



UNIVERSIDADE ESTÁCIO DE SÁ
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO LATO SENSU EM MBA EM
GESTÃO ESTRATÉGICA DE PESSOAS MODALIDADE À
DISTÂNCIA

MARCELO ALVES DOS SANTOS

A INFLUÊNCIA DAS INCERTEZAS METROLÓGICAS NA QUALIDADE
DOS RESULTADOS DE UM ENSAIO AMBIENTAL

SÃO PAULO, SP

2014

MARCELO ALVES DOS SANTOS

**A INFLUÊNCIA DAS INCERTEZAS METROLÓGICAS NA
QUALIDADE DOS RESULTADOS DE UM ENSAIO AMBIENTAL**

Trabalho de Conclusão de curso apresentado como requisito para aprovação no curso de Pós-Graduação Lato Sensu MBA Em Gestão Estratégica de Pessoas modalidade à distância, da Universidade Estácio de Sá, sob orientação do Professor Mestre Walter Trevisan Junior.

São Paulo, SP

2014

MBA em Gestão da Qualidade

Marcelo Alves dos Santos

**A Influência das incertezas Metrológicas na Qualidade dos Resultados de um
Ensaio Ambiental**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Universidade Estácio de Sá, como
requisito para a obtenção do grau de MBA em Gestão da Qualidade.

Aprovado em, _____ de _____ de 20____.

Examinador

LUIZ EDUARDO GONÇALVES GASPARETTO

RESUMO

O laboratório de Ensaio Ambientais Vida Feliz, atua no mercado de ensaios ambientais a mais de dez anos sendo acreditado pela Coordenação geral de acreditação (CGCRE), do Inmetro, a mais de cinco anos. Possui centenas de clientes por todo interior de Minas Gerais e interior de São Paulo sendo que alguns de seus clientes são empresas geradoras de efluentes altamente poluentes, porém conforme legislação vigente, toda empresa precisa tratar seus efluentes antes de sua liberação na rede de esgoto ou em rios. Como monitoramento, periodicamente estas empresas precisam coletar amostras deste efluente e encaminhar para um laboratório acreditado para algumas análises ambientais, pois através destas análises tanto o cliente como os órgãos regulamentadores podem monitorar a qualidade dos efluentes despejados nos rios visando uma ação em tempo hábil para eventuais correções e/ou punições. Como parte do processo da acreditação de um laboratório é necessário que sua competência seja verificada e testada através da participação em Programas de ensaios de proficiência (PEP) realizados por empresas especializadas. Porém, com base nos resultados obtidos no último PEP em que o laboratório participou, a sua direção constatou que alguns resultados foram considerados “Insatisfatórios” colocando em alerta os resultados fornecidos pelo laboratório, a seus clientes. Desta forma foi desenvolvido um trabalho para levantar quais os motivos levaram o laboratório a receber resultados ruins e como corrigi-los, para que os resultados do laboratório Vida Feliz possa novamente ter credibilidade não somente pelos seus clientes como pelos órgãos regulamentadores e órgão acreditador.

Palavras chave: PEP, Proficiência. Acreditação. Efluentes. Insatisfatórios.

RESUMEN

El laboratorio de Ensayos Ambientales Vida Feliz, actúa en el mercado de ensayos ambientales desde hace más de diez años, siendo acreditado por la Coordinadora General de la Acreditación (Cgcre) del Inmetro por más de cinco años. Tiene centenas de clientes por todo el interior de Minas Gerais e interior de São Paulo siendo que algunos de sus clientes son empresas generadoras de efluentes altamente contaminantes, pero conforme el reglamento vigente, toda empresa necesita tratar sus efluentes antes de desecharlos en la red de aguas negras o en ríos. Como monitoreamiento, periódicamente estas empresas necesitan coleccionar muestreos de ese efluente y encaminarlos para un laboratorio acreditado para algunos análisis ambientales, pues a través de esos análisis, tanto el cliente como los órganos que los reglamentan, pueden monitorear la calidad de los efluentes vertidos en los ríos buscando una acción en tiempo útil para eventuales correcciones y/o puniciones. Como parte del proceso de la acreditación de un laboratorio es necesario que su competencia sea evaluada y testada a través de la participación en Ensayos de Aptitudes (PEA), desarrollados por empresas especializadas. Aunque, basado en los resultados obtenidos en el último PEA en que el laboratorio participó, su dirección constató que algunos resultados fueron considerados “Insatisfactorios”, poniendo en alerta los resultados proporcionados por el laboratorio a sus clientes. De ese modo fue desarrollado un trabajo para levantar cuales fueron los motivos que llevaron al laboratorio a recibir resultados malos, y como corregirlos, para que los resultados del laboratorio “Vida Feliz” puedan nuevamente tener credibilidad no solamente por sus clientes sino que también por los órganos reguladores y órganos acreditadores.

Palabras llave: Aptitud. Acreditación. Efluentes. Insatisfactorios.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	8
1. ACREDITAÇÃO	9
1.1. Definição	9
1.2. Reconhecimento Internacional da Acreditação	10
1.3. Processo de Acreditação de um Laboratório	11
2. PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA (PEP).....	13
2.1. Participação em PEP	13
2.2. Ferramentas Estatísticas Utilizadas em um PEP	14
2.2.1. Determinação do Valor de Referência.....	14
2.2.2. Algoritmo A.....	15
2.2.3. Homogeneidade e Estabilidade das amostras da comparação	16
2.2.4. Avaliação do Desempenho:.....	16
3. INCERTEZA DE MEDIÇÃO	19
3.1. Principais Fontes de Incerteza	20
3.2. Fator de Abrangência.....	20
4. AVALIAÇÃO DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA REALIZADO	22
4.1. Resultados do Ensaio de Condutividade.....	22
4.2. Resultados do Ensaio de Sólidos Totais dissolvidos em Água (SST).....	29
CONCLUSÃO	38
REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	39
GLOSSÁRIO.....	40

Agradeço a todos aqueles que contribuíram para que o meu trabalho se efetivasse, agradeço os ensinamentos de meu professor orientador, que não só me ajudou como foi de profunda relevância para o resultado. Agradeço também aos meus familiares que tiveram compreensão em minhas ausências para que eu me dedicasse à pesquisa, pois viram o despertar em mim, a cada dia, da linda descoberta do prazer da pesquisa e do estudo.

INTRODUÇÃO

Durante 20 anos trabalhando com metrologia atuando como consultor em mais de 40 laboratórios de calibração e ensaio para que pudessem ser acreditados junto a Cgcre pertencente ao Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro), segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, pude observar que a confiabilidade dos resultados apresentados por estes laboratórios muitas vezes são comprometidos pelo uso de instrumento de medição inadequado, calibrado de forma inadequada, falta de reparos ou inapropriado. Pude também observar que algumas ferramentas com uso obrigatório para os laboratórios acreditados poderiam, se bem utilizadas, expor estes problemas auxiliando a determinação das causas raiz e conseqüentemente a eliminação de seu reaparecimento. Porém estas ferramentas têm sido subutilizadas pelos laboratórios, não por sua própria vontade, mas sim por desconhecimento de como utilizá-las com este propósito.

Sendo assim, espero através deste trabalho poder auxiliar laboratórios em aproveitar as informações que já possuem para o aprimoramento e na manutenção da credibilidade dos resultados por eles informados, em seus Certificados de Calibração e nos obtidos nos Relatórios de Ensaio.

Neste trabalho serão utilizadas duas ferramentas estatísticas muito utilizadas pelos laboratórios acreditados:

- ✓ Ensaio de Proficiência
 - z - score
 - Elipse de confiança

- ✓ Estimativa de Incerteza de Medição

Conseqüentemente utilizaremos como ferramenta de apoio:

- ✓ Plano de ação

1. ACREDITAÇÃO

1.1. Definição

Ao iniciarmos é importante compreender que o trabalho se refere a laboratórios acreditados segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17000:2005, pois estes laboratórios têm uma estrutura e competência avaliada a cada dois anos pela Coordenadoria geral da acreditação (Cgcre), do Inmetro.

A definição segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 é:

Atestação realizada por terceira parte, relativa a um organismo de avaliação da conformidade, exprimindo demonstração formal de sua competência para realizar tarefas específicas de avaliação da conformidade.

Tentando explicar melhor o conceito seria dar credibilidade aos serviços realizados por esta entidade que para este trabalho se trata de um laboratório de ensaios.

O Decreto nº 6.275, de 28 de novembro de 2007, estabelece que: compete à Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre), do Inmetro, atuar como organismo de acreditação de organismos de avaliação da conformidade. A Cgcre é, portanto, dentro da estrutura organizacional do Inmetro a unidade organizacional principal que tem total responsabilidade e autoridade sobre todos os aspectos referentes à acreditação, incluindo as decisões de acreditação.

Os laboratórios não têm obrigação de buscar esta acreditação para estarem atuando no mercado de ensaios, mas então, por que esta preocupação:

- Muitos organismos governamentais como a Companhia Ambiental do estado de São Paulo (CETESB) criaram decretos exigindo que determinados ensaios sejam realizados por laboratórios acreditados;
- Conquista de novos mercados;
- Aumento da credibilidade perante os clientes;

- Torna mais evidente ao cliente a competência técnica;
- Reconhecimento e aceitação internacional de suas atividades;
- Redução de auditorias múltiplas como de clientes;
- Aprimoramento das práticas laboratoriais.

1.2. Reconhecimento Internacional da Acreditação

Os acordos de reconhecimento mútuo entre organismos de acreditação são as formas mais efetivas de facilitar a eliminação da necessidade do reensaio de materiais e produtos nos países importadores, problema identificado pela Organização Mundial do Comércio (OMC), como sendo das maiores barreiras técnicas ao comércio. A Cgcre, juntamente com organismos de acreditação congêneres de outros países, vem buscando estabelecer, por meio de cooperações regionais e internacionais de organismos de acreditação, acordos que possam promover a confiança daqueles que se utilizam dos resultados de ensaios e calibrações. Além disso, alguns dos principais objetivos do reconhecimento entre organismos de acreditação são: assegurar que os organismos de acreditação acreditem apenas organismos que sejam competentes para o trabalho que realizam; não estejam sujeitos a conflitos de interesse; reduzir o risco para o seu negócio e de seus clientes pela garantia da confiança em qualquer parte do mundo, nos certificados acreditados. O objetivo do Acordo de Reconhecimento Multilateral (MLA) é cobrir todos os organismos de acreditação no mundo, eliminando assim a necessidade para que fornecedores de produtos ou serviços sejam certificados em cada país onde vendam seus produtos ou serviços.

Atualmente a Cgcre mantém acordos de reconhecimento mútuo na área da acreditação com 72 organismos de acreditação em 50 economias. Com estes acordos os resultados dos ensaios e calibrações realizados pelos laboratórios acreditados pela Cgcre, assim como os certificados emitidos por organismos de certificação acreditados pela Cgcre, passam a ser aceitos pelos demais organismos de acreditação signatários, que, tal como a própria Cgcre, devem ainda promover o acordo em seus próprios países, divulgando-o às autoridades reguladoras, à indústria e a todos os envolvidos com o

comércio exterior. Os acordos de reconhecimento mútuo entre organismos de acreditação serão, cada vez mais, ferramentas facilitadoras do comércio e uma base técnica para os acordos de comércio exterior entre governos.

1.3. Processo de Acreditação de um Laboratório

Para que um laboratório seja acreditado pela Cgcre, não basta ter um pessoal competente tecnicamente, deve também atender diversos quesitos técnicos e de gestão, descritos na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, além de alguns documentos da própria Cgcre e outras normas técnicas, como no caso deste laboratório o Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

Quesitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:

➤ Requisitos da Direção (item 4):

O atendimento deste quesito tem como objetivo avaliar a capacidade do laboratório em manter a competência demonstrada na avaliação (auditoria) até uma próxima avaliação.

- ✓ Organização,
- ✓ Sistema de Gestão,
- ✓ Controle de Documentos,
- ✓ Análise Crítica de Pedidos, Propostas e Contratos,
- ✓ Subcontratação de Ensaios e Calibrações,
- ✓ Aquisição de Serviços e Suprimentos,
- ✓ Atendimento ao Cliente,
- ✓ Reclamações,
- ✓ Controle de Trabalhos de Ensaio e/ou Calibração Não-Conforme,
- ✓ Melhoria,
- ✓ Ação Corretiva,

- ✓ Ação Preventiva,
- ✓ Controle de Registros,
- ✓ Auditorias Internas e
- ✓ Análise Crítica pela Direção.

➤ Requisitos Técnicos (item 5):

O atendimento deste quesito tem como objetivo avaliar a competência técnica do laboratório em atender as normas de referência e regulamentos.

- ✓ Pessoal,
- ✓ Acomodações e Condições Ambientais,
- ✓ Métodos de Ensaio e Calibração e Validação de Métodos,
- ✓ Equipamentos,
- ✓ Rastreabilidade de Medição,
- ✓ Amostragem,
- ✓ Manuseio de Itens de Ensaio e Calibração,
- ✓ Garantia da Qualidade de Resultados de Ensaio e Calibração e
- ✓ Apresentação de Resultados.

2. PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA (PEP)

2.1. Participação em PEP

Como parte do processo de acreditação de um laboratório todos devem participar de Programas de Ensaio de Proficiência periodicamente como forma de garantia da qualidade de seus resultados, item muito cobrado durante as avaliações da Cgcre (auditoria).

O documento da Cgcre que regulamenta as participações é o NIT DICLA 026 que além de exigir a participação, também exige a resolução de problemas encontrados neste programa (resultados Insatisfatórios).

