

TESE

883

JOSÉ ROBERTO ALVES DE MATTOS

Determinação da Incerteza da Medição em  
ensaios de “Consistência” de Dinamites:  
Um fator eliminador de conflitos



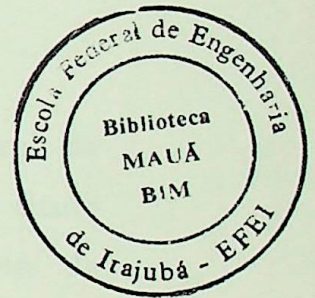
EFEI

Itajubá

1997

JOSÉ ROBERTO ALVES DE MATTOS

Determinação da Incerteza da Medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos



Dissertação apresentada à Escola  
Federal de Engenharia de Itajubá para  
obtenção do título de Mestre em  
Ciências em Engenharia de Produção

Itajubá

1997

CLASS. 389:622.235.2(043.2)
CUTFR. M435d
TOMBO. 883



**JOSÉ ROBERTO ALVES DE MATTOS**



**Determinação da Incerteza da Medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos**

Dissertação apresentada à Escola Federal de Engenharia de Itajubá para obtenção do título de Mestre em Ciências em Engenharia de Produção

**Área de Concentração:**

Qualidade e Produtividade

**Orientador:**

Prof. José Arnaldo Barra Montevechi, Dr.Eng.

**Co-orientador:**

Prof. José Leonardo Noronha, M. Eng.Mec.

Itajubá

1997

## A G R A D E C I M E N T O S

Aos Professores José Arnaldo Barra Montevechi e José Leonardo Noronha pela orientação, apoio e incentivo.

À Coordenadoria do Programa de Mestrado em Engenharia de Produção, na pessoa do Prof. Dagoberto Alves de Almeida, pela valiosa oportunidade concedida para o meu aprimoramento profissional.

Aos Professores e Colegas do Curso de Mestrado em Engenharia de Produção, Turma de 1995, em particular ao colega e amigo Marco Aurélio Oliveira Câmara, com quem dividi grande parte dos louros e infortúnios desta trajetória e com quem empreendi discussões úteis para a conclusão deste trabalho.

Aos Engenheiros Orozimbo Costa Filho e José Henrique de Faria, Superintendente e Chefe do Departamento de Engenharia, respectivamente, da Fábrica Presidente Vargas, FPV - IMBEL, Piquete, por possibilitar a minha participação no curso de Mestrado, a partir de 1995.

À minha família, pela paciência, compreensão e apoio nos momentos de ausência e de dedicação à consecução deste objetivo.

# SUMÁRIO

Página

## SIMBOLOGIA

## LISTA DE TABELAS

## LISTA DE FIGURAS

## RESUMO

## ABSTRACT

## CAPÍTULO 1 : INTRODUÇÃO 01

1.1 Considerações iniciais 01

1.2 Conceituação sobre o produto objeto do estudo 03

1.3 A discrepância e seus efeitos 07

1.4 Providencias internas e resultados 09

1.5 Proposta de trabalho visando melhorias 10

## CAPÍTULO 2 : A ESTRUTURA TEÓRICA 14

2.1 Considerações iniciais 14

2.2 A origem do consenso internacional 15

2.3 A norma ISO 5725 19

2.4 A norma da WECC 25

2.5 A norma ISO-TAG4 30

2.6 A norma NIS 80 NAMAS 35

2.7 A norma NIS 3003 NAMAS 39

2.8 Comparação entre as normas 43

<b>CAPÍTULO 3 : ESTUDO DE CASO</b>	47
3.1 Considerações iniciais	47
3.2 A técnica de identificação de dados espúrios	49
3.3 Os novos conceitos e os resultados práticos	67
<b>CAPÍTULO 4: DISSEMINAÇÃO DA METODOLOGIA DE DETERMINAÇÃO DA INCERTEZA DA MEDIÇÃO</b>	82
4.1 Considerações iniciais	82
4.2 Princípios	83
4.3 Estrutura	85
4.4 Guia para a avaliação da Incerteza da Medição	85
4.5 Implantação e avaliação	89
4.6 Exemplo prático	90
<b>CAPÍTULO 5 : CONSIDERAÇÕES FINAIS</b>	94
5.1 Contribuições	94
5.2 Propostas para trabalhos futuros	95
5.3 Observações finais	97
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	99

## SIMBOLOGIA

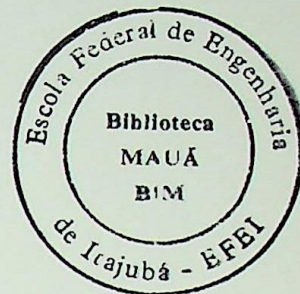
Os símbolos a seguir apresentados foram extraídos principalmente das normas utilizadas no presente trabalho, não se estendendo aos seus anexos.

- $a_i$  metade da faixa de dados observados ou estimados
- $a_{l,i}$  limite inferior de uma série de dados
- $a_{u,i}$  limite superior de uma série de dados
- $c_i$  coeficiente de sensibilidade, dado pela primeira derivada parcial
- $e$  erro aleatório que ocorre a cada teste
- $f$  fator multiplicador para expandir o desvio de repetibilidade e o desvio de reprodutibilidade.  
Geralmente  $f = 2$ .
- $f$  função de definição do resultado do teste ou da medição
- $G$  função de definição do resultado do teste ou da medição
- $H$  último elemento de uma distribuição de dados, apresentada na forma de rol
- $i$  quantidade de dados ou fontes de incerteza da medição
- $k$  fator de cobertura para o desvio de uma distribuição  
Geralmente  $k = 2$  ou  $k = 3$



m	média geral das observações ou nível do teste
n	quantidade de repetições da observação
N	quantidade de dados ou fontes de incerteza da medição
p	probabilidade ou nível de confiança, expresso em porcentagem ou pela faixa de zero a um
q	quantidade observada ou estimada
Q	quociente entre diferentes valores de uma distribuição
r	repetibilidade ou repetitividade
R	reprodutibilidade ou reprodutitividade
$s_i$	desvio padrão experimental de uma variável aleatória X, determinado de n observações repetidas e às vezes indicado também por $s_{x_i}$ ou $s_{v_i}$
$s_i^2$	variância experimental de uma variável aleatória X, determinada de n observações repetidas e às vezes indicada também por $s_{x_i}^2$ ou $s_{v_i}^2$
$s_r$	desvio padrão de repetibilidade
$s_R$	desvio padrão de reprodutibilidade
$S_i$	função resultado da medição
u	incerteza experimental expandida
u	desvio padrão
$u_c$	incerteza padrão ou experimental, combinada

$u_j$	desvio padrão da incerteza experimental
$U$	incerteza experimental expandida
$u^2$	variância da incerteza experimental
$u_j^2$	variância da incerteza experimental
$u_{(x_i)}$	incerteza padrão
$X_i$	dados ou fontes de incerteza da medição
$x_i$	estimativas dos dados ou fontes de incerteza da medição
$y$	resultado do teste ou da medição
$Y$	resultado do teste ou da medição
$z(i)$	termo da distribuição de frequência, apresentada na forma de rol
$\frac{\partial f}{\partial x_i}$	derivada parcial em relação ao dado de entrada $x_i$
$\frac{\partial G}{\partial X_i}$	derivada parcial em relação ao dado de entrada $X_i$
$\mu_q$	valor esperado de uma quantidade $q$
$v_i$	graus de liberdade
$\bar{V}_i$	média aritmética dos valores individuais $v_i$
$\sigma_r$	desvio padrão de repetibilidade
$\sigma_R$	desvio padrão de reprodutibilidade
$\sigma_i^2$	variação entre laboratórios, incluindo as variabilidades



entre operadores e entre seus equipamentos

$\sigma_w^2$  variação dentro do laboratório envolvendo somente um

operador e um equipamento, sendo também chamada de

variação de repetibilidade

Tabela 3.1 Fatores de cobertura e níveis de confiança -

ISO 1404

24

Tabela 3.2 Fatores de cobertura e níveis de confiança -

NIS-80

26

Tabela 3.3 Fatores de cobertura e níveis de confiança -

NIS 1994

27

Tabela 3.4 Comparação entre normas

28

Tabela 3.1 Experimento A1

32

Tabela 3.2 Experimento A2

33

Tabela 3.3 Experimento A3

34

Tabela 3.4 Experimento A4

35

Tabela 3.5 Experimento A5

36

Tabela 3.6 Experimento A6

37

Tabela 3.7 Experimento A7

38

Tabela 3.8 Experimento A8

39

Tabela 3.9 Experimento A9

40

Tabela 3.10 Experimento A10

41

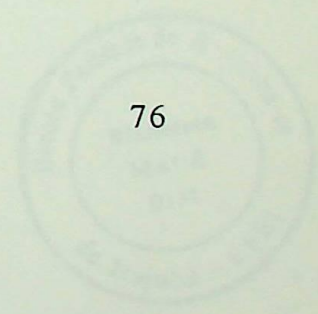
Tabela 3.11 Experimento A11

42

## LISTA DE TABELAS

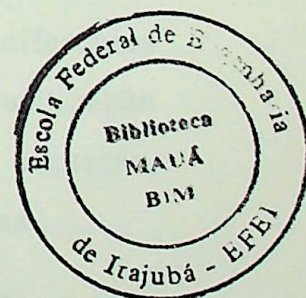
	Página
Tabela 1.1 Exemplos de auditorias em empresas	12
Tabela 1.2 Exemplos de catálogos e/ou manuais	13
Tabela 2.1 Fatores de cobertura e níveis de confiança - ISO TAG4	34
Tabela 2.2 Fatores de cobertura e níveis de confiança - NIS 80	36
Tabela 2.3 Fatores de cobertura e níveis de confiança - NIS 3003	43
Tabela 2.4 Comparação entre normas	44
Tabela 3.1 Experimento A1	52
Tabela 3.2 Experimento A2	53
Tabela 3.3 Experimento A3	54
Tabela 3.4 Experimento A4	55
Tabela 3.5 Experimento A5	56
Tabela 3.6 Experimento A6	57
Tabela 3.7 Experimento A7	58
Tabela 3.8 Experimento A8	59
Tabela 3.9 Experimento A9	60
Tabela 3.10 Experimento A10	61
Tabela 3.11 Experimento A11	62

Tabela 3.12	Experimento A12	63
Tabela 3.13	Experimento A13	64
Tabela 3.14	Experimento A14	65
Tabela 3.15	Experimento A15	66
Tabela 3.16	Dados de testes de consistência - Aparelho antigo	67
Tabela 3.17	Experimento B1A	70
Tabela 3.18	Experimento B1B	71
Tabela 3.19	Experimento B2	73
Tabela 3.20	Cálculos efetuados com os dados da tabela 3.19	74
Tabela 3.21	Experimento B3	75
Tabela 3.22	Cálculos efetuados com os dados da tabela 3.21	76



## LISTA DE FIGURAS

	Página	
Figura 1.1	Espoleta de iniciação	06
Figura 1.2	Processo de espoletamento	07
Figura 1.3	Penetrômetro	08
Figura 2.1	Suposição de normalidade com o aumento do tamanho da amostra e/ou com distribuição amostral	45
Figura 2.2	Fatores de cobertura e níveis de confiança	46



## RESUMO

São freqüentes as divergências ocorridas entre os fornecedores e os clientes de produtos e serviços, no que se refere a qualidade, quantidade e constituição de itens comercializados. Essas divergências trazem como conseqüências perdas e desgastes entre as partes, que poderiam ser perfeitamente eliminadas caso fossem pré-definidas as bases de Confiabilidade dos Sistemas de Medições utilizados tanto no fornecedor quanto no cliente. No fornecedor o problema se alastra internamente envolvendo de forma antagônica as áreas Produtivas e de Garantia da Qualidade.

Procurando solucionar um caso específico, verificou-se que as maiores autoridades mundiais na área de Metrologia estabeleceram, a partir da década de 80, as diretrizes básicas para a obtenção de um consenso internacional para a avaliação e expressão da Incerteza da Medição, que por sua vez deram origem a diferentes formas de aplicações práticas visando o já citado controle metrológico.

Porém, o mais importante não é o fato de que existam diferentes formas viáveis para o controle, mas sim, a pequena utilização prática das citadas recomendações e formas de controle, identificada principalmente no ramo das Indústrias Químicas.

Procura-se, então, apresentar neste trabalho as informações levantadas sobre o estudo do assunto a nível teórico e a nível de padronização, indicando o resultado da aplicação desses conceitos na prática; objetivando: divulgar as diretrizes internacionais vigentes, apresentar as diferentes linhas teóricas viáveis de utilização, mostrar o efeito prático da aplicação da teoria na linha de produção de dinamites nitroglicerinadas da Fábrica Presidente Vargas, da Industria de Material Bélico do Brasil: FPV-IMBEL, apresentar o horizonte de estudos e ações decorrentes do exemplo aqui citado, avaliar e proporcionar melhoria na determinação da Incerteza da Medição e assim auxiliar na preparação para a obtenção de futuras certificações.

## ABSTRACT

Frequently there are divergencies between suppliers and clients of products and services, about the quality, quantity and constitution of the commercialized items. These divergencies brings loses and wastage between the parts as consequence, which could be perfectly eliminated if the Reliabilities Basis of the Measures System were advanced defined thus on the suppliers as on the clients. On the suppliers the problem is internaly spreaded with antagonist form involving Produtive and Quality Control areas.

Searching for the solution of a specific case, it was checked that the world's highest authority in Metrology established, from 1980, the basic guidelines to obtainement of a international consensus on the evaluating and expressing of measurement uncertainty in which gave origin at differents forms of practices applications seeking this metrological control.

However the more important is not the fact that there are several possible forms for the control, but the small practice utilization of these recomendations and forms of control, which is mainly identified in the Chemical Industry.

So at this work were intended to present the obtained informations with the study of this theme in a theoretical and standardization level, and to cite the application's results of this concepts on the practice; objectifying: to divulge the international guidelines, to introduce the differents theoreticals forms of these applications, to show the pratical effect of theory application at dynamite nitroglycerined production line on Fábrica Presidente Vargas, of the Industria de Material Bélico do Brasil: FPV-IMBEL, to present studies horizon and consequentials actions of these example, to evaluate and to provide improvement on the evaluation of the measurement uncertainty and so to help on preparation to obtain certifications futures.



# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

### 1.1 Considerações iniciais

O presente estudo teve sua origem na Fábrica Presidente Vargas - **FPV**, filial nº1 da Indústria de Material Bélico do Brasil - **IMBEL**, em Piquete no Estado de São Paulo, sendo esta uma unidade de fabricação de Explosivos.

Este trabalho tem por objetivo apresentar uma metodologia de determinação da incerteza da medição em ensaios, para esta Fábrica, que siga os padrões internacionais vigentes e que vá ao encontro da sua pretensão de certificação a nível empresarial pelos padrões das normas **NBR ISO 9000**[1].

Paralelamente, é também um objetivo, auxiliar na divulgação das diretrizes internacionais, analisando as diferentes correntes existentes, comparando-as ao padrão estabelecido e apresentando a norma padrão internacional vigente.

Cabe ressaltar que as normas **NBR ISO 9000** citam a necessidade do conhecimento da incerteza da medição do equipamento e da sua consistência com a capacidade de medição requerida, mas não indica como ela deve ser calculada, conforme verificado nas normas:

**NBR ISO 9001** - Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em projeto, desenvolvimento, produção, instalação e serviços associados - item 4.11 : Controle de equipamentos de inspeção, medição e ensaios;

**NBR ISO 9002** - Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em produção e instalação - item 4.11: Controle de equipamentos de inspeção, medição e ensaios;

**NBR ISO 9003** - Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em inspeção e ensaios finais, que é indicada para uso quando a conformidade com requisitos especificados tiver que ser garantida pelo fornecedor somente em inspeção e ensaios finais.

**NBR ISO 9004** - Gestão da qualidade e elementos do sistema da qualidade - Diretrizes.

Identifica-se pois a necessidade do esclarecimento quanto ao método de avaliação e expressão da incerteza da medição.

Em meados de 1994, fruto da nova postura do mercado consumidor, então adaptado e consciente das novas regras ditadas pelas técnicas da teoria da Qualidade, começaram a surgir mais insistentemente as reclamações de clientes sobre a característica Consistência da Massa, das dinamites nitroglicerinas. Esses produtos vinham sendo comercializados, principalmente na região carbonífera de Santa Catarina e do Paraná, a pelo menos 30 (trinta) anos, sem que as reclamações assumissem as proporções então identificadas.

As queixas se baseavam no fato de que a consistência do produto não estaria permitindo que se efetuasse o espoletamento com o explosivo iniciador, isto é, ora a massa do produto estava muito dura, ora estava muito mole.

Surgiu, então a necessidade de se estabelecer a consistência ideal do produto visando atender satisfatoriamente a etapa do espoletamento.

## 1.2 Conceituação sobre o produto objeto do estudo

Explosivos são substâncias ou misturas de substâncias capazes de se transformarem quimicamente em gases, com extraordinária rapidez e com desenvolvimento de calor, produzindo elevadas pressões e considerável energia.

Os explosivos são classificados em:

**iniciadores**: destinam-se a provocar a transformação de outros explosivos (ex.: azida de chumbo, estifinato de chumbo, etc.);

**de ruptura**: destinam-se a produção de um trabalho de destruição pela força viva dos gases produzidos pela sua transformação (ex.: dinamites nitroglicerinadas ou não, trinitrotolueno, etc.);

**propelentes**: destinam-se a produção de um trabalho balístico (ex.: pólvoras)[2].

As dinamites nitroglicerinadas são explosivos com duas bases ativas: a nitroglicerina e a nitrocelulose. A nitroglicerina é obtida da nitração da glicerina, enquanto que a nitrocelulose é obtida da nitração da celulose. A mistura destes dois componentes dá origem ao “**blasting**” que é o mais importante componente das dinamites nitroglicerinadas, chegando em algumas formulações a participar com até 33%, em peso, do peso do produto final. Outros componentes aerantes, estabilizadores, desdensificantes, etc., são

adicionados à massa para compor a formulação final do produto. A mistura dos componentes se dá em misturadores com hélices horizontais para determinar uma boa homogeneização entre os componentes e para se obter a plasticidade desejada da massa. O tempo de mistura varia entre 7 (sete) e 10 (dez) minutos sendo a capacidade de cada misturador de 500 (quinhentos) kg por batelada. Esta massa é então encartuchada em encartuchadeiras automáticas ou manuais, que utilizam papel kraft parafinado ou polietileno semi-rígido (Brasil), ou filme de polietileno (USA, Europa). Os tamanhos dos cartuchos variam de acordo com a aplicação. Seus diâmetros mais conhecidos são:

7/8”(22,23mm), 1”(25,4mm), 1.1/4”(31,75mm), 1.1/2”(38,10mm), 2”(50,80mm), 2.1/4”(57,15mm), 2.1/2”(63,50mm) e 3”(76,20mm).

Os comprimentos mais utilizados são:

8”(203,20mm), 12”(304,80mm) e 24”(609,60mm).

As dinamites encartuchadas são embaladas em caixas de papelão que podem conter, no máximo, um peso líquido de 25 (vinte e cinco) kg de dinamite. As principais características da dinamite, considerando a sua aplicação, são: velocidade de detonação (m/s); força (correspondendo ao aumento de volume gerado pela expansão dos gases na explosão, em um furo padrão em bloco de chumbo, dado em ml); e balanço de oxigênio. A gama de utilizações de uma dinamite é grande e existem diferentes tipos de produtos para atender o mercado consumidor; entre elas ressaltam-se:

- a) para minerações a céu aberto para extração de minério de ferro, de granito, de manganês, de calcário, para construção de hidrelétricas, abertura de estradas, etc., são empregadas as

dinamites: **Belgex 40, Belgex 60, Belgex 75, Belgex 80, PV15 Normal e Carbel F;**

b) em minerações de carvão, no subsolo, são empregadas as dinamites: **PV15 Carbo e Carbel;**

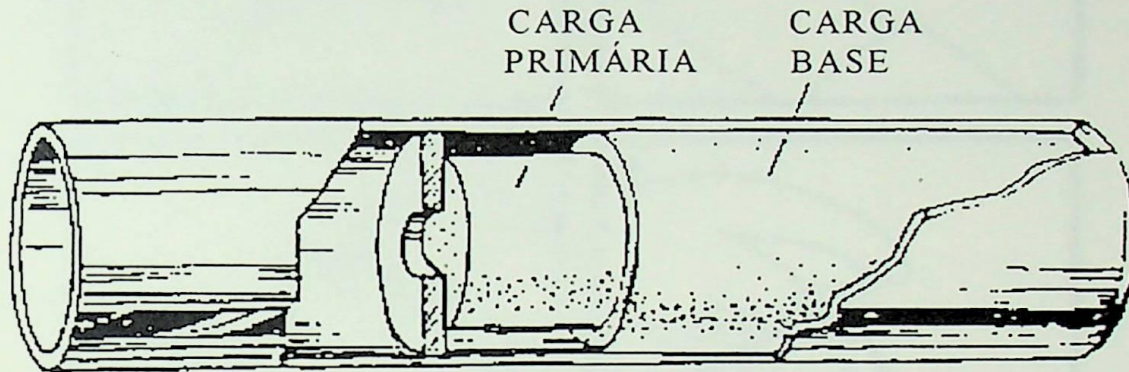
c) em pré-fissuramento de rochas é usada a dinamite **PF.45.**

O produto que deu origem a este trabalho foi a dinamite **PV15 Carbo** que é encartuchada em papel kraft parafinado e tem maior utilização nas dimensões de 1" (25,40mm) × 8" (203,20mm) e/ou 1.1/4" (31,75mm) × 8" (203,20mm).

A aplicação do produto se dá em furos abertos na camada de carvão, por perfuratrizes com brocas nas dimensões apropriadas aos diâmetros dos cartuchos, sendo que cada furo recebe em média 15 (quinze) a 20 (vinte) cartuchos de dinamite.

O primeiro cartucho ou o mais profundo deles, é o responsável pela iniciação dos demais cartuchos do furo, isto é, ele é o primeiro a detonar e por reação em cadeia determina as detonações dos demais cartuchos. Este primeiro cartucho a detonar é denominado cartucho iniciador e é preparado para a detonação pela adaptação de um explosivo mais sensível em sua massa, através de um dispositivo denominado espoleta que por sua vez é ligada a um estopim que será responsável pela condução da energia elétrica ou térmica, ao explosivo da espoleta, causando a sua detonação. A detonação da espoleta dá início à detonação do explosivo do cartucho iniciador, que por consequência inicia a detonação dos demais cartuchos do furo. O estopim elétrico consiste de um fio elétrico bem fino envolvido por uma capa de polietileno. O estopim não elétrico consiste de um núcleo de pólvora firmemente envolvido por várias camadas têxteis e impermeabilizantes. A espoleta consiste de um

cilindro de alumínio fechado na base, carregado com um explosivo muito sensível e outro explosivo sensível a fagulhas, calor ou ondas elétricas. A outra ponta da espoleta é fechada com um disco perfurado no centro, para a passagem do cordel detonante ou do estopim (figura 1.1).



**Figura 1.1 - Espoleta de iniciação**

O processo de preparação do cartucho iniciador consiste em adaptar o estopim na espoleta, fixando-o firmemente com a utilização de um alicate amolgador ou de um amolgador de bancada. Em seguida o conjunto “estopim/espoleta” é introduzido no cartucho de dinamite ao qual é fixado e amarrado, na maioria das vezes, utilizando o próprio estopim como elemento de amarração (figura 1.2).

A fixação citada deve ser eficiente para evitar a soltura da espoleta do interior da massa de dinamite. A massa de dinamite deve ter então uma consistência apropriada para permitir a penetração da espoleta e não permitir a sua soltura.

Esta característica da massa e sua correspondente medição se transformaram no objetivo deste trabalho, como ponto de partida para a sugestão de um sistema de determinação da incerteza da medição em ensaios para a **FPV**.

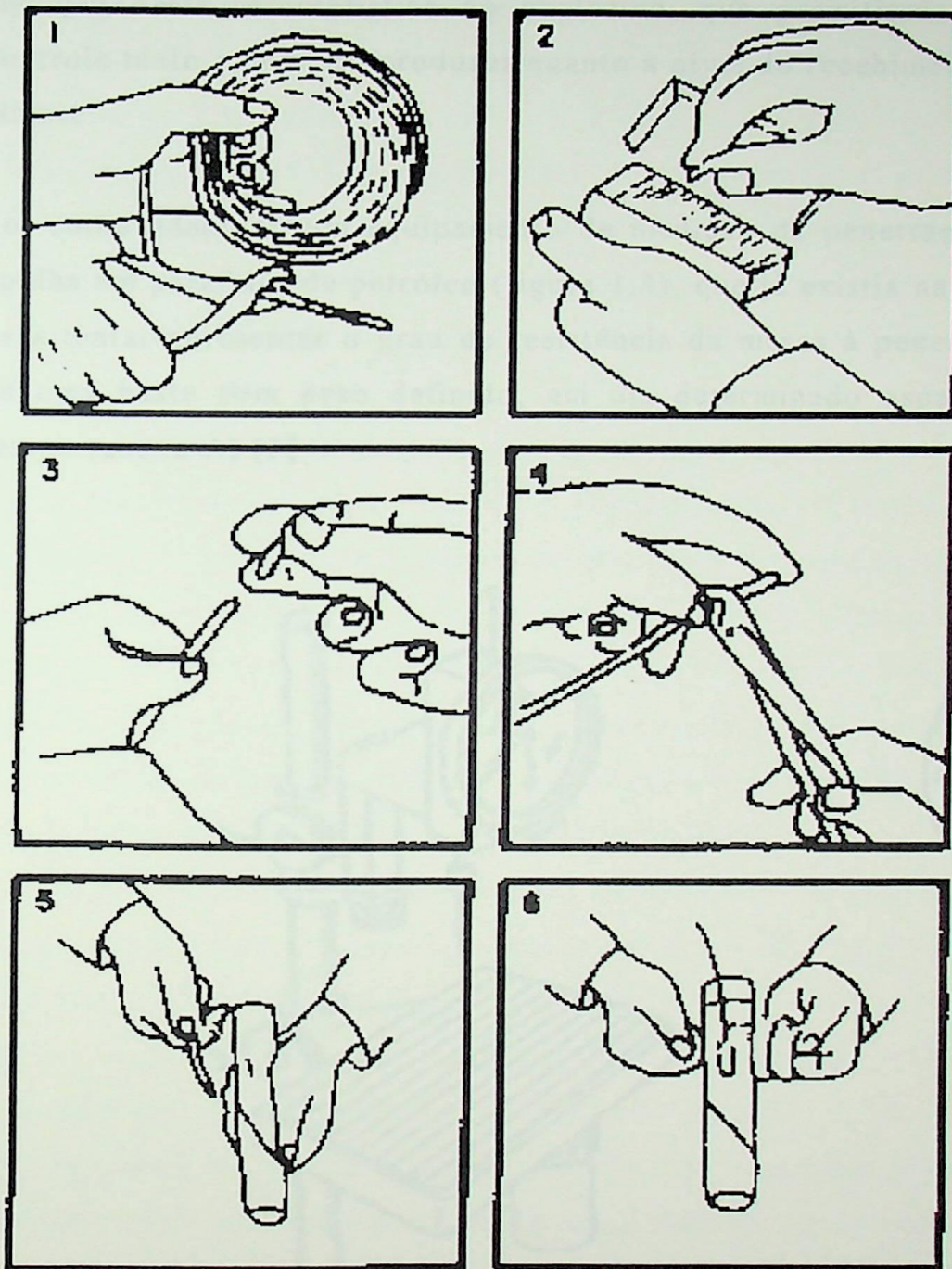


Figura 1.2 - Processo de espoletamento

### 1.3 A discrepância e seus efeitos

A forma de avaliação da consistência era totalmente subjetiva e consistia na apalpação manual pelo técnico da empresa distribuidora do produto, isto é, a avaliação variava de acordo com a mudança do técnico avaliador.

Mostrou-se então necessária a definição de um sistema objetivo de medição desta característica do explosivo, que permitisse o seu controle tanto a nível do produtor quanto a nível do recebimento no cliente.

Foi então adaptado um equipamento de medição da penetração da agulha em parafinas de petróleo (figura 1.3), que já existia na FPV, para tentar apresentar o grau de resistência da massa à penetração de uma haste com peso definido, em um determinado espaço de tempo (anexo A) [3].

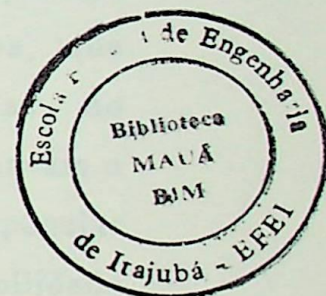
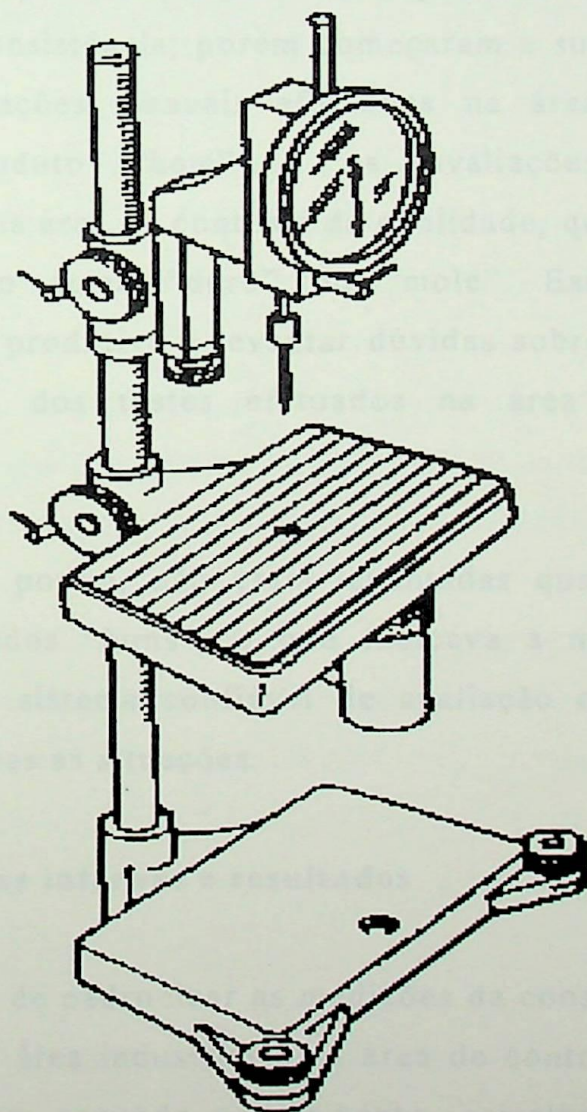


Figura 1.3 - Penetrômetro



O técnico avaliador da empresa distribuidora veio até a unidade de fabricação e através da avaliação manual e da correspondente determinação da penetração, foram definidos limites para as categorias de consistência “mole”, “boa” e “dura”, sendo a maior penetração associada à condição “mole”, enquanto que a menor penetração foi associada à condição “dura”. O produto passou a ser controlado segundo esta faixa de especificação obtida pelo maior resultado aceitável e pelo menor resultado aceitável, definidos nos testes acima citados.

O teste recebeu o nome de “Teste do Penetrômetro”, e serviu para eliminar grande parte da subjetividade que anteriormente existia na avaliação da consistência; porém começaram a surgir discrepâncias entre as avaliações manuais efetuadas na área produtiva, que indicavam produto “bom” e as avaliações efetuadas no penetrômetro, na área de controle da qualidade, que classificavam o mesmo produto como “duro” ou “mole”. Essas discrepâncias levaram a área produtiva a levantar dúvidas sobre a confiabilidade dos resultados dos testes efetuados na área de controle da qualidade.

Essas dúvidas, porém, não eram levantadas quando os produtos eram considerados “bons”, o que indicava a necessidade de se estabelecer um sistema confiável de avaliação que eliminasse as dúvidas em ambas as situações.

#### **1.4 Providências internas e resultados**

Com o objetivo de padronizar as medições da consistência da massa de dinamite, na área industrial e na área de controle da qualidade, foi adquirido um segundo equipamento, semelhante ao primeiro, para a medição da consistência durante o processo de fabricação, isto é, na área industrial; enquanto que o primeiro equipamento

permaneceu na área de controle da qualidade. Com esta providência foi também minimizada a alta subjetividade que existia nas avaliações da área produtiva, tornando-as hábeis de serem comparadas com as avaliações da área de controle da qualidade.

Não foi ainda esta providência que eliminou as discrepâncias entre os resultados obtidos nas duas áreas, para a mesma amostra do produto.

As dúvidas novamente surgiram e então passaram a ser também direcionadas da área de controle da qualidade para a área industrial. Foi gerado um clima antagônico muito forte entre as áreas o qual precisava ser eliminado o mais rápido possível.

Foi programado e efetuado um teste que consistia da medição de uma mesma amostra nos dois equipamentos, garantindo uma menor variação possível nas características de ambos os testes, sendo os resultados tratados em base estatística pela distribuição “F de Snedecor” [4], visando obter a igualdade das variâncias das duas “populações”. Surpreendentemente o resultado do tratamento estatístico indicou serem as “populações” diferentes (anexo B).

Ficou então identificado que os sistemas de medição para ambos os equipamentos deveriam ser melhor avaliados e serem estabelecidas as confiabilidades destes sistemas. O primeiro equipamento adaptado passou a ser chamado de “Penetrômetro Antigo”, enquanto que o segundo equipamento passou a ser chamado de “Penetrômetro Novo”.

### **1.5 Proposta de trabalho visando melhorias**

Visando elaborar uma proposta de procedimento para a determinação da incerteza da medição, para a FPV, que

solucionasse o impasse entre as suas unidades, foi identificada a necessidade de se obter uma teoria que consistisse em normas padrão reconhecidas pelo menos a nível nacional, estando assim acima de dúvidas e passíveis de serem estendidas aos clientes. Cabe ressaltar que estas normas deveriam estar em consonância com as normas **NBR ISO 9000**, estabelecidas como referência pela empresa, para fins de certificação.

Esta proposta se caracterizou posteriormente como sendo o objetivo deste trabalho, o qual apresentaria para a Empresa uma sugestão de metodologia para determinação da incerteza da medição em ensaios.

A teoria deveria englobar todos os aspectos influentes no cálculo da incerteza da medição, isto é, as informações iniciais de referência, a amostragem, a calibração, a padronização dos procedimentos de testes, as condições ambientais e finalmente os erros aleatórios.

Quanto ao aspecto da amostragem foi identificado que a **FPV** utilizava as normas **MIL - STD 105D** [5] e **MIL - STD 414** [6], estando assim garantida a sua significância.

Permaneceram então como objetivos parciais deste trabalho as avaliações de normas de calibração (**WECC** e **NIS 3003**), e de normas de expressão da incerteza em testes (**ISO-TAG4**, **NIS 80** e **ISO 5725**), estas últimas principalmente voltadas para os aspectos dos erros aleatórios, visando dar suporte à elaboração de uma metodologia de determinação da incerteza da medição, que auxiliasse nos processos de certificações futuras.

Foi verificado também que a definição de um sistema de determinação da incerteza da medição em ensaios, viria adequar os procedimentos com vistas às futuras auditorias para verificação de

sistemas da qualidade, internas ou externas, mesmo sendo identificado que não é comum esta preocupação com a identificação do grau de incerteza e de seu nível de confiança, como evidenciado nos exemplos de auditorias citados na tabela 1.1.

Local	Data	Número	Área	Norma	Empresa
Guaratinguetá	26/07/96	33/96	Lab.Quim Meio Ambiente	ISO 9002	Basf
Guaratinguetá	18/03/96	14/96	Heliogen	ISO 9002	Basf
Guaratinguetá	24/05/96	Petrobras	Trilon B	ISO 9004	Basf
Piquete	14/11/95	UF-08	Lamas	ISO 9004	FPV
Piquete	14/12/95	Man.Mec	Mecânica	ISO 9004	FPV
Piquete	14/12/95	Sup	Adm	ISO 9004	FPV

Tabela 1.1 - Exemplos de auditorias em empresas<sup>1</sup>

onde:

Lab. Quim. - Laboratório Químico

Man. Mec. - Manutenção Mecânica

Lamas - Unidade de fabricação de lamas explosivas (UF8)

Sup. Log. - Superintendência Logística

Adm. - Administração

Foi verificado também que nem todos os catálogos e/ou manuais de equipamentos trazem a informação completa da incerteza estabelecida para o mesmo, sendo que alguns apresentam a

---

<sup>1</sup> Exemplos de auditorias internas e externas, obtidos nas empresas BASF e FPV-IMBEL

incerteza da medição em desacordo com a **ISO-TAG4**, conforme citados na tabela 1.2 (anexo C).

marca	tipo de medição	incerteza	% de confiança
Buchi 510	Ponto de fusão	-	-
Micronal	Espectrofotometro B380 B382	$R = \pm 0,5 \text{ nm}$	-
Marte	Balanças eletrônicas de precisão	$R = 0,01\text{g};$ $0,001\text{g}$	-
Jencons	Titração	$CV = 0,1\%$	-

Tabela 1.2 - Exemplos de catálogos e/ou manuais

onde:

**R** - Reprodutibilidade

**CV** - Coeficiente de variação

A norma **ISO 5725** foi a primeira fonte de informação obtida para estudo, razão pela qual, ela serviu de referência para os primeiros trabalhos executados, conforme apresentado no próximo capítulo.



## CAPÍTULO 2

### A ESTRUTURA TEÓRICA

#### 2.1 Considerações iniciais

Procurou-se, inicialmente uma documentação de referência que estivesse alinhada com as normas **NBR ISO 9000**, utilizadas em processos de certificação de empresas no Brasil e sendo a **IMBEL** uma empresa ligada ao Ministério do Exército, foi obtida junto ao Centro Tecnológico do Exército-**CTEx**- a norma “International Standard **ISO 5725**”[7], que foi inicialmente identificada como adequada aos aspectos metrológicos que se pretendia utilizar tanto no sentido da solução de problemas internos, quanto no sentido de possibilitar certificação baseada na norma **NBR ISO 9000**.

Esta norma foi traduzida e estudada, passando alguns dos seus conceitos a serem utilizados pelas áreas de controle, dos quais salientamos, inicialmente, as técnicas de identificação de dados espúrios de Dixon ou de Cochran, que eliminam os dados da amostra considerados discrepantes. Esta primeira providência passou a auferir maior credibilidade aos resultados finais apresentados.

Identificou-se em seguida que somente a determinação da incerteza do método de teste, não bastaria para a obtenção de uma informação de controle que estivesse acima de questionamentos.

Na busca de uma estrutura teórica consistente para a apresentação do resultado da medição, verificou-se que a norma acima citada, até então considerada como a referência principal para utilização no desenvolvimento do estudo, não abrangia a totalidade das interferências componentes da incerteza da medição, partindo-se

então para o estudo das normas: **WECC**[8], **ISO TAG4**[9], **NIS 80 NAMAS**[10] e **NIS 3003 NAMAS**[11].

## 2.2 A origem do consenso internacional

Visando obter a estrutura para a apresentação do resultado da medição em bases consistentes, chegou-se à necessidade de estabelecer a teoria da incerteza da medição que servisse de base irrefutável para os valores resultantes do processo de medida. Foram investigadas as informações existentes, sendo obtida a linha de procedimento descrita a seguir.

Em 1978, reconhecendo a falta de um consenso internacional para a expressão da incerteza da medição, as maiores autoridades mundiais em Metrologia: o Comitê Internacional de Pesos e Medidas (**CIPM**) solicitou ao Bureau Internacional de Pesos e Medidas (**BIPM**) que em conjunto com laboratórios padrões internacionais apresentasse uma recomendação para a obtenção deste consenso. Este grupo concluiu que havia a necessidade de se obter um procedimento comum, internacionalmente aceito, para expressar a incerteza da medição, combinando os componentes individuais da incerteza em uma incerteza total simples. Não houve, no entanto, um consenso quanto ao método a ser utilizado.

Foi então criado outro grupo de trabalho que elaborou em 1980 a recomendação **INC-1** "Expressão da Incerteza Experimental" (anexo D). O **CIPM** aprovou esta recomendação em 1981 e reconfirmou esta aprovação em 1986 (anexo E). Esta recomendação, em resumo, indicou:

- a) Os vários componentes da incerteza da medição podem ser agrupados em:

a1) aqueles que são avaliados por métodos estatísticos (A);

a2) aqueles que são avaliados por outros meios (B).

Os componentes citados eram classificados anteriormente como “Aleatórios” e “Sistemáticos”, respectivamente.

b) Os componentes da categoria “A” devem ser caracterizados pela variância estimada  $s_i^2$  (ou pelo correspondente desvio padrão estimado  $s_i$ ) e pelo número de graus de liberdade  $\nu_i$ .

c) Os componentes da categoria “B” devem ser caracterizados por quantidades  $u_j^2$ , as quais podem ser consideradas como aproximações das correspondentes variâncias. As quantidades  $u_j^2$  podem ser tratadas como variâncias e as quantidades  $u_j$  como desvios padrão.

d) A incerteza combinada deve ser caracterizada por um valor numérico obtido do método de combinação das variâncias. A incerteza combinada e seus componentes deve ser expressa na forma de desvios padrão.

e) Se, para aplicações particulares, for necessário multiplicar a incerteza combinada por um fator para se obter a incerteza expandida, o fator de multiplicação (fator de cobertura) usado deve ser sempre indicado.

O trabalho de desenvolvimento de um guia detalhado, baseado na recomendação acima citada, para a avaliação e expressão da incerteza experimental, foi designado pelo CIPM à “INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION-ISO” que através do grupo técnico consultivo em metrologia, TAG4, em seu subgrupo de trabalho número 3, criou em 1993 o



“Guia para a expressão da incerteza” que passou a ser conhecido como “**ISO-TAG4-WG3**” ou simplesmente “**ISO-TAG4**”

É importante citar que o grupo técnico consultivo era composto por membros das duas organizações mundiais de metrologia, a Comissão Eletrotécnica Internacional (**IEC**) e a Organização Internacional de Metrologia Legal (**OIML**); por membros das duas uniões internacionais que representam a química e a física, isto é, a União Internacional de Química Pura e Aplicada (**IUPAC**) e a União Internacional de Física Pura e Aplicada; e por membros da Federação Internacional de Química Clínica (**IFCC**). No grupo de trabalho número 3 participaram “experts” designados pelo **BIPM**, **IEC**, **ISO** e **OIML**, indicados pelo presidente do **TAG4**. Os termos de referência elaborados pelo **ISO-TAG4-WG3** visando prover regras para a expressão da incerteza para uso em padronizações, calibrações, certificações de laboratórios e serviços de metrologia, indicam que o propósito do guia é:

- a) levantar toda a informação na qual o estabelecimento da incerteza esteja apoiado,
- b) fornecer uma base para a comparação internacional de resultados.

As premissas básicas estabelecidas para o método ideal de avaliação e expressão da incerteza do resultado da medição são:

- a) o método deve ser universal, isto é, aplicável a todo tipo de medição e a todo tipo de dados usados nas medições;
- b) a quantidade usada para expressar a incerteza deve ser:

- b1) consistente internamente, isto é, derivada dos componentes que contribuem para a incerteza e independente de como sejam agrupados e de seus sub-componentes;
- b2) transferíveis, isto é, deve ser possível usar diretamente a incerteza avaliada para um primeiro resultado, como componente na avaliação da incerteza de outra medição da qual o primeiro resultado faz parte.

Na pesquisa da conceituação teórica para o suporte deste trabalho foram estudadas as seguintes normas:

**ISO 5725:** “Precisão de métodos de testes: Determinação da repetibilidade e reprodutibilidade para um método de teste padrão em testes inter-laboratoriais”;

**WECC:** “Guia para a expressão da incerteza de medições em calibrações”;

**ISO-TAG4:** “Expressão da Incerteza”;

**NIS 80:** “Guia para a expressão da incerteza em testes”;

**NIS 3003:** “A expressão da incerteza e confiança em medições para calibrações”.

Estas normas englobam a expressão da incerteza para uso em padronizações (processos e medidas), calibrações, certificações de laboratórios e serviços de metrologia. A seguir são apresentados os conceitos gerais constantes de cada uma destas normas visando identificar suas adequações às recomendações definidas pelo consenso internacional e ao guia **ISO-TAG4** que é a referência maior vigente.

### 2.3 A norma ISO-5725

A norma ISO 5725 - "Precisão de métodos de testes - Determinação da repetibilidade e reprodutibilidade para um método de teste padrão em testes entre laboratórios" - foi preparada pelo comitê técnico ISO/TC 69 ("Aplicação de Métodos Estatísticos"), em uma primeira edição em 1981, o que indica ser anterior a recomendação INC-1 do CIPM e à norma ISO-TAG4. A norma indica que testes efetuados em materiais e em circunstâncias presumidamente idênticas, em geral não conduzem a resultados idênticos. Este fato é atribuído aos erros aleatórios inerentes a todo procedimento de teste, sendo que os fatores que podem influenciar no resultado do teste não podem ser completamente controlados.

Muitos fatores diferentes podem contribuir para a variabilidade do procedimento de teste: o operador, o equipamento utilizado, a calibração do equipamento, o ambiente (temperatura, umidade, poluição do ar), etc. A variabilidade entre testes efetuados por diferentes operadores e/ou diferentes equipamentos serão usualmente maiores do que aqueles efetuados por um único operador usando o mesmo equipamento.

Precisão é o termo geral usado nesta norma para a variabilidade entre testes repetidos. Duas medidas de precisão, chamadas repetibilidade e reprodutibilidade, tem sido consideradas suficientes para descrever a variabilidade de um método de teste. A repetibilidade se refere a testes conduzidos sob condições tão constantes quanto possíveis e com os testes sendo realizados em um pequeno espaço de tempo, em um laboratório, por um único operador, usando o mesmo equipamento; isto é, é a situação de mínima variabilidade possível, sendo denotada por  $r$ .

A reprodutibilidade se refere a testes conduzidos sob condições diferentes, em laboratórios diferentes, por operadores diferentes e com equipamentos diferentes; isto é, é a situação de máxima variabilidade possível, sendo denotada por **R**.

Outras medidas intermediárias de variabilidade, entre estas duas extremas, são concebíveis, tais como a repetição de testes num laboratório com longos intervalos de tempo, ou por operadores diferentes, ou incluindo os efeitos de recalibrações, etc., mas estes não serão considerados nesta norma. Esta norma estabelece definições práticas que levam ao cálculo da repetibilidade e reprodutibilidade, porém não prevê qualquer medida do erro na estimação dos valores **r** e **R**. Esta norma não se preocupa com a determinação da exatidão do método de teste, como medido pela diferença entre o valor médio e o valor verdadeiro ou valor convencional ( $E = V_m - VV_c$ ).

Esta norma é aplicada exclusivamente em métodos de testes nos quais um resultado numérico simples é obtido, no entanto estes resultados podem ser obtidos de cálculos de um grupo de observações.

A essência da determinação de valores de precisão está no fato de que eles medem a capacidade, de um método de ensaio, repetir um determinado resultado.

### 2.3.1 Conceituação

Algumas definições são a seguir apresentadas e estão de acordo com a ISO 3534[12].

**Valor observado:** valor de uma característica, determinada como resultado de uma observação;

**Resultado de teste:** valor de uma característica, determinado executando um método de teste específico;

**Nível do teste:** média geral dos resultados do teste de todos os laboratórios, para um material particular ou amostra testada;

**Precisão<sup>2</sup>:** proximidade de concordância entre os resultados de testes mutuamente independentes, obtidos sob condições estipuladas;

**Repetibilidade<sup>3</sup>:** severidade da concordância entre os resultados de testes mutuamente independentes obtidos sob condições de repetibilidade;

**Condições de repetibilidade:** condições onde os resultados de testes mutuamente independentes são obtidos com o mesmo método de ensaio, de material idêntico, por um mesmo laboratório, por um mesmo operador, usando o mesmo equipamento em intervalos de tempo pequenos;

**Desvio padrão de repetibilidade:** desvio padrão do resultado de teste obtido sob condições de repetibilidade. É um parâmetro de dispersão da distribuição dos resultados de testes sob condições de repetibilidade;

---

<sup>2</sup> Precisão depende somente da distribuição de erros aleatórios e não se relaciona ao valor verdadeiro, valor verdadeiro convencional ou valor especificado;

<sup>3</sup> Repetibilidade e reprodutibilidade são conceitos de precisão.

O INMETRO vem tratando o método de cálculo de repetibilidade, por repetitividade, não fazendo qualquer menção ao termo Precisão, em seu Vocabulário Internacional de Termos[13].

**Valor de repetibilidade r:** valor abaixo do qual a diferença absoluta entre dois únicos resultados de testes obtidos sob condições de repetibilidade podem ser esperados com uma probabilidade de 95%;

**Reprodutibilidade:** severidade da concordância entre os resultados de testes obtidos sob condições de reprodutibilidade;

**Condições de reprodutibilidade:** condições onde os resultados são obtidos com o mesmo método de ensaio, de material idêntico, em laboratórios diferentes, com diferentes operadores, usando equipamentos diferentes;

**Desvio padrão de reprodutibilidade:** desvio padrão do resultado de teste obtido sob condições de reprodutibilidade. É um parâmetro de dispersão da distribuição dos resultados de testes sob condições de reprodutibilidade;

**Valor de reprodutibilidade R:** valor abaixo do qual a diferença absoluta entre dois únicos resultados de teste obtidos sob condições de reprodutibilidade podem ser esperados para uma probabilidade de 95%.

### 2.3.2 Modelo estatístico

O modelo básico para estimar a precisão de um método de teste assume que cada resultado simples  $y$  é a soma de três componentes:

$$y = m + B + e \quad 2.01$$

onde:

- m** é a média geral;
- B** é a variação entre laboratórios;
- e** é o erro aleatório que ocorre a cada teste.

O termo **B** é considerado constante durante qualquer série de testes realizados sob condições de repetibilidade e é denominado variação entre laboratórios e é expresso por:

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2 \quad 2.02$$

onde:

$\sigma_L^2$  inclui as variabilidades entre os operadores e os equipamentos.

O termo  $e$  representa um erro aleatório que ocorre em cada resultado simples de teste sendo que dentro de um laboratório sua variação é chamada de variação dentro do laboratório e é expressa por:

$$\text{var}(e) = \sigma_w^2 \quad 2.03$$

Pode ser esperado que  $\sigma_w^2$  terá diferentes valores em diferentes laboratórios porém assume-se que estas diferenças serão pequenas quando um método de teste corretamente padronizado for utilizado e isto justifica um valor comum de variação dentro do laboratório para todos os laboratórios que será a média de todas as variações dentro dos laboratórios e que será chamada de variação de repetibilidade:

$$\overline{\text{var}(e)} = \sigma_r^2 \quad 2.04$$

O desvio padrão de repetibilidade será dado por:

$$\sigma_r = \sqrt{\overline{\text{var}(e)}} \quad 2.05$$

e o desvio padrão de reprodutibilidade será dado por:

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2} \quad 2.06$$

consequentemente o valor de repetibilidade será:

$$r = f \sqrt{2}\sigma_r \quad 2.07$$

e o valor de reprodutibilidade será:

$$R = f \sqrt{2}\sigma_R \quad 2.08$$

$f$  é um fator que nunca será muito diferente de 2 e quando o nível de probabilidade for 95%, teremos então:  $f\sqrt{2} = 2,8$ ; então:

$$r = 2,8 s_r \quad 2.09$$

$$R = 2,8 s_R \quad 2.10$$

Existem na norma, formulações complementares para cálculo de desvio padrão, desvio médio, desvios de experimentos fracionados (com replicatas) que facilitam o cálculo e minimizam os erros.

Para a eliminação de dados considerados espúrios ou outliers, a norma **ISO 5725**<sup>4</sup> podem ser usadas as técnicas de Dixon ou de Cochran.

---

<sup>4</sup> Em 15 (quinze) de dezembro de 1994, esta norma sofreu uma revisão, a qual introduziu o cálculo do nível de exatidão das medidas efetuadas. Esta revisão foi localizada pelo CTE<sub>x</sub> em 6 (seis) de março de 1996 e enviada à FPV - Piquete, em agosto de 1996, motivo pelo qual não foi considerada neste trabalho, visto que sua aplicação prática e seus resultados não teriam influência nos aspectos decisórios dos dados aqui utilizados.



## 2.4 A norma da WECC

A Cooperativa de Calibração do Oeste Europeu significa a colaboração dos membros de certificação nacional de laboratórios de calibração na Europa e suas atividades começaram em 1976.

Seu objetivo é levantar e manter confiança mútua entre os membros de certificação de forma a se obter um estado de concordância mútua nas operações equivalentes dos membros de certificação e dos certificados emitidos. O pré-requisito necessário para a equivalência técnica dos certificados de calibração é que a incerteza estabelecida nestes documentos seja avaliada e expressa de modo harmônico.

O tratamento da incerteza indicado pela WECC apresenta resultados que são consistentes com a recomendação INC-1 do CIPM, conforme republicação deste guia conduzida pela EAL (Cooperativa Européia para Certificação de laboratórios).

### 2.4.1 Conceituação

A incerteza da medição é uma estimativa daquela parte da expressão do resultado de uma medição, caracterizando a faixa de valores dentro da qual o valor verdadeiro da quantidade medida se encontra.

O valor medido será obtido pela função:

$$Y = G ( X_1, X_2, \dots, X_i, \dots, X_v ) \quad 2.11$$

onde:  $i = 1, 2, \dots, v$ .

$Y$  é o item medido

$X_i$  são os dados de entrada no cálculo do valor medido final.

Os valores verdadeiros de  $X_i$  geralmente não são conhecidos e as suas estimativas  $x_i$  são usadas como dados de entrada na avaliação da incerteza total do resultado da medição. A medida da incerteza dos valores estimados  $x_i$  é a variância experimentalmente determinada  $s_{x_i}^2$  ou o correspondente desvio padrão  $S_{x_i}$ .

## 2.4.2 Formulação das variáveis de entrada

### 2.4.2.1 Quantidades medidas repetidamente

Quando são realizadas  $n$  repetições simples independentes, a estimativa do valor verdadeiro  $x_i$ , da variável  $S_i$ , é a média aritmética dos valores individuais medidos  $v_{i,j}$  ( $j= 1, 2, \dots, n$ ):

$$x_i = \bar{v}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n v_{i,j} \quad 2.12$$

Uma estimativa do desvio padrão da distribuição de valores  $S_v$  é dada por:

$$s_{v_i} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[ \sum_{j=1}^n (v_{i,j} - \bar{v}_i)^2 \right]} \quad 2.13$$

A estimativa do valor da variância experimental de  $x_i$  é dada por:

$$s_{x_i}^2 = \frac{1}{n} s_{v_i}^2 \quad 2.14$$

### 2.4.2.2 Valores simples e quantidades de influência

Se um único valor da quantidade  $X_i$  é conhecido, isto é, um simples valor medido, um valor resultante de uma medição prévia, um valor

da literatura ou um valor corrigido, então este valor deve ser usado para  $x_i$ . As variâncias  $s_{x_i}^2$  são adotadas onde elas são dadas, caso contrário devem ser estimadas em experiências.

Se uma distribuição populacional pode ser assumida, baseado na teoria ou na experiência, então a variância desta distribuição deve ser tomada como  $s_{x_i}^2$ .

Se somente os limite superior(u) e inferior(l),  $a_{u,i}$  e  $a_{l,i}$ , podem ser estimados para a quantidade de influência, então usa-se para a estimativa do valor esperado:

$$x_i = \frac{1}{2}(a_{u,i} + a_{l,i}) \quad 2.15$$

e para a variância:

$$s_{x_i}^2 = \frac{1}{12}(a_{u,i} - a_{l,i})^2 \quad 2.16$$

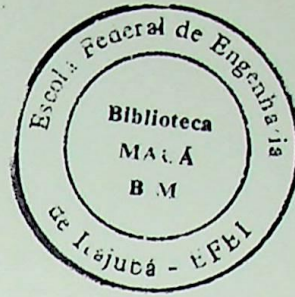
e sendo:

$$a_{u,i} - a_{l,i} = 2a_i \quad 2.17$$

tem-se:

$$s_{x_i}^2 = \frac{1}{3}a_i^2 \quad 2.18$$

As equações desde 2.15 até 2.18 correspondem à distribuição retangular de quantidades observadas, entre seus limites inferior e superior.



### 2.4.3 Cálculo do resultado

#### 2.4.3.1 Resultado de uma medição

O resultado de uma medição  $y$  (como um valor estimado para o valor verdadeiro da quantidade  $Y$ ) é calculado pela substituição de  $X_i$  pelos valores dados  $x_i$  na equação inicial:

$$y = G(x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_v) \quad 2.19$$

#### 2.4.3.2 Variância

Para dados não correlacionados, a variância do resultado é dada por:

$$s_y^2 = \sum_{i=1}^v \left( \frac{\partial G}{\partial X_i} \right)^2 \cdot s_{x_i}^2 \quad 2.20$$

onde  $\left( \frac{\partial G}{\partial X_i} \right)$  é a derivada parcial da função  $G$  em relação a quantidade  $X_i$  tendo sido substituída pelos valores  $x_i$ . Isto descreve como o resultado está relacionado com cada uma das variáveis de entrada. A variância do resultado da medição é então dada pela adição das variáveis correspondentes aos diferentes componentes multiplicados pelos quadrados das derivadas parciais relevantes. Se a função  $G$  é uma função linear de todos  $X_i$ , que é freqüentemente o caso das medições diretas, todas as derivadas parciais  $\left( \frac{\partial G}{\partial X_i} \right)^2$  são iguais a 1.

$$s_y^2 = \sum_{i=1}^v s_{x_i}^2 \quad 2.21$$

ou

$$(s_y)^2 = \sum_{i=1}^v (s_{x_i})^2 \quad 2.22$$

#### 2.4.4 Incerteza expandida da medição

A raiz quadrada positiva da variância  $s_y^2$ , isto é, o desvio padrão  $s_y$ , é uma medida da incerteza combinada do resultado  $Y$ . No campo da calibração é recomendado por esta norma que uma incerteza expandida da medição,  $\pm u$ , seja estabelecida, obtida pela multiplicação do desvio  $s_y$  por um fator  $k$ :

$$u = k \cdot s_y \quad 2.23$$

A WECC decidiu usar o fator  $k=2$  que no caso da distribuição normal significa que os limites da incerteza expandida são válidos para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

#### 2.4.5 Apresentação da incerteza

##### 2.4.5.1 Incerteza estimada

A estimação da incerteza para um procedimento de medição deve incluir todas as fontes de incertezas, as correspondentes variâncias (ou desvios padrão) e os métodos de cálculo ou estimação. Para medições repetidas, o número de medições  $n$  também deve ser apresentado. O valor numérico do resultado deve ser arredondado ao nível do último algarismo significativo da incerteza estabelecida.

##### 2.4.5.2 Certificado de calibração

No certificado de calibração o resultado da medição  $y$  e a incerteza expandida  $u$  devem ser apresentados na forma  $(y \pm u)$ . Uma nota

adicional deve dizer que a incerteza relatada foi estabelecida com o desvio padrão multiplicado pelo fator  $k=2$  e que o desvio padrão foi calculado considerando todas as contribuições de incertezas originadas das medições, do método de calibração, das condições ambientais e de toda e qualquer outra fonte de incerteza, de acordo com o **WECC DOC.19**.

## **2.5 A norma ISO-TAG4**

Esta norma “Expressão da Incerteza” foi elaborada em 1993 pelo grupo técnico consultivo  $n^{\circ}4$ , grupo de trabalho  $n^{\circ}3$ , atendendo a designação do **CIPM**, para que fosse estabelecido um guia para a expressão da incerteza da medição. Este guia segue as recomendações **INC-1** do **CIPM**.

### **2.5.1 Conceituação**

**Incerteza:** parâmetro associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem, razoavelmente, ser atribuídos ao mensurando;

**Incerteza padrão:** incerteza do resultado de uma medição expressa como um desvio padrão;

**Avaliação tipo “A”:** método de avaliação de incerteza pela análise estatística de uma serie de observações;

**Avaliação tipo “B”:** método de avaliação de incerteza por outros meios diferentes da análise estatística de uma serie de observações;

**Incerteza padrão combinada:** incerteza do resultado da medição quando este é obtido de valores de outras medições com suas

correspondentes incertezas, sendo dado pela raiz quadrada positiva do somatório das variâncias destas medições componentes;

**Incerteza expandida:** intervalo em torno do resultado de uma medição que pode, razoavelmente, envolver a maior parte da distribuição de valores atribuída ao mensurando. Um nível de confiança estará sempre associado à incerteza expandida;

**Fator de cobertura:** fator numérico usado como um multiplicador da incerteza padrão combinada de forma a obter a incerteza expandida. É este fator que define o nível de confiança associado à incerteza do resultado.

O objetivo da medição é determinar o valor do mensurando que é o valor da quantidade particular a ser medida. A medição começa com a especificação apropriada do mensurando, do método e do procedimento de medição.

Em geral, o resultado de uma medição é apenas uma aproximação ou estimativa do valor do mensurando e então somente estará completa quando estiver acompanhada por uma afirmação da incerteza da estimativa. Em geral uma medição tem imperfeições que levam a erros no resultado medido. Estes erros possuem, tradicionalmente, dois componentes chamados: aleatórios (tipo "A") e sistemáticos (tipo "B").

A incerteza do resultado de uma medição reflete a variação entre o valor medido e o valor exato conhecido.

A variância estimada  $u^2$ , caracterizando um componente da incerteza obtido de avaliação tipo "A", é calculada de uma serie de observações repetidas e é a variância estimada estatisticamente  $s^2$ .

Seu desvio padrão  $u$ , a raiz quadrada positiva de  $u^2$ , é então igual a  $s$ , e em alguns casos é chamado de incerteza padrão tipo “A”.

Para um componente obtido de uma avaliação tipo “B”, a variância estimativa  $u^2$  é avaliada usando conhecimentos viáveis e o desvio padrão estimado  $u$  é algumas vezes chamado de incerteza padrão tipo “B”.

### 2.5.2 Fontes de incerteza

Na prática há muitas fontes possíveis de incerteza em uma medição, incluindo:

- a) definição incompleta do mensurando;
- b) amostra não representativa;
- c) conhecimento inadequado dos efeitos do ambiente no mensurando;
- d) medição imperfeita das condições ambientais;
- e) pessoal tendencioso em leituras de instrumentos analógicos;
- f) valores inexatos de padrões e referências materiais;
- g) valores inexatos de constantes e outros parâmetros obtidos de fontes externas e usados em algoritmos;
- h) aproximações e suposições incorporadas no método e procedimento de medição;
- i) variações em observações repetidas de um mensurando, sob condições aparentemente idênticas.

### 2.5.3 Avaliação da incerteza padrão

A estrutura estatística para a avaliação da incerteza padrão é a seguinte:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad 2.24$$

onde:

$Y$  é o mensurando



$f$  é a função

$X_i$  são quantidades variáveis  $i = 1, 2, \dots, N$

Uma estimativa do mensurando  $Y$ , denotada por  $y$  é obtida da equação anterior usando quantidades estimativas  $x_i$  em lugar das quantidades  $X_i$ . Tem-se então:

$$y = \bar{Y} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N Y_k = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N f(X_{1,k}, X_{2,k}, \dots, X_{N,k}) \quad 2.25$$

Na maioria dos casos a melhor estimativa do valor esperado  $\mu_q$ , de uma quantidade  $q$ , que varia aleatoriamente, é dada por:

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad 2.26$$

A variância experimental das observações, a qual estima a variância da distribuição de probabilidade de  $q$ ,  $\sigma^2$ , é dada por:

$$s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2 \quad 2.27$$

A melhor estimativa da variância da média  $\sigma^2(\bar{q}) = \sigma^2/n$  é dada por:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad 2.28$$

Em outros casos é somente possível estimar os limites inferior ( $a_l$ ) e superior ( $a_u$ ) de  $X_i$ . Tem-se então que o valor esperado de  $X_i$  será:

$$x_i = (a_l + a_u)/2 \quad 2.29$$

A variância associada será:

$$u^2(x_i) = (a_u - a_l)^2/12 \quad 2.30$$

sendo a diferença:

$$a_u - a_l = 2a \quad 2.31$$

tem-se:

$$u^2(x_i) = a^2/3 \quad 2.32$$

A incerteza padrão combinada  $u_c(y)$  é a raiz quadrada positiva da variância combinada:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) \quad 2.33$$

#### 2.5.4 Incerteza expandida

A incerteza expandida é obtida pela multiplicação da incerteza padrão por um fator de cobertura que agrega um nível de confiança à estimativa, conforme indicado na tabela 2.1.

$$U = k \cdot u_c(y) \quad 2.34$$

fator de cobertura	nível de confiança (%)
2	95
3	99

Tabela 2.1 - Fatores de cobertura e níveis de confiança - ISO TAG4

Ao se relatar o resultado final da medição e sua correspondente incerteza, deve ser citado qual o fator de cobertura empregado e o correspondente nível de confiança.

## 2.6 A norma NIS 80 NAMAS

Esta publicação segue a orientação da recomendação INC-1 do CIPM e da ISO-TAG4 para a expressão da incerteza em testes e se apresenta como uma primeira tentativa envolvendo a concepção NAMAS na expressão da incerteza de medição para testes de laboratórios. No intuito de manter a recomendação geral e sua forma, não serão incluídos nesta publicação as fórmulas visto que já se encontram nos documentos “guia” citados.

### 2.6.1 Princípios gerais

O objetivo da medição é determinar o valor do mensurando, isto é, a quantidade específica sujeita à medição. A medição começa com uma especificação apropriada do mensurando, com o método genérico de medição e com os detalhes específicos do procedimento de medição. Em geral nenhuma medição ou teste é perfeita, dando origem a erros de medição no resultado final. Conseqüentemente, o resultado de uma medição é somente uma aproximação do valor do mensurando e somente estará completa quando acompanhado pela indicação da incerteza desta aproximação.

Os erros da medição podem ter dois grupos de componentes; um aleatório (tipo “A”- avaliado por cálculos estatísticos de uma série de observações repetidas) e o outro sistemático (tipo “B”- avaliado por outros meios, como por exemplo o julgamento de dados de certificados de calibrações, por medições prévias ou por outras informações relevantes).

Os componentes sistemáticos também não podem ser totalmente eliminados, porém eles podem ser reduzidos, isto é, uma correção pode ser feita para um erro que reconhecidamente provenha de um efeito sistemático.

Os componentes da incerteza são avaliados por métodos apropriados e cada um é expresso como um desvio padrão e referido a uma incerteza padrão.

Os componentes padrão da incerteza são combinados para produzir uma incerteza padrão combinada. Na maioria dos casos isto é reduzida a raiz quadrada da soma dos quadrados das incertezas padrão dos componentes (método da raiz quadrada da soma dos quadrados).

Uma incerteza expandida é usualmente requerida para satisfazer as necessidades das aplicações industriais, comerciais, de saúde e de segurança. Esta incerteza é obtida pela multiplicação da incerteza combinada por um fator de cobertura  $k$ . A escolha deste fator reflete um nível de confiança requerido, e considerando distribuições normais, serão dados conforme indicado na tabela 2.2.

fator de cobertura	nível de confiança (%)
2	95
3	99

Tabela 2.2 - Fatores de cobertura e níveis de confiança - NIS 80

### 2.6.2 Fontes de incerteza

Existem muitas fontes possíveis de incerteza em testes, incluindo:

- a) definição incompleta do teste, isto é, requisitos não claramente descritos;
- b) execução imperfeita do procedimento de teste;
- c) amostragem não representativa;

- d) conhecimento inadequado dos efeitos das condições ambientais no processo de medição, ou medição imperfeita das condições ambientais;
- e) tendências pessoais na leitura de instrumentos analógicos;
- f) resolução do instrumento ou erro na escala de graduação;
- g) valores previamente estabelecidos para padrões de medição e materiais de referência;
- h) mudanças nas características ou performance de um instrumento de medição desde a última calibração;
- i) valores de constantes e outros parâmetros usados em avaliação de dados;
- j) aproximações, correções e suposições incorporadas no método e procedimento de medição;
- l) variações em observações repetidas realizadas aparentemente sob condições idênticas. Tais efeitos aleatórios podem ser causados, por exemplo, por pequena flutuação nas condições ambientais, isto é, na temperatura, umidade e pressão do ar, por variabilidade na performance do operador, etc.

### **2.6.3 Razões para determinação da incerteza**

A incerteza do resultado de um teste deve ser considerada quando se interpreta os dados. Por exemplo, a comparação de resultados de lotes diferentes de materiais não indicará diferenças reais nas propriedades ou performances se as diferenças observadas puderem simplesmente estar dentro da faixa de variação inerente ao procedimento de teste. Similarmente, um desvio de um valor especificado para a propriedade ou performance do produto não será estabelecida como real se a diferença dele e o resultado do teste estiver dentro da faixa de incerteza.

Os resultados de alguns tipos de testes são sujeitos a grandes incertezas, por exemplo, quando testes são efetuados em amostras

que são inconsistentes em suas propriedades. Nestes casos pode ser acertado que mesmo uma incerteza relativamente grande da medição pode ser ignorada, comparada com a variação da amostra.

Uma estimativa (ou pelo menos uma simples consideração) dos componentes que contribuem para a incerteza total de uma medição ou resultado de teste, fornece um meio de estabelecimento da confiabilidade do equipamento de medição usado.

#### **2.6.4 Método de apresentação dos resultados**

As seguintes informações devem constar no relatório do teste efetuado:

- a) método utilizado para o cálculo do resultado e sua incerteza;
- b) lista dos componentes da incerteza e documentação indicando como eles foram avaliados;
- c) documentação suficiente de cada etapa e os respectivos e cálculos análise de dados, que possibilitem a repetição dos cálculos, se necessário;
- d) todas as correções e constantes usadas na análise e suas fontes.

No relatório do resultado e sua incerteza, o uso de uma quantidade excessiva de dígitos (algarismos significativos) deve ser evitado. Na maioria dos casos a incerteza precisa ser expressa com não mais do que dois algarismos significativos. No entanto pelo menos um algarismo a mais deve ser usado durante o estágio de cálculo e combinação dos componentes da incerteza, de modo a minimizar os erros de arredondamento.

Um resultado de medição relatado junto com sua incerteza expandida apropriada para o nível de 95% de confiança, seria assim apresentado:

valor medido  $\Rightarrow$  100,1 (unidades)

incerteza da medição  $\Rightarrow$   $\pm$  0,1 (unidades)

A incerteza relatada é uma incerteza expandida baseada no desvio padrão de 0,05 (unidades), multiplicado pelo fator de cobertura  $k=2$  que fornece um nível de confiança de aproximadamente 95%.

## 2.7 A norma NIS 3003 NAMAS

Esta norma foi elaborada, em sua oitava edição, em maio de 1995 com o objetivo de seguir as recomendações INC-1 do CIPM e da ISO-TAG4 no que refere ao consenso internacional para a expressão da incerteza da medição.

### 2.7.1 Conceitos

Uma expressão do resultado de uma medição estará incompleta se não incluir a afirmação da sua incerteza. A incerteza de um resultado de medição é um parâmetro que caracteriza a dispersão do valor que pode razoavelmente ser atribuída ao mesurando. Ela estabelece a faixa de valores dentro da qual o mensurando é previsto de ser encontrado com um nível de confiança estabelecido. É essencial distinguir o termo “erro” do termo “incerteza” num resultado de medição. O erro é a diferença entre o resultado da medição e o valor verdadeiro ou valor convencional conhecido. Sempre que possível, uma correção deve ser feita na medição, de valor igual e sinal oposto ao erro definido.

O CIPM recomenda o desvio padrão como medida da dispersão da distribuição dos resultados de uma medição, mas isto não é suficiente no campo da calibração onde um intervalo de confiança deve ser definido.

A base para o tratamento da incerteza nesta publicação é a suposição de que todos os componentes da incerteza podem ser tratados do mesmo modo, independentemente da natureza dos seus erros associados.

As distribuições que podem descrever adequadamente a variação do resultado da medição são: normal, retangular, tipo "U", trapezoidal; porém a distribuição normal é a mais comum.

Os componentes da incerteza são classificados da forma tradicional em aleatórios (tipo "A") e sistemáticos (tipo "B"), sendo os primeiros avaliados por métodos estatísticos e os outros por métodos não estatísticos.

### 2.7.2 Estrutura estatística

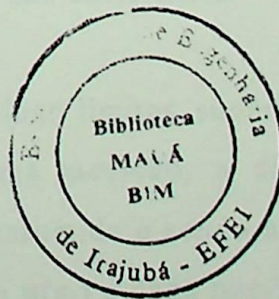
O processo de medição pode usualmente ser representado por uma relação funcional entre as quantidades estimadas de dados e o resultado estimado:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad 2.35$$

O valor médio  $\bar{x}$ , é dado por:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N x_k \quad 2.36$$

A dispersão dos resultados será dada por:





$$s = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^N (x_k - \bar{x})^2} \quad 2.37$$

Dos resultados de uma amostra simples de medições, uma estimativa  $s(x_k)$  pode ser feita, do desvio padrão de toda a população, sendo dada por:

$$s(x_k) = \sqrt{\frac{1}{(N-1)} \sum_{k=1}^N (x_k - \bar{x})^2} \quad 2.38$$

O desvio padrão estimado de um valor médio, não corrigido, de uma medição é dado por:

$$s(\bar{x}) = \frac{s(x_k)}{\sqrt{N}} \quad 2.39$$

O termo incerteza padrão,  $u(x_i)$ , é usado para a incerteza do resultado de uma medição, sendo então:

$$u(x_i) = s(\bar{x}) \quad 2.40$$

A equação da estimativa do desvio padrão da população mostra o benefício de se aumentar o número de medições. É usualmente desnecessário fazer mais do que 10 (dez) determinações e frequentemente 4 (quatro) medições são suficientes.

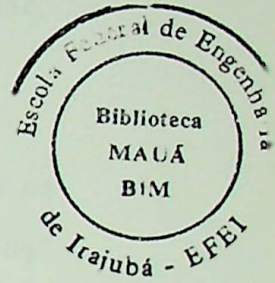
Quando é possível somente determinar limites superior e inferior para os efeitos sistemáticos em uma medição, a distribuição de probabilidade retangular pode ser assumida e sendo  $a_i$  a metade da faixa de variação, a incerteza padrão  $u(x_i)$  é dada por:

$$u(x_i) = \frac{a_i}{\sqrt{3}} \quad 2.41$$

### 2.7.3 Fontes possíveis de variação

Entre as principais fontes de variação destacam-se:

- a) a incerteza relatada por uma referência padrão e qualquer tendência ou instabilidade no seu valor ou leitura;
- b) o procedimento operacional;
- c) a calibração;
- d) a resolução do equipamento;
- e) os efeitos das condições ambientais.



### 2.7.4 Incerteza da medição

Uma incerteza obtida de uma calibração certificada, onde o nível de confiança e um fator de cobertura  $k$  tenha sido relatado, pode ser tratada como tendo uma distribuição normal de probabilidade e a incerteza padrão será dada por:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza expandida}}{k} \quad 2.42$$

Para uma distribuição de probabilidade retangular, tem-se:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza expandida}}{\sqrt{3}} \quad 2.43$$

Quando se utiliza fator  $k=3$ , tem-se:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza expandida}}{3} \quad 2.44$$

A incerteza padrão combinada será dada por:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)} \cong \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)} \quad 2.45$$

onde:  $c_i$  é um coeficiente de sensibilidade dado pela derivada parcial  $\frac{\partial f}{\partial x_i}$ .

Uma avaliação típica da incerteza padrão combinada é a seguinte:

$$u_c(y) = \sqrt{\left[\frac{c_1 U_1}{k}\right]^2 + \frac{c_2^2 a_2^2 + c_3^2 a_3^2}{3} + c_4^2 u^2(x_4)} \quad 2.46$$

onde:

$U_1 \Rightarrow$  tem distribuição de probabilidade normal;

$a_2$  e  $a_3 \Rightarrow$  são limites da distribuição de probabilidade retangular;

$u(x_4) \Rightarrow$  é obtido da avaliação tipo "A"

A incerteza expandida será dada pela expressão abaixo, sendo os fatores de cobertura e os respectivos níveis de confiança apresentados na tabela 2.3.

$$U = k \cdot u_c(y) \quad 2.47$$

fator de cobertura	nível de confiança(%)
2	95
3	99

Tabela 2.3 - Fatores de cobertura e níveis de confiança - NIS 3003

O relatório do resultado deverá apresentar a seguinte observação:  
 "A incerteza relatada é baseada em uma incerteza padrão multiplicada por um fator de cobertura  $k=2$  (por exemplo), fornecendo um nível de confiança de aproximadamente 95%".

## 2.8 Comparação entre as normas

Apresenta-se a seguir uma tabela comparativa dos principais conceitos das normas avaliadas neste capítulo, visando a verificação de suas concordâncias e discrepâncias.

	ISO 5725 (1981)	WECC (1990)	ISO TAG4 (1993)	NIS 80 (1994)	NIS 3003 (1995)
Recomendação INC-1	Não segue	Irá seguir	Segue	Segue	Segue
Fontes de erros avaliadas	Aleatórias	Aleatórias e Sistemáticas	Aleatórias e Sistemáticas	Idem ISO-TAG4	Idem ISO TAG4
Distribuições de Probabilidades Previstas	Normal	Normal e Retangular	Normal e Retangular	Idem ISO TAG4	Idem ISO TAG4
Incerteza Combinada	$\sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2}$	$\sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2}$	$\sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2}$	$\sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2}$	$\sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2}$
Incerteza Expandida	k=2 95%	k=2 95%	k=2 95% k=3 99%	k=2 95% k=3 99%	k=2 95% k=3 99%
<b>REPRESENTAÇÕES</b>					
Média	m	$x_i$ $\bar{U}_i$	$\bar{q}$	$\bar{q}$	$\bar{q}$
Variância	$s_{ij}^2$	$s_{x_i}^2$ $s_y^2$	$s^2(q_k)$	$s^2(q_k)$	$s^2(q_k)$
Incerteza Combinada	$s_{ij}$	$s_{x_i}$ $s_y$	$u_c(y)$	$u_c(y)$	$u_c(y)$
Incerteza Expandida	r R	u	U	U	U

Tabela 2.4 - Comparação entre normas

Visando atingir o objetivo estabelecido neste trabalho, de apresentar um sistema de determinação da incerteza da medição em ensaios de consistência de massas de dinamites, em consonância com as normas internacionais, foram avaliados os conceitos comparados apresentados na tabela 2.4.

Acrescenta-se que as suposições das distribuições de probabilidades das medições assumirem a forma da distribuição normal de probabilidades podem ser apoiadas na teoria estatística do teorema do limite central, cuja representação gráfica segue apresentada na figura 2.1.

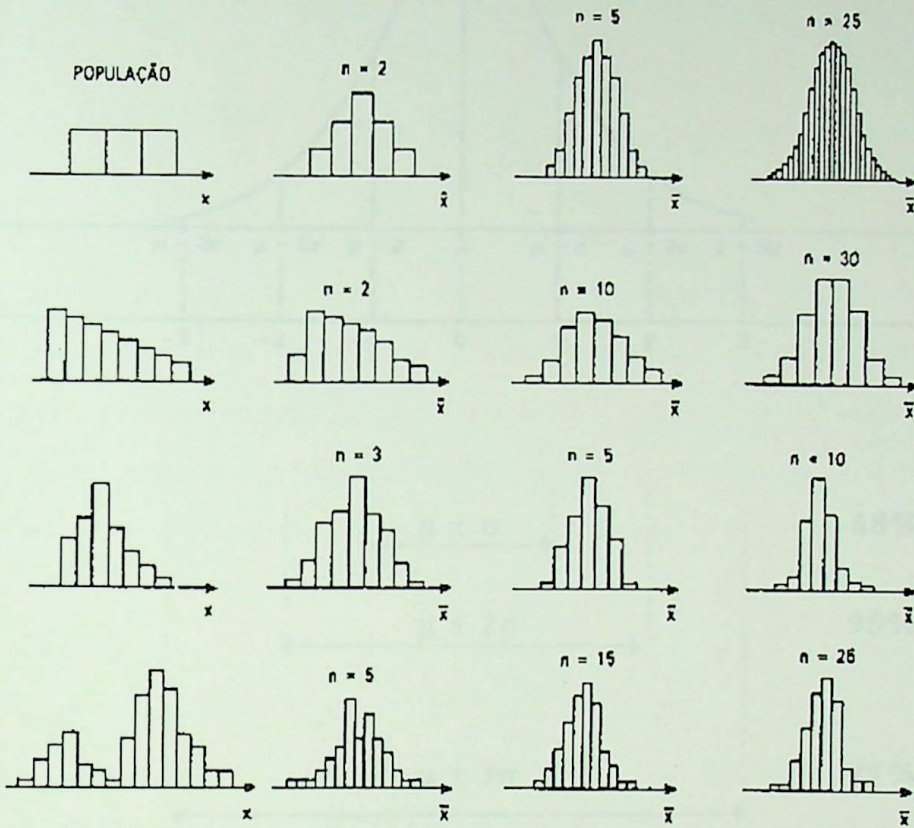


Figura 2.1 - Suposição de normalidade com o aumento do tamanho da amostra e/ou distribuição amostral

Os fatores de cobertura estão associados às quantidades de desvios padrão que são considerados ao redor do valor médio das medidas, conforme indicado na figura 2.2, e por sua vez trazem associado a si os respectivos valores de nível de confiança.

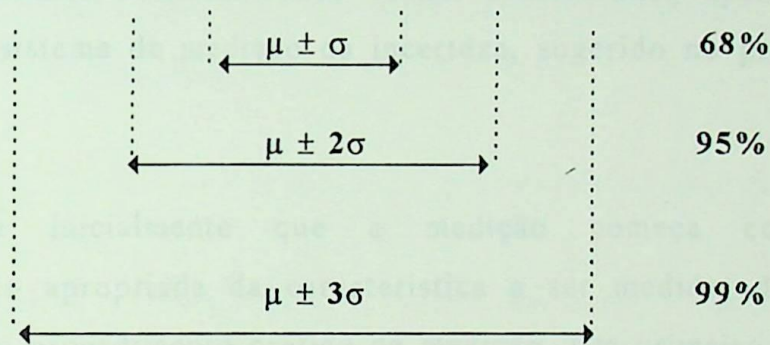
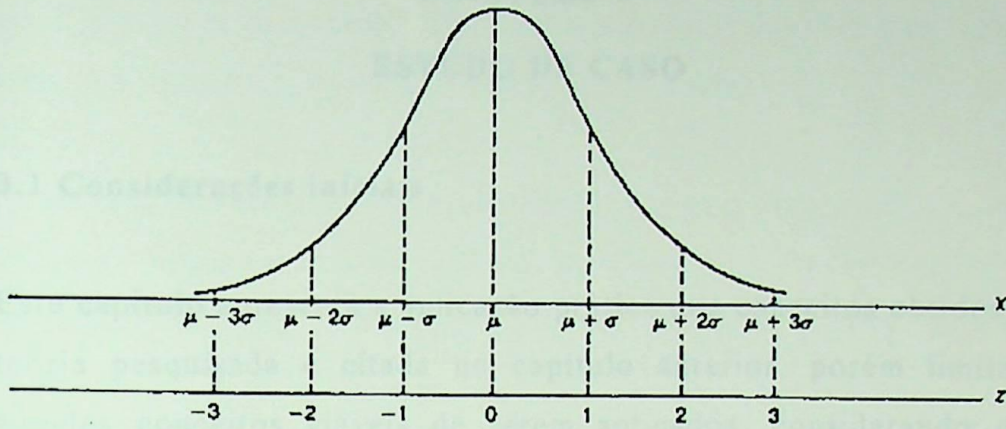


Figura 2.2 - Fatores de cobertura e níveis de confiança.

Utilizou-se inicialmente os conceitos oriundos da norma **ISO 5725**, que foi a primeira referência conseguida; e posteriormente foi verificada a maior abrangência da norma **ISO TAG4**, envolvendo os aspectos sistemáticos, além dos aspectos aleatórios.

A aplicação destas duas normas é idêntica para os aspectos aleatórios, conforme indicado na tabela 2.4, o que viabiliza afirmar que com a aplicação da norma **ISO 5725** para estes aspectos estaria-se aplicando também a norma **ISO TAG4**, isto é, iniciava então, a aplicação da norma padrão internacional.

Os dados práticos correspondentes a estas aplicações estão indicados no capítulo que segue.

## CAPÍTULO 3

### ESTUDO DE CASO

#### 3.1 Considerações iniciais

Este capítulo apresenta a aplicação prática dos conceitos obtidos na teoria pesquisada e citada no capítulo anterior, porém limitada àqueles conceitos viáveis de serem aplicados, considerando que alguns outros conceitos extrapolam o âmbito previsto para o presente trabalho e assim sendo foram considerados apenas no modelo de sistema de medição da incerteza, sugerido no próximo capítulo.

Verificou-se inicialmente que a medição começa com a especificação apropriada da característica a ser medida, do seu método e do procedimento prático de medição. Um primeiro passo dado então, foi o de, paralelamente à busca da teoria indicada no capítulo anterior, partir para a definição destes itens.

A especificação correta da característica “Consistência” ficou estabelecida como sendo o grau de resistência da massa do explosivo à penetração de uma agulha, em uma quantidade padrão de massa e em um tempo pré-estabelecido. A faixa de valores especificada para esta característica foi estabelecida nas experiências realizadas pelo elemento avaliador, da empresa de distribuição dos produtos na FPV - Piquete, utilizando o primeiro equipamento desenvolvido que posteriormente passou a ser chamado de “Penetrômetro antigo”.

Esta faixa ideal estabelecida para a “consistência” foi de:

[180  $\Leftrightarrow$  210] ( $10^{-1}$  mm)

3.01

obtida nos testes realizados no laboratório da área de controle da qualidade, um dia após a fabricação da massa, isto é, com massa extraída de cartuchos de dinamites (já embaladas).

O método de teste e seu procedimento foram estabelecidos pelas áreas de Engenharia e de Garantia da Qualidade (anexo F), isto é, as condições básicas para se efetuar uma medição começavam a ser atendidas.

Um segundo passo foi pesquisar as demais fontes possíveis de erro sendo que aquelas identificadas como factíveis passaram a ser corrigidas gradativamente, como por exemplo:

- a) diferentes operadores executando o acompanhamento de uma mesma amostra;
- b) uma mesma amostra sendo avaliada em mais de um local (produção, paiol, DGQ);
- c) uma mesma amostra sendo avaliada em mais de um equipamento;
- d) nenhuma consideração sendo feita quanto as condições ambientais (temperatura, umidade do ar);
- e) nenhuma preocupação com a variação do tempo entre o momento de produção e o momento da análise;
- f) nenhuma consideração sendo feita quanto a rastreabilidade das matérias primas, do processo e da equipe operacional;
- g) nenhuma consideração quanto aos dados espúrios.

Apresenta-se neste estudo a evolução dos resultados de medição, para efeito comparativo, visto que a implantação das melhorias e controles se deram gradativamente, de acordo com suas identificações, o que serve também para indicar o avanço obtido com o andamento do estudo.



Ressalta-se que o início do trabalho para definição da incerteza da medição se deu através da utilização da norma ISO 5725.

### 3.2 A técnica de identificação de dados espúrios

São duas as técnicas (Dixon e Cochran) apresentadas na norma ISO 5725, que permitem a identificação e eliminação de dados discrepantes que comprometem a análise dos dados obtidos.

Estas técnicas são baseadas em medidas de dispersões relativas e após entrarem em uso, passaram a auferir maior credibilidade à análise estatística e à consequente decisão estabelecida.

Cabe ressaltar que esta foi a primeira providência, analítica, implantada com o objetivo de aumentar a confiabilidade das medições.

O teste de Dixon utilizado neste estudo apresenta três pares de fórmulas para a identificação de erros ou espúrios, a saber:

$$a) \quad Q_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)} \quad \text{ou} \quad Q_{10} = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)} \quad 3.02$$

Obs: - aquele que for o maior será usado para comparação;  
- para tamanho de amostra entre 3 e 7, inclusive ambos.

$$b) \quad Q_{11} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H-1) - z(1)} \quad \text{ou} \quad Q_{11} = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(2)} \quad 3.03$$

Obs: - aquele que for o maior será usado para comparação;  
- para tamanho de amostra entre 8 e 12, inclusive ambos.

$$c) \quad Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} \quad \text{ou} \quad Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} \quad 3.04$$

- Obs: - aquele que for o maior será usado para comparação;  
 - para tamanho de amostra entre 13 e 40, inclusive ambos.

Os duplos índices dos quocientes ( $Q_{ab}$ ) se referem, respectivamente, à dispersão do numerