

Algumas Considerações sobre as Metodologias de Cálculo da Estimativa da Incerteza de Medição Citadas no ISO GUM 95

Paulo R. G. Couto¹; Jackson da Silva Oliveira¹; Leonardo Rodrigues Cinelli¹

¹Laboratório de Pressão, Divisão de Metrologia Mecânica, Diretoria de Metrologia Científica e Industrial
Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro)
Av. Nossa Sra. das Graças 50, prédio 3, Xerém, Duque de Caxias, RJ, Brasil, CEP 25250-020
Fone: +55 21 2679-9046, Fax: +55 21 2679-1505
lapre@inmetro.gov.br; prcouto@inmetro.gov.br; jsoliveira@inmetro.gov.br; lrcinelli@inmetro.gov.br

Resumo: Em cumprimento aos requisitos da Norma ISO/IEC 17025 todos os Laboratórios da Rede Brasileira de Calibração (RBC) e Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaios (RBLE) devem apresentar as incertezas dos resultados de medição de seus serviços credenciados. Mais especificamente os laboratórios da RBLE têm seu prazo limite estipulado pelo Inmetro em dezembro de 2002. Provavelmente, por ser este assunto relativamente recente para os laboratórios da RBLE os mesmos vêm enfrentando dificuldades para a realização desta determinação.

O documento básico para a estimativa da incerteza de medição - ISO GUM 95¹ - apresenta três metodologias, a princípio convergentes, para o cálculo da estimativa da incerteza de medição. O EURACHEM/CITAC², documento específico para a estimativa da incerteza em Química, concentra-se basicamente em duas dessas metodologias citadas pelo ISO GUM 95.

Este artigo tem por objetivo apresentar de forma resumida o ISO GUM 95 com as suas três metodologias de cálculo da estimativa de incerteza discutindo as diferenças entre os valores da incerteza de um resultado de medição obtidos por cada uma das metodologias.

Palavras-chave: Metodologia, Comparação, Medidas, Incerteza

Abstract: According the requisites of the ISO/IEC 17025 Standard all the laboratories of the Brazilian Net of Calibration (RBC) and of the Brazilian Net of Testing (RBLE) must present the uncertainties of the measurement results from their accredited jobs. And specifically, the laboratories of the RBLE have their dead line in December 2002 stipulated by Inmetro. Probably, since this subject is relatively recent to the laboratories of the RBLE, they are having some difficulties to do that.

The basic document to estimate the measurement uncertainties - ISO GUM 95 - presents three methodologies to calculate them, apparently the three converge. The EURACHEM/CITAC, Specific document to the estimation of the uncertainties in Chemistry, is centered basically in two of these methodologies included in the ISO GUM 95.

This paper has the objective of presenting in short the ISO GUM 95 with his three methodologies to the calculus of uncertainties discussing the differences among the uncertainties values obtained by each of the methodologies.

Key-words: Methodology, comparison, Measurements, Uncertainty

Introdução

Os resultados de medição são utilizados para diversos objetivos, por exemplo: estimar lucros e valores monetários, inspecionar materiais em relação às especificações ou limites determinados por uma norma, apoiar algumas decisões médicas e judiciais, auxiliar na definição dos parâmetros de um projeto, analisar e concluir

um trabalho de pesquisa científica etc. Dentre as inúmeras aplicações, um resultado de medição é também um dos parâmetros para a comercialização de produtos. É muito freqüente a apresentação de resultados de medição sem a devida atenção quanto à evidência da sua rastreabilidade, confiabilidade metrológica e incerteza. A ausência integrada destas qualidades de um resultado

¹ Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

² Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement –Second Edition - abril/2000

comprometem bastante qualquer tipo de conclusão fundamentada nestes resultados de medição. Este fato ocorrendo certamente acarreta diversos problemas sobretudo em relação a nova era de mercados globalizados. Visando atender aos requisitos básicos de implantação e implementação da globalização de mercados, os blocos econômicos devem exercer todos os esforços para a existência de um mútuo reconhecimento entre os seus respectivos sistemas metrológicos, utilizando como ferramenta básica as "comparações-chave" (Key-Comparisons). Para que este mútuo reconhecimento entre sistemas metrológicos ocorra, os seus respectivos resultados de medição deverão: ter a propriedade de comparabilidade; evidenciar as suas respectivas rastreabilidades e confiabilidades metrológicas; e apresentar compatibilidade entre si nas comparações estabelecidas. Desta forma então, poderá ser justificada a eliminação da duplicação de esforços freqüentemente demandados para obtenção desses resultados de medição. Em consequência destes fatos, os técnicos particularmente aqueles das áreas de comércio exterior, estão cada vez mais pressionados a evidenciar e comprovarem a rastreabilidade e confiabilidade dos seus resultados.

Objetivando a elaboração de um procedimento universal, o CIPM (Comité International des Poids et Mèures) reconhecendo a ausência de um consenso mundial sobre a expressão do cálculo da incerteza de um resultado de medição, 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 sobre tal procedimento. Esta responsabilidade foi conferida à ISO- Technical Advisory Group on Metrology (ISO/ TAG4) . O ISO/TAG4, por sua vez, estabeleceu o Grupo de Trabalho 3 (ISO/TAG4/WG3) composto de especialistas designados pelo BIPM, IEC (International Electrotechnical Commission, ISO (International Organization for Standardization e OIML, que referendados pelo presidente do TAG 4". A primeira versão do documento surgiu em 1993 como ISO/TAG4-WG3 1993. Este guia foi revisado e a nova edição foi publicada em 1995 com o título : " Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, International Organization for Standardization., Switzerland (ISO GUM 95).

Dentre os vários outros documentos internacionais existentes fundamentados no ISO GUM 95 pode ser citado também o EURACHEM/CITAC que é o guia específico para as estimativas das incertezas dos resultados na área química.

Por outro lado, o País tem um volume alto de perdas ocorridas em razão de erros, defeitos

de produção, tempo perdido em retrabalho, excesso de refugo e outras formas de desperdício que se elevam a cifras bastante relevantes em relação ao Produto Interno Bruto (PIB) . Deste desperdício, certamente o fator metrológico é responsável por grande parte destas perdas, quando se refere ao grande número de instrumentos subutilizados existentes no parque industrial brasileiro e também ao impacto dos erros e incertezas de medição na comercialização e qualidade dos produtos [1] e [2].

A Relevância do ISO GUM 95

Nas últimas duas décadas surgiram três documentos básicos e importantes para a harmonização internacional de um contexto laboratorial e industrial com conseqüente atendimento à evolução de um processo de globalização que são : O Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia (VIM) - 1995 ; o Guia ISO/IEC-25 atualmente a norma NBR ISO/IEC 17025; e o Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, International Organization for Standardization., Switzerland (ISO GUM 95) .

O ISO GUM 95 além de ser um documento para a harmonização mundial da estimativa da incerteza de um resultado de medição, se estabelece também como uma literatura balizadora de diversas outras análises, interpretações e aplicações. Uma destas interessantes interpretações do guia ocorre quando ele se estabelece como um documento orientativo para a análise e definição da especificação de uma instrumentação adequada à tolerância de um determinado processo [2]. A ausência desta análise prévia certamente é responsável pela existência de um grande número de instrumentos no parque industrial brasileiro de bom nível de exatidão sendo subutilizados e sucateados elevando de certa forma o custo do respectivo processo [2].

Utilizando o ISO GUM 95, um exemplo deste tipo de análise é feito para o processo de engarrafamento do gás nitrogênio como mostra a Figura 1.

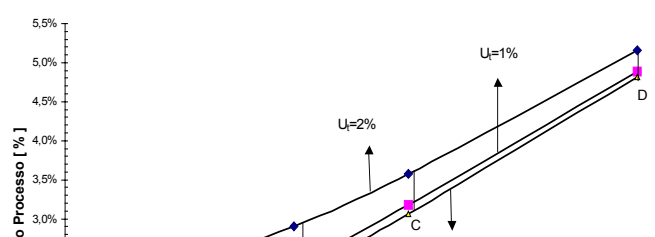


Figura 1 – Incerteza na leitura de pressão [2].

Observando o gráfico conclui-se que :
 1) deve ser feita a substituição do medidor de temperatura cujo índice de exatidão é 2% por um que apresente o nível de exatidão de 1% ; 2) a substituição do medidor de temperatura cuja exatidão é 1% pelo de 0,5% é discutível pois dependerá da análise custo benefício ; 3) a utilização de um manômetro de classe de exatidão A4 (0,1%) tem praticamente o mesmo efeito de um manômetro cuja de exatidão é pior dez vezes cujas as classes são A1 ou A (1%) ; 4) mesmo que se utilize o melhores medidores de temperatura e de pressão a incerteza do processo não diminuirá além dos 1,2% a não ser que se otimize a fabricação do cilindros em relação a tolerância do seu volume interno a qual é da ordem de 1% [2].

Um outro exemplo pode ser a aplicação do ISO GUM 95 na análise de combustíveis, mais especificamente na determinação da massa específica de uma gasolina nas condições de contorno atualmente existentes, resultando o valor da incerteza da massa específica da gasolina em 0,3 kg/m³ (95%, k=2). Neste valor, de todas as componentes , a incerteza referente ao densímetro utilizado é preponderante. Considerando este valor da incerteza de medição, no caso de serem abastecidos quinhentos caminhões tanque cuja capacidade é de trinta e dois mil litros e, realizando-se um balanço ao longo de vinte dias, há um desperdício de quatro tanques de mesma capacidade ao final deste período. Este desperdício anualmente chega a aproximadamente novecentos e quarenta mil dólares. Adicionalmente, a norma ASTM D 1298 estabelece uma tolerância para o valor da massa específica da gasolina igual a 0,5 kg/m³. Conseqüentemente o desperdício é ainda maior chegando a aproximadamente um milhão e meio de dólares ao ano, baseando-se no abastecimento diário de quinhentos tanques cuja capacidade é de trinta e dois mil litros [1] . Neste caso, o ISO GUM 95 se estabelece como uma

ferramenta para justificar a aplicação investimento de recursos na construção de um densímetro de melhor qualidade metrológica, também sinalizando que a tolerância estabelecida pela norma ASTM D 1298 deve ser revista. Neste tipo de análise também há muito que se fazer, visto que um grande número de normas quando foram elaboradas não contemplavam este conceito relativamente atual de incerteza de medição estabelecido pelo ISO GUM 95.

Metodologia

O ISO GUM 95 recomenda três metodologias que devem ser convergentes para a avaliação da incerteza de uma resultado de medição : o método clássico; o método de simulação numérica; e o método das incertezas relativas.

Método Clássico

A avaliação da estimativa da incerteza de medição pelo método clássico é feita a partir de cinco etapas básicas : 1) definição do mensurando; 2) avaliação das incertezas padrão das grandezas de entrada; 3) determinação da incerteza padrão combinada; 4) cálculo dos graus de liberdade efetivos; e 5) determinação da incerteza expandida.

Método da Simulação Numérica

O método da simulação numérica tem o mesmo seguimento da metodologia clássica na determinação das incertezas das grandezas de entrada de um mensurando. Porém, para o cálculo da incerteza combinada é estabelecido o seguinte procedimento:

Seja o mensurando (y) definido pela Equação 1.

$$y = \frac{a - b}{c} \quad (1)$$

Onde a, b e c são as grandezas de entrada e Δa , Δb e Δc as suas respectivas incertezas. O valor do mensurando (y) e sua incerteza referente a cada valor da grandeza de entrada mais a sua incerteza ($x_i \pm \Delta x_i$) pode ser definido pelas Equações (2),(3),(4),(5),(6),(7),(8),(9) e (10).

$$y'_a = \frac{(a + \Delta a) - b}{c} \quad (2)$$

$$y'_a = \frac{(a + \Delta a) - b}{c} \quad (3)$$

$$\Delta y_a = |y - y'_a| \quad (4)$$

$$y'_b = \frac{a - (b + \Delta b)}{c} \quad (5)$$

$$y'_b = \frac{a - (b + \Delta b)}{c} \quad (6)$$

$$\Delta y_b = |y - y'_b| \quad (7)$$

$$y'_c = \frac{a - b}{c + \Delta c} \quad (8)$$

$$y'_c = \frac{a - b}{c + \Delta c} \quad (9)$$

$$\Delta y_c = |y - y'_c| \quad (10)$$

O cálculo da incerteza combinada, neste caso, é definido pela Equação (11).

$$u_c(y) = \sqrt{(\Delta y_a)^2 + (\Delta y_b)^2 + (\Delta y_c)^2} \quad (11)$$

A partir do cálculo da incerteza combinada, o método da simulação numérica retoma as etapas da metodologia clássica.

Método das Incertezas Relativas

O método das incertezas relativas segue a mesma metodologia do método clássico na determinação das incertezas das grandezas de entrada de um mensurando. Porém no cálculo da incerteza combinada são utilizadas as incertezas relativas das grandezas de entrada. Por exemplo :seja o mensurando (y) definido pela Equação (12).

$$y = \frac{a - b}{c} \quad (12)$$

Onde: a, b e c são as grandezas de entrada e Δa , Δb e Δc as suas respectivas incertezas. Neste caso a incerteza padrão reativa referente à cada grandeza de entrada é definida pelas Equações (13),(14) e (15).

$$u_a = \frac{\Delta a}{a} \quad (13)$$

$$u_b = \frac{\Delta b}{b} \quad (14)$$

$$u_c = \frac{\Delta c}{c} \quad (15)$$

Deste modo então, o cálculo da incerteza combinada é definido pela Equação (16).

$$\frac{u_c(y)}{y} = \sqrt{(u_a)^2 + (u_b)^2 + (u_c)^2} \quad (16)$$

A partir do cálculo da incerteza combinada o método das incertezas relativas retoma as etapas da metodologia clássica.

Aplicações

Caso 1

A concentração de uma solução padrão 0,1 M de Ftalato Hidrogênio de Potássio (KHP) é determinada pela seguinte expressão:

$$C_{KHP} = \frac{m_{KHP}(g) \cdot P_{KHP}}{V_f(l) \cdot F_{KHP}(g/mol)} (mol/l)$$

onde:

C_{KHP} = concentração de Ftalato Hidrogênio de Potássio (mol/l)

m_{KHP} = massa de KHP(5,105g \pm 8,7E -5g)

F_{KHP} = Massa Molecular do KHP (204,2236 g/mol \pm 0,0047 g/mol)

P_{KHP} = Pureza do KHP (0,999 \pm 0,00058)

V_f = Volume total do frasco (250ml \pm 0,12ml)

Aplicando-se as três metodologias de cálculo para a estimativa de incerteza de medição da concentração de ftalato hidrogênio de potássio, tem-se os valores conforme Tabela 1 :

Tabela 1 – Resultados referentes a cada metodologia caso 1

Metodologia	Incerteza Combinada (mg/l)
Clássica	0,000075
Simulação Numérica	0,000075
Relativa	0,000075

Caso 2

A concentração de uma solução de cádmio (C_0) determinada a partir da espectrometria de absorção atômica é definida pela seguinte expressão:

$$C_0 = \frac{C_2}{(A_2 - A_1)} \cdot [(A_0 - A_1) - (A_0 - A_2) / f_3]$$

Onde:

C_2 = concentração de referência (0,5mg/l \pm 0,0017 mg/l)

A_0 = absorvância ($53 \pm 0,62$) referente a concentração C_0 (0,1 mg/l)

A_1 = absorvância ($21,8 \pm 0,39$) referente a concentração de referência C_0

A_2 = absorvância ($101,4 \pm 0,22$) referente a concentração de referência C_2 (0,5 mg/l)

f_s = fator de diluição ($5 \pm 0,017$)

Aplicando-se as três metodologias de cálculo para a estimativa de incerteza da concentração de cádmio, tem-se os resultados conforme a Tabela 2.

Tabela 2 - Resultados referentes a cada metodologia caso 2

Metodologia	Incerteza Combinada (mg/l)
Clássica	0,0035
Simulação Numérica	0,0035
Relativa	0,0056

CONCLUSÕES

• Conforme a Tabela 2, conclui-se que as três metodologias de cálculo para a estimativa da incerteza de um resultado de medição não devem ser aplicadas indiscriminadamente, visto que em alguns casos as metodologias não convergem para o mesmo valor da incerteza combinada .

• O EURACHEM/CITAC Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement –Second Edition - 2000 tende evitar o emprego da metodologia clássica para estimativa da incerteza de medição, utilizando mais frequentemente o método das incertezas relativas. No caso específico da estimativa da incerteza da concentração de cádmio, como mostra a Tabela 2, os valores da incerteza referentes às metodologias clássica e simulação numérica diferem daquele determinado pela metodologia das incertezas relativas. Esta diferença neste caso específico é de 60%. Diante deste fato, a maneira mais indicada para a estimativa da incerteza de medição é a metodologia clássica.

• Conforme as discussões apresentadas no estudo do processo de engarrafamento do gás nitrogênio, os documentos “ Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement , Geneva , 1993 , revised and reprinted in 1995” e sua tradução para o português Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (1998) se estabelecem como ferramentas poderosas para a

análise e definição da instrumentação adequada a uma tolerância de um determinado processo, além de ser o documento que harmoniza universalmente a forma de cálculo da estimativa da incerteza de resultado de medição.

• No caso da medição da massa específica da gasolina de acordo com a norma ASTM D 1298 , a incerteza referente ao densímetro é o valor preponderante na incerteza do resultado de medição da massa específica. Como discutido anteriormente, esta incerteza conduz a um desperdício cujo valor é bastante elevado. Nesta situação o documento da incerteza de medição se estabelece para justificar o investimento de recursos para o desenvolvimento e construção de um densímetro de melhor qualidade metrológica.

• Ainda no caso da determinação da incerteza de medição da massa específica da gasolina, e enfocando a tolerância ($0,5\text{kg/m}^3$) da norma ASTM D 1298 conforme observado anteriormente, o desperdício é ainda maior, conclui-se então que esta norma deve ser revisada em relação a sua tolerância, levando-se em conta a incerteza de medição e o aspecto do desperdício.

• Esta análise e conclusão devem ser ampliadas geralmente para todas as normas que porventura declarem valores de tolerância, porque quando estas normas foram elaboradas o documento “ International Organization for Standardization , Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement , Geneva , 1993 , revised and reprinted in 1995” e outros documentos de mesma filosofia e fundamentação não existiam. Certamente estas normas elaboradas não contemplam o conceito de incerteza universalmente disseminado por estes documentos.

REFERÊNCIAS

1. Artigos em Revistas e Anais e Capítulos de Livros

[1].Couto, P.R.G., Lemos, I.M.G. - Uncertainty of Measurement Results in Fuel Analyses - Engenharia Térmica , Edição Especial, n 2, 2002 , p. 38-43

[2].Couto, P.R.G., Monteiro, L.C. - A Função de um Laboratório de Metrologia de acordo com o Contexto de Globalização - Metrologia 2000 -São Paulo SP - Brasil - Dezembro de 2000 ,p 183 – 188

Couto, P.R.G. - (1993) Incerteza de Medição de acordo com o WECC Doc.19-1990, Revista INMETRO, 2, No. 1

.11. Livros e Teses

INMETRO,1998 - Guia para a Expressão da Incerteza de Medição. Segunda Edição Brasileira do " Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

International Organization for Standardization - Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement , Geneva , 1993 , revised and reprinted in 1995" (ISO 95).

INMETRO (1995). - Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia

NBR ISO/IEC 17025 ;Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração – JAN 2001"

EURACHEM/CITAC Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements – Second Edition -2000

Versão Brasileira do Documento de Referência EA-4/02 (Referência Original do Editor : EAL-R2) - Expressão da Incerteza de Medição na Calibração- Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration- Primeira Edição Brasileira do EA-4/02 ;Janeiro de 1999