

*Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial  
Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci  
Divisão de Metrologia Mecânica - Dimec*

# **A ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO PELOS MÉTODOS DO ISO GUM 95 E DE SIMULAÇÃO DE MONTE CARLO**

**DIMEC/nt-02/v.00**

## **Nota Técnica**

**Setembro 2008**



A ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO PELOS MÉTODOS DO ISO  
GUM 95 E DE SIMULAÇÃO DE MONTE CARLO

Paulo Roberto Guimarães Couto  
INMETRO-DIMCI-DIMEC-LAPRE  
prcouth@inmetro.gov.br

1	INTRODUÇÃO	3
2	ISO GUM 95	4
2.1	Estimativa da incerteza conforme o ISO GUM 95	5
2.1.1	Definição do mensurando	5
2.1.2	Diagrama causa-efeito	5
2.1.3	Avaliação das incertezas-padrão	6
2.1.3.1	Avaliação tipo A das incertezas-padrão	6
2.1.3.2	Avaliação tipo B das incertezas-padrão	6
2.1.4	Diagrama de dispersão	7
2.1.4.1	Coefficiente de correlação de Pearson	8
2.1.5	Cálculo dos coeficientes de sensibilidade	8
2.1.6	Componentes de incertezas	10
2.1.7	Cálculo da incerteza combinada	11
2.1.7.1	Incerteza combinada de fontes de entrada não correlacionadas	12
2.1.7.2	Incerteza combinada de fontes de entrada correlacionadas	12
2.1.8	Cálculo dos graus de liberdade efetivos	13
2.1.9	Determinação do fator de abrangência	14
2.1.10	Estimativa da incerteza expandida	14
2.2	Expressão numérica do resultado de medição	14
3	ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO PELO MÉTODO DE MONTE CARLO	15
4	ESTUDO DE CASO COM AS APLICAÇÕES DO ISO GUM 95 E DO MÉTODO DE MONTE CARLO	17
4.1	Metodologia do ISO GUM 95	17
4.1.1	Definição do Mensurando	17
4.1.2	Diagrama causa-efeito	18
4.1.3	Avaliação das incertezas-padrão	19
4.1.3.1	Incerteza referente à precisão intermediária do método	19
4.1.3.2	Incerteza referente à repetitividade da amostra	19
4.1.3.3	Incertezas referentes à $\rho_{20(1)}$ , $\rho_1$ , $\rho_2$ e $\rho_{20(2)}$	20
4.1.3.4	Incerteza referente à $\rho_{medida}$	20
4.1.3.5	Incerteza referente à temperatura	21
4.1.4	Coefficientes de sensibilidade referentes às fontes de incertezas	21
4.1.5	Componentes de incertezas	23
4.1.6	Combinação das incertezas	23
4.1.7	Balanço das incertezas	24
4.1.8	Cálculo dos graus de liberdade efetivos	25
4.1.9	Determinação do fator de abrangência	25
4.1.10	Estimativa da incerteza expandida	26
4.1.11	Resultado da medição	26
4.2	Metodologia de Monte Carlo	28
5	COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS PELO ISO GUM 95 E PELA METODOLOGIA DE MONTE CARLO	29
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	30

## 1 INTRODUÇÃO

Uma vez que o valor verdadeiro do resultado de uma medição é desconhecido, qualquer resultado de uma medição será somente uma aproximação ou estimativa do valor do mensurando em questão. Sendo assim, a representação completa de tal mensurando deverá incluir a dúvida deste resultado, a qual é traduzida pela sua incerteza de medição. A incerteza de medição é a indicação quantitativa da qualidade dos resultados de medição, sem a qual os mesmos não poderiam ser comparados entre si, com os valores de referência especificados ou com um padrão.

De acordo com o contexto da globalização, primordialmente na comercialização de produtos, é necessária a adoção de um procedimento universal para a estimativa da incerteza dos resultados de medição, tendo em vista a necessidade da comparabilidade entre resultados visando o intercâmbio das instituições nacionais e internacionais em atendimento principalmente à nova era do mercado mundial.

O início da elaboração do Guia para a Expressão da Incerteza de Medição foi a partir de 1977 com o reconhecimento pelo CIPM (Comité International des Poids et Mèures) da ausência de um consenso mundial sobre a equação do cálculo da incerteza de um resultado de medição. O CIPM então solicitou ao BIPM (Bureau International des Poids et Mèures) que tratasse o problema em conjunto com os laboratórios nacionais de metrologia e que se fizesse uma recomendação para uma metodologia de estimativa da incerteza de medição. Esta responsabilidade foi conferida à ISO (International Organization for Standardization) TAG 4 (Technical Advisory Group on Metrology 4). O TAG 4, por sua vez, estabeleceu o Working Group 3 (WG3) com especialistas designados pelo BIPM, IEC (International Electrotechnical Commission), ISO e OIML (International Organization of Legal Metrology), sendo também referendados pelo presidente do TAG 4. A primeira versão do Guia para a Expressão da Incerteza de Medição surgiu em 1993 como ISO/TAG4-WG3 1993. Este Guia foi revisado e publicado em 1995 com o título: "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" (ISO GUM 95). Mais recentemente no Brasil foi publicada a tradução do Guia com o seguinte título: "Guia para a Expressão da Incerteza de Medição – Terceira Edição Brasileira – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – Edição Revisada (agosto de 2003) – ABNT- INMETRO". O ISO GUM 95 apresenta algumas limitações tais como: linearização do modelo; suposição da normalidade do mensurando; cálculo dos graus de liberdade efetivos da incerteza combinada.

- Linearização do modelo

No início da propagação das incertezas, por ocasião do cálculo da incerteza combinada, a expansão da série de Taylor é truncada até os termos de primeira ordem. Em alguns casos, esta aproximação linear pode requerer termos de mais alta ordem.

- Suposição da normalidade do mensurando

De acordo com a recomendação do Guia, é prática comum na análise rotineira da estimativa da incerteza expandida se considerar a distribuição do resultado como sendo normal. A incerteza expandida  $U$  é estimada como sendo o produto do fator de abrangência  $k$  e a incerteza combinada  $u_c(y)$ , sendo assemelhada à variável normal (z-score). Assim, é muito comum a apresentação da declaração de incertezas obtidas utilizando-se um fator de abrangência  $k=2$ , o qual corresponde a uma probabilidade de abrangência de 95,45% .

- Cálculo dos graus de liberdade efetivos

Segundo COX e HARRIS (2003), o cálculo do número dos graus de liberdade efetivos utilizando a equação de Welch-Satterthwaite é ainda um problema insolúvel, porque as incertezas tipo B geralmente contribuem com um infinito número de graus de liberdade.

De modo a superar as limitações do ISO GUM 95, a simulação de Monte Carlo pode ser aplicada para a avaliação da incerteza de medição. O método de Monte Carlo é um procedimento numérico para a solução de problemas matemáticos por meio da simulação de variáveis aleatórias.

## **2 O ISO GUM 95**

A metodologia do ISO GUM 95 pode ser resumida nos seguintes passos principais: a) definição do mensurando; b) elaboração do diagrama causa-efeito; c) estimativas das incertezas das fontes de entrada; d) cálculo dos coeficientes de sensibilidade; e) cálculo das componentes de incerteza; f) combinação das componentes; g) cálculo dos graus de liberdade efetivos; h) determinação do fator de abrangência; i) estimativa da incerteza expandida. Dentre estas etapas, a mais importante é a definição do mensurando. Uma boa fundamentação do mensurando certamente possibilitará a elaboração de um diagrama causa-efeito adequado e, conseqüentemente, uma estimativa da incerteza mais realista, a qual contemplará todas as fontes que

impactam no mensurando. A metodologia de cálculo estabelecida desta forma possibilita ao técnico identificar a qualquer tempo as fontes de incerteza que são preponderantes no processo de estimativa da incerteza geral.

Na aplicação desta metodologia, deve-se interpretar e avaliar os valores gerados a cada passo de cálculo para que a estimativa da incerteza de medição não se torne apenas um simples cálculo ou uma atividade para atender o requisito respectivo da norma ABNT ISO/IEC 17025:2005 (Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração).

## 2.1 ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO CONFORME O ISO GUM 95

### 2.1.1 Definição do mensurando

Geralmente o mensurando não é medido diretamente, mas determinado a partir de “n” grandezas de entrada, através de uma relação funcional, conforme a equação 1:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (1)$$

onde  $x_1, x_2, \dots, x_n$  são as grandezas cujos valores e respectivas incertezas são diretamente determinados durante a medição, como por exemplo: temperatura ambiente, pressão barométrica, umidade, etc. Existem também outras grandezas cujos valores e incertezas provêm de fontes externas para a medição, tais como: certificados de padrões, materiais de referência, valores de referência da literatura, etc.

