

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

1. Objetivo

Estabelecer uma sistemática para a avaliação da incerteza de medição dos ensaios realizados pela prestação de serviços dos laboratórios do NAB.

2. Responsabilidade

Atividade	Responsabilidade	Autoridade
Registrar os resultados em planilhas em Excel	Técnico Químico	Gerente Técnico
Emitir o resultado contemplando a incerteza de medição	Químico/ Técnico Químico	Gerente da Qualidade/ Químico
Acompanhamento e verificação da eficácia da ação corretiva tomada	Gerente da Qualidade	Gerente da Qualidade

3. Siglas


NAB – Núcleo de Estudos e Gerenciamento de água

ISOGUM – Guia de Incerteza de Medição

NBR – Normas Brasileiras

ASTM – *American Standard for Testing Methods*

Elaborado	Aprovado	Data
Gerente da Qualidade	Coordenador do NAB	06/01/2009

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

4. Definições

Incerteza: Parâmetro, associado aos resultados de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que poderiam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando. É uma indicação quantitativa da qualidade dos resultados obtidos.

Fontes de incerteza: Parâmetros que, devido ao desconhecimento exato de seus valores ou comportamentos, implicam uma carência de conhecimento do valor do mensurando.

Incerteza padronizada ($u(x_i)$): Incerteza padronizada associada com a variável independente x_i .

Incerteza padrão combinada ($uc(y)$): Incerteza padrão do resultado de uma medição quando esse resultado é obtido a partir dos valores de um número de outras quantidades. É igual à raiz quadrada positiva de uma soma de termos, os termos sendo as variâncias ou covariâncias destas outras quantidades, ponderadas de acordo como o resultado da medição varia com mudanças nessas quantidades.


Incerteza expandida ($U = k*uc(y)$): é a incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência (fator de abrangência). Quantidade que define um intervalo em torno do resultado de uma medição que pode se esperar abranger uma grande parcela da distribuição de valores que poderia ser razoavelmente atribuído ao mensurando: a fração pode ser entendida como a probabilidade de abrangência ou o nível de confiança do intervalo. Para um nível de confiança de aproximadamente 95% um fator de abrangência de 2 é utilizado.

Fator de abrangência (k): Fator numérico utilizado como um multiplicador da incerteza padrão combinada a fim de se obter uma incerteza expandida. Tipicamente, o valor do coeficiente k encontra-se na faixa entre 2 e 3.

Avaliação de incerteza do tipo A: Método de avaliação de incerteza baseada na análise estatística de uma série de observações.

Avaliação de incerteza do tipo B: Método de avaliação de incerteza por outros meios que não a análise estatística de uma série de observações.

Coefficiente de sensibilidade (ci): Variação na estimativa da saída y produzida por uma mudança unitária na estimativa de entrada x_i .

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Coeficiente de sensibilidade relativa (c^*i): Variação percentual na estimativa da saída y produzida por uma mudança de um por cento na estimativa de entrada x_i .

Desvio padrão da média ($s(\bar{x})$): Desvio padrão experimental da média aritmética \bar{x} .

Graus de liberdade (ν): Número de observações independentes sob uma dada restrição.

Nível da confiança: Valor da probabilidade associada com um intervalo de confiança ou um intervalo de abrangência estatístico


5. Documentos Relacionados

- NBR ISO 9000 – Sistemas de Gestão da Qualidade – Fundamentos e Vocabulário
- ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais para a competência de laboratórios de Ensaio e Calibração
- VIM – Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia
- PO 008 – Tratamento de Trabalhos Não-Conformes, Ações corretivas e preventivas
- Manual de Segurança do NAB
- Código de Ética e Conduta do NAB
- EURACHEM, 2000, “Quantifying Uncertainty In Analytical Measurement.” Laboratory of the Government Chemist, Final Draft: Eurachem Workshop, Helsinki.
- Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição, 2003. Terceira edição brasileira em língua portuguesa – Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, SBM.
- Link, Walter. Metrologia mecânica: expressão da incerteza de medição. 2ed. Rev. Mitutoyo, 174 p.
- Kimothi, S. K. The Uncertainty of Measurements, Physical and Chemical Metrology Impact and Analysis. ASQ, 2002.