Os provedores de PEP devem preferencialmente ser acreditados para este serviço, conforme a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043. Caso não exista provedor acreditado, devem procurar um provedor que tenha capacidade de operar tais ensaios. Há um banco de dados Alemão (recomendado pelo Cgcre), que possuem os principais provedores internacionais: www.eptis.bam.de

Um PEP basicamente possui os seguintes passos:

- ✓ Definição do programa (quais ensaios, concentrações, referência, metodologia de análise, exclusões, entre outros pontos);
- ✓ Preparo das amostras (homogeneidade e estabilidade);
- ✓ Convite aos interessados (encaminhamento de uma carta convite para todos os interessados explicados todo o programa);
- ✓ Inscrição dos interessados;
- ✓ Realização do programa (envio das amostras para os participantes, realização das análises, registros dos resultados e retorno das informações definidas no programa);
- ✓ Tratamento dos resultados (avaliação dos resultados, tabulação dos dados, exclusões necessárias e avaliações estatísticas definidas na norma ISO 13528:2005);

- ✓ Envio dos resultados as participantes (esclarecimento de dúvidas e possíveis correções);
- ✓ Análise dos resultados pelos participantes;
- ✓ Correção de eventuais problemas detectados pelo participante em seus resultados.

2.2. Ferramentas Estatísticas Utilizadas em um PEP

As principais ferramentas estatísticas utilizadas são extraídas da norma ISO 13528:2005, porém em alguns casos outras ferramentas também se tornam eficientes.

Neste trabalho serão citadas apenas as ferramentas utilizadas no PEP realizado pelo laboratório Vida Feliz.

2.2.1. Determinação do Valor de Referência

O valor de referência é o valor que todos os participantes necessitam estar próximo, pois é considerado no programa como o valor alvo denominado de Valor Designado (X).

Para este programa este valor foi determinado através do valor de consenso entre todos os participantes, pois as amostras utilizadas no programa não eram materiais de referência certificado (MRC).

Para a determinação deste valor foi utilizada uma ferramenta estatística robusta denominada de Algoritmo A.

O valor de consenso vem acompanhado de uma incerteza padrão (uX) que também foi determinado pelo Algoritmo A.

2.2.2. Algoritmo A

Por este algoritmo é calculada a média robusta (x^*) e o desvio padrão robusto (s^*) conforme segue:

- ✓ Determinar a mediana (MD) dos resultados dos participantes;
- ✓ Determinar o desvio padrão robusto normalizado

$$\text{MADN} = 1,483 \times [\text{MD de } |x_i - \text{MD}|] \quad (i = 1, 2, \dots, p)$$

$$\delta = 1,5 \times \text{MADN}$$

$$x_i^* = \left\{ \begin{array}{ll} \text{MD} - \delta, & \text{se } x_i < \text{MD} - \delta \\ \text{MD} + \delta, & \text{se } x_i > \text{MD} + \delta \\ x_i, & \text{demais situações} \end{array} \right\}$$

$$X^* = \sum_{i=1}^n \frac{x_i^*}{n}$$

$$s^* = 1,134 * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i^* - X^*)^2}{n - 1}}$$

O processo descrito acima deve ser repetido até que o valor de s^ não varie no terceiro algoritmo significativo.*

2.2.3. Homogeneidade e Estabilidade das amostras da comparação

Durante o PEP todos os participantes recebem duas amostras (A e B) que deverão ser analisadas por cada participante. O esperado seria que todos os participantes encontrassem valores muito próximos uns dos outros, em uma determinada amostra, pois a valor de referência será determinado em função de todos os resultados encontrados.

Para isto é fundamental que todos recebam as amostras que possam ser capazes de manter o mesmo valor dentro de uma variação desprezível ao programa.

Sendo assim, todas as amostras são avaliadas quanto a sua homogeneidade (variação dentro do lote utilizado no programa) e estabilidade (variação dentro do tempo em que o programa se realizaria).

Estes testes foram realizados pelos organizadores e os valores apresentados não foram significativos à interpretação dos resultados.

Incerteza referente à homogeneidade e estabilidade: 20 $\mu\text{S/cm}$.

2.2.4. Avaliação do Desempenho:

2.2.4.1 z – score

Os escores z são calculados utilizando a equação:

$$z_i = \frac{(x_i - X)}{\hat{\sigma}}$$

Onde:

z_i = escore do participante i;

x_i = valor apresentado pelo participante i;

X = valor de consenso;

$\hat{\sigma}$ = desvio padrão do ensaio de proficiência determinado entre todos os participantes conforme apresentado no Algoritmo A.

Critérios:

$|z| \leq 2$, o resultado equivale a uma probabilidade de 95,45%, sendo o resultado dentro deste intervalo considerado como SATISFATÓRIO;

$|z| > 2$ e ≤ 3 ; o resultado equivale a uma probabilidade de 4,29%, sendo o resultado possível, porém pequena, por isto será considerado como QUESTIONÁVEL;

$|z| > 3$, o resultado equivale a uma probabilidade de apenas 0,26%, por isto será considerado como INSATISFATÓRIO.

$|z| \leq 2$ Desempenho Satisfatório;

$2 < |z| < 3$ Desempenho Questionável;

$|z| \geq 3$ Desempenho Insatisfatório.

2.2.4.2 Elipse de Confiança

Para programas com dois materiais similares visando avaliar as características como repetibilidade e erro sistemático é recomendado a utilização da ferramenta (Gráfico de Younden).

O planejamento experimental para a construção da elipse de confiança prevê a distribuição de um par de amostras semelhantes, não necessariamente de concentrações iguais.

A elipse é construída para cada ensaio e cada participante é representado por um ponto.

As retas que passam pelas médias dos laboratórios, em x (resultados relativos a uma das amostras analisadas) e em y (resultados relativos à outra amostra analisada), dividem o diagrama em quadrantes.

Pontos encontrados no quadrante superior direito e inferior esquerdo representam laboratórios que podem estar incorrendo em erros sistemáticos.

Quando somente erros aleatórios estão presentes, os pontos devem estar distribuídos de modo uniforme em todos os quadrantes. Se os pontos se encontrarem mais concentrados no quadrante superior direito e inferior esquerdo, isto é interpretado como

evidência de ocorrência de erros sistemáticos, ou seja, os laboratórios tendem a obter valores altos ou baixos, em ambas as amostras do par.

A dispersão em torno do eixo menor da elipse representa apenas os erros aleatórios, enquanto que a dispersão ao longo do eixo maior representa os erros sistemáticos.

Critério:

O ponto (X,Y) do participante deve estar contido dentro da elipse (probabilidade de 95%)

3. INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Quando se relata o resultado de medição de uma grandeza física, é obrigatória que seja expressa alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado de forma tal que aqueles que a utilizam possam avaliar sua confiabilidade. Este intervalo da confiança é o que se conhece como incerteza de medição, sendo normalmente expressa com aproximadamente 95% (95,45%).

Os fundamentos metodológicos para o cálculo de incerteza de medição são procedimentos puramente estatísticos, sendo descritos detalhadamente no guia conhecido mundialmente com ISO GUM e traduzido como "Guia para Expressão da incerteza de Medição" (bibliografia 1). Posteriormente a European Cooperation for Accreditation desenvolveu um novo documento que resume a metodologia do ISO GUM e sua aplicação com exercícios práticos (EA 4/02 – Bibliografia 2).

$$U = k * uc$$

Onde:

U = incerteza expandida de medição para um nível da confiança de 95,45%;

k = intervalo de confiança de 95,45%;

uc = incerteza padrão combinada (é um desvio padrão estimado que caracteriza a dispersão dos valores de entrada relacionados à grandeza de saída);

$$uc = \sqrt{\sum_{i=1}^N u(y_i)^2}$$

n = número de estimativas da incerteza de medição;

u(yi) = incerteza padrão de saída, dada por:

$$U = k * \sqrt{\sum_{i=1}^N u(y_i)^2}$$

u(xi) = incerteza padrão de entrada.

ci = coeficiente de sensibilidade.

3.1. Principais Fontes de Incerteza

Tipo A

- ✓ Parcelas que são avaliadas por meio de métodos estatísticos (série de observações):
- ✓ repetibilidade das leituras (desvio padrão experimental médio);
- ✓ repetibilidade histórica (determinada através de estudos estatísticos da variabilidade das leituras – normalmente determinados através de cartas de controle).

Tipo B

Parcelas que são avaliadas por outros métodos não estatísticos:

- ✓ Resolução do instrumento;
- ✓ Deriva dos padrões;
- ✓ Experiência ou conhecimento geral do comportamento e propriedades do material e instrumentos relevantes;
- ✓ Informações do fabricante e manuais;
- ✓ Incerteza, resíduos e erros não corrigidos dos padrões utilizados na calibração;
- ✓ Influências externas (condições ambientais /estabilidade/ etc...);
- ✓ Homogeneidade (todo o lote) e Estabilidade (durante a validade) dos MRC.

3.2. Fator de Abrangência

Determinado em função do grau de liberdade efetivo (V_{eff}):

$$V_{eff} = \frac{uc^4}{\sum_{i=1}^N \frac{u(y_i)^4}{\nu_i}}$$

Onde:

uc = incerteza combinada

$u(y_i) = c_i * u(x_i)$

ν_i = grau de liberdade de cada parcela

4. AVALIAÇÃO DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA REALIZADO

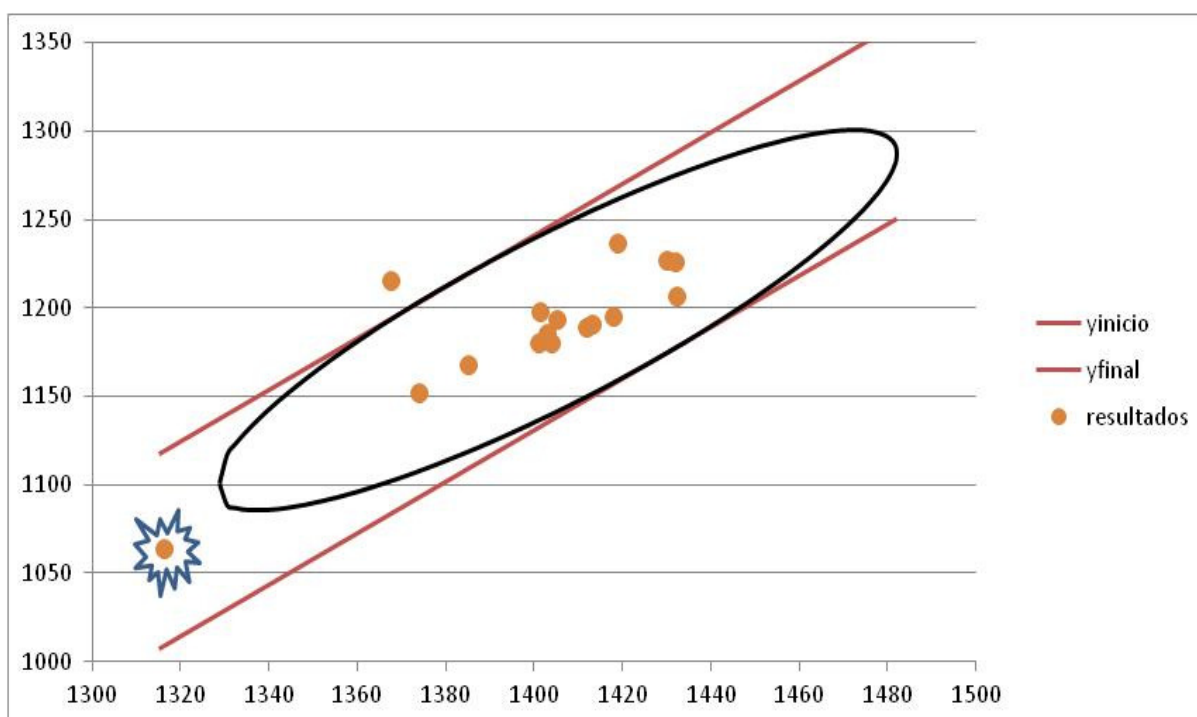
4.1. Resultados do Ensaio de Condutividade

A tabela a seguir apresenta os resultados obtidos por todos os participantes neste PEP, sendo o laboratório Vida Feliz o laboratório 07:

Tabela 01 - Resultados do Ensaio de condutividade

Participantes	Amostra A	Amostra B
1	1417.8	1195.6
2	1401.4	1198
3	1374	1151.8
4	1401	1180
5	1405	1193.8
6	1430	1227
7	1316.2	1063.8
8	1411.8	1189.6
9	1404	1180
10	1402.8	1185.4
11	1432	1226
12	1432.2	1207
13	1413.2	1191.4
14	1418.8	1236.8
15	1385	1168
16	1367.6	1215.6
17	1370	1147
18	1444.4	1241.4
19	1406.2	1183.4
20	1411.4	1190.2
21	1431	1242
22	1406.8	1188.6
23	1428	1239

Gráfico 01 – Elipse de Confiança



O ponto em destaque na lateral esquerda na parte inferior do gráfico representado o ponto do Laboratório Vida Feliz.

É possível observar que o ponto está fora da elipse que representa uma probabilidade de 95% dos valores em função dos valores de referência (para este programa foi utilizado o valor de consenso).

É possível também observar que o ponto está localizado no quadrante inferior esquerdo, mais precisamente entre as linhas em vermelho que representam a linha de efeito sistemático dos resultados.

Esta característica demonstra claramente que o laboratório apresentou um erro sistemático nas medições.

Sendo assim, o trabalho iniciou com um levantamento de quais efeitos sistemáticos este ensaio poderiam receber.

Tabela 02 – Plano de Ação

Fontes de Incertezas	Origem	Efeito	Ação
Repetibilidade das leituras	Capacidade do instrumento em repetir as leituras	Aleatório	-----
Incerteza de medição do instrumento	Capacidade do laboratório que realizou a calibração do instrumento em estimar os erros sistemáticos e a capacidade do instrumento em repetir o mesmo valor	Aleatório	-----
Erro sistemático do instrumento	Desvio de leitura do instrumento padrão	Sistemático	Erro máximo de 3 $\mu\text{S}/\text{cm}$, sendo pequeno para o efeito encontrado
Erro na calibração do instrumento	Falha do laboratório que calibrou o instrumento	Sistemático	Foi realizada uma comparação entre dois instrumentos distintos calibrados externamente em momentos diferentes, sendo encontrado uma variação pequena de 3 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
Incerteza de medição do MRC	Determinado pelo fabricante do MRC - capacidade do fabricante em determinar o valor real	Aleatório	-----
Valor do MRC utilizado	Determinado pelo fabricante do MRC - resultado da fabricação do MRC	Sistemático	Através de comparação com outro MRC foi encontrado um desvio muito alto em torno de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Ajuste interno da constante da célula do instrumento	Diariamente o instrumento recebe um ajuste da constante da célula com um MRC	Sistemático	Foi avaliado o histórico das constantes utilizadas no último mês sendo seu valor muito pequeno (disprezível)
Valor do MRC muito maior que o valor analisado	Neste caso a curva apresentaria um erro muito grande em faixas menores	Sistemático	O MRC utilizado foi de 1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$, muito próximo do valor das amostras
Temperatura da amostra	O resultado deveria ser apresentado a 25 °C, sendo possível uma variação no valor de até 2%/°C.	Sistemático, pois como as amostras foram medidas em um curto intervalo de tempo, o efeito aleatório é eliminado	Foi utilizado um banho térmico para a estabilização da temperatura das amostras (25 \pm 0,2 °C), sendo posteriormente checado o termômetro de monitoramento do banho estando adequado para este processo

Como descrito no Plano de Ação vários aspectos sistemáticos foram avaliados, porém apenas o Valor do MRC utilizado realmente demonstrou ser significativo ao processo.

O MRC utilizado não era certificado por um fabricante acreditado para fabricação de Material de Referência Certificado (MRC), sendo assim o laboratório providenciou a compra do MRC do fabricante Visomes e fez a comparação.

Tabela 03 – Comparação de MRC

MRC	Valor Referência	Valor encontrado	Diferença
Acreditado (Visomes)	1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$	1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$	Utilizado para o ajuste da constante da célula
Utilizado na Comparação	1400 $\mu\text{S}/\text{cm}$	1306 $\mu\text{S}/\text{cm}$	102 $\mu\text{S}/\text{cm}$

Corrigindo este efeito sistemático de 102 $\mu\text{S}/\text{cm}$, tem-se:

Tabela 04 – Correção dos Resultados Encontrados

Resultados	Amostra A	Amostra B
Apresentados na comparação	1316.2	1063.8
Corrigido o erro sistemático	1418.2	1165.8

Após comprovada a falha sistemática no processo, é necessária uma avaliação de como ficaria os resultados após este ajuste. Para uma análise individual, será utilizada a ferramenta de z-escore nesta análise.

O primeiro passo seria a determinação do valor designado (X), incerteza padrão do valor de consenso e o desvio padrão dos participantes.

Estes valores serão terminados através do Algoritmo A que trabalha com a estatística Robusta, que adequada para processos como poucos participantes e/ou há motivos para crer que os dados não estejam normalmente distribuídos.

Tabela 05 – Cálculo do Valor Designado e Desvio Padrão (Amostra A)

$\delta = 1,5s^*$	----	----	22.2	25.4
$x^* - \delta$	----	----	1389.2	1386.0
$x^* + \delta$	----	----	1433.6	1436.8
Participantes	Valor	diferença	ajuste 1	ajuste 2
1	1417.8	6.4	1417.8	1417.8
2	1401.4	10.0	1401.4	1401.4
3	1374.0	37.4	1389.2	1389.2
4	1401.0	10.4	1401.0	1401.0
5	1405.0	6.4	1405.0	1405.0
6	1430.0	18.6	1430.0	1430.0
7	1418.2	6.8	1418.2	1418.2
8	1411.8	0.4	1411.8	1411.8
9	1404.0	7.4	1404.0	1404.0
10	1402.8	8.6	1402.8	1402.8
11	1432.0	20.6	1432.0	1432.0
12	1432.2	20.8	1432.2	1432.2
13	1413.2	1.8	1413.2	1413.2
14	1418.8	7.4	1418.8	1418.8
15	1385.0	26.4	1389.2	1389.2
16	1367.6	43.8	1389.2	1389.2
17	1370.0	41.4	1389.2	1389.2
18	1444.4	33.0	1433.6	1433.6
19	1406.2	5.2	1406.2	1406.2
20	1411.4	0.0	1411.4	1411.4
21	1431.0	19.6	1431.0	1431.0
22	1406.8	4.6	1406.8	1406.8
23	1428.0	16.6	1428.0	1428.0
mediana (x^*)	1411.4			
média (x^*)			1411.4	1411.4
desv.pd.abs. (s^*)		14.83		
desv.pd.	20.4		16.9	16.9

Tabela 06 – Cálculo do Valor Designado e Desvio Padrão (Amostra B)

$\delta = 1,5s^*$	----	----	34.7	39.2
$x^* - \delta$	----	----	1156.7	1156.6
$x^* + \delta$	----	----	1226.1	1234.9
Participantes	Valor	diferença	ajuste 1	ajuste 2
1	1195.6	4.2	1195.6	1195.6
2	1198.0	6.6	1198.0	1198.0
3	1151.8	39.6	1156.7	1156.7
4	1180.0	11.4	1180.0	1180.0
5	1193.8	2.4	1193.8	1193.8
6	1227.0	35.6	1226.1	1226.1
7	1165.8	25.6	1165.8	1165.8
8	1189.6	1.8	1189.6	1189.6
9	1180.0	11.4	1180.0	1180.0
10	1185.4	6.0	1185.4	1185.4
11	1226.0	34.6	1226.0	1226.0
12	1207.0	15.6	1207.0	1207.0
13	1191.4	0.0	1191.4	1191.4
14	1236.8	45.4	1226.1	1226.1
15	1168.0	23.4	1168.0	1168.0
16	1215.6	24.2	1215.6	1215.6
17	1147.0	44.4	1156.7	1156.7
18	1241.4	50.0	1226.1	1226.1
19	1183.4	8.0	1183.4	1183.4
20	1190.2	1.2	1190.2	1190.2
21	1242.0	50.6	1226.1	1226.1
22	1188.6	2.8	1188.6	1188.6
23	1239.0	47.6	1226.1	1226.1
mediana (x^*)	1191.4			
média (x^*)			1195.8	1195.8
desv.pd.abs. (s^*)		23.1348		
desv.pd.	27.8		26.1	26.1

Tabela 07 – Resultados do Algoritmo A

Média Robusta	Valor de Referência	1411.4	1195.8
Desv. Pad. Robusto	Desvios dos participantes	16.9	26.1
Desv. Pad. Robusto da Média	Incerteza padrão da Referência	3.5	5.4

Tabela 08 – Cálculo de z - escore

Amostra	xi	Valor da referência	z
A	1418.2	1411.4	0.40
B	1165.8	1195.8	-1.15

Todos os valores foram considerados Satisfatórios, pois estão entre -2 e 2.

Para comprovar que os valores seriam considerados Insatisfatórios no cálculo do z – escore antes da correção sistemática do erro encontrado, foi realizado os cálculos do z – escore conforme demonstrado nas tabelas seguintes:

Tabela 09 – Resultados com todos os participantes

Média Robusta	Valor da Referência	1410.8	1198.2
Desv. Pad. Robusto	Desvios dos participantes	19.1	28.0
Desv. Pad. Robusto da Média	Incerteza padrão da Referência	4.0	5.8

Tabela 10 – Cálculo do z – score (Antes da Correção)

Amostra	xi	Valor da referência	z
A	1316.2	1410.8	-4.96
B	1063.8	1198.2	-4.80

Ambos os casos seriam Insatisfatórios, pois estão abaixo de -2, conforme critério.

4.2. Resultados do Ensaio de Sólidos Totais dissolvidos em Água (SST)

Como parte da avaliação dos Ensaio de Proficiência (PEP) realizado pelo laboratório Vida Feliz, é importante também avaliar os resultados Satisfatórios, pois o objetivo de um laboratório com a participação de PEP não deve ser apenas para cumprir uma exigência de um órgão acreditador, mas principalmente de garantir a confiabilidade dos resultados apresentados aos seus clientes, pois uma análise errada pode ser sinal de um rio contaminado, um processo mal controlado, entre outros pontos negativos.

Neste próximo caso foi avaliada uma comparação SST, onde o resultado foi Satisfatório:

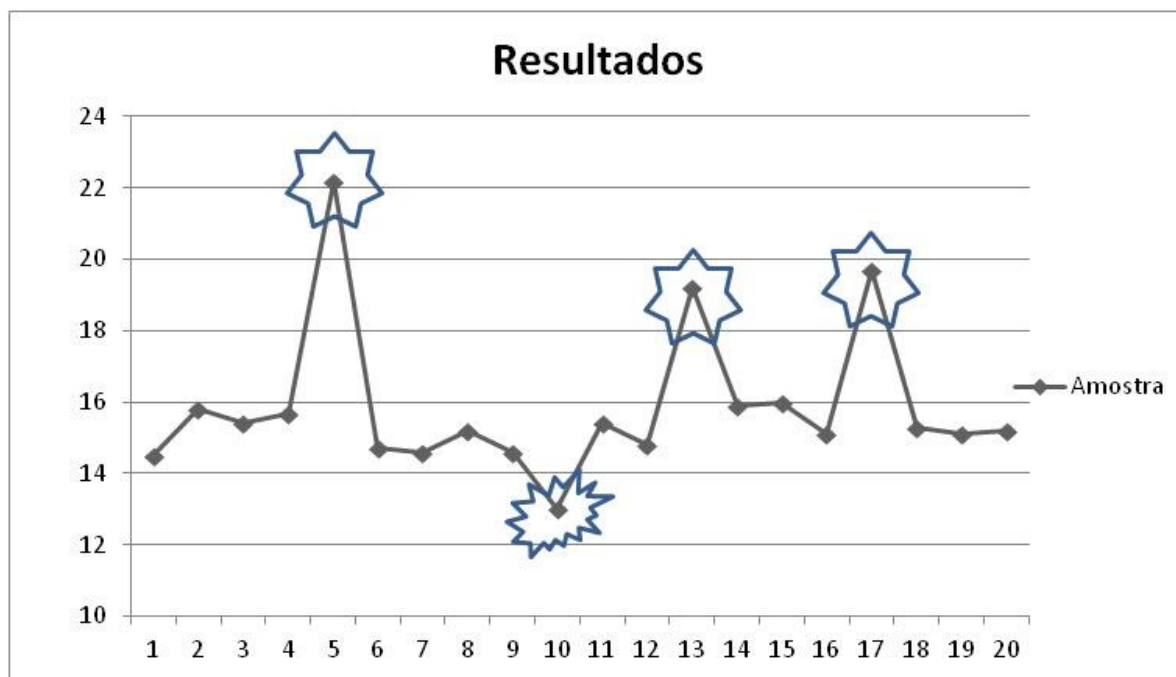
Tabela 11 – Dados dos participantes - SST

Participantes	Resultados	z - escore
1	14.5	-0.65
2	15.8	-0.03
3	15.4	-0.22
4	15.7	-0.08
5	22.2	3.00
6	14.7	-0.55
7	14.6	-0.60
8	15.2	-0.32
9	14.6	-0.60
10	13	-1.36
11	15.4	-0.22
12	14.8	-0.51
13	19.2	1.58
14	15.9	0.01
15	16	0.06
16	15.1	-0.36
17	19.7	1.82
18	15.3	-0.27
19	15.1	-0.36
20	15.2	-0.32

Veja que neste caso apenas um laboratório apresentou um erro acima de 2 ou abaixo de -2 (laboratório 5) e o laboratório Vida Feliz apresentou um resultado Satisfatório (laboratório 10).

Neste tratamento dos valores o Provedor deste Ensaio não foi muito feliz na escolha da técnica estatística mais apropriada, pois utilizou como referência a Média (estatística clássica), o que devido a alguns laboratórios estarem com seus resultados muito afastados dos demais fez com que a média fosse deslocada, porém estes três resultados não devem refletir a realidade, pois ou o laboratório apresentava algum efeito sistemático significativo em seu processo de análise ou a amostra estava contaminada com resultados tendenciosos.

Gráfico 02 – Gráfico dos Resultados - SST



Para estes casos onde não é possível garantir a normalidade do processo, ou quando há poucos participantes, o mais recomendado seria a utilização de estatística Robusta, onde o valor de referência passa a ser a mediana e o desvio padrão dos resultados não recebe influência dos resultados considerados com ruído. Como se tinham todos os resultados dos participantes foi possível refazer os cálculos com a estatística robusta.

Tabela 12 – Cálculo valor designado e desvio padrão - SST

$\delta = 1,5s^*$	----	----	1.2	1.2
$x^* - \delta$	----	----	14.0	14.1
$x^* + \delta$	----	----	16.5	16.5
Participantes	Valor	diferença	ajuste 1	ajuste 2
1	14.5	0.8	14.5	14.5
2	15.8	0.6	15.8	15.8
3	15.4	0.2	15.4	15.4
4	15.7	0.4	15.7	15.7
5	22.2	7.0	16.5	16.5
6	14.7	0.6	14.7	14.7
7	14.6	0.7	14.6	14.6
8	15.2	0.1	15.2	15.2
9	14.6	0.7	14.6	14.6
10	13.0	2.3	14.0	14.1
11	15.4	0.2	15.4	15.4
12	14.8	0.4	14.8	14.8
13	19.2	4.0	16.5	16.5
14	15.9	0.7	15.9	15.9
15	16.0	0.8	16.0	16.0
16	15.1	0.2	15.1	15.1
17	19.7	4.5	16.5	16.5
18	15.3	0.1	15.3	15.3
19	15.1	0.2	15.1	15.1
20	15.2	0.1	15.2	15.2
mediana (x^*)	15.3			
média (x^*)			15.3	15.3
desv.pd.abs. (s^*)		0.81565		
desv.pd.	2.1		0.8	0.8

Tabela 13 – Comparativo dos resultados por dois métodos

Média	15.9
Desvio padrão	2.1
Média Robusta	15.3
Desv. Pad. Robusto	0.8
Diferença da média	3.9%
diferença dos desvios padrão	62.9%

Medida de Posição: A alteração de Média para Mediana acarretou em uma redução do valor em 0,7 mg/L.

Medida de Dispersão: Pelo fato de não ser considerado diretamente os valores considerados com ruído (pois os mesmos são ajustados através de Algoritmo A), ocorreu uma redução do valor de 62,9 %, ou seja, os ruídos mascaravam os resultados beneficiando a todos os participantes de certa forma.

Utilizando estes novos resultados foram refeitos os cálculos dos valores de z – escore:

Tabela 14 – Comparativo z - escore

Participantes	Resultados	z - escore (clássico)	z - escore (rubusto)
1	14.5	-0.65	-0.96
2	15.8	-0.03	0.70
3	15.4	-0.22	0.19
4	15.7	-0.08	0.58
5	22.2	3.00	8.89
6	14.7	-0.55	-0.70
7	14.6	-0.60	-0.83
8	15.2	-0.32	-0.06
9	14.6	-0.60	-0.83
10	13	-1.36	-2.88
11	15.4	-0.22	0.19
12	14.8	-0.51	-0.58
13	19.2	1.58	5.05
14	15.9	0.01	0.83
15	16	0.06	0.96
16	15.1	-0.36	-0.19
17	19.7	1.82	5.69
18	15.3	-0.27	0.06
19	15.1	-0.36	-0.19
20	15.2	-0.32	-0.06

Agora é possível observar que quatro laboratórios obtiveram seus resultados Insatisfatórios (laboratórios 5, 10, 13 e 17), sendo um deles o laboratório Vida Feliz. Neste caso é possível afirmar que os resultados emitidos aos clientes do laboratório Vida Feliz podem conter um erro significativo.

O próximo passo seria avaliar as causas mais prováveis que podem ter originado o problema.

Primeiro precisamos entender quanto o valor teria que ser aumentado para que fosse considerado Satisfatório, sendo isto possível através da própria equação do z – escore:

$$z_i = \frac{(x_i - \bar{X})}{\hat{\sigma}} \quad x_i = z * \hat{\sigma} + \bar{X}$$

- ✓ Para valores maiores = $x_i = 2\hat{\sigma} + \bar{X}$ e,
- ✓ Para valores menores = $x_i = -2\hat{\sigma} + \bar{X}$ que é o caso em questão.

Tabela 15 – Determinação do valor mínimo de xi

Mínimo xi	13.7	valor necessário para obter z = -2
Quanto aumentar	0.7	13.7 - 13.0
xi ideal	15.3	para atingir o valor médio
Quanto aumentar	2.3	15.3 - 13.0

Neste caso será utilizada uma nova abordagem para a avaliação, pois existe uma ferramenta utilizada por todos os laboratórios de ensaio que é Incerteza de Medição.

Para todo resultado apresentado em um relatório de ensaio o laboratório deve garantir que a incerteza de medição deste valor seja pequena o suficiente para não impactar na interpretação do mesmo. Esta incerteza de medição (U) tem uma probabilidade de abrangência de 95,45%.

Então o próximo passo seria a avaliação da planilha de incerteza de medição.

Tabela 16 – Tabela de incerteza de medição de SST

INCERTEZA DE MEDIÇÃO - VALOR DE CADA PONTO											
Tipo	Componente da incerteza	Valor	Divisor	u(xi)	unid. ent.	Distribuição	ci	u(yi)	unid. Saida	vi/veff	percentual
A	Repetibilidade e reprodutibilidade	0.034	1	0.034	mg/L	Normal	1	0.034	mg/L	7	2.8
B	IM da balança padrão	0.03	2	0.015	mg	Normal	14.1421	0.212132	mg/L	1000000	17.6
B	Resolução da balança padrão	0.005	1.732051	0.002887	mg	Retangular	14.1421	0.040825	mg/L	1000000	3.4
B	Erro não corrigido da balança	0.12	1.732051	0.069282	mg	Retangular	14.1421	0.979796	mg/L	1000000	81.2
B	Deriva da balança	0.08	1.732051	0.046188	mg	Retangular	14.1421	0.653197	mg/L	1000000	54.2
B	IM da proveta	1.2	2	0.6	mL	Normal	0.13	0.078	mg/L	1000000	6.5
B	Erro não corrigido da proveta	1.6	1.732051	0.92376	mL	Retangular	0.13	0.120089	mg/L	1000000	10.0
Nºde casas decimais (U)		1						1.206232	Veff = Infinito		
Valor truncado		2.4						2.412463			
Diferença		0.012463						2.000			
Percentual		0.516617						2.4	mg/L		

Vejam que o valor da incerteza de medição (U) é de 2,4 mg/L, isto vale dizer que para o resultado apresentado de 13,0 de fato poderia ser qualquer valor entre o intervalo de 10,6 a 15,4. É possível observar que tanto o valor de 13,7 como 15,3 se encontram dentro deste intervalo. Isto mostra duas situações distintas:

- 1) O resultado apresentado pelo laboratório no PEP demonstra que dentro a incerteza de medição que o mesmo trabalha o resultado é aceitável, ou;
- 2) A incerteza de medição é muito alta para o processo devendo ser estudadas formas de redução.

De forma didática será considerada a segunda opção e assim serão avaliadas as fontes de incertezas que estão em vermelho na tabela anterior, pois são as fontes mais significativas.

Todas as fontes em vermelho são relacionadas à balança e foram avaliadas conforme demonstrado a seguir:

Tabela 17 – Plano de Ação - SST

Fontes de Incertezas	Origem	Efeito	Ação
IM da balança padrão	Capacidade do laboratório que realizou a calibração do instrumento em estimar os erros sistemáticos e a capacidade do instrumento em repetir o mesmo valor	Aleatório	0,03 g é um valor razoável para a calibração de uma balança de resolução de 0,01 g. Não alterar.
Erro sistemático não corrigido da balança	Avaliando o histórico da balança foi observado que não sofre ajuste durante a calibração para corrigir os erros	Sistemático	Solicitar ajuste em todas as calibrações (previsão ficar no máximo 0,01 g)
Deriva da balança	A balança é calibrada a cada 2 anos gerando uma deriva muito alta ao tip de instrumento	Aleatório	Reduzir o período de calibração para 6 meses (previsão ficar no máximo com 0,02 g)

Após estas ações a planilha de incerteza foi refeita e o resultado foi reduzida de 2,4 mg/L para 0,7 mg/L.

Tabela 18 – Incerteza de medição - corrigida

INCERTEZA DE MEDIÇÃO - VALOR DE CADA PONTO											
Tipo	Componente da incerteza	Valor	Divisor	u(xi)	unid. ent.	Distribuição	ci	u(yi)	unid. Saida	vi/veff	percentual
A	Repetibilidade e reprodutibilidade	0.034	1	0.034	mg/L	Normal	1	0.034	mg/L	0	2.8
B	IM da balança padrão	0.03	2	0.015	mg	Normal	14.1421	0.212132	mg/L	1000000	17.6
B	Resolução da balança padrão	0.005	1.732051	0.002887	mg	Retangular	14.1421	0.040825	mg/L	1000000	3.4
B	Erro não corrigido da balança	0.01	1.732051	0.005774	mg	Retangular	14.1421	0.08165	mg/L	1000000	6.8
B	Deriva da balança	0.02	1.732051	0.011547	mg	Retangular	14.1421	0.163299	mg/L	1000000	13.5
B	IM da proveta	1.2	2	0.6	mL	Normal	0.13	0.078	mg/L	1000000	6.5
B	Erro não corrigido da proveta	1.6	1.732051	0.92376	mL	Retangular	0.13	0.120089	mg/L	1000000	10.0
Nºde casas decimais (U)		1						ncerteza padrão combinada (uc)	0.318844	Veff = Infinito	
Valor truncado		0.6						ncerteza expandida (U)	0.637687		
Diferença		0.037687						k	2.000		
Percentual		5.910025						U arredondado	0.7	mg/L	

Com esta redução de 1,6 mg/L é possível melhorar a qualidade das análises e com certeza em uma próxima comparação (PEP) os resultados serão bem melhores, pois o laboratório está preparado para comparações com referências mais precisas.

CONCLUSÃO

Como apresentado neste trabalho, algumas ferramentas estatísticas já utilizadas pelos laboratórios possibilitaram a avaliação da qualidade e confiabilidade dos trabalhos prestados pelo laboratório. Em posse destas informações prévias foi possível detectar quais foram às causas que geraram estes resultados insatisfatórios, permitindo assim trata-los de forma correta e objetiva.

Foi possível também ver como a estimativa da incerteza de medição nos possibilita identificar pontos que mais influenciam na estimativa do resultado apresentado em um relatório de ensaio e assim tratá-los de forma eficiente e preventiva, não sendo necessária a ocorrência do problema para correção posterior.

É importante também ressaltar que uma ferramenta estatística não pode ser aplicada para qualquer situação. Uma avaliação prévia e conhecimento da mesma são fundamentais para definir qual ferramenta utilizar de forma eficiente, ao processo em questão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17025: **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17000: **Avaliação de Conformidade – Vocabulário e princípios gerais**. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17043: **Avaliação da Conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência**. Rio de Janeiro, 2011.

HAIR, Joseph F. J; BLACK, William C. **Multivariate Data Analysis**, 7ª ed. New York: Prentice Hall, 2009.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. DOQ CGCRE 007: **Informações sobre os acordos de reconhecimento mútuo no campo da acreditação**. Rio de Janeiro, 2011.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. NIT DICLA 021: **Expressão da incerteza de medição por laboratórios de calibração**. Rio de Janeiro, 2013.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. NIT DICLA 026: **Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência**. Rio de Janeiro, 2011.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. VIM2012: **Vocabulário Internacional de Metrologia – Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados**. Rio de Janeiro, 2012.

INTERNATIONAL STANDARDIZATION ORGANIZATION. ISO 13528: **Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons**. Geneva, 2005.

VUOLO, José H. **Fundamentos da Teoria de Erros**, 2ª ed. São Paulo: Edgar Blucher, 1192.

GLOSSÁRIO

Ajuste (de um sistema de medição) - Conjunto de operações efetuadas num sistema de medição, de modo que ele forneça indicações prescritas correspondentes a determinados valores duma grandeza a ser medida.

Calibração

Operação que estabelece sob condições especificadas, numa primeira etapa, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecida por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas. Numa segunda etapa, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando à obtenção dum resultado de medição a partir duma indicação.

Condição de repetibilidade - Condição de medição num conjunto de condições, as quais incluem o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições de operação e o mesmo local, assim como medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares durante um curto período de tempo.

Deriva - Variação da indicação ao longo do tempo, contínua ou incremental, devida a variações nas propriedades metrológicas de um instrumento de medição.

Ensaio - Avaliação de um determinado produto quanto ao atendimento a um requisito especificado.

Erro - Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.

Erro aleatório - Componente do erro de medição que, em medições repetidas, varia de maneira imprevisível.

O erro aleatório é igual à diferença entre o erro de medição e o erro sistemático.

Erro sistemático - Componente do erro de medição que, em medições repetidas, permanece constante ou varia de maneira previsível.

Estabilidade - Propriedade de um instrumento de medição segundo a qual este mantém as suas propriedades metrológicas constantes ao longo do tempo.

Fator de abrangência (k) - Fator numérico usado como um multiplicador da incerteza padrão combinada de modo a obter uma incerteza expandida.

NOTA: Um fator de abrangência k está tipicamente na faixa de 2 a 3.

Incerteza de medição - Parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas.

Nota1: A incerteza de medição compreende componentes provenientes de efeitos sistemáticos, tais como componentes associadas a correções e valores atribuídos a padrões, assim como a incerteza definicional. Algumas vezes não são corrigidos efeitos sistemáticos estimados; em vez disso são incorporadas componentes de incerteza de medição associadas.

Nota2: O parâmetro pode ser, por exemplo, um desvio padrão denominado incerteza padrão (ou um de seus múltiplos) ou a metade de um intervalo tendo uma probabilidade de abrangência determinada.

Nota3: A incerteza de medição geralmente engloba muitas componentes. Algumas delas podem ser estimadas por uma avaliação do Tipo A da incerteza de medição, a partir da distribuição estatística dos valores provenientes de séries de medições e podem ser caracterizadas por desvios-padrão. Os outros componentes, as quais podem ser estimadas por uma avaliação do Tipo B da incerteza de medição, podem também ser caracterizados por desvios padrão estimados a partir de funções de densidade de probabilidade, baseadas na experiência ou em outras informações.

Incerteza expandida - Grandeza definindo um intervalo em torno do resultado de uma medição com o qual se espera abranger uma grande fração da distribuição dos valores que possam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando.

Incerteza padrão - Incerteza do resultado de uma medição expressa como um desvio padrão

Incerteza padrão combinada - Incerteza padrão de um resultado de medição, quando este resultado é obtido por meio dos valores de várias outras grandezas, sendo igual à raiz quadrada positiva de uma somatória de termos, sendo estes as variâncias ou covariâncias destas outras grandezas, ponderadas de acordo com quanto o resultado da medição varia com mudanças nestas grandezas.

Material de referência certificado (MRC) - Material de referência acompanhado duma documentação emitida por uma entidade reconhecida, a qual fornece um ou mais valores de propriedades especificadas com as incertezas e as rastreabilidades associadas, utilizando procedimentos válidos.

Resolução - Menor variação da grandeza medida que causa uma variação perceptível na indicação correspondente.