Por exemplo, a medição de uma força  $F$  (mensurando), originada a partir de uma massa  $m$  sob a ação da aceleração da gravidade local  $g_l$ , é definida pela equação 2:

$$F = m \cdot g_l \quad (2)$$

### 2.1.2 Diagrama causa-efeito

Após a definição da equação do mensurando, um diagrama causa-efeito bem elaborado torna-se uma ferramenta bastante importante para a estimativa da incerteza de medição. A figura 1 apresenta o diagrama causa-efeito para a estimativa da incerteza de medição de uma força com as seguintes condições de contorno: i) o valor da grandeza massa foi obtido a partir de uma média de 10 leituras e cada repetição do valor de massa foi medido por uma balança contendo um certificado de calibração; ii) a aceleração da gravidade local proveniente de resultado de medição contido num certificado de calibração.

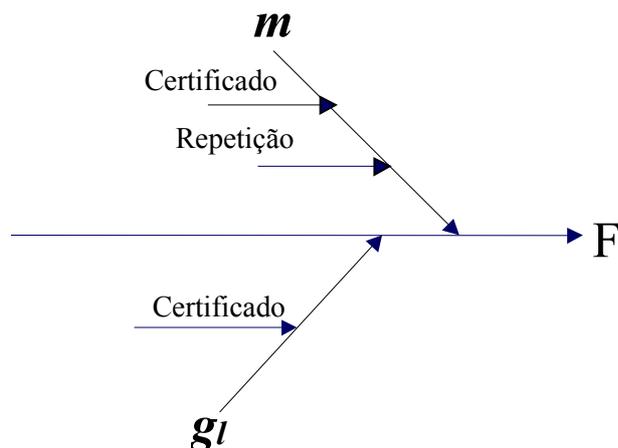


Figura 1 – Diagrama causa-efeito da medição de uma força.

No diagrama causa-efeito da figura 1 são identificadas todas as fontes que definirão a incerteza de medição da força (mensurando).

### 2.1.3 Avaliação das incertezas - padrão

As incertezas-padrão de cada fonte de entrada,  $u(x_i)$ , são estimadas em função da maneira como a fonte de entrada aparece para definir o mensurando.

#### 2.1.3.1 Avaliação tipo A da incerteza-padrão.

A avaliação tipo A da incerteza-padrão é intrínseca ao processo de medição e é realizada através de um tratamento estatístico do conjunto de repetições das observações de  $x_i$ . Quando são executadas repetições das medições da grandeza de entrada  $x_i$  sob condições de repetitividade, uma das avaliações tipo A da incerteza-padrão é:

$$u(\bar{x}_i) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

onde:

$s(x_i)$  = desvio-padrão dos valores individuais do conjunto de repetições;  
 $n$  = número de repetições do conjunto.

#### 2.1.3.2 Avaliação tipo B da incerteza-padrão

Quando a avaliação da incerteza da fonte de entrada é realizada por um método diferente do estatístico, a avaliação da incerteza-padrão é denominada do tipo B. Uma

das estimativas da incerteza-padrão Tipo B,  $u(x_i)$ , é realizada quando os valores de  $u(x_i)$  têm uma determinada distribuição assumida e um intervalo de dispersão. As distribuições normalmente enfocadas são a retangular, a triangular, a normal, etc. Assumindo-se que a variação de  $u(x_i)$  tenha distribuição retangular num intervalo simétrico “ $\pm a$ ”, a estimativa da incerteza-padrão neste caso é definida pela equação.4:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

Assumindo-se que  $x_i$  tenha agora uma distribuição triangular num intervalo “ $\pm a$ ”, a estimativa da incerteza-padrão é definida pela equação 5:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (5)$$

Quando a incerteza de uma fonte de entrada ( $x_i$ ) provém de um certificado de calibração com as informações da probabilidade e do fator de abrangência ( $k$ ), a estimativa da incerteza-padrão é definida pela equação 6:

$$u(x_i) = \frac{U}{k} \quad (6)$$

onde “ $U$ ” é a incerteza expandida e “ $k$ ” o fator de abrangência declarados no certificado de calibração da respectiva fonte de entrada.

#### 2.1.4 Diagrama de Dispersão

O diagrama de dispersão é uma forma qualitativa de se identificar se duas variáveis estão correlacionadas. A representação de um diagrama de dispersão é elaborada a partir de pares ordenados ( $x_i, y_i$ ), onde  $x_i$  é o valor observado de uma variável e  $y_i$  é o seu correspondente da outra variável. Duas variáveis podem apresentar-se como tendo uma correlação positiva, figura 2.a, negativa, figura 2.b, ou não apresentarem correlação, figura 2.c.

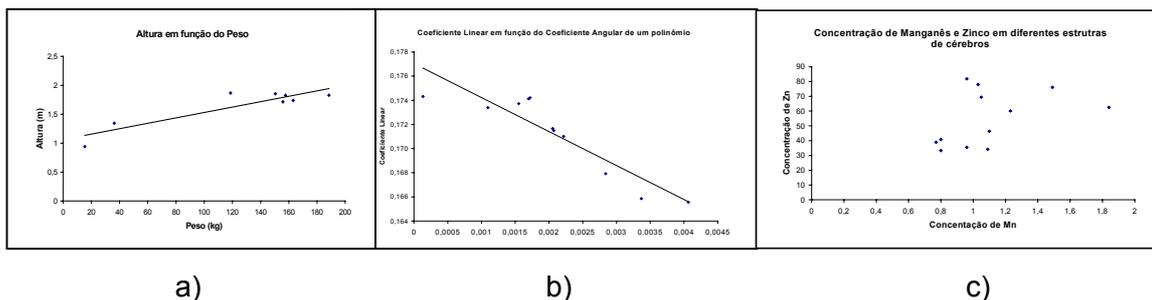


Figura 2 – Tipos de correlação possíveis num diagrama de dispersão:  
a) positiva; b) negativa; c) não há correlação.

#### 2.1.4.1 Coeficiente de Correlação de Pearson

Uma das formas quantitativas de avaliação da intensidade da correlação entre duas variáveis  $x$  e  $y$  é o cálculo do coeficiente de Pearson ( $r_{x,y}$ ), o qual é definido pela equação 7:

$$r_{x,y} = \frac{n_t \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{\sqrt{[n_t \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2][n_t \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2]}} \quad (7)$$

onde:

$x_i$  e  $y_i$  = são os pares dos valores que definem os pontos no diagrama de dispersão;  
 $n_t$  = número total de pares dos valores.

#### 2.1.5 Cálculo dos coeficientes de sensibilidade

Estimadas as incertezas das fontes de entrada, é necessário definir os coeficientes de sensibilidade do mensurando em relação a cada fonte de entrada. O coeficiente de sensibilidade  $c_i$  do mensurando ( $y$ ) em relação a cada fonte de entrada ( $x_i$ ) é definido como:

$$c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i} \quad (8)$$

No caso de não ocorrer uma relação direta entre o mensurando com alguma fonte de entrada, é necessária a realização de um experimento para se determinar o coeficiente de sensibilidade do mensurando em relação a essa dada fonte de entrada. Por exemplo, a medição de viscosidade com a utilização de um reoviscosímetro de Höppler é definida pela equação 9 ( MOITA NETO e MARINHO, 1996):

$$\eta = P \cdot t \cdot k_v \quad (9)$$

onde:

- $\eta$  = viscosidade (cP);
- $P$  = tensão de cisalhamento (gf/cm<sup>2</sup>);
- $t$  = tempo (s);
- $k_v$  = constante do viscosímetro.

A temperatura é uma grandeza que tem influência relevante na viscosidade. Entretanto, ela não é contemplada na equação 9 que define a medição da viscosidade pelo reoviscosímetro de Höppler. Neste caso, para se determinar o coeficiente de sensibilidade da viscosidade em relação à temperatura, deve-se elaborar um experimento que, de alguma forma, retrate a variação da viscosidade em relação à temperatura. Neste caso, como exemplo é apresentado um estudo deste tipo na figura 3, a qual retrata a variação da viscosidade do líquido da castanha de caju em função da temperatura, para a tensão de cisalhamento de 10 gf/cm<sup>2</sup> (MOITA NETO e MARINHO, 1996).

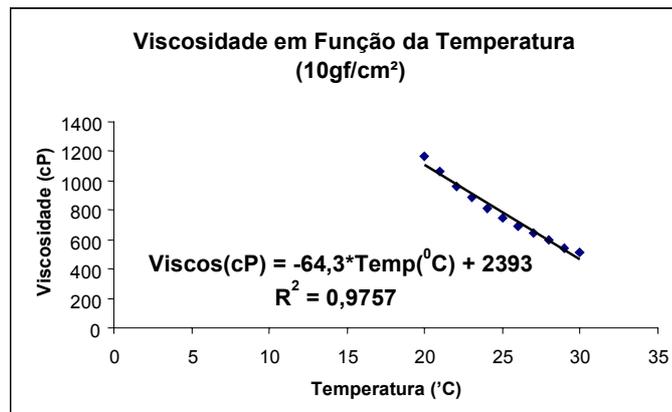


Figura 3 – Variação da viscosidade do líquido de castanha de caju com a temperatura para a tensão de cisalhamento de 10 gf/cm<sup>2</sup> (Adaptado de MOITA NETO e MARINHO, 1996)

Desta forma, define-se um polinômio, conforme apresentado na figura 3, para retratar a variação da viscosidade em função da temperatura. Neste caso, o valor da derivada do polinômio em relação à temperatura representa o coeficiente de sensibilidade da viscosidade em relação a esta fonte. No exemplo, considerando-se a variação da viscosidade em função da temperatura como sendo estabelecida por um polinômio de primeiro grau, o valor do coeficiente de sensibilidade ( $c_i$ ) é  $-64,3 \text{ cP/°C}$ .

### 2.1.6 Componentes de incerteza

Com a estimativa das incertezas-padrão de todas as fontes de entrada do mensurando e os seus coeficientes de sensibilidade calculados, cada respectiva componente de incerteza na unidade do mensurando pode ser estimada pela equação 10:

$$u_{x_i}(y) = \frac{\partial y}{\partial x_i} u(x_i) = c_i(x_i) \cdot u(x_i) \quad (10)$$

onde:

$u_{x_i}(y)$  = componente de incerteza do mensurado referente a cada fonte  $x_i$ ;

$c_i(x_i)$  = coeficiente de sensibilidade referente a cada fonte  $x_i$ ;

$u(x_i)$  = incerteza referente a cada fonte  $x_i$ .

Nesta etapa da metodologia de cálculo da incerteza de medição pelo ISO GUM 95 é possível avaliar de forma mais objetiva o impacto da incerteza de cada fonte de entrada na incerteza combinada do mensurando. Nesta fase de implementação da metodologia do documento, é possível definir a exatidão necessária de qualquer uma das fontes de entrada do mensurando em relação à tolerância do seu respectivo processo. Uma análise deste tipo é feita na avaliação da incerteza de medição de uma força. Os valores apresentados na tabela 1 são utilizados em conjunto com a sua representação na figura 4, a qual define o balanço das fontes das incertezas de força,

Tabela 1 – Fontes de incerteza na medição de uma força.

Fonte	Valor (N)	%
$u_{m1}(F)$	9,30341E-05	41
$u_{m2}(F)$	4,90333E-05	11,4
$u_a(F)$	1,00E-04	47,6
$u_c(F)$	1,45E-04	100

onde:

$u_{m1}(F)$  = componente de incerteza de força das repetições das medições de massa;

$u_{m2}(F)$  = componente de incerteza de força do certificado da balança utilizada;

$u_a(F)$  = componente de incerteza de força do certificado de medição da aceleração;

$u_c(F)$  = Incerteza combinada da força.

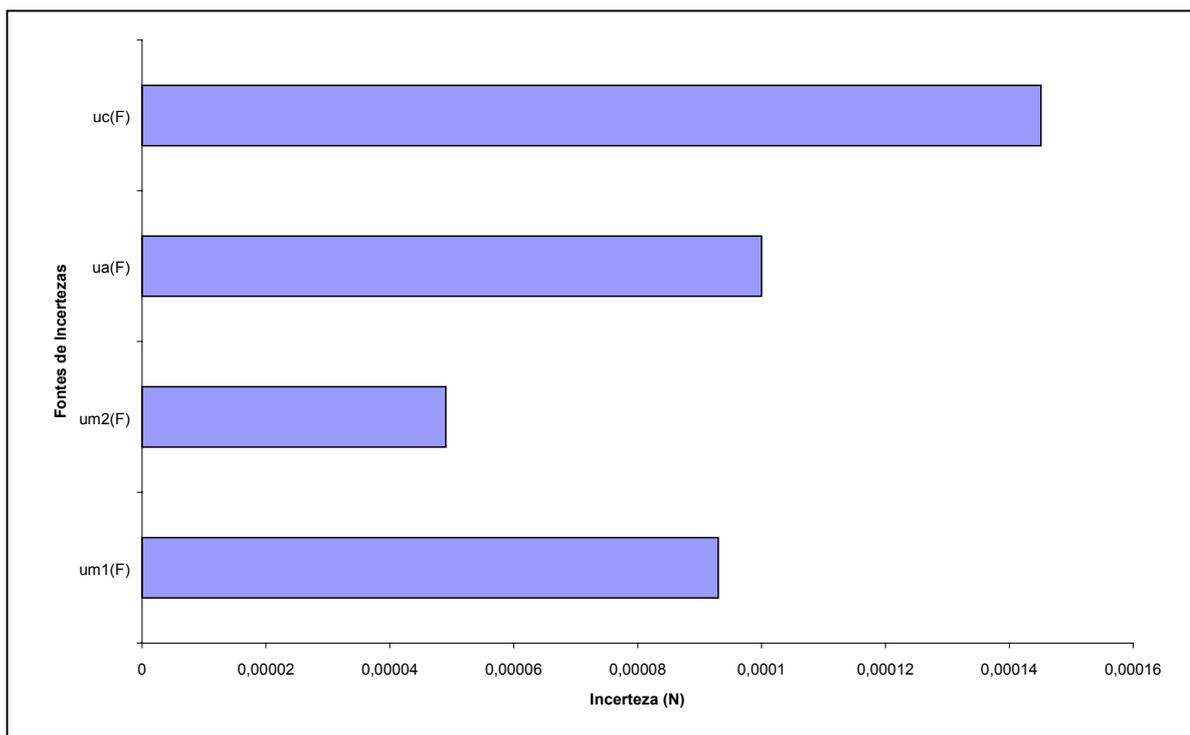


Figura 4 – Balanço das fontes das incertezas de força.

Observa-se na tabela 1 e na figura 4 que, neste caso, as maiores contribuições de incertezas provêm das fontes referentes à aceleração da gravidade e às repetições das medições de massa. Isto significa que se o processo sinalizar a necessidade da melhoria da incerteza de medição da força, ao se focar a grandeza massa, a solução prioritária não seria comprar uma balança de melhor qualidade metrológica e sim rever a metodologia de medição da massa. Visto que na figura 4 e na tabela 1 a fonte que prepondera na incerteza de medição da força é aquela referente à repetitividade da massa, que está diretamente ligada à sua respectiva metodologia de medição. Neste caso, as componentes de incerteza da massa referentes à repetição das suas medições e à resolução da balança equivalem a 41% e 11,4 % da incerteza combinada da força, respectivamente. Certamente, uma decisão tomada sem a realização desta avaliação poderia ser a compra de uma balança de melhor exatidão do que aquela que foi utilizada neste estudo de caso, contudo sem a melhoria desejada da incerteza de medição da força.

#### 2.1.7 Cálculo da incerteza-padrão combinada

A estimativa da incerteza-padrão combinada,  $u_c(y)$ , é obtida a partir da combinação das incertezas-padrão,  $u_{x_i}(y)$ , de cada uma das fontes de entrada ( $x_i$ ). O ISO GUM

95 estabelece duas equações para a combinação de incertezas: uma para quando não há correlação entre as incertezas das fontes de entrada (não correlacionadas) e outra quando há correlação entre as incertezas das fontes de entrada .

#### 2.1.7.1 Incerteza combinada de fontes de entrada não correlacionadas

Quando não há correlação entre as incertezas das fontes de um mesurando, a sua respectiva incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  é calculada pela equação 11:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot u(x_i) \right)^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (c_i(x_i) \cdot u(x_i))^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (u_{x_i}(y))^2} \quad (11)$$

#### 2.1.7.2 Incerteza combinada de fontes de entrada correlacionadas

Quando há correlação entre as incertezas das fontes de um mesurando, a sua respectiva incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  é calculada pela equação 12:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (12)$$

onde:

$u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$  é a covariância estimada associada com  $x_i$  e  $x_j$  .

A equação 12 pode ser reescrita, equação 12A, a qual apresenta termos de coeficientes de correlação que são mais prontamente interpretados do que covariâncias:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (12A)$$

onde o coeficiente de correlação entre duas fontes de incertezas  $x_i$  e  $x_j$  é definido pela equação 13:

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i) u(x_j)} \quad (13)$$

sendo:

$r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i)$ , apresentando valores no intervalo  $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$ .

Considerando-se que as incertezas das fontes de entrada são cem por cento correlacionadas ( $r(x_i, x_j) = 1$ ), a equação 12A pode ser reescrita conforme a equação 14:

$$u_c^2(y) = c_{x_i}^2 u^2(x_i) + c_{x_j}^2 u^2(x_j) + 2 \cdot c_{x_i} \cdot c_{x_j} u(x_i) u(x_j) \quad (14)$$

Denominando-se:

$$c_{x_i}^2 u^2(x_i) = a^2 \quad \text{e} \quad c_{x_j}^2 u^2(x_j) = b^2$$

tem-se a equação.14A:

$$u_c^2(y) = a^2 + b^2 + 2ab = (a+b)^2 \quad (14A)$$

Conclui-se, então, pela equação 14A, que quando as incertezas das fontes de entrada são cem por cento correlacionadas,  $r(x_i, x_j) = 1$ , a incerteza-padrão combinada será a soma linear delas, duas a duas.

#### 2.1.8 Cálculo dos graus de liberdade efetivos

O número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada de um mensurando é calculado pela equação de Welch-Satterthwaite, equação 15:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{(u(x_i) \cdot c_i(x_i))^4}{v_i}} \quad (15)$$

onde:

$N$  = número de fontes de entrada;

$v_i$  = graus de liberdade de cada fonte de entrada;

$u_i(y)$  = incerteza-padrão de cada fonte de entrada na unidade do mensurando;

$u(x_i)$  = incerteza-padrão de cada fonte de entrada;

$c_i(x_i)$  = coeficiente de sensibilidade do mensurando em relação a cada fonte de entrada.

O número de graus de liberdade é um número inteiro. Sempre que houver números decimais no valor dos graus de liberdade efetivos, somente a parte inteira do número deve ser considerada. O número de graus de liberdade de uma incerteza-padrão tipo B é considerado pelo Guia como infinito.

#### 2.1.9 Determinação do coeficiente de abrangência

O fator de abrangência ( $k$ ) é definido a partir da distribuição t de Student (Anexo 1) e o mesmo depende da probabilidade de abrangência, geralmente de 95,45%, e também do número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$ .

#### 2.1.10 Estimativa da incerteza expandida

Eventualmente, a incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  pode ser utilizada para expressar a incerteza de um resultado de medição. Porém, em algumas aplicações comerciais, industriais, regulamentares, e quando a segurança e a saúde estão em foco, se faz necessária a declaração de uma incerteza que defina um intervalo em torno do resultado de medição. Espera-se que este intervalo englobe uma grande porção da distribuição de valores que podem razoavelmente ser atribuídos ao mensurando. A incerteza expandida  $U$ , para uma determinada probabilidade de abrangência  $p$ , é estimada pela equação 16. A sua probabilidade de abrangência geralmente citada é 95% ou 95,45%.

$$U = k_{(p,v)} \cdot u_c(y) \quad (16)$$

A incerteza expandida pode ser expressa em termos da unidade do mensurando ou também de forma relativa (% , ppm, ppb, etc.). O valor da incerteza expandida deverá ser declarado no máximo com dois algarismos significativos; desta maneira é definida a respectiva resolução do seu valor. Por sua vez, a resolução do valor da incerteza expandida estabelece a resolução do valor mais provável do mensurando.

## 2.2 EXPRESSÃO NUMÉRICA DO RESULTADO DE MEDIÇÃO

O resultado da medição do mensurando deverá ser declarado como  $y \pm U$ , complementado com as informações sobre a probabilidade e o fator de abrangência “ $k$ ”.

### 3 ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO PELO MÉTODO DE MONTE CARLO

A metodologia de cálculo do ISO GUM 95 tem as seguintes limitações: linearização do modelo, suposição que o mensurando tem distribuição normal e determinação dos graus de liberdade da incerteza combinada. Devido a estas limitações o método de simulação de Monte Carlo pode ser aplicado para a avaliação da incerteza de medição. O método de Monte Carlo é um procedimento numérico para a solução de problemas matemáticos por meio da simulação de variáveis aleatórias. A análise de Monte Carlo é uma ferramenta para combinar distribuições; deste modo, significa muito mais do que simplesmente propagar incertezas estatísticas. A técnica de Monte Carlo utiliza a geração de números aleatórios para simular os valores de variáveis aleatórias, o que é melhor do que os cálculos analíticos. O método de Monte Carlo é atualmente bastante popular devido à alta velocidade dos computadores pessoais. O método de Monte Carlo para a estimativa de incerteza de medição, como no ISO GUM 95, pode ser resumido nos seguintes etapas principais:

- Definição do mensurando;
- Elaboração do diagrama causa-efeito;
- Estimativas das incertezas das fontes de entrada;
- Identificação das funções densidade de probabilidade, correspondentes a cada fonte de entrada;
- Seleção do número de iterações de Monte Carlo;
- Escolha da função densidade de probabilidade  $p(x_i)$ ;
- Estimativa da incerteza expandida.

As primeiras três etapas – definição do mensurando, elaboração do diagrama causa-efeito e estimativas das incertezas das fontes de entrada descritas para o método de Monte Carlo – são idênticas àquelas citadas na metodologia de cálculo do ISO GUM 95.

A quarta etapa da metodologia de Monte Carlo é a identificação das funções densidade de probabilidade referentes a cada fonte de entrada. Cada função densidade de probabilidade tem um intervalo no qual seu limite inferior é definido pelo valor mais provável da fonte subtraído da sua respectiva incerteza estimada, e o seu limite superior é calculado pelo valor mais provável da mesma fonte de entrada adicionado da sua estimativa da incerteza.

Definidos as funções densidade de probabilidade e os seus respectivos intervalos para cada fonte de incerteza de medição, escolhe-se o número de iterações desejada, que representam a quantidade de números que serão gerados no intervalo de cada função densidade de probabilidade.

A cada número aleatório gerado que esteja compreendido no intervalo da função densidade de probabilidade definida de cada fonte, imediatamente é realizado o cálculo do mensurando, através da sua equação de definição.

Ao final do número de iterações desejado, são obtidos tantos valores do mensurando quanto a quantidade de números que estavam contidos nos intervalos das funções densidade de probabilidade de cada fonte. Deste modo é possível executar os cálculos da média ( $\mu$ ) e do desvio padrão ( $\sigma$ ) de todos os valores obtidos para o mensurando.

Se a distribuição final de todos os valores calculados do mensurando é normal, o seu valor de simetria ("skewness") é próximo de zero. Deste modo, a partir do conceito de distribuição normal padronizada e para uma probabilidade de abrangência desejada, é possível definir, então, o limite inferior e o limite superior da função densidade de probabilidade dos valores do mensurando, já que são conhecidos os valores da média e do desvio-padrão.

Por exemplo, os valores de z referentes aos limites superior e inferior do intervalo da função densidade do mensurando, para a probabilidade de abrangência de 95,45% , são definidos pelas equações 17A e 17B, respectivamente:

$$-2 = \frac{L_i - \mu}{\sigma} \quad (17A)$$

$$2 = \frac{L_s - \mu}{\sigma} \quad (17B)$$

onde:

(-2 e +2) = valores respectivos de z correspondentes aos limites inferior e superior do intervalo da função densidade de probabilidade do mensurando, cuja probabilidade de abrangência é 95,45%;

( $L_i$ ) = limite inferior do intervalo;

( $L_s$ ) = limite superior do intervalo.

Desta forma, a incerteza para uma probabilidade de abrangência de 95,45% da incerteza expandida é definida pela semi amplitude do intervalo, conforme equação 18:

$$U(\bar{p} = 95,45\%; K = 2) = \frac{L_s - L_i}{2} \quad (18)$$

#### **4 ESTUDO DE CASO COM AS APLICAÇÕES DO ISO GUM 95 E DE MONTE CARLO**

Este exemplo apresenta a estimativa da incerteza de medição da massa específica em gasolina automotiva. O procedimento analítico para a medição da massa específica da gasolina segue a norma ASTM D 1298–05. O ISO GUM 95 foi utilizado na estimativa da incerteza do resultado de medição da massa específica da gasolina. Para a validação do método de medição foram realizadas repetições diárias das medições de massa específica de uma gasolina considerada como “material de referência”. Cada técnico diariamente realizou três medições no material de referência. Foram realizados estudos das compatibilidades entre médias e desvios-padrão diariamente e entre dias. A partir deste estudo foi estimada então a incerteza de medição da medição da massa específica de uma amostra.

##### **4.1 Metodologia do ISO GUM 95**

###### **4.1.1 Definição do mensurando**

Geralmente uma norma não retrata perfeitamente o mensurando quando se objetiva estimar a sua incerteza de medição. Nestes casos, um bom entendimento do mensurando possibilita a dedução de uma equação que de alguma maneira tenha uma abrangência, onde todas as suas possíveis grandezas de base e fontes de incertezas sejam contempladas na estimativa da incerteza de medição de um mensurando.

Deste modo, observando o procedimento de ensaio e também a metodologia de cálculo da massa específica da gasolina a 20°C recomendada pelas Tabelas de Correção das Densidades e dos Volumes dos Produtos de Petróleo, 1970 (-Conselho Nacional do Petróleo) a equação proposta para a medição da massa específica de uma gasolina pode ser expressa conforme a equação 19:

$$\rho_{20^{\circ}C} (g / cm^3) = \rho_{20(1)} + \left\{ \frac{[(\rho_{medido} - \rho_1) \cdot (\rho_{20(2)} - \rho_{20(1)})]}{\rho_2 - \rho_1} \right\} \quad (19)$$

onde:

$\rho_{20^{\circ}C}$  = massa específica do produto a 20°C;

$\rho_{20(1)}$  = 0,7893 g/cm<sup>3</sup> (massa específica tabelada);

$\rho_{medida}$  = 0,7852 g/cm<sup>3</sup> (valor indicado pelo densímetro na temperatura de 26°C);

$\rho_1$  = 0,785 g/cm<sup>3</sup> (massa específica tabelada);

$\rho_2$  = 0,786 g/cm<sup>3</sup> (massa específica tabelada);

$\rho_{20(2)}$  = 0,7903 g/cm<sup>3</sup> (massa específica tabelada).

#### 4.1.2 Diagrama causa-efeito

Na representação do diagrama causa-efeito para a estimativa da incerteza de medição da massa específica da gasolina conforme a equação 19, além das suas grandezas de base, também devem ser consideradas as fontes de incerteza referentes à reprodutibilidade do método de medição, e também a repetitividade das medições efetuadas na amostra. Desta forma, o diagrama causa-efeito proposto é apresentado na figura 5.

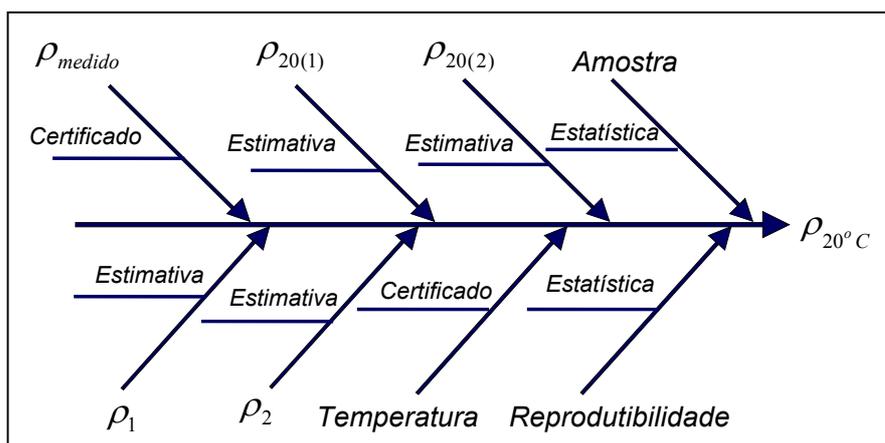


Figura 5 – Diagrama causa e efeito da incerteza de medição da massa específica de uma gasolina.

#### 4.1.3 Avaliação das incertezas-padrão

Com exceção das incertezas referentes à reprodutibilidade do método da medição e à repetitividade da amostra, cujas avaliações de incerteza-padrão são do tipo A, o diagrama causa-efeito mostra que todas as outras avaliações de fontes de incerteza são do tipo B.

##### 4.1.3.1 Incerteza referente à precisão intermediária do método

Neste estudo de caso, a avaliação da incerteza referente à precisão intermediária do método de medição é calculada a partir do desvio-padrão ponderado referente aos seis dias de medição. Segundo o Guia, a estimativa de incerteza neste caso é definida pela equação 20:

$$u_{\text{precisão intermediária}} = \frac{S_p}{\sqrt{n_t}} \quad (20)$$

onde:

$S_p = 0,00014 \text{ g/cm}^3$  (desvio-padrão ponderado dos seis dias medição);

$n_t = 54$  (número total de medições referente aos seis dias).

Deste modo, no caso em estudo, aplicando-se a equação 20, a estimativa da incerteza referente à reprodutibilidade do método é:

$$u_{\text{precisão intermediária}} = \frac{0,00014}{\sqrt{54}} \text{ g/cm}^3 = 1,90 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^3$$

##### 4.1.3.2 Incerteza referente à repetitividade da amostra

A avaliação da incerteza referente à repetitividade das medições na amostra é definida pelo desvio-padrão da média das repetições. Deste modo, a incerteza referente à repetitividade das medições realizadas em uma amostra é definida pela equação 21:

$$u_{\text{repetitividade}} = \frac{S_i}{\sqrt{n_i}} \quad (21)$$

onde:

$s_i = 0,00010 \text{ g/cm}^3$  (desvio-padrão das repetições de medições na amostra);

$n_i = 3$  (número de repetições de medições na amostra).

Deste modo, no caso em estudo, aplicando-se a equação 21, a estimativa da incerteza referente à repetitividade da amostra é:

$$u_{\text{repetitividade}} = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \text{ g/cm}^3 = 5,8 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^3$$

#### 4.1.3.3 Incertezas referentes à $\rho_{20(1)}$ , $\rho_1$ , $\rho_2$ e $\rho_{20(2)}$

As avaliações das incertezas-padrão referentes a  $\rho_{20(1)}$ ,  $\rho_1$ ,  $\rho_2$  e  $\rho_{20(2)}$  são estimadas a partir do desvio-padrão de uma distribuição retangular cujo intervalo é definido pela resolução dos seus respectivos valores apresentados nas Tabelas de Correção das Densidades e dos Volumes dos Produtos de Petróleo, 1970 (-Conselho Nacional do Petróleo). Logo, segundo o Guia, estas estimativas da incerteza são definidas pela equação 22,

$$u_{\rho_i} = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (22)$$

onde:

$a$  = resolução dos valores tabelados das massas específicas.

Então, aplicando-se a equação 22, as estimativas das incertezas referentes às grandezas de entrada  $\rho_{20(1)}$ ,  $\rho_1$ ,  $\rho_2$  e  $\rho_{20(2)}$  do caso em estudo são iguais a:

$$u_{v_i} = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \text{ g/cm}^3 = 5,77 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^3$$

#### 4.1.3.4 Incerteza referente à $\rho_{\text{medida}}$

A avaliação da incerteza referente a  $\rho_{\text{medida}}$  é calculada a partir da incerteza expandida declarada no certificado de calibração do densímetro que foi utilizado na medição. Segundo o Guia, este tipo de estimativa da incerteza é definido pela

equação 23:

$$u(x_i) = \frac{U}{k} \quad (23)$$

No caso estudado, a incerteza expandida declarada no certificado do densímetro é:

$$U = 0,0003 \text{ g/cm}^3 \text{ e } K = 2.$$

Deste modo, conforme a equação 23, a incerteza referente à  $\rho_{\text{medida}}$  é:

$$u_{\rho_{\text{medida}}} = \frac{0,0003}{2} \text{ g/cm}^3 = 1,5 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$$

#### 4.1.3.5 Incerteza referente à temperatura

A avaliação da incerteza referente à temperatura também é calculada, conforme a equação 4.23, a partir da incerteza expandida declarada no certificado de calibração do termômetro utilizado na medição. No caso estudado, a declaração de incerteza do certificado é  $U = 0,12 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $K = 2$ . Desta maneira, a incerteza referente à medição da temperatura é definida pelo cálculo:

$$u_{\text{Temperatura}} = \frac{0,12}{2} \text{ }^\circ\text{C} = 0,06 \text{ }^\circ\text{C}$$