6. Condições Gerais e Específicas

Para a estimativa do cálculo de incerteza de medição, a metodologia adotada segue os seguintes passos, de acordo com o ISOGUM:

- Especificação do mensurando

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		


- Verificação das expressões matemáticas (modelo matemático) que representam o fenômeno e como são utilizadas nos cálculos;
- Identificação das fontes de incerteza (diretas e indiretas), com base no Diagrama de Ishikawa;
- Quantificação dos componentes de incerteza;
- Estabelecimento e o cálculo dos tipos de incerteza envolvida em cada fator (incertezas padronizadas);
- Combinação das incertezas padronizadas (incerteza padrão combinada) e os respectivos coeficientes de sensibilidade;
- Cálculo dos graus de liberdade efetivos;
- Declaração do fator de abrangência;
- Declaração da incerteza expandida;
- Declaração do nível de confiança.

As várias “etapas” da abordagem “passo a passo”:

1ª Etapa) Especificar a mensuranda e identificar as fontes de incerteza

A mensuranda deve ser expressa por meio de uma equação matemática que a relacione com as variáveis de entrada, assumindo a forma de uma função $f: y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$, ou seja o valor da mensuranda (y) depende das N variáveis de entrada (x_1, x_2, \dots, x_N). Posteriormente, devem ser identificadas todas as fontes de incerteza e, se necessário, deve alterar-se a expressão usada para calcular a mensuranda de forma a incluir factores capazes de reflectir o impacto de todas as fontes de incerteza no valor medido. Recomenda-se a construção dos chamados diagramas de “causa-efeito” com vista a facilitar o processo de identificação e agrupamento das diversas fontes de incerteza. [1]

6.1. Especificação do Mensurando

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

O mensurando deve ser expresso por meio de uma equação matemática que o relacione com as variáveis de entrada, assumindo a forma de uma função

6.2.

6.3. Modelo Matemático

6.4. Modelo Matemático

Estabelecer o modelo matemático, mais adequado para o sistema de medição (o mensurando) em questão. Este algoritmo é normalmente estabelecido pela norma exigida pelas portarias legais, NBR ou na ASTM correspondente.

6.5. Coeficientes de sensibilidade

Com a determinação do modelo matemático, são definidas as principais fontes de incerteza para o balanço de incertezas.


Os coeficientes de sensibilidade relativos a cada uma dessas fontes de incerteza são obtidos por meio das derivadas parciais desta equação em relação aos respectivos parâmetros de influência

6.6. Incertezas padrão

Diferentes fontes de incerteza podem contribuir para a incerteza padrão global de cada parâmetro.

Estas fontes podem ser classificadas como:

- Avaliação do Tipo A – método de avaliação da incerteza pela análise estatística de série de observações:
 - média;
 - desvio padrão experimental;
 - desvio padrão experimental da média.
- Avaliação do Tipo B – método de avaliação da incerteza por outros meios que não a análise estatística de séries de observações, tais como:
 - dados de medições prévias;

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

- a experiência ou o conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
- especificações do fabricante;
- dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
- incertezas relacionadas a dados de referência extraídos de manuais.

6.7. Balanço das Incertezas

O balanço global de incertezas pode ser esquematicamente representado da seguinte maneira:

Fonte	Estimado	Incerteza padrão	Graus de liberdade	Coef. de sensib.	$c_i \cdot u(x_i)$	Participação da fonte na incerteza combinada (%)
X_i	x_i	$u(x_i)$	ν_i	c_i		

Observações:


O valor dos graus de liberdade de um parâmetro y é calculado pela fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$\nu_y = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{(u_c)_i^4}{\nu_i^4}}$$

A incerteza padrão combinada (u_c) de um parâmetro y , ao considerarmos as variáveis independentes, é dada por:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n u_c^2(i)$$

6.8. Incerteza de Medição e Expressão dos Resultados

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		


A incerteza expandida relatada é determinada como a incerteza padrão combinada da grandeza, multiplicada pelo fator de abrangência k , e para o qual, segundo uma distribuição normal, é considerado um nível da confiança de 95,45%.

O fator k é obtido da tabela t-Student, em função do valor dos graus de liberdade calculados.

Assim, a incerteza expandida $U(y)$ da medição deve ser apresentada como:

$$U_{95,45\%}(y) = k_{95,45\%} \cdot u_c(y) = t_{95,45\%} \cdot u_c(y)$$

6.9. ccccc

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

2ª Etapa) Quantificar as variáveis de entrada.

Determinar, para cada variável de entrada (c_T , V_T , M , V_d), o respectivo valor (seja por medição ou por consulta de valores tabelados).

3ª Etapa) Quantificar a incerteza padrão associada a todas as fontes de incerteza identificadas

Existem duas formas de quantificar fontes de incerteza:

- 1) Utilizar ferramentas estatísticas para tratar resultados de ensaios experimentais (Tipo A).
- 2) Quantificar as fontes de incerteza por outros meios (Tipo B).

As fontes de incerteza identificadas devem ser expressas sob a forma de uma incerteza padrão.

4ª Etapa) Identificar e quantificar correlações entre variáveis

Caso duas fontes de incerteza sejam afectadas pelo mesmo factor (ex: fontes de incerteza afectadas pela temperatura ambiente), a combinação destas fontes deve ter em conta a anulação ou amplificação de efeitos produzidos pela acção de factores comuns. Nestes casos, estas fontes de incerteza não são independentes e dizem-se correlacionadas.

Para mais detalhes ver o parágrafo F.1.2.3 do guia da ISO para a “Expressão de Resultados com Incerteza” [2]. Habitualmente, os efeitos de correlação são desprezáveis.

5ª Etapa) Calcular o resultado da mensuranda em função das variáveis de entrada

O resultado da mensuranda é dado por $y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_N)$.

6ª Etapa) Calcular a incerteza combinada ($u_c(y)$)

É feita em seguida uma breve descrição das regras de combinação de incertezas aplicáveis a variáveis de entrada independentes. Todos os componentes da incerteza são expressos como incertezas padrão. No cálculo da incerteza combinada, poderão ser consideradas desprezáveis componentes de incerteza que tenham uma dimensão inferior a 1/5 da fonte de incerteza mais elevada, se estas não existirem em número significativo (isto é, se a combinação destas não exceder 1/5 da dimensão da fonte de incerteza mais elevada).

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Regra 1: quando o cálculo da mensuranda (resultado do ensaio) envolve apenas a adição e/ou subtração das variáveis de entrada (por ex.: $y = p + q - r$) a incerteza combinada (i.e., a incerteza padrão associada a y , $u_C(y)$) é calculada utilizando a equação 2:

$$u_C(y) = \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + u(r)^2} \quad (2)$$

Regra 2: quando o cálculo da mensuranda envolve a multiplicação e/ou divisão das variáveis de entrada (por ex.: $y = p \times q / r$) a incerteza padrão combinada é calculada utilizando a equação 3:

$$u_C(y) = y \times \sqrt{\left[\frac{u(p)}{p}\right]^2 + \left[\frac{u(q)}{q}\right]^2 + \left[\frac{u(r)}{r}\right]^2} \quad (3)$$

Quando o resultado do ensaio é calculado considerando a adição e/ou subtração de algumas variáveis de entrada e a multiplicação e/ou divisão de outras, na mesma expressão algébrica, e a mesma variável não surge mais que uma vez nesta expressão, a incerteza padrão combinada pode ser calculada considerando a combinação das regras anteriormente descritas.


7º Etapa) Calcular a incerteza expandida

A incerteza expandida, representada por U , é uma medida da incerteza, dada para uma função de distribuição de probabilidade apropriada ao resultado (habitualmente distribuição normal), associada a um nível elevado de confiança (normalmente aproximadamente igual a 95% ou 99%). A incerteza expandida é igual à incerteza padrão combinada afectada de um coeficiente ou factor de expansão, normalmente situado entre 2 e 3. Habitualmente é utilizado um factor de expansão igual a 2 ($k=2$) para converter uma incerteza padrão combinada, relativa a uma distribuição normal, numa incerteza expandida combinada associada a um nível de confiança aproximadamente igual a 95%.

8º Etapa) Expressar o resultado com incerteza expandida

A alínea 5 descreve a forma de expressão de resultados com incerteza.

As alíneas seguintes descrevem a quantificação a incerteza associada às etapas unitárias mais frequentes em ensaios químicos.

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Etapas no cálculo da Incerteza da medição

- Exprimir a variável de saída como função matemática (Especificação da mesuranda)
- Identificar das fontes de incerteza associadas
- Classificar as fontes de incerteza por tipo
- Calcular a Incerteza Padrão Individual
- Calcular a Incerteza Combinada (u)
- Calcular o factor de expansão (k)
- Calcular a Incerteza Expandida (U)

4- As etapas do processo de estimação da incerteza de medição : Especificar o mensurando, identificar as fontes de incerteza, quantificar os componentes de incerteza, calcular a incerteza combina e expandida;

5- Especificando o mensurando;

5.1- A equação do mensurando, relação ente a grandeza de saída e as grandezas de entrada;

5.2- Métodos analíticos racionais e empíricos;

6- Identificando as fontes de incerteza;

6.1- construindo um diagrama de causa e efeito;

6.2 fontes típicas de incerteza em medições químicas;

7- Quantificando os componentes de incerteza;

7.1- Estratégias e aspectos químicos da quantificação dos componentes de incerteza;

7.2- Estimação da incerteza do Tipo A : Desvio padrão amostral, desvio padrão da média;

7.3- Estimação da incerteza do tipo B : Distribuição retangular e triangular;

8- Calculando a incerteza combinada;


8.1- Grandezas de entrada não correlacionadas;

8.2- Grandezas de entrada correlacionadas;

8.3- Incerteza expandida;

5. METODOLOGIA

5.1. Modelo matemático

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Estabelecer o modelo matemático, mais adequado para o sistema de medição em questão. Este algoritmo é normalmente estabelecido pela norma exigida pelas portarias legais, NBR ou na ASTM correspondente.

5.2. Coeficientes de sensibilidade

Com a determinação do modelo matemático, são definidas as principais fontes de incerteza para o balanço de incertezas.

Os coeficientes de sensibilidade relativos a cada uma dessas fontes de incerteza são obtidos por meio das derivadas parciais desta equação em relação aos respectivos parâmetros de influência.

5.3. Incertezas padrão

Diferentes fontes de incerteza podem contribuir para a incerteza padrão global de cada parâmetro.

Estas fontes podem ser classificadas como:

- Avaliação do Tipo A – método de avaliação da incerteza pela análise estatística de série de observações:
 - média;
 - desvio padrão experimental;
 - desvio padrão experimental da média.

- Avaliação do Tipo B – método de avaliação da incerteza por outros meios que não a análise estatística de séries de observações, tais como:
 - dados de medições prévias;
 - a experiência ou o conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
 - especificações do fabricante;
 - dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
 - incertezas relacionadas a dados de referência extraídos de manuais.

5.4. Balanço de incertezas

O balanço global de incertezas pode ser esquematicamente representado da seguinte maneira:

Fonte	Estimado	Incerteza padrão	Graus de liberdade	Coef. de sensib.	$ci \cdot u(xi)$	Participação da fonte na incerteza combinada (%)
X_i	x_i	$u(xi)$	vi	ci		

Observações:

O valor dos graus de liberdade de um parâmetro y é calculado pela fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$v_y = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{(u_c)_i^4}{v_i^4}}$$

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

A incerteza padrão combinada (u_c) de um parâmetro y , ao considerarmos as variáveis independentes, é dada por:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n u_c^2(i)$$

5.5. Incerteza expandida e expressão do resultado

A incerteza expandida relatada é determinada como a incerteza padrão combinada da grandeza, multiplicada pelo fator de abrangência k , e para o qual, segundo uma distribuição normal, é considerado um nível da confiança de 95,45%.

O fator k é obtido da tabela t-Student, em função do valor dos graus de liberdade calculados. Assim, a incerteza expandida $U(y)$ da medição deve ser apresentada como:

$$U_{95,45\%}(y) = k_{95,45\%} \cdot u_c(y) = t_{95,45\%} \cdot u_c(y)$$

Os laboratórios prestadores de serviços do NAB possuem um monitoramento e controle das condições ambientais que possam afetar os resultados emitidos, bem como a saúde do colaborador. O acesso as dependências dos laboratórios é realizado por meio de cartões eletrônicos com dispositivos específicos para cada área do NAB. Para o acesso a visitantes, visitas técnicas, fornecedores, entre outros é necessária prévia identificação na Portaria do NAB, ficando o visitante na responsabilidade da pessoa que a autorizou sua entrada. Não é permitida a circulação de visitantes sem acompanhamento do Colaborador responsável pela sua entrada ou a pessoa designada por ele.

