de amostra, pipetando 1 mL de amostra em um balão volumétrico de 10 mL e avolumando com água destilada. O modelo matemático para o fator de diluição, F, será:

$$F = V_f / V_i \tag{12}$$

Onde V_f é o volume final de diluição de 10 mL, medido com balão volumétrico, e V_i é o volume inicial pipetado de amostra a ser diluída, de 1 mL. A variação de temperatura, ΔT , irá causar uma expansão volumétrica, ΔV , tanto em V_i como em V_f , de acordo com:

$$\Delta V = V_0. \gamma. \Delta T \tag{13}$$

Onde V_0 é o volume nominal não expandido e γ é o coeficiente de expansão volumétrica do líquido em diluição. Considere nesse exemplo, o γ da água, que vale 2.1×10^{-4} °C⁻¹. Considere também uma variação de temperatura no laboratório, ΔT , de \pm 5 °C. Com auxílio da Figura 4, podemos atribuir uma distribuição de probabilidade retangular para a variação de temperatura e, dessa forma, a incerteza padrão relacionada à variação de temperatura será:

$$u(\Delta T) = 5/\sqrt{3} \ mL \tag{14}$$

Assim, V_i e V_f estarão correlacionadas devido ao efeito da variação da temperatura, ΔT , que ocorre em ambas as variáveis. A covariância entre V_i e V_f pode ser calculada com base na Equação 11:

$$u(V_{i}, V_{f}) = \frac{\partial V_{i}}{\partial \Delta T} \frac{\partial V_{f}}{\partial \Delta T} u^{2}(\Delta T) = V_{i} \cdot \gamma^{2} \cdot V_{f} \cdot u^{2}(\Delta T)$$
(15)

$$u(V_{\bullet}, V_{\bullet}) = 1 \cdot (2.1 \cdot 10^{-4})^2 \cdot 10 \cdot (5/\sqrt{3})^2 = 0.000003675 \ mL^2$$
 (16)

Passo 6: Obter a Incerteza Combinada

Uma vez obtidas todas as incertezas padrão e os coeficientes de sensibilidade, a lei de propagação de incertezas estabelece que as incertezas padrão relacionadas a cada variável do modelo matemático da medição devem ser propagadas para gerar uma incerteza combinada $u_c(y)$ tal que:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i})} = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} u_{i}^{2}(y)}$$
(17)

Tal incerteza representa uma faixa de dispersão equivalente a um desvio padrão, avaliado ao redor do resultado da medição.

Quando existirem correlações entre as componentes de incerteza o efeito de tais correlações devem ser incorporados à incerteza combinada. A Equação 17 é então reescrita:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} c_{i} c_{j} u(x_{i}) u(x_{j}) r(x_{i}, x_{j})}$$
(18)

Outra forma, alternativa à Equação 18, é através das covariâncias:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-j} \sum_{i=t+1}^{N} c_{i} c_{j} u(x_{i}, x_{j})}$$
(19)

Exemplo 08: um metrologista deseja medir, através de um cronômetro, o tempo que uma amostra leva para atingir determinado estado previamente definido. Ele repete seu experimento cinco vezes e o resultado final é a média aritmética das cinco repetições. Considere as seguintes componentes de incerteza: a) desvio padrão experimental da média das repetições; b) incerteza advinda do erro máximo admissível do cronômetro, especificado pelo seu fabricante; c) efeito da resolução finita do cronômetro utilizado. Tal exemplo é apenas ilustrativo, porém pode ser estendido para diversas áreas da metrologia. O modelo matemático da medição pode ser escrito como:

$$Y = X + \Delta_{esp} + \Delta_{res} \tag{20}$$

Onde Y é o tempo médio que a amostra leva para atingir o estado, X é a melhor estimativa do tempo, obtido pela média aritmética das cinco repetições, Δ_{esp} é a incerteza advinda do erro máximo admissível do cronômetro, especificado pelo seu fabricante, e Δ_{res} é o efeito causado pela resolução finita do cronômetro.

Se o valor das cinco medições são 3.02 s, 3.12 s, 3.02 s, 3.07 s e 3.12 s, logo a média será 3.07 s e o desvio padrão das observações repetidas será 0.05 s. Considere que o erro máximo admissível do cronômetro seja de ± 0.02 s e que a resolução do cronômetro seja de 0.01 s.

O erro máximo admissível e o efeito da resolução finita do cronômetro são tipicamente componentes de incerteza com distribuição de probabilidade retangular, conforme indicado na Figura 4. Já o desvio padrão da média das repetições está associado a uma variável com distribuição t-Student. Assim sendo, as incertezas padrão obtidas com o auxílio da Figura 4 serão:

$$u(\Delta_{m}) = 0.02/\sqrt{3} = 0.0115 s$$
 (21)

$$u(\Delta_{res}) = (0.01/2)/\sqrt{3} = 0.0029 s$$
 (22)

$$u(X) = 0.05/\sqrt{5} = 0.0224 \,\mathrm{s} \tag{23}$$

Para o cálculo dos coeficientes de sensibilidade, aplicamos a regra 1 descrita anteriormente e sabemos, então, que todos eles serão iguais a um. Portanto, a incerteza combinada, considerando que não existem correlações entre as componentes de incerteza, é obtida por meio da Equação 17:

$$u_{\varepsilon}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i})} = \sqrt{u^{2}(X) + u^{2}(\Delta_{exp}) + u^{2}(\Delta_{res})} = 0,0253 s$$
 (24)

Passo 7: Obter a Incerteza Expandida

Aplicando o Teorema do Limite Central, pode-se dizer que a distribuição de probabilidade de Y será aproximadamente normal, ou t-Student para um determinado grau de liberdade v_{eff} . Tal aproximação melhora na medida em que:

- a) há um número maior de contribuições de incerteza;
- b) os valores das contribuições de incerteza são próximos um dos outros, isto é, não haja nenhuma contribuição de incerteza dominante sobre as demais;
- c) as distribuições de probabilidade associadas às contribuições de incerteza se assemelhem da distribuição normal.

Assumindo-se uma distribuição de probabilidade normal para Y, o intervalo de ± 1 desvio padrão ao redor da melhor estimativa do mensurando corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 68%. Para aumentar tal probabilidade de abrangência, deve-se multiplicar a incerteza combinada pelo fator de abrangência k. O resultado é a chamada "incerteza expandida", U, tal que:

$$U = k \cdot u_c(y) \tag{25}$$

Onde k é definido para uma determinada probabilidade de abrangência (geralmente 95,45%). Para uma distribuição normal e uma probabilidade de abrangência de 95,45%, k = 2.

Quando uma componente de incerteza do Tipo A é avaliada por um número reduzido de observações repetidas (N < 30), torna-se mais adequado atribuir uma distribuição de probabilidade t-Student para Y do que a Normal. Na distribuição t-Student, o valor de k será dependente, além da probabilidade de abrangência, do grau de liberdade efetivo. Dessa forma, o valor de k nem sempre será igual a dois.

Na estatística, em geral, o grau de liberdade é N-1, ou seja, o número total de medições menos um. Em incerteza, como existem componentes de incerteza que não necessariamente são avaliadas por meio de uma análise estatística, torna-se necessário um conceito mais genérico para o grau de liberdade. Pode-se dizer que:

O grau de liberdade na incerteza quantifica a credibilidade sobre cada componente de incerteza. Assim, um alto grau de credibilidade implica em um alto grau de liberdade.

Por exemplo, para uma variável com distribuição retangular, pode-se atribuir infinitos graus de liberdade, pois temos alta credibilidade na estimativa da sua incerteza padrão, já que a distribuição retangular é fechada dentro de um intervalo (tem-se 100% de certeza de que o valor da variável estará contido no intervalo $\pm a$). O mesmo se aplica a distribuições triangulares.

O grau de liberdade associado ao mensurando y, chamado grau de liberdade efetivo, v_{eff} , pode ser estimado por meio da fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$v_{\text{eff}} = \frac{u_{c}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{(c_{i}u(x_{i}))^{4}}{v_{i}}} = \frac{u_{c}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_{i}^{4}(y)}{v_{i}}}$$
(26)

A Tabela 2 apresenta o valor de k em função do valor de v_{eff} calculado, considerando uma probabilidade de abrangência de 95,45 %. Para outros valores de k, recomenda-se consultar o GUM.

Tabela 2. Valor de k em função do valor de v_{eff} calculado, considerando probabilidade de abrangência de 95,45 %

V_{eff}	k
1	13,97
2	4,53
3	3,31
4	2,87
5	2,65
6	2,52
7	2,43
8	2,37
9	2,32
10	2,28
15	2,18
20	2,13
25	2,11
30	2,09
35	2,07
40	2,06
50	2,05
100	2,03
∞	2,00

Exemplo 09: considere o resultado do exemplo 08. Para obter a incerteza expandida, primeiro deve-se calcular v_{eff} de acordo com a Equação 26. Como o efeito da resolução finita e o erro máximo admissível do cronômetro são componentes de incerteza descritas por distribuição retangular, pode-se atribuir infinitos graus de liberdade para tais componentes. Assim, v_{eff} será:

$$v_{eff} = \frac{u_{\epsilon}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{\left(c_{i}u(x_{i})\right)^{4}}{v_{i}}} = \frac{0,0253^{4}}{\frac{0,0224^{4}}{5-1} + \frac{0,0115^{4}}{\infty} + \frac{0,0029^{4}}{\infty}} = 6,6$$
(27)

O valor de v_{eff} deve ser interpolado ou truncado para o valor mais baixo. Dessa forma, $v_{eff} = 6$. O valor de k, segundo a Tabela 2 será, então, 2,52. Dessa forma, a incerteza expandida pode obtida por meio da Equação 25, tal que:

$$U = k \cdot u_c(y) = 2.52 \cdot 0.0253 = 0.0637 \text{ s}$$
 (28)

Observação: no caso de componentes de incerteza correlacionadas, a fórmula de Welch-Satterthwaite da Equação 26 não pode ser utilizada, pois pode gerar resultados incoerentes. Em tal situação, recomenda-se utilizar a fórmula Generalizada de Willink². Se qualquer grupo de grandezas de entrada é estimada a partir de um conjunto de N medições repetidas, então v_{eff} será:

$$v_{eff} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2} (x_{i})\right)^{2}}{\sum_{i=1}^{N} \left(c_{i} u (x_{i})\right)^{4}}$$
(29)

Isso será válido se $u_y^2 \ge \sum_{i=1}^{N} c_i^2 u^2(x_i)$

A Equação 29 difere da 26 no simples fato de que na Equação 29 o numerador é calculado como se não houvesse correlações entre as componentes de incerteza.

Passo 8: Arredondar Incerteza e Resultado da Medição

A incerteza expandida deve ser arredondada para, no máximo, dois algarismos significativos (não confundir com casas decimais). Algarismos significativos são todos aqueles contados, da esquerda para a direita, a partir do primeiro algarismo diferente de zero. Exemplos:

- 45,30 possui quatro algarismos significativos e duas casas decimais;
- 0,0595 possui três algarismos significativos e quatro casas decimais;
- 0,0450 possui três algarismos significativos e quatro casas decimais.

O valor numérico do resultado da medição deve ser arredondado para o mesmo número de casas decimais do valor da incerteza expandida. Para o processo de arredondamento, as regras usuais de arredondamento de números devem ser utilizadas (para mais detalhes ver ISO 31-0:1992, anexo B). Entretanto, se o arredondamento diminui o valor numérico da incerteza de medição em mais de 5%, o arredondamento deve ser feito para cima.

Exemplo 10: a incerteza expandida no caso da medição do tempo descrita no exemplo 09, arredondada para dois algarismos significativos, será U=0.064 s, pois o último algarismo da Equação 28 é maior que cinco, logo arredonda-se para cima. Contudo, se o laboratório desejar expressar a incerteza com um algarismo significativo e, dessa forma, utilizar o mesmo número de casas decimais que o cronômetro dispõe, o erro de arredondamento para baixo será:

Erro Arredondamento =
$$\frac{0,0637 - 0,06}{0.0637} \cdot 100 = 5,8\%$$
 (30)

Como o erro de arredondamento nesse caso foi maior do que 5%, o arredondamento não pode ser feito para baixo e a incerteza expandida será, então, 0.07 s. O resultado final da medição pode ser apresentado como (3.07 ± 0.07) s.

-

² WILLINK, R. A generalization of the Welch–Satterthwaite formula for use with correlated uncertainty components. Metrologia 44, 340-349. IOP: 2007.

É importante que tanto o resultado da medição, quanto a incerteza sejam adequadamente apresentados e indiquem a unidade de medida utilizada pelo laboratório. Quando expressa a incerteza expandida U, convém que o resultado Y seja apresentado da forma $Y = y \pm U$, fornecendo tanto a unidade de medida para y quanto para U.

Na apresentação da incerteza, o laboratório deve, ainda, indicar o valor de k, a probabilidade de abrangência utilizada para obter U, a distribuição de probabilidade e os graus de liberdade efetivos, quando se tratar de uma distribuição t-Student.

Vale lembrar que a apresentação, em relatório de ensaios, da incerteza de medição só é mandatória quando solicitada pelo cliente ou quando essa afetar a conformidade com um limite de especificação.

4.4 Modelos matemáticos da medição

A representação da medição através de um modelo matemático é o passo inicial e fundamental para a incerteza de medição. Tal modelo deve relacionar o mensurando Y com as N variáveis das quais ele depende. A relação deve ser expressa através de uma função.

Muitas vezes, o método de medição explicita um modelo matemático, como no exemplo de tensão de ruptura, apresentado na Equação 4. Em geral, na área de calibração, quando se tratar de uma comparação direta, o modelo matemático será uma pura soma e/ou subtração de N variáveis. Os documentos EA-4/02 e M3003 trazem uma série de exemplos de tais casos.

O primeiro passo é redigir o modelo matemático básico da medição e, em seguida, complementálo com as demais grandezas identificadas como componentes de incerteza.

Exemplo 11 (baseado no M3003): um resistor é calibrado frente a outro resistor padrão. A comparação é realizada pela conexão de ambos em série e permitindo a passagem de uma corrente constante entre eles. A tensão ao redor de cada um deles é medida. Como a mesma corrente passa entre ambos, a razão entre as tensões V_S e V_X será a mesma razão dos valores das duas resistências, onde V_S é a tensão no resistor padrão e V_X é a tensão no resistor em calibração.

O modelo matemático básico da medição será então:

$$\frac{R_s}{R_x} = \frac{V_s}{V_x} \tag{31}$$

Se a resistência padrão R_S é conhecida, então a resistência em calibração pode ser determinada se a Equação 31 for reescrita:

$$R_{x} = \frac{V_{x}}{V_{s}} R_{s} \tag{32}$$

O modelo matemático da medição, como expresso na Equação 32, não incorpora todas as variáveis que afetam a incerteza da medição. Há de se considerar, ainda, os seguintes fatores:

a) deriva do padrão ao longo do tempo δR_D ;

- b) efeito da variação da temperatura Δ_T em função do coeficiente de temperatura do resistor R_{TC} ; tal coeficiente pode ser determinado experimentalmente pelo laboratório;
- c) repetitividade das leituras das razões das tensões s(V).

Assim, o modelo matemático da medição descrito na Equação 32 deve ser complementado, de tal forma que:

$$R_{x} = \frac{V_{x}}{V_{s}} \left(R_{s} + \delta R_{D} + R_{TC} \Delta_{T} + s(V) \right)$$
(33)

Esse processo de iniciar com um modelo matemático básico da medição, sob forma simplificada, e complementá-lo em seguida com todas as variáveis que afetam a incerteza é um fator fundamental para a adequada aplicação do método do GUM.

Em outras situações, particularmente em áreas específicas de ensaios, como na química, pode ser impraticável explicitar o modelo matemático da medição sob forma detalhada. Nessas situações, o laboratório pode determinar experimentalmente os fatores ou, pelo menos, considerar a expressão genérica para o mensurando Y:

$$Y = X + \Delta_{-} + \Delta_{-} + \Delta_{-} \tag{34}$$

Onde X é o resultado da medição, Δ_{rep} é o efeito devido à repetitividade das medições, Δ_{exat} é o efeito devido à exatidão e Δ_{outros} são os efeitos causados por outros fatores eventualmente presentes na medida.

Tais fatores Δ são variáveis com esperança igual a zero, de forma a não alterar o valor do resultado da medição, porém com um valor de incerteza definido. As incertezas desses fatores podem ser obtidas experimentalmente, por exemplo, através de dados de validação do método, controle de qualidade ou projetos fatoriais.

4.5 Considerações sobre componentes de incerteza

4.5.1 Considerações gerais

As componentes de incerteza devem ser explicitadas, sob forma de variáveis, no modelo matemático da medição, conforme descrito anteriormente no item 4.4. Nesse sentido, cabe ao avaliador verificar se nenhuma componente de incerteza relevante é negligenciada pelo laboratório. Por outro lado, também deve-se estar atento para eventual dupla contagem de componentes de incerteza. O diagrama de causa e efeito pode ser utilizado pelo laboratório, pois ajuda a evitar essa dupla contagem de componentes de incerteza, ao mesmo tempo em que facilita o agrupamento de componentes cujo efeito combinado possa ser avaliado.

Um exemplo de dupla contagem de componentes de incerteza é o caso em que o laboratório estima as componentes de repetitividade associadas a cada grandeza de entrada e, ao final, estima a componente de repetitividade do mensurando Y, através da repetição completa de medições. A componente de repetitividade do mensurando Y já incorpora a repetitividade associada a cada grandeza de entrada. Sendo assim, não seria necessário considerar em separado as componentes de repetitividade associadas a cada grandeza de entrada.

A seguir, são apresentadas algumas componentes de incerteza pertinentes nas áreas de calibração e de ensaio. Outras componentes de incerteza também poderão ser consideradas, dependendo de cada caso.

Os avaliadores devem observar os documentos pertinentes da Rede Metrológica RS quanto às componentes de incerteza em áreas específicas, como metrologia dimensional e torque, estabelecidas nos RM 53 e RM 55, respectivamente, e para ensaios, conforme política definida no RM 59.

4.5.2 Componentes de incerteza na área de calibração

Usualmente, tem-se como componentes de incerteza na área de calibração, dependendo do tipo de medição, o seguinte:

- a) desvio padrão da média de medições repetidas;
- b) incerteza da calibração do padrão (incerteza herdada), dada em seu certificado de calibração;
- c) deriva dos padrões, isto é, a variação do padrão no intervalo entre suas duas últimas calibrações; quando o histórico não está disponível, uma regra útil é considerar como deriva, pelo menos, a incerteza da calibração do padrão;
- d) incerteza do fator de correção para erros sistemáticos do padrão; o fator de correção deve ser estimado por meio de uma análise de regressão dos erros sistemáticos do padrão;
- e) erro máximo admissível para o padrão, quando uma correção para os erros sistemáticos não é aplicada; em tal caso, é possível eliminar as componentes de incerteza "b", "c" e "d" listadas anteriormente, quando essas estão incluídas na análise crítica do erro máximo admissível do laboratório; a correção para erros sistemáticos conhecidos é sempre uma situação preferível do que incluir a componente de erro máximo admissível na incerteza da medição.
- f) efeito da resolução finita de leitura dos equipamentos;
- g) efeito das condições ambientais, por exemplo temperatura ou umidade;
- h) histerese: a indicação de alguns equipamentos pode variar quando as medições são realizadas no sentido ascendente ou descendente com relação à faixa de medição;
- i) outros fatores, de acordo com o tipo de medição.

A Figura 5 traz uma relação de componentes de incerteza específicas que podem ser relevantes em diversas áreas de calibração. A relação a seguir foi elaborada baseada nos documentos citados nas referências. A Figura 5 deve ser entendida apenas como um guia orientativo.

Em última análise, caberá ao avaliador verificar se as componentes descritas a seguir serão pertinentes em cada caso e se haverá outras componentes relevantes a serem consideradas. Maiores detalhes podem ser consultados nas referências citadas.

Área de Calibração	Componentes de incerteza específicas
Eletricidade	a) incerteza herdada da calibração
	b) deriva do padrão
	c) condições ambientais
	d) incerteza de correções para erros sistemáticos
	e) efeitos das resoluções do padrão e do instrumento em calibração
	f) desvio padrão da média das medições
Massa	a) incerteza herdada da calibração da massa de referência
	b) deriva do padrão
	c) desvio padrão da média das medições
	d) efeito da resolução da balança
	e) condições ambientais
—	f) empuxo do ar
Temperatura	a) incerteza herdada da calibração do termômetro de referência
	b) deriva do padrão
	c) efeitos das resoluções do padrão e do instrumento em calibração
	d) instabilidade e heterogeneidade do banho termostático
	e) correção da coluna emergente, quando da calibração de
	termômetros de imersão parcial f) tensão parasita da chave comutadora, quando da calibração de
	termopares
	g) temperatura da junção de referência, quando da calibração de
	termopares
	h) cabo de compensação, quando da calibração de termopares
	i) desvio padrão da média das medições
Dimensional	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) condições ambientais
	d) compressão elástica, relacionada à força de medição aplicada
	e) erro de cosseno
	f) erros geométricos (planeza e paralelismo)
	g) efeitos das resoluções do padrão e do instrumento em calibração
	h) desvio padrão da média das medições
Pressão	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) incerteza de correções para erros sistemáticos
	d) efeitos das resoluções do padrão e do instrumento em calibração
	e) desvio padrão da média das medições
	f) incerteza da diferença de altura entre o padrão e o instrumento
_	em calibração
Torque	a) incerteza herdada da calibração do padrão
	b) deriva do padrão
	c) incerteza de correções para erros sistemáticos
	d) erro de posicionamento do ponteiro do instrumento em
	calibração
	e) efeito da resolução do padrão
	f) desvio padrão da média das medições

f) desvio padrão da média das medições

Figura 5. Componentes de incerteza específicas em áreas de calibração

4.5.3 Componentes de incerteza na área de ensaio

A Figura 6 traz uma relação de componentes de incerteza específicas que podem ser relevantes em diversas áreas de ensaio. Assim como na Figura 5, a Figura 6 deve ser entendida apenas como um guia orientativo. Caberá ao avaliador verificar se as componentes descritas na Figura 6 serão pertinentes em cada caso e se haverá outras componentes relevantes a serem consideradas. Maiores detalhes podem ser consultados nos documentos de referência citados.

Área de Ensaio	Componentes de incerteza específicas
Ensaios Químicos e Físico-	Ensaios titulométricos:
Químicos	a) incerteza do volume gasto na titulação da amostra
	b) incerteza do volume gasto na titulação do branco
	c) incerteza da massa molar
	d) incerteza da pureza do titulante
	e) incerteza das diluições
	f) repetitividade e reprodutibilidade intralaboratorial
	Ensaios gravimétricos:
	a) incerteza da massa inicial
	b) incerteza da massa final
	c) repetitividade
	Ensaios instrumentais (espectrofotometria, cromatografia, etc.):
	a) incerteza da curva de calibração
	b) repetitividade
	c) incerteza do volume ou massa tomada de amostra
	d) incerteza de diluição
	e) incerteza da recuperação
	f) incerteza dos padrões
Ensaios Microbiológicos e	Reprodutibilidade intralaboratorial
Ecotoxicológicos	
Ensaios Mecânicos	Ensaios de Tração/Compressão:
	a) incerteza na medição da força aplicada
	b) incerteza na medição das dimensões do corpo de prova
	c) condições ambientais
	d) repetitividade
	Ensaios de Dureza:
	a) incerteza do padrão utilizado na verificação interna indireta
	ou incerteza da calibração externa direta
	b) repetitividade
	c) efeito da resolução do durômetro
	d) condições ambientais
	Ensaios Impactos:
	a) incerteza da máquina de ensaio
	b) repetitividade
	c) efeito da resolução da máquina
	d) perdas por atrito
	e) condições ambientais

Figura 6. Componentes de incerteza específicas em áreas de ensaio

4.5.4 Considerações sobre a repetitividade

O GUM cita que a melhor estimativa do valor do mensurando, na ausência de efeitos sistemáticos, é obtida através da média aritmética de N observações repetidas do mesmo mesurando. O desvio padrão experimental da média é, neste caso, uma medida de incerteza associada ao valor da média, indicando a repetitividade da medição, sendo calculado por:

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{N}} \tag{35}$$

Onde s é o desvio padrão experimental das observações repetidas da medição. Em alguns casos, as observações repetidas podem estar correlacionadas e, assim, a Equação 35 pode não ser o estimador mais adequado da repetitividade. Isso pode ocorrer, por exemplo, em medições na área de frequência e uma alternativa à Equação 35 é utilizar a variância Allan³.

Em diversas situações, sobretudo em ensaios, o resultado da medição é obtido por meio de uma única medição, pois a repetição pode não ser técnica ou economicamente viável. Dessa forma, não haverá como calcular o "desvio padrão da média de medições repetidas", pois a medição não é repetida. Essa importante componente de incerteza, contudo, indica os efeitos aleatórios de repetitividade da medição e necessita ser considerada de outra forma.

Nas situações em que uma única medida é utilizada para expressar o resultado da medição, o laboratório pode estimar a componente de repetitividade através de um estudo histórico, realizado previamente à medição. Por exemplo, a repetitividade pode ser estimada através de uma série de, no mínimo, sete medições realizadas em duplicatas, totalizando catorze resultados de ensaio/calibrações. Neste caso, o desvio padrão de repetitividade será igual à média das diferenças entre as duplicatas, dividido pelo coeficiente 1,128⁴:

$$s = \frac{\overline{D}}{1.128} \tag{36}$$

No caso de medidas únicas utilizadas para expressar o resultado da medição (isto é, o resultado é um valor individual e não uma média), o desvio padrão calculado pela Equação 36 não deve ser divido pelo divisor \sqrt{N} apresentado na Equação 35.

Existem vários métodos para estimar a repetitividade. Recomenda-se consultar os documentos DOQ-CGCRE-008 e a ISO 5725 para maiores informações a respeito dos estudos de repetitividade. Outros documentos também podem ser utilizados como referências pelo laboratório, desde que sejam reconhecidos nacional ou internacionalmente.

Em certas áreas da metrologia, pode ser necessário um tratamento matemático prévio nos dados, por exemplo, através da aplicação de logaritmos. Esse é o caso na microbiologia, devido ao

_

³ ALLAN, D. W. (1987), IEEE Trans. Instrum. Meas. IM-36, 646-654.

⁴ O coeficiente 1,128 é válido para medições realizadas em duplicatas e para um número total de dados ≥ 30. Para um número diferente de repetições ou para um número total de dados menor, recomenda-se consultar: AIAG. MSA − *Measurement Systems Analysis*. AIAG. Daymler Chrysler Corporation, Ford Motor Company and General Motors Corporation, 3.ed, 2002.

crescimento exponencial dos micro-organismos. Podem ser consultadas as referências do A2LA (2007) ou do IPAC (2006) em tal situação.

4.5.5 Considerações sobre a reprodutibilidade

A reprodutibilidade é conceituada como o grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições variadas de medição.

A reprodutibilidade interna refere-se à avaliação sobre a mesma amostra, amostras idênticas ou padrões, utilizando o mesmo método, no mesmo laboratório, mas definindo as condições a variar, tais como analistas, equipamentos ou tempos.

Existem vários métodos para determinar a reprodutibilidade interna, sendo dois dos principais deles através de (INMETRO, 2008):

- a) cartas de controle de amplitude, que poderão ser aplicados através de replicatas de amostras/itens de calibração ou com padrões estáveis ao longo do tempo;
- b) um estudo com *t* amostras/itens de calibração medidos *n* vezes cada um deles, tal que o desvio padrão de reprodutibilidade interna será obtido através de:

$$Si_{(j,k)} = \sqrt{\frac{1}{t(n-1)} \sum_{j=1}^{t} \sum_{k=1}^{n} \left(y_{jk} - \overline{y_j} \right)^2}$$
(37)

Onde:

t – total de amostras ensaiadas (não confundir com o *t* de Student);

n – total de ensaios efetuados por amostra;

 $j - \mathbf{n}^{o}$ da amostra, j = 1, t

 $k - n^{\circ}$ do ensaio da amostra j, k = 1, n

 y_{jk} – valor do resultado k para a amostra j

 y_i - representa a média aritmética dos resultados da amostra j.

Um método simplificado, porém menos eficaz para estimar a reprodutibilidade interna baseia-se na execução de n medições ($n \ge 15$), em condições pré-definidas, tal que a sua estimativa será:

$$Si_{(j,k)} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^{n} (y_k - \overline{y})^2}$$
(38)

 $Si_{(j,k)}$ é o desvio padrão de reprodutibilidade interna relativo. Os símbolos relativos às condições intermediárias podem aparecer entre parêntesis (por exemplo, variação dos fatores "tempo" e "operadores").

Recomenda-se consultar os documentos DOQ-CGCRE-008 ou a ISO 5725 para maiores informações a respeito dos estudos de reprodutibilidade. Assim como citado no item 4.5.4, pode ser necessário um tratamento matemático prévio nos dados, por exemplo, através da aplicação de logaritmos. Para tanto, podem ser consultadas as referências citadas no item em questão. Também vale lembrar que outras referências também podem ser utilizadas pelo laboratório, desde que sejam reconhecidos nacional ou internacionalmente.

4.5.6 Considerações sobre a incerteza de curvas de regressão

Alguns equipamentos em química analítica, tais como espectrofotômetros e cromatógrafos, produzem resultados diretamente proporcionais à concentração do analito em amostras de acordo com uma leitura de comprimento de onda ou intensidade de resposta. Para a quantificação dos resultados é, então, requerido que se conheça a dependência entre a resposta medida pelo equipamento e a concentração do analito.

Tal relação de dependência é determinada pela verificação interna do equipamento com padrões rastreáveis com concentrações definidas. A partir de tais resultados, calcula-se a equação de regressão, determinada pelo método dos mínimos quadrados. Para uma curva de regressão de primeiro grau, muitas vezes chamada na química de curva de calibração, temos que:

$$y = a + bx \tag{39}$$

onde y é a resposta observada pelo equipamento, x é o valor de concentração do padrão de referência, a é o coeficiente linear da reta e b é o coeficiente angular da reta.

A partir da Equação 39, quantifica-se então a concentração prevista em uma determinada amostra ensaiada, x_{prev} , a partir de uma resposta observada pelo equipamento, y_{obs} , tal que:

$$x_{prev} = (y_{obs} - a)/b \tag{40}$$

Existem várias formas par estimar a incerteza padrão da curva de regressão no ponto x_{prev} . A Equação 41, recomendada pela Eurachem (2000) é uma forma delas, porém atenta-se para o fato que a Equação 41 é apenas uma forma simplificada de estimar a incerteza, pois não considera os efeitos de correlação entre os coeficientes da reta a e b.

$$u(x_{prov}) = \sqrt{\frac{S^2}{b^2} \left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(x_{prov} - \overline{x})}{\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2 / n} \right)}$$
(41)

Onde x_{prev} é o valor previsto pela curva obtido por uma leitura individual, n é o número de pontos na curva de regressão, S é o desvio padrão dos resíduos, calculado pelas diferenças quadráticas entre o valor calculado pela curva, y_{calc} , e o valor de referência obtido pela leitura do padrão, y_{real} :

$$S = \frac{\sum_{i=1}^{n} (y_{cale_{i}} - y_{real_{i}})^{2}}{n-2}$$
 (42)

A incerteza padrão da curva de regressão linear de primeiro grau, $u(x_{prev})$, será uma componente de incerteza com n-2 graus de liberdade.

Uma forma mais adequada de estimar a incerteza padrão da curva de regressão no ponto x_{prev} é considerando a correlação entre os coeficiente a e b da reta, conforme recomendação do GUM. Neste caso, $u(x_{prev})$ é estimado por:

$$u(x_{prev}) = \sqrt{c_a^2 u^2(a) + c_b^2 u^2(b) + 2c_a c_b u(a) u(b) r(a, b)}$$
(43)

Onde c_a é o coeficiente de sensibilidade de a, u(a) é a incerteza padrão de a, c_b é o coeficiente de sensibilidade de b, u(b) é a incerteza padrão de b e r(a, b) é o coeficiente de correlação entre a e b. O coeficiente de correlação r(a, b) é estimado por:

$$r(a,b) = -\frac{\sum x_i}{\sqrt{n\sum x_i^2}}$$
(44)

E as incertezas padrão de a e b são obtidas por:

$$u^{2}(a) = \frac{s^{2} \sum x_{i}^{2}}{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}} \quad \therefore \quad u(a) = \sqrt{\frac{s^{2} \sum x_{i}^{2}}{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}}}$$
(45)

$$u^{2}(b) = n \frac{s^{2}}{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}} \quad \therefore \quad u(b) = \sqrt{n \frac{s^{2}}{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}}}$$
(46)

Onde S é obtido pela Equação 42.

Exemplo 12: um laboratório obtém uma curva de regressão de primeiro grau para seu espectrofotômetro de absorção atômica a partir da leitura de cinco padrões, conforme Tabela 3. Com tais dados, ele deseja calcular a incerteza da curva de regressão na leitura de amostra com valor $x_{prev} = 6,235 \text{ mg/L}$.

Tabela 3. Leituras dos padrões		
Valor certificado do padrão	Absorbância indicada	
(mg/L)	pelo equipamento	
\dot{X}	$oldsymbol{Y}$	
1	0,986	
2	2,012	
5	5,012	
10	9,988	
15	14,924	

Determinam-se, então, os coeficientes angular e linear da reta, conforme apresentado na Figura 7.

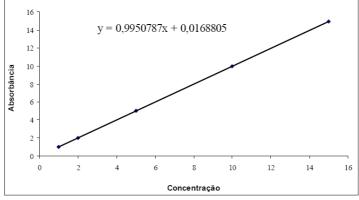


Figura 7. Curva de regressão

Pela Equação 42, obtém-se o desvio padrão dos resíduos, que será:

$$S = 0.025 \text{ mg/L}$$
 (47)

E pelas Equações 44 a 46, obtém-se, o coeficiente de correlação entre a e b, a incerteza padrão de a e a incerteza padrão de b:

$$r(a,b) = -\frac{\sum x_i}{\sqrt{n\sum x_i^2}} = -\frac{33}{\sqrt{5\cdot 355}} = -0.78328$$
 (48)

$$u(a) = \sqrt{\frac{s^2 \sum x_i^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}} = \sqrt{\frac{0.025^2 \cdot 355}{5 \cdot 355 - (33)^2}} = 0.01793$$
(49)

$$u(b) = \sqrt{n \frac{s^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}} = \sqrt{5 \frac{0,025^2}{5 \cdot 355 - (33)^2}} = 0,002128$$
 (50)

Então, a incerteza padrão da curva de regressão no ponto $x_{prev} = 6,235 \text{ mg/L}$ obtida de acordo com a Equação 43 será:

$$u(x_{prov}) = \sqrt{\left(\frac{-1}{b}\right)^2 0.01793^2 + \left(\frac{a-y}{b^2}\right)^2 0.002128^2 + 2\left(\frac{-1}{b}\right)\left(\frac{a-y}{b^2}\right)(0.01793)(0.002128)(-0.78328)}$$

$$u(x_{pro}) = 0.011 \,\text{mg/L}$$
 (51)

Se a Equação 41, proposta pela Eurachem (2000), for aplicada, pode-se perceber que a incerteza será sobreestimada.

$$u(x_{prov}) = \sqrt{\frac{0.025^{2}}{0.995^{2}}} \left(1 + \frac{1}{5} + \frac{(6.235 - 6.6)}{355 - (33)^{2} / 5} \right) = 0.027 \text{ mg/L}$$
 (52)

Isso ocorre porque a Equação 41, como já mencionado, não considera a correlação entre os coeficientes da reta. Desta forma, a Equação 43 é preferível, em detrimento à Equação 41.

É importante ressaltar que existem vários métodos para estimar a incerteza de um ponto em uma curva de regressão. Maiores detalhes podem ser consultados no GUM ou na Eurachem (2000). A abordagem apresentada anteriormente é igualmente válida na área de calibração, para calcular a incerteza associada a uma curva de correção de erros sistemáticos de padrões de referência e equipamentos.

4.5.7 Considerações sobre a incerteza da amostragem em ensaios

Amostragem é definida pela NBR ISO/IEC 17025 como um procedimento, pelo qual uma parte de uma substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostra representativa do todo, para ensaio ou calibração.

Ainda que possa ser aplicada em calibrações, a amostragem usualmente ocorre na área de ensaios. Os Guias de Incerteza da Amostragem publicados pela Eurachem (2007) e pela Nordtest (2007) são referências que podem ser consultadas. Outras referências igualmente podem ser utilizadas pelo laboratório, desde que reconhecidas nacional ou internacionalmente.

Quando o resultado da medição não se referir somente à amostra ensaiada/item calibrado, mas sim a todo um lote ou região avaliada, a amostragem é usualmente a maior contribuição de incerteza. Existem várias formas de se estimar a incerteza da amostragem, seja através de variogramas, abordagem por modelagem ou por ensaios replicados. Esse último é normalmente o mais aplicado na prática, pela sua facilidade de cálculo. Sua estimativa está baseada na execução de amostragens replicadas.

O modelo matemático da medição, quando a amostragem é realizada, pode ser escrito como:

$$Y = X + \varepsilon_{\text{analyse}} + \varepsilon_{\text{analyse}} \tag{53}$$

Onde Y é o valor do mensurando em questão, X é a melhor estimativa do mensurando e $\varepsilon_{análise}$ e $\varepsilon_{amostragem}$ são, respectivamente, os erros aleatórios durante a análise (ou seja, na execução do ensaio) e os erros aleatórios de amostragem

Da Equação 53, tem-se que a incerteza combinada total da medição, $u_{medição}$, que considera os efeitos de amostragem, é dada por:

$$u_{\text{medição}} = \sqrt{u_{\text{amostragem}}^2 + u_{\text{análise}}^2} \tag{54}$$

Onde $u_{amostragem}$ é a incerteza padrão da amostragem e $u_{análise}$ é a incerteza combinada das análises. Reescrevendo a Equação 54, pode ser obtida a incerteza padrão da amostragem:

$$u_{amostragem} = \sqrt{u_{medição}^2 - u_{análise}^2}$$
 (55)

Para maiores detalhes sobre a incerteza da amostragem, recomenda-se a leitura das referências citadas anteriormente.

4.6 Validação de planilhas de incerteza de medição

A NBR ISO/IEC 17025 determina em seu requisito 5.4.7 que o laboratório deve assegurar que "o software de computador desenvolvido pelo usuário esteja documentado em detalhes suficientes e apropriadamente validados, como adequado para uso".

Em incerteza de medição, os laboratórios usualmente utilizam planilhas eletrônicas do tipo Excel® ou similar. A validação de tais planilhas é fundamental e deve ser atentamente verificada pelo avaliador. Para a validação, empregam-se normalmente uma das seguintes estratégias:

- a) reproduzir os cálculos manualmente e verificar se os resultados obtidos são iguais aos da planilha eletrônica;
- b) conferência de fórmulas; nesse caso, verifica-se se todas as fórmulas constantes na planilha estão corretas e se essas referenciam as células pertinentes da planilha.

Ainda que a primeira estratégia seja a mais empregada, ela também é a mais trabalhosa e a mais propensa a erros. Por essa razão, a segunda estratégia é normalmente mais recomendada. Outras formas de validação também podem ser aceitas, desde que analisadas pelo avaliador e constatadas como válidas. É importante ressaltar também que o avaliador deve evidenciar com o laboratório os registros da validação de tais planilhas de incerteza.

4.7 Monitoramento e análise crítica da incerteza de medição

Um importante fator que o avaliador deve verificar é como o laboratório analisa criticamente a incerteza de suas medições.

Pode-se constatar que a incerteza impacta em diversos requisitos da NBR ISO/IEC 17025, dentre eles:

- a) na análise crítica do pedido (requisito 4.4): o laboratório deve avaliar se possui capacidade para atender aos requisitos do cliente; isso inclui avaliar se a sua incerteza de medição é adequada às necessidades ou não;
- b) na garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração (requisito 5.9): o laboratório deve aplicar procedimentos para monitorar a validade de suas medições; uma forma de realizar tal monitoramento é pela avaliação da magnitude da incerteza de medição obtida; isso pode ser feito, por exemplo, através de uma carta de controle das incertezas das medições; caso o laboratório aplique tal técnica, atentar para o correto cálculo dos limites de controle, que devem ser definidos da seguinte forma:
 - o Limite de Alarme da Incerteza = $2,83 \times u_c(y)$
 - o Limite de Ação da Incerteza = $3,69 \times u_c(y)$
- c) na identificação de oportunidades de melhoria (requisito 4.10): o laboratório deve procurar aprimorar continuamente seu sistema de gestão; a planilha de incerteza fornece subsídios ao laboratório para identificar aqueles fatores críticos que mais influenciam os resultados; assim, é possível que o laboratório centre seus esforços naquilo que realmente afeta o resultado e assim, reduzir a incerteza;
- d) na validação de métodos (requisito 5.4.5): para verificar se a incerteza obtida é adequada para o uso pretendido do método de medição em questão;
- e) na análise crítica de um resultado de medição frente à um limite de conformidade: para declaração de conformidade ou não-conformidade de um resultado frente a limites

especificados é fundamental considerar a incerteza de medição. Imagine a situação de um resultado próximo a um limite de conformidade, como demonstrado na Figura 8. Nesta situação hipotética, quando considerada a incerteza de medição, o laboratório não poderá afirmar, com segurança, de que o resultado de fato atende à especificação, pois a probabilidade de não atendê-la ainda é grande. No exemplo da ilustrado na Figura 8, o resultado da medição é $Y=105\,$ mm, considerando uma incerteza expandida de $U=5\,$ mm e os limites de especificação de 100 mm a 110 mm. Maiores detalhes sobre esse processo de análise crítica podem ser consultados em Eurachem (2007) e no GUM.

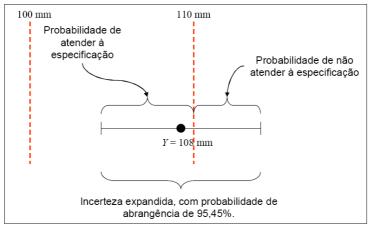


Figura 8. Quando a incerteza afeta a conformidade com limites especificados

Para analisar criticamente o impacto de cada contribuição de incerteza na incerteza combinada e, desta forma, saber quais são os fatores que mais afetam a qualidade da medição, pode ser utilizado um gráfico de barras das contribuição de incerteza relativas, conforme exemplo da Figura 9.

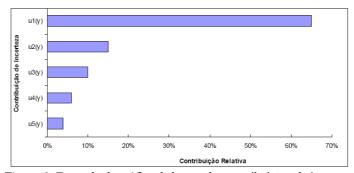


Figura 9. Exemplo de gráfico de barras das contribuições de incerteza

4.8 Melhor capacidade de medição

A melhor capacidade de medição é a menor incerteza que um laboratório de calibração pode obter para uma determinada calibração em sua condição normal de trabalho.

Assim sendo, nas calibrações de rotina, o laboratório reconhecido ou postulante ao reconhecimento não deverá apresentar uma incerteza de medição menor que a sua melhor capacidade de medição constante em seu certificado de reconhecimento ou na sua solicitação de reconhecimento. A informação sobre a melhor capacidade de medição do laboratório consta no relatório de avaliação, junto à lista de serviços a ser avaliada.

A melhor capacidade de medição deve ser aplicável a todos os valores dentro de uma determinada faixa de medição e não apenas à menor incerteza que pode ser obtida em um único ponto de tal faixa. Há várias formas de apresentação da melhor capacidade de medição de acordo com a faixa de medição. Exemplos são descritos a seguir:

a) Melhor capacidade de medição para um único valor da grandeza; esse é o caso, por exemplo na área de calibração de pesos padrão. Um exemplo segue na Tabela 4.

Tabela 4. Melhor capacidade de medição para um único valor da grandeza

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
1 g	0,071 mg

b) Melhor capacidade de medição para toda uma faixa de valores. Um exemplo segue na Tabela 5.

Tabela 5. Melhor capacidade de medição para toda uma faixa de valores

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 10 mm até 50 mm	0,02 mm

 c) Melhor capacidade de medição em percentual do valor medido. Um exemplo segue na Tabela 6.

Tabela 6. Melhor capacidade de medição em percentual

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 2 MPa até 10 MPa	0,5%

d) Melhor capacidade de medição expressa por um valor fixo somado a um percentual do valor medido. Um exemplo segue na Tabela 7.

Tabela 7. Melhor capacidade de medição expressa por um valor fixo somado a um percentual

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 2 V até 10 V	0,01 V + 0,005 %

e) Melhor capacidade de medição como um valor fixo somado a um fator que depende linearmente do valor medido. Pode ocorrer, por exemplo, em determinadas medições dimensionais. Um exemplo segue na Tabela 8.

Tabela 8. Melhor capacidade de medição como um valor fixo somado a um fator

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
> 25 mm até 100 mm	$(0.6 + L/200) \mu m$

Onde L é o valor medido de um determinado comprimento em milímetros.

f) Melhor capacidade de medição apresentada como uma faixa sem especificar a função que descreve sua variação. Um exemplo segue na Tabela 9.

Tabela 9. Melhor capacidade de medição como uma faixa

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 5 °C até 100 °C	De 0,1 °C até 0,9 °C

Quando há "quebra de faixas", isto é, a faixa de medição do laboratório é divida em várias sub-faixas, cada uma delas com uma melhor capacidade de medição, é importante que o avaliador atente para que não ocorra a indicação de mais do que uma única melhor capacidade de medição para cada valor. Para tanto, pode ser empregado o uso de símbolos ">" e "<" para representar as sub-faixas, conforme exemplo da Tabela 10.

Tabela 10. Ouebra de faixas

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
de 5 mm até 100 mm	0,6 μm
> 100 mm até 200mm	0,9 μm
> 200 mm até 300 mm	1,2 μm

Cabe ao avaliador verificar a correta forma de apresentação da melhor capacidade de medição declarada pelo laboratório.

4.9 O que o avaliador deve avaliar em termos de incerteza

Para auxílio aos avaliadores na tarefa de avaliar a incerteza de medição dos laboratórios reconhecidos ou postulantes ao reconhecimento, a Rede Metrológica RS disponibiliza o formulário FR 53 – *Check-list* para Avaliação da Incerteza de Medição.

O uso da referida *check-list* por parte dos avaliadores é opcional, porém altamente recomendado. Ressalta-se que, quando da avaliação da incerteza em um laboratório, cabe ao avaliador verificar, dentre outros, se:

- a) o método de expressão da incerteza de medição é coerente com o GUM ou com outra referência reconhecida nacional ou internacionalmente;
- b) todas as componentes de incerteza relevantes estão identificadas;
- c) as componentes de incerteza foram adequadamente estimadas;
- d) os cálculos estão corretos;
- e) os critérios de arredondamento foram empregados e a forma de declaração da incerteza em um certificado de calibração/relatório de ensaio;
- f) as planilhas de incerteza estão devidamente validadas;
- g) o laboratório analisa criticamente a sua incerteza de medição;
- h) a melhor capacidade de medição é corretamente apresentada.

Maiores detalhes sobre os itens de incerteza a serem verificados durante as avaliações podem ser consultados no FR 53.

ANEXO – RELAÇÃO DOS PARTICIPANTES DESTE DOCUMENTO

A publicação deste documento é de grande importância tanto para os avaliadores da Rede Metrológica RS quanto para seus laboratórios reconhecidos ou postulantes ao reconhecimento. Desta forma, a Rede Metrológica RS agradece a todos os especialistas abaixo listados, que dedicaram seu tempo, sob forma voluntária, para contribuir na elaboração e revisão deste documento e do FR 53 - Check-list para Avaliação da Incerteza de Medição.

Preparado por:

Daniel Homrich da Jornada – Membro do Comitê Técnico de Formação de Avaliadores da Rede Metrológica RS

Revisado por:

Carla Schwengber ten Caten – Professora do PPGEP/UFRGS

Filipe de Medeiros Albano – Coordenador da Qualidade da Rede Metrológica RS

Gregory Kyriazis – Especialista convidado do Inmetro / Divisão de Metrologia Elétrica

Luiz Henrique Ferreira – Avaliador das Áreas de Ensaio e Calibração da Rede Metrológica RS

Magali da Silva Rodrigues – Avaliadora da Área de Ensaio da Rede Metrológica RS

Morgana Pizzolato – Membro do Comitê Técnico de Reconhecimento de Competência

Noara Foiatto – Avaliadora da Área de Calibração da Rede Metrológica RS

Paulo Roberto Couto – Especialista convidado do Inmetro / Divisão de Metrologia Mecânica

 $Apêndice \ E-FR\ 53-{\it Check-list}\ para\ Avaliação\ da\ Incerteza\ de\ Medição$

REDE ·············· METROLÓGICA	FR 53 – C	FR 53 – CHECK-LIST PARA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO								
RS		FORMULÁRIO		FEV/2009						
Laboratório(s) avaliad	lo(s):		N°							
Período de Avaliação	:									
Data inicial da a	valiação://	Data término da avaliaçã	o://							
Avaliadores:		Assinatura:								
Obs.:										
Os itens relacionados a s		com base no Guia para a Expressão da Incerteza de Metrológica RS, RM 68 – Incerteza de Medição								
As opções para marcar n	esta check-list e as siglas	s utilizadas são:								
S – Sim (requ	uisito conforme)	N – Não (requisito não-conforme)	NA – Requisito não aplic	cável						
	. DO	DCUMENTO ORIENTATIVO E COMPLEMENTAR AO								
	RM 68 - INCERTEZA	DE MEDIÇÃO: GUIA PRÁTICO DO AVALIADOR DE	LABORATÓRIOS							

	ITEM	S	N	NA	OBSERVAÇÕES
1.	Sobre o método de incerteza utilizado (requ	isitos	5.4.6	.1 e 5.	4.6.2 da NBR ISO/IEC 17025)
1.1	O laboratório possui procedimento para estimar a incerteza de medição coerente com o Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM) ou outra referência reconhecida nacional ou internacionalmente?				
1.2	Os cálculos são implementados em conformidade com o GUM ou com outra referência reconhecida nacional ou internacionalmente?				
1.3	O laboratório define adequadamente o modelo matemático da medição na extensão necessária para a correta expressão da incerteza de medição?				
1.4	O laboratório estima adequadamente as incertezas padrão de cada componente que afeta a incerteza?				
1.5	O laboratório calcula de forma correta os coeficientes de sensibilidade?				
1.6	O efeito de correlações entre as componentes de incerteza são considerados, caso existam?				
1.7	A incerteza combinada e a incerteza expandida são corretamente quantificadas?				
2.	Componentes de incerteza (requisito 5.4.6.3	da N	BR IS	SO/IE	C 17025)
2.1	Todas as componentes de incerteza relevantes são consideradas pelo laboratório?				

REDE METROLÓGICA RS

Página 3 de 6

	ITEM	S	N	NA	OBSERVAÇÕES
2.2	O laboratório atende aos requisitos estabelecidos pelos documentos complementares da Rede Metrológica com relação à incerteza de medição (RM 53, RM 55, RM 59 e RM 68), quando pertinente?				
2.3	As componentes de incerteza estão adequadamente estimadas e em conformidade com as informações utilizadas pelo laboratório, tais como certificados de calibração dos padrões e equipamentos, especificações de fabricantes e dados de desempenho do método?				
3.	Validação das planilhas eletrônicas de incer	teza (requi	isito 5.	.4.7.2.a da NBR ISO/IEC 17025)
3.1	O laboratório valida adequadamente todos os modelos de planilhas eletrônicas de incerteza de medição utilizados?				
3.2	O laboratório estabelece e aplica um procedimento para proteção dos dados em meio eletrônico? Tal procedimento inclui a garantia de integridade e confidencialidade da entrada ou coleta, armazenamento, transmissão e processamento dos dados de incerteza de medição?				
4.	Apresentação da incerteza (requisitos 5.10.3	e 5.1	0.4 d	a NBF	R ISO/IEC 17025)
4.1	Em calibrações, o laboratório declara a incerteza de medição nos certificados de calibração emitidos?				

REDE METROLÓGICA RS

	ITEM	S	N	NA	OBSERVAÇÕES
4.2	Em ensaios, o laboratório declara a incerteza de medição nos relatórios sempre que ela seja relevante para a validade ou aplicação dos resultados do ensaio ou quando requerida na instrução do cliente ou quando a incerteza afeta a conformidade com um limite de especificação?				
4.3	Em calibrações, a melhor capacidade de medição é adequadamente apresentada no escopo de reconhecimento do laboratório pela Rede Metrológica?				
44	Em calibrações, a incerteza de medição apresentada nos certificados emitidos pelo laboratório é coerente com a melhor capacidade de medição do laboratório constante em seu escopo de reconhecimento pela Rede Metrológica RS?				
4.5	A incerteza de medição é apresentada com, no máximo, dois algarismos significativos e o resultado de medição é arredondado para mesmo número de casas decimais da incerteza?				
4.6	As regras usuais de arredondamento são utilizadas e quando o arredondamento diminui o valor numérico da incerteza de medição em mais de 5%, o arredondamento é feito para cima?				

REDE METROLÓGICA RS Página 4 de 6

	ITEM	S	N	NA	OBSERVAÇÕES
5	Pessoal (requisitos 5.2.1 e 5.2.5 da NBR ISO	/IEC	17025	5)	
5.1	O pessoal de laboratório envolvido nos ensaios/calibrações, assim como o gerente técnico e seu substituto demonstram conhecimentos sobre incerteza de medição e especificamente sobre as componentes de incerteza que afetam as suas medições?				
5.2	O laboratório mantém os registros de treinamento do pessoal pertinente com relação à incerteza de medição?				
6	Validação de métodos de ensaio/calibração (requ	isito 5	.4.5.3	da NBR ISO/IEC 17025)
6.1	Quando pertinente, a incerteza de medição obtida durante a validação do método de ensaio/calibração é analisada pelo laboratório para verificar sua adequação ao uso pretendido, sendo pertinente às necessidades dos clientes?				
7	Garantia da qualidade de resultados (requis	sito 5.	.9.1 da	NBF	R ISO/IEC 17025)
7.1	Quando pertinente, para monitoramento da validade de seus ensaios/calibrações, o laboratório aplica controles para avaliar a magnitude da incerteza de medição obtida?				
8	Análise crítica do pedido (requisito 4.4.1 da	NBR	ISO/I	EC 1	7025)
8.1	Quando pertinente, o laboratório avalia, durante a análise crítica do pedido, se a sua incerteza de medição é capaz de atender às necessidades do cliente?				

	ITEM	S	N	NA	OBSERVAÇÕES
9	Controle de documentos (requisitos 4.3.2.3 e	4.3.2	2.1 da	NBR	ISO/IEC 17025)
9.1	O modelo de planilha de incerteza utilizado pelo laboratório é controlado e identificado univocamente como um documento do sistema de gestão?				
9.2	O modelo de planilha de incerteza consta na relação da lista mestra de documentos do laboratório ou procedimento equivalente?				

REDE METROLÓGICA RS

Apêndice F – Modelo de prova aplicada antes do treinamento

F	3	E	Ξ)	E		•		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
١	V	1	E		Γ	F	3	()	ι	_(Ć)(G	il	C	_	4	١
•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	F	2	2	5

SEMINÁRIO DOS AVALIADORES DA REDE METROLÓGICA RS PORTO ALEGRE, 14 DE NOVEMBRO DE 2008

EXERCÍCIO INICIAL DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Nome:									
Orientações:									
2.	Preencher as questões à caneta. O exercício é individual e sem consulta. O exercício visa a avaliar a eficácia do treinamento que será ministrado, referente ao RM 68 – Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador – e do FR 53 – Check-list para Avaliação da Incerteza de Medição.								
1. Ass	1. Assinale V para as alternativas verdadeiras e F para as falsas.								
()	Quando um mesmo equipamento é utilizado para medir duas grandezas, as incertezas de tais grandezas estarão correlacionadas								
()	O coeficiente de correlação, que pode variar desde -1 até 1, é uma medida utilizada na incerteza para expressar a relação de dependência entre duas componentes de incerteza.								
()	O divisor é utilizado na incerteza de medição para converter cada componente de incerteza na mesma unidade de medida do mensurando.								
()	O GUM recomenda que a incerteza expandida não seja apresentada com mais de um algarismo significativo.								
()	O avaliador deve, obrigatoriamente, verificar se o pessoal de laboratório envolvido nos ensaios/calibrações demonstram conhecimentos sobre incerteza de medição, incluindo as componentes de incerteza que afetam as medições.								

Para arredondamento do resultado da medição, utiliza-se o critério de 5% de erro de arredondamento. Já para o arredondamento da incerteza, devem-se utilizar os

O avaliador deve se certificar de que o laboratório incorpora todos os valores de

erros sistemáticos pertinentes da medição em suas planilhas de incerteza.

critérios usuais de arredondamento e a regra do número par/ímpar.

()

- () Para um completo e adequado estudo da repetitividade da medição, o laboratório deve estimar a repetitividade associada a cada grandeza de entrada individual do modelo matemático da medição e, após, estimar a repetitividade associada diretamente ao resultado da medição.
- () Quando um dado histórico de desvio padrão de repetitividade é utilizado como componente de incerteza, na situação em que o laboratório não realiza repetição de suas medições no momento do ensaio/calibração, deve-se aplicar o divisor √N ao valor do desvio padrão de repetitividade, onde N é o número de dados utilizados para calcular tal desvio padrão
- () Alinhada à visão de melhoria proposta pela ISO/IEC 17025, a incerteza de medição é particularmente útil ao laboratório como uma ferramenta para possibilitar a identificação daqueles fatores que mais afetam a qualidade da medição e, desta forma, possibilitar a tomada de ações de melhoria.
- () A validação de planilhas eletrônicas pode ser demonstrada por meio de cálculos reproduzidos à mão, ou pela conferência de fórmulas ou, ainda, por outros meios, desde que verificado pelo avaliador e constatado como válido. Qualquer que seja o meio empregado pelo laboratório, devem estar disponíveis os registros da validação de tais planilhas.
- () Segundo o método do GUM, todas as componentes de incerteza devem ser representadas através de variáveis em um modelo matemático da medição, o qual estabelece uma relação funcional entre o mensurando e tais variáveis.
- () Convém que a incerteza resultante de uma curva de regressão seja avaliada através da equação descrita na Eurachem, pois esta considera o efeito de correlação entre os coeficientes da referida curva.
- () Quando o laboratório segue na íntegra todo o método de incerteza definido pelo GUM, não há necessidade de que ele estabeleça um procedimento para estimar a incerteza de medição.
- () O desvio padrão de repetitividade, obtido através de dados históricos do laboratório, pode ser considerado como uma componente de incerteza Tipo B.
- () A aplicação da fórmula de Welch-Satterthwaite é uma forma adequada para estimar o grau de liberdade efetivo quando há correlações entre as componentes de incerteza.
- () Quando um efeito de correlação conhecido e significativo entre componentes de incerteza não for considerado pelo laboratório, o avaliador deve registrar uma não-conformidade, pois tal efeito pode impactar na incerteza combinada.

2. Uma indústria do ramo metal-mecânico produz peças com diâmetro que seguem uma especificação de 100 mm a 110 mm. Considere que um resultado de uma medição tenha indicado um diâmetro de 105 mm em uma peça qualquer, com uma incerteza expandida U=5 mm (sendo que o valor do fator de abrangência da incerteza expandida é de k=2, para uma distribuição de probabilidade normal com probabilidade de abrangência de 95,45 %). Qual a probabilidade da peça não atender à especificação?

- a) 0 %
- b) 2,275 %
- c) 4,55 %
- d) 50 %
- e) 95,45 %

3. Exercício com base em uma planilha de incerteza fictícia. Abaixo encontra-se uma planilha de incerteza para um fator de diluição uma diluição secundária (diluição 10², a partir de uma diluição inicial 10¹), obtido segundo o modelo matemático:

$$F_{2} = \frac{V_{f}}{V_{c}} F_{1}$$

Suponha que o volume final de diluição, V_f , seja de 10 mL, que o volume inicial pipetado para a diluição, V_i , seja de 1 mL e que o fator da primeira diluição, F_1 , seja 10^1 .

$$F_{2} = \frac{V_{f}}{V_{c}} F_{1} = \frac{10}{1} 10^{1} = 10^{2}$$

Complete as 6 lacunas com seus respectivos valores logo após a planilha. Não se preocupe se você não conhece esse tipo de medição. O que se quer apenas é exercitar o método do GUM para determinar os valores das lacunas indicadas.

Simbolo	Descrição da componente de incerteza	Estimativa da Componente de Incerteza (±)	Distribuição de Probabilidade	Divisor	Incerteza Padrão	Coeficiente de Sensibilidade	Contribuição de Incerteza	
V_f	Incerteza na medida do volume final	0,40	t-Student	•	0,200000	10,000	2,00	8
V_{i}	Incerteza na medida do volume inicial	0,02	t-Student	2,00	0,010000	(3)	-1,00	8
F_1	Incerteza do fator de diluição 1	(3)	t-Student	2,00	0,200000	10,0	2,00	8
$u_{c}(y)$	Incerteza combinada		t-Student				3,00	
U	Incerteza expandida		k=		5		6	4

Valores das lacunas:

1:	4:
2:	5:
3.	6.

- 4. Para avaliadores da área de calibração, responder a questão "a". Para avaliadores da área de ensaio, responder a questão "b".
 - a) Avaliadores da área de calibração: abaixo encontram-se três situações hipotéticas de escopos de reconhecimento de laboratórios, com as faixas de medição e as melhores capacidades de medição definidas a seguir. Descreva <u>um</u> <u>erro para cada situação</u>, quanto à apresentação da faixa de medição ou quanta à melhor capacidade de medição.

Situação 1:

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
Até 65 PSI	1,24 PSI

Problema:		
Problema.		
i iooiciiia.		

Situação 2:

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição				
10 Ω	0,02				

Problema:				
-----------	--	--	--	--

Situação 3:

Melhor capacidade de medição
0,5 mm
0,3 mm
0,7 mm

Problema:	

- b) Avaliadores da área de ensaio: assinale V para a alternativa verdadeira e F para falsa, referente ao tema "incerteza da amostragem".
- ()À luz da NBR ISO/IEC 17025, a amostragem é o procedimento pelo qual uma parte de uma substância, material ou produto é retirada para produzir uma amostra representativa do todo, para ensaio ou calibração.
- ()Quando a amostragem faz parte do escopo de reconhecimento do laboratório, a componente de incerteza da amostragem deve, obrigatoriamente, ser apresentada em separado, não constando na incerteza expandida de medição apresentada ao cliente.
- ()Existem vários métodos para estimar a incerteza da amostragem, dentre eles podem ser citados o uso de variogramas e os estudos replicados.

Apêndice G – Modelo de prova aplicada após o treinamento

ŀ	3	(Ξ)	ϵ		•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•	•
ľ	V	1	E		Γ	F	?	()	ι	_(Ć)(G	i			-	4	١
•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	I	-	2	_	5

SEMINÁRIO DOS AVALIADORES DA REDE METROLÓGICA RS PORTO ALEGRE, 14 DE NOVEMBRO DE 2008

EXERCÍCIO FINAL DE INCERTEZA DE MEDIÇÃO

О	rient	ações:
	2.	Preencher as questões à caneta. O exercício é individual e sem consulta. O exercício visa a avaliar a eficácia do treinamento que será ministrado, referente ao RM 68 – Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador – e do FR 53 – Check-list para Avaliação da Incerteza de Medição.
1.	Ass	inale V para as alternativas verdadeiras e F para as falsas.
()	Pode-se dizer que, em metrologia, incerteza e erros são sinônimos, pois indicam a faixa de dispersão de resultados de medição.
()	A incerteza de medição é um fator a ser considerado na tomada de decisão para aprovação ou rejeição de resultados frente a especificações.
()	Quando a correlação entre duas componentes de incerteza é considerada, a incerteza combinada é menor do que na situação em que tal correlação não é considerada.
()	A covariância é uma forma de expressar a relação de dependência entre duas componentes de incerteza.
()	Os coeficientes de sensibilidade na incerteza de medição são utilizados para converter cada componente de incerteza em uma medida de dispersão comparável a um desvio padrão, chamada de incerteza padrão.
()	Algarismo significativo é o número de casas decimais que um número possui.
()	Um avaliador deve, obrigatoriamente, avaliar a adequação do procedimento de

incerteza de medição utilizado pelo laboratório.

- () Para arredondamento da incerteza, devem-se utilizar os critérios usuais de arredondamento e a regra do número par/ímpar: se o número à direita daquele a ser arredondado for maior que cinco, arredonda-se para cima o valor da incerteza; se o número à direita daquele a ser arredondado for menor que cinco, arredonda-se para baixo; se o número à direita for exatamente cinco, arredondase para cima caso o número a ser arredondado seja ímpar e arredonda-se para baixo caso ele seja par.
- () A repetitividade da medição é uma componente de incerteza que mede efeito das variações aleatórias em medições repetidas de um mesmo mensurando, mantendo-se todas as condições de medição iguais (método, equipamento, operador, etc.).
- () A reprodutibilidade da medição é uma componente de incerteza que mede o grau de dispersão entre medições repetidas de um mesmo mensurando, mantendo-se todas as condições de medição constantes, exceto o operador, que deve obrigatoriamente ser alterado.
- A incerteza resultante de uma curva de regressão não precisa ser considerada na expressão da incerteza de medição, uma vez que ela pouco impacta no resultado da medição.
- () O GUM recomenda como prática que o laboratório elimine todos os erros sistemáticos conhecidos, através da aplicação de correções apropriadas. Não convém incorporar erros sistemáticos à expressão da incerteza de medição do laboratório.
- () A validação de planilhas eletrônicas de incerteza utilizadas pelo laboratório é uma ação necessária para atendimento à ISO/IEC 17025. O avaliador deve, obrigatoriamente, verificar a validação de tais planilhas.
- () A validação de planilhas eletrônicas deve, obrigatoriamente, ser demonstrada pelos cálculos reproduzidos à mão pelo laboratório. Os resultados das planilhas eletrônicas devem estar em conformidade com os cálculos à mão.
- () Como técnica de garantia da qualidade dos resultados de ensaio e calibração que realiza, o laboratório pode implementar o monitoramento contínuo da incerteza de medição.
- () Uma das formas do laboratório reduzir sua componente de incerteza do Tipo A é aumentando o número de repetições de cada medição.
- () Caracteriza-se como uma não-conformidade a situação em que o laboratório não realiza repetição de suas medições no momento do ensaio/calibração (por exemplo ensaio em triplicata ou calibração em várias séries de medição), pois, caso contrário, a componente de incerteza da repetitividade não pode ser estimada.

2. Uma fábrica de produção de ração possui uma especificação que estabelece que o teor de gordura no produto deva estar dentro da faixa de 8 % a 12 %. Considere que um resultado de ensaio laboratorial tenha indicado 8 % de teor de gordura em uma amostra, com uma incerteza expandida U=2 % (sendo que o valor do fator de abrangência da incerteza expandida é de k=2, para uma distribuição de probabilidade normal com probabilidade de abrangência de 95,45 %). Qual a probabilidade da amostra não atender à especificação?

- a) 0 %
- b) 2,275 %
- c) 4,55 %
- d) 50 %
- e) 95,45 %
- 3. Exercício com base em uma planilha de incerteza fictícia. Abaixo encontra-se uma planilha de incerteza para a padronização de hidróxido de sódio (NaOH). Complete as 6 lacunas com seus respectivos valores logo após a planilha. Não se preocupe se você não conhece esse tipo de medição. O que se quer apenas é exercitar o método do GUM para determinar os valores das lacunas indicadas.

Componente de Incerteza	Estimativa da componente de incerteza (±)	nponente de incerteza Distribuição de Probabilidade		Incerteza Padrão	Coeficiente de Sensibilidade	Contribuição de incerteza	Grau de Liberdade
Incerteza da pesagem	1	t-Student	2,00	0,50	0,2627	0,13135	∞
Incerteza da pureza	0,32	Retangular	$\sqrt{3}$	0,185	0,1021	0,01886	2
Incerteza da massa molar	0,0380	Retangular	3	0,0219	1,0000	4	∞
Incerteza do volume	0,09524	t-Student	2,00	0,047618	-0,55	-0,02619	∞
Incerteza combinada		t-Student				0,13702	
Incerteza expandida		k=		6		0,27404	5

Valores das lacunas:

4	
- 1	•
1	

2:

3:

4:

5:

6:

- 4. Para avaliadores da área de calibração, responder a questão "a". Para avaliadores da área de ensaio, responder a questão "b".
 - a) Avaliadores da área de calibração: abaixo encontram-se três situações hipotéticas de escopos de reconhecimento de laboratórios, com as faixas de medição e as melhores capacidades de medição definidas a seguir. Descreva <u>um</u> <u>erro para cada situação</u>, quanto à apresentação da faixa de medição ou quanta à melhor capacidade de medição.

Situação 1:

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 2 V até 10 V	0,04
De 10 V a 20 V	0,02
De 20 V a 30 V	0,05

Problema:			

Situação 2:

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
Até 30 kPa	0,00043 kPa

Situação 3:

Faixa de medição	Melhor capacidade de medição
De 2 mm até 100 mm	De 0,0461 mm até 0,0923 mm

- b) Avaliadores da área de ensaio: assinale V para a alternativa verdadeira e F para falsa, referente ao tema "incerteza da amostragem".
- ()Amostragem é definida pela NBR ISO/IEC 17025 como o ato de coleta de uma parte de uma substância, material ou produto para ensaio ou calibração.
- ()Quando considerada na incerteza de medição total, a amostragem possivelmente pode ser a maior contribuição de incerteza.
- ()Quando a amostragem é aplicável, sua estimava de incerteza deve, obrigatoriamente, ser realizada pelo laboratório por meio de ensaios replicados, isto é, realizando-se amostragens replicadas.