#### 4.1.4 Coeficientes de sensibilidade referentes às fontes de incertezas

Os coeficientes de sensibilidade da medição da massa específica da gasolina a  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ , referentes às fontes de entrada  $\rho_{20(1)}$ ,  $\rho_1$ ,  $\rho_2$  e  $\rho_{20(2)}$  e  $\rho_{\text{medida}}$  são, respectivamente, definidos e calculados pelas equações:

$$\frac{\partial \rho_{20 \text{ }^\circ\text{C}}}{\partial \rho_{20(1)}} = 1 - \left( \frac{\rho_{\text{medida}} - \rho_1}{\rho_2 - \rho_1} \right) = 0,8 \quad (24)$$

$$\frac{\partial \rho_{20 \text{ }^\circ\text{C}}}{\partial \rho_1} = \left| \frac{(\rho_1 - \rho_2) + (\rho_{\text{medida}} - \rho_1)}{(\rho_2 - \rho_1)^2} \cdot (\rho_{20(2)} - \rho_{20(1)}) \right| = 0,8 \quad (24a)$$

$$\frac{\partial \rho_{20^{\circ}C}}{\partial \rho_2} = \left| \frac{(\rho_{medida} - \rho_1) \cdot (\rho_{20(2)} - \rho_{20(1)})}{(\rho_2 - \rho_1)^2} \right| = 0,2 \quad (24b)$$

$$\frac{\partial \rho_{20^{\circ}C}}{\partial \rho_{20(2)}} = \left( \frac{\rho_{medida} - \rho_1}{\rho_2 - \rho_1} \right) = 0,2 \quad (24c)$$

$$\frac{\partial \rho_{20^{\circ}C}}{\partial \rho_{medida}} = \left( \frac{\rho_{20(2)} - \rho_{20(1)}}{\rho_2 - \rho_1} \right) = 1 \quad (24d)$$

Na equação 19, que define o cálculo da massa específica da gasolina a 20°C, não figura a grandeza temperatura. Deste modo, para o cálculo do coeficiente de sensibilidade da massa específica da gasolina em função da temperatura, utilizou-se neste caso os valores apresentados nas Tabelas de Correção das Densidades e dos Volumes dos Produtos de Petróleo (1970) do Conselho Nacional do Petróleo, para a elaboração do gráfico da figura 6.

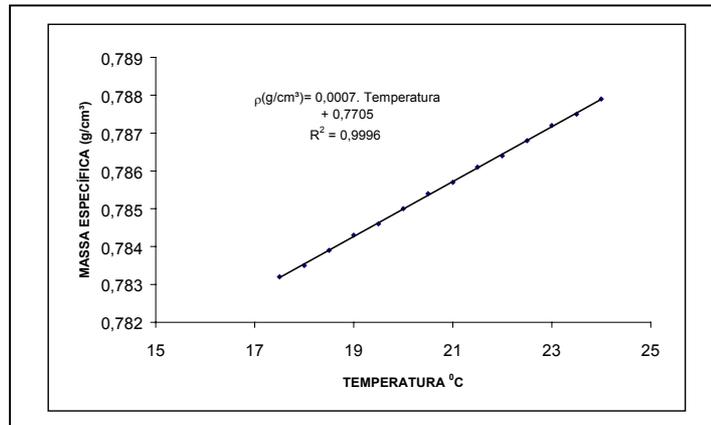


Figura 6 - Variação da massa específica da gasolina em função da temperatura.

No gráfico da figura 6 são apresentados o polinômio que define a variação da massa específica da gasolina em função da temperatura e o coeficiente de discriminação ( $R^2=0,9996$ ) da equação escolhida para retratar a relação. A equação apresentada no gráfico pode ser representada pela equação 25:

$$\rho_{20^{\circ}C} = a \cdot \theta + b \quad (25)$$

onde:

$\rho_{20^{\circ}C}$  = massa específica da gasolina a 20 °C;

$a = 0,0007 \text{ g/cm}^3/^{\circ}\text{C}$  (coeficiente angular);

$b = 0,7705 \text{ g/cm}^3$  (coeficiente linear); e

$\theta =$  temperatura em °C.

Deste modo, o coeficiente de sensibilidade da massa específica gasolina referente à temperatura é definido e calculado pela equação 26:

$$\frac{\partial \rho_{20^{\circ}C}}{\partial \theta} = a = 0,0007 \frac{\text{g/cm}^3}{^{\circ}\text{C}} \quad (26)$$

#### 4.1.5 Componentes de incertezas

Para o caso em estudo, os valores das componentes de incerteza são apresentados na tabela 2:

Tabela 2- Componentes de incerteza de medição da massa específica de uma gasolina.

Fonte de Incerteza	Componente (g/cm <sup>3</sup> )
Precisão Intermediária do método	1,91E-05
Repetitividade da amostra	5,77E-05
$\rho_{20(1)}$	4,62E-05
$\rho_1$	4,62E-05
$\rho_2$	1,15E-05
$\rho_{20(2)}$	1,15E-05
$\rho_{medido}$ - Densímetro	1,50E-04
Temperatura	4,20E-05

#### 4.1.6 Combinação das incertezas

A incerteza combinada  $u_c(y)$  é calculada pela equação 27:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N (u_{xi}(y))^2} \quad (27)$$

Aplicando-se a equação 27 aos valores  $u_{xi}(y)$  da tabela 2 do nosso estudo de caso, o valor da incerteza combinada na medição da massa específica é  $1,803E-04 \text{ g/cm}^3$ .

#### 4.1.7 Balanço das incertezas

Durante qualquer cálculo de estimativa da incerteza de medição devem ser controlados os valores das fontes de incertezas referentes a cada grandeza de entrada através da elaboração de gráficos que retratem o balanço das incertezas. Neste tipo de gráfico podem ser observadas, de maneira rápida, clara e objetiva, as fontes que predominam na incerteza de medição de um mensurando. Este modo de avaliação é importante porque se os limites de tolerância do processo específico necessitarem de uma otimização da classe de exatidão de qualquer fonte, o gráfico indicará rapidamente e de forma orientada quais são as fontes prioritárias para a melhoria de sua exatidão de forma a atender aos limites otimizados de tolerância do processo. O gráfico da figura 7 apresenta uma avaliação deste tipo para o estudo de caso desta Nota Técnica, onde são apresentadas todas as componentes de incerteza do resultado de medição.

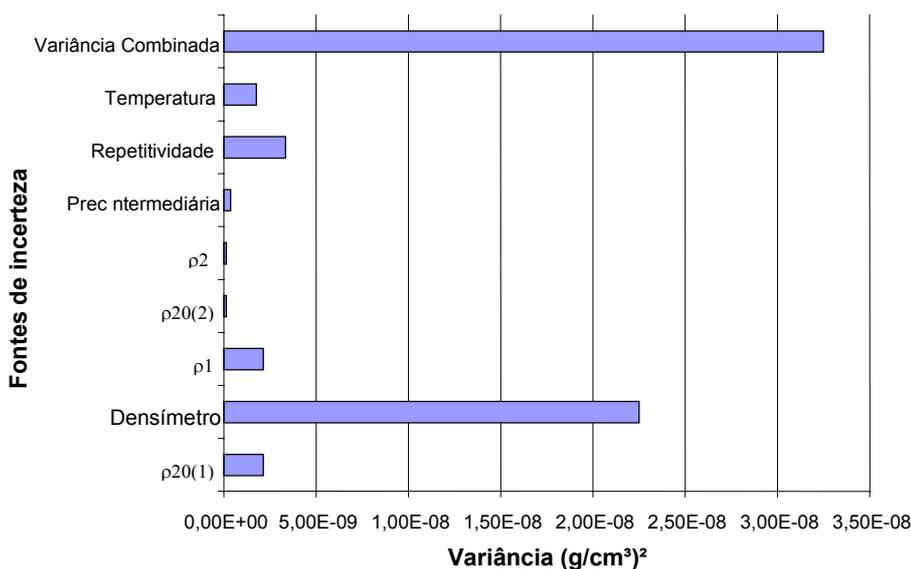


Figura 7 – Gráfico da variância combinada e suas componentes.

Neste estudo de caso, figura 7, observa-se que o valor da componente preponderante na incerteza combinada do mensurando é aquele referente ao certificado do densímetro utilizado na medição. A incerteza referente à reprodutibilidade do método,

componente que constará em qualquer medição de massa específica realizada pelo laboratório em estudo, é de cerca de 1,1% da incerteza combinada.

#### 4.1.8 Cálculo dos graus de liberdade efetivos

De acordo com o ISO GUM 95, o número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada de um mensurando é calculado pela equação 28, de Welch-Satterthwaite:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{(u(x_i) \cdot c_i)^4}{v_i}} \quad (28)$$

onde:

N = número de fontes de entrada;

$v_i$  = número de graus de liberdade referente a cada fonte de entrada;

$u_i(y)$  = incerteza-padrão da fonte de entrada na unidade do mensurando;

$u(x_i)$  = incerteza-padrão da fonte de entrada;

$c_i$  = coeficiente de sensibilidade referente a cada fonte de entrada.

O número de graus de liberdade é um número inteiro. Sempre que houver números decimais no valor dos graus de liberdade efetivos, somente a parte inteira do número deve ser considerada. De acordo com o ISO GUM 95, o número de graus de liberdade de uma incerteza-padrão tipo B é considerado infinito.

Deste modo, aplicando-se no nosso estudo de caso os valores da tabela 2 na equação 28, o número de graus de liberdade efetivos da incerteza combinada  $u_c(\rho_{20})$  é:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} = \frac{1,06 \times 10^{-15}}{5,54 \times 10^{-18}} = 190 \quad (29)$$

#### 4.1.9 Determinação do fator de abrangência

O fator de abrangência ("K") é definido a partir da distribuição t de Student (anexo 1), e o mesmo depende da probabilidade de abrangência e também do número de graus de

liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  do mensurando. Geralmente a probabilidade de abrangência é de 95%. No caso estudado, para uma probabilidade de 95% e com o número de graus de liberdade efetivos igual a 190, de acordo com a tabela t de Student (anexo 1) o fator de abrangência ( $K$ ) é igual a 1,972.

#### 4.1.10 Estimativa da incerteza expandida

Eventualmente, a incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  pode ser utilizada para expressar a incerteza em um resultado de medição. Porém, em algumas aplicações comerciais, industriais, regulamentares e quando a segurança e a saúde estão em foco, se faz necessária a declaração de uma incerteza que defina um intervalo em torno do resultado de medição. Espera-se que este intervalo englobe uma grande porção da distribuição de valores que podem ser atribuídos razoavelmente ao mensurando. A incerteza expandida  $U$ , para uma determinada probabilidade de abrangência  $p$ , é estimada pela equação 30.

$$U = K_{(p,v)} \cdot u_c(y) \quad (30)$$

No nosso estudo de caso, aplicando-se a equação 4.30 resulta que a incerteza expandida da massa específica da gasolina é:

$$U = 1,972 \cdot (1,80 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3) = 3,6 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3 \quad (31)$$

#### 4.1.11 Resultado da medição

Neste estudo de caso a declaração do resultado de medição da massa específica da gasolina é definida pela expressão:

$$\rho_{20^\circ C} = (0,78950 \pm 0,00036) \text{ g/cm}^3; K = 1,972; p = 95\%$$

A tabela 3 apresenta a compilação de todos os valores das componentes da estimativa da incerteza no resultado de medição da amostra de gasolina do estudo de caso desta Nota Técnica.

Tabela 3 - Compilação de todas as componentes de incerteza do estudo de caso.

Fontes de Incerteza	Valor	Distribuição	Divisor	Coef. Sensibilidade	Incerteza g/cm <sup>3</sup>	Graus de liberdade
Limite inferior da densidade corrigida $\rho_{20(1)}$	0,0001 g/cm <sup>3</sup>	retangular	$\sqrt{3}$	0,8	4,62E-05	$\infty$
Certificado do densímetro $\rho_{medida}$	0,0003 g/cm <sup>3</sup>	normal	2	1	1,50E-04	$\infty$
Limite inferior da densidade observada $\rho_1$	0,0001 g/cm <sup>3</sup>	retangular	$\sqrt{3}$	0,8	4,62E-05	$\infty$
Limite superior da densidade corrigida para 20°C $\rho_{20(2)}$	0,0001 g/cm <sup>3</sup>	retangular	$\sqrt{3}$	0,2	1,15E-05	$\infty$
Limite superior da densidade observada $\rho_2$	0,0001 g/cm <sup>3</sup>	retangular	$\sqrt{3}$	0,2	1,15E-05	$\infty$
Certificado de calibração do termômetro	0,12°C	normal	2	0,0007 (g/cm <sup>3</sup> )°C <sup>-1</sup>	4,20E-05	$\infty$
Repetitividade da Amostra	0,0001 g/cm <sup>3</sup>	normal	$\sqrt{3}$	1	5,77E-05	2
Precisão Intermediária	0,000019 g/cm <sup>3</sup>	normal	1	1	2,01E-05	48
Incerteza Combinada		normal			1,80E-04	189
Incerteza Expandida (95%,k=1,972)		normal			3,6E-04	189

## 4.2 Metodologia de Monte Carlo

Seguindo a metodologia apresentada no item 3, a incerteza de medição da massa específica da gasolina do estudo de caso também foi estimada pelo método de Monte Carlo. Para a estimativa de incerteza pelo método de Monte Carlo, foi utilizado o software comercial de cálculo “Crystal Ball”. O resultado final da incerteza expandida foi obtido após 100000 iterações.

O gráfico da figura 8 apresenta o intervalo de incerteza correspondente a 95% de probabilidade de abrangência, cujos limites inferior e superior são iguais, respectivamente, a 0,789151 g/cm<sup>3</sup> e 0,789825 g/cm<sup>3</sup>. Deste modo, a incerteza expandida (*U*) da massa específica da gasolina do estudo de caso é igual a 3,37E-04 g/cm<sup>3</sup>.

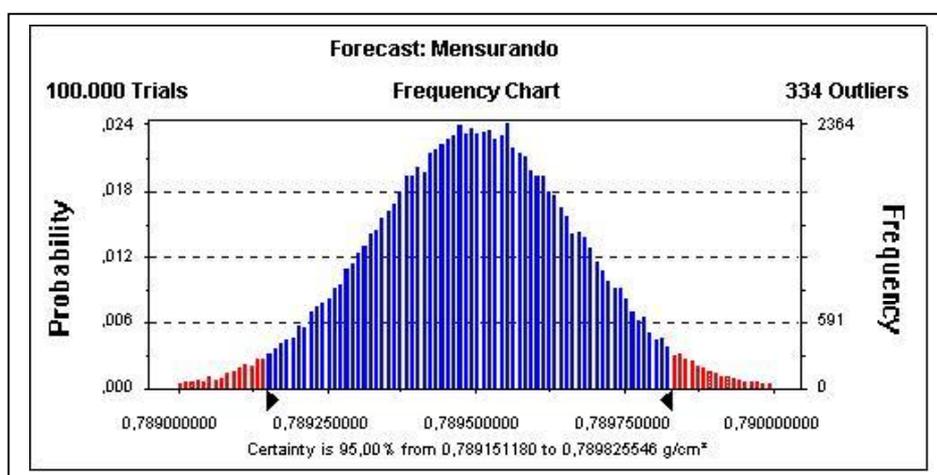


Figura 8 - Gráfico do intervalo de incerteza obtido e que se refere a quatro desvios-padrão (gráfico gerado pelo software Crystal Ball).

A tabela 4 apresenta as estatísticas da simulação (média, mediana, assimetria e curtose), cujos valores ratificam que a distribuição originada do mensurando após 100000 iterações é normal.

Tabela 4 - Estatísticas da curva de probabilidade obtida.

Média (g/cm <sup>3</sup> )	0,789500
Mediana (g/cm <sup>3</sup> )	0,789500
assimetria	0,04
curtose	3,0

## 5 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS PELO ISO GUM 95 E PELA MÉTODOLOGIA DE MONTE CARLO

A tabela 5 apresenta as incertezas expandidas ( $U_{95,45\%}$ ) do resultado da medição da massa específica da amostra de gasolina deste estudo de caso, obtidas segundo as metodologias do ISO GUM 95 e da Simulação de Monte Carlo.

Tabela 5 - Incertezas combinada e expandida conforme ISO GUM 95 e simulação de Monte Carlo.

Incerteza	ISO GUM 95 (g/cm <sup>3</sup> )	Monte Carlo (g/cm <sup>3</sup> )
Combinada	1,8E-04	1,7E-04
Expandida	3,6E-04	3,4E-04

Observando-se os valores da tabela 5, verifica-se que a diferença máxima entre os valores das incertezas obtidos pelo ISO GUM 95 e pela Metodologia de Monte Carlo é de aproximadamente 25 ppm do valor de massa específica da amostra de gasolina deste estudo de caso. Esta diferença relativa é menor do que 630 ppm e 1500 ppm, os quais equivalem, respectivamente, aos limites de repetitividade e reprodutibilidade citados na norma ASTM D1298-95.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS STANDARDS. Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method. Designation: Manual of Petroleum Measurement Standards(MPMS).2005.6p.(ASTM 1298-05)
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2005. 31p.(ABNT ISO/IEC 17025:2005)
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Guia para a Expressão da Incerteza de Medição. ISO GUM 95. Terceira Edição Brasileira Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Rio de Janeiro :ABNT , INMETRO. Edição Revisada. Agosto de 2003.120p.
- CONSELHO NACIONAL DO PETRÓLEO. Instituto de Pesos e Medidas. Tabelas de Correção das Densidades e dos Volumes dos Produtos de Petróleo.1970.Petróleo Brasileiro S.A. (PETROBRAS)
- EURACHEM/CITAC GUIDE CG 4.Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. English Edition. Second Edition. 2000.126p.ISBN 0-948926-15-5.
- EURACHEM/CITAC GUIDE. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement; English Edition; First Edition.1995, ISBN 0-948926-08-2.
- INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO).Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia 3.ed. Rio de Janeiro, 2003.75p.ISBN 85-87090-90-9.
- INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). Procedimentos para solicitar autorização de uso de Sistemas de Medição de Petróleo , Derivados e Álcoois. NIE 047. Rev.00.agosto 2003.09 p.
- INTERNACIONAL ORGANISATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results. General principles and definitions).Part1 (ISO 5725-1:1994)
- INTERNACIONAL ORGANISATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results. Basic method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of a Standard Measurement Method.Part2 (ISO 5725-2:1994)
- INTERNACIONAL ORGANISATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results. Intermediate Measures of Precision of a Standard Measurement Method.Part3 (ISO 5725-3:1994)

- INTERNACIONAL ORGANISATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results. Basic Methods for the Determination of the Trueness of a Standard Measurement method.Part4 (ISO 5725-4:1994)
- INTERNACIONAL ORGANISATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results. Use in Practice of Accuracy Values.Part6 (ISO 5725-6:1994)
- ISO/IEC Guide 99. International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM). 2007.
- SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS STANDARDS. Standard Test Method for Density and Relative Density of Liquids by Digital Density Meter. Designation : D 4052-96. (reapproved 2002).5p.(ASTM D 4052-02)
- ÁVILA, A.K.; ARAUJO, T. O.; BORGES, R. M. H.; COUTO, P.; ROSIAS, M. F.; ROCHA, O.G.F.; VAITSMAN, D. S. ; DIAS, V. Evaluation of uncertainty sources associated with toxic trace element concentrations in rice” Accreditation and Quality Assurance. Journal for Quality, Comparability and Reliability in Chemical Measurement. 2004. Publisher: Springer-Verlag GmbH ISSN: 0949-1775 1432-0517 (Online) DOI: 10.1007/s00769.
- ÁVILA, A.K.; ARAÚJO, T. O ; PEREIRA, L. J .R.; FERREIRA, P. L. S; COUTO, P.; COUTO, R .S.; BORGES, R.M.H. Ensaio de Proficiência: Uma Poderosa Ferramenta para os Laboratórios Nacionais. IV Congresso Latino Americano de Metrologia - 9-12/nov/2004-Foz do Iguaçu -Paraná- Brasil.
- ÁVILA, A.K.; BORGES, R. M.H ; COUTO, P.; ROSIAS, M.F.G.; ROCHA, O. G. F.; VAITSMAN, D. S.; DIAS, V. Uncertainties sources evaluation associated to metals determination in rice. International Measurement Evaluation Program (IMEP) 19.2003– IRRM -Belgium.
- ÁVILA, A.K.; ARAÚJO, T. O.; COUTO, P.; BORGES, R. M. H. Comparação da Estimativa de Incerteza de Medição na Determinação de Cobre por Espectrometria de Absorção Atômica com Chama por Diluição Gravimétrica e Volumétrica. 2004. Revista Analytica. Jun./Jul. 2004.
- ÁVILA, A.K.; ARAÚJO T. O.; COUTO, P.; BORGES, R.M.H.; Comparação Interlaboratorial de Constituintes Menores e Traços em Soro Humano. Estimativa da Incerteza de Medição.2004.Revista Analytica-Out./Nov2004.Número 13.
- BORGES, R.M.H.; COUTO, P.; LEMOS, I.M.G.; FRANCO, A. P.; VIEIRA, A.T.; RIBEIRO, R. C.; SILVA, F. R.; GOMES, E. G.; PINHEIRO, A. P. G.; COUTO, R. S.; FRAGA, I. C. S.; ANTUNES, A. M. S.; d’AVILA, L. A. Development of software to calculate the uncertainty of pH and conductivity measurements for alcohol fuel. 2003.Metrologia 2003.Toulon .França.
- BORGES, R. M. H.; GUILHERMINO, I.; COUTO, P.; FRAGA, I. C. S.; FRANCO, A. P.; RIBEIRO, R. C.; SILVA, F. R.; GOMES, E. G.; PINHEIRO, A.

P. G.; COUTO, R. S.; ANTUNES, A. M. S.; d'AVILA, L. A. Avaliação da Incerteza de Medição de pH em Álcool Combustível.2003.Metrologia 2003.Recife- PE.

- Couto, Paulo Roberto Guimarães –“Estimativa da incerteza da massa específica da gasolina pelo ISO GUM 95 e método de Monte Carlo e seu impacto na transferência de custódia”. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química,2006.
- COUTO, P.; OLIVEIRA, J. S.; CINELLI, L. R. Algumas considerações sobre as Metodologias de Cálculo da Estimativa da Incerteza de Medição citadas no ISO GUM 95.2002.Metrosul 2002.Curitiba –PR.
- COUTO, P.; GUILHERMINO, I. Uncertainty of Measurement Results in Fuel Analysis. 2002. RETERM - Revista de Engenharia Térmica, edição especial 2002, Vol.2. p38 -43
- COUTO, P.; LEMOS, I. M. G. Incerteza de Medição nos Resultados de Análises de Combustíveis e Lubrificantes.2001. Primeiro Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás -Nov./2001-Universidade Federal do Rio Grande do Norte -UFRN -SBQ Regional RN, Natal.
- COX, M.; HARRIS, P. Accreditation Quality Assurance. Vol.8. 2003. 375 – 379p
- DAMASCENO, J. C.; BORGES, R. M. H.; COUTO, P.; FRAGA, I.C. S.; BORGES, P. P.; ORDINE, A. P. Estimation of Primary pH Measurement Uncertainty using Monte Carlo simulation. 2006.Metrologia 43 - 2006. p.306-310
- FRAGA, I. C. S.; GETROUW, M. A.; BORGES, P. P.; DAMASCENO, J. C.; COUTO, P.; COUTO, R. S.; BORGES, R. M. H.; ORDINE, A. P. Atividades do Inmetro visando à Confiabilidade das Medições de Condutividade Eletrolítica. 2004. IV Congresso Latino Americano de Metrologia 9-12/Dez./2004 Foz do Iguaçu- Paraná- Brasil.
- FRAGA, I. C. S.; GETROUW, M. A.; COUTO, P.; COUTO, R. S. Avaliação da Confiabilidade Metrológica da Medição de Condutividade em Solução Padrão.2003.Metrologia 2003 –Recife –PE
- FRAGA, I. C. S.; COUTO, P.; PEREIRA, L. J. R.; GETROUW, M. A.; BORGES, R. M. H. Avaliação Metrológica da Calibração de Medidores de Condutividade. 2002. Metrosul – Setembro/2002
- FRAGA, I. C. S.; COUTO, P.; PEREIRA, L. J. R.; GETROUW, M. A.; BORGES, R. M.H. Confiabilidade Metrológica de Algumas soluções tampão para a medição de pH comercializadas no Brasil. 2002.Congresso Brasileiro de Química – Set.2002.
- FRAGA, I. C. S.; COUTO, P.; RIBEIRO, R.; SOUZA, V. Confiabilidade Metrológica de Algumas Soluções Tampão utilizadas para a Medição de pH.2002.Enqualab.jul.2002.SP

- HERRADOR, A.M.; GONZÁLEZ, G. A.; Evaluation of Measurement Uncertainty in analytical assays by means of Monte Carlo simulation. abril 2004- Talanta 64 (2004) 415-422
- JÚNIOR, J.J.P.S.; FILHO, D.M.E.S.; RODRIGUES, C.R.C.; BARBOSA, A.P.F.; COUTO, P.; CINELLI, L.R. Utilização de duas Metodologias de cálculo da estimativa da incerteza de medição citadas no ISO GUM 95 , para determinação do volume de um vaso usado na calibração de medidores de vazão. 2005.ENQUALAB-2005.Encontro para a Qualidade de Laboratórios Rede Metrológica do Estado de São Paulo – REMESP 07 a 09 de junho de 2005, São Paulo, Brasil
- MACHADO, S .C.; COUTO, P.; GUILHERMINO, I .; BORGES, R.H.; ANTUNES, A.M.S.; d'AVILA, L.A. Estimativa de Cálculo de Incerteza de Medição para o ensaio de destilação de óleo diesel automotivo pelo método ASTM D86-02 com Destilador manual. 2003.Metrologia 2003 – Recife- PE
- MOITA NETO, J. M. ; MARINHO, Luiz Alves . Reologia do líquido da castanha de caju. Anais da Associação Brasileira de Química, São Paulo, v. 45, n. 3, p. 102-105, 1996.