As condições ambientais, quando afetam diretamente a realização dos ensaios são registradas no caderno dos referidos equipamentos com os requisitos pertinentes a cada ensaio bem como os critérios de aceitação de cada um. Quando forem encontrados valores diferentes do especificado por cada equipamento durante a realização de um ensaio e que esses registros comprometam os resultados, o ensaio é interrompido e imediatamente abrir um relatório de não conformidade conforme descrito no PO 008 – Tratamento de Trabalhos Não-Conformes, Ações corretivas e preventivas.

A limpeza e arrumação dos laboratórios estão descritas no Manual de Segurança e no Código de Ética e Conduta do NAB.

Passo 1. Especificação do mensurando

Escrever de forma clara o que se pretende medir, incluindo a relação entre o mensurando e as quantidades fornecidas (e.g. quantidades medidas, constantes, valores de referência da calibração, etc.) e das quais depende. Quando possível, tal inclui correções para efeitos sistemáticos conhecidos. A informação de especificação deve ser dada nos Procedimentos Operativos de Referência (português:POR/inglês:SOP) ou noutra descrição do método.

Passo 2. Identificação das fontes de incerteza

Listar as fontes possíveis de incerteza. Isto inclui fontes que contribuem para a incerteza dos parâmetros da relação especificada no passo 1, mas pode incluir outras fontes e deve incluir fontes resultantes de pressupostos de natureza química. Um procedimento geral para constituir uma lista estruturada é sugerido no Anexo D.

Passo 3. Quantificação dos componentes da incerteza


Medir ou estimar o tamanho da componente

Passo 4. Cálculo da incerteza combinada

A informação obtida no Passo 3 consistirá num certo número de contribuições quantificadas, para a incerteza total, quer elas sejam associadas com fontes individuais ou com efeitos combinados de várias fontes. As contribuições têm que ser expressa como desvios padrão e combinadas em conformidade com as devidas regras, para dar uma incerteza padrão combinada. Para obter a incerteza expandida, deve aplicar-se o factor de expansão adequado.

A Figura 1 mostra o processo, de forma esquemática.

4.2. Os capítulos seguintes facultam orientação para a execução de todos os passos listados acima e mostram como o processo pode ser simplificado, dependendo da informação disponível acerca do efeito combinado de um certo número de fontes.

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Pode-se resumir o procedimento de estimativa de incerteza nas medições nos seguintes passos [4]:

- definir o modelo matemático da medição: é a definição analítica daquele processo de medição;
- identificar e aplicar eventuais correções significativas: corrigir os erros sistemáticos a fim de não incorporá-los na incerteza (o que aumentaria a incerteza);
- relacionar todas as fontes de incerteza: verificar tudo o que pode ter influência no resultado do ensaio ou calibração. Para isso, pode-se utilizar, por exemplo, o diagrama de causa e efeito;
- calcular os coeficientes de sensibilidade: essa etapa serve para verificar quanto cada fonte contribui para a incerteza global do ensaio ou calibração;
- calcular as incertezas do tipo A: fontes de incertezas obtidas através de meios estatísticos;
- calcular as incertezas do tipo B: fontes de incertezas obtidas por outros meios que não estatísticos;
- calcular as contribuições de incerteza: estimar quanto cada uma das fontes incerteza, do tipo A e do tipo B, influenciam na incerteza global do ensaio ou calibração, por meio da aplicação dos coeficientes de sensibilidade;
- obter a incerteza padrão combinada: é a incerteza do ensaio ou calibração considerando todas as fontes de incerteza, como um desvio padrão;
- obter a incerteza expandida: é a incerteza do ensaio ou calibração considerando todas as fontes de incerteza, com desvio padrão superior a um, para obter-se um maior nível da confiança naquela estimativa.

7. Registros

	NAB – Núcleo de Estudos em Biomassa e Gerenciamento de Água	Código: PO – 014
		Versão: 01
Cálculo de Incerteza de Medição		

Nome do Registro	Indexação	Arquivamento		Arquivo Inativo
		Tempo	Local	Tempo
Caderno de Registro de Equipamentos	Ordem cronológica	01 ano	Arquivo Inativo no respectivo laboratório do NAB	02 anos

8. Sumário de Revisões

<i>Versão</i>	<i>Item (s) Revisado (s)</i>	<i>Responsável pela Revisão</i>	<i>Data da Revisão</i>
01	<i>Emissão Inicial</i>	<i>Olivia Woyames Pinto</i>	<i>06/01/2009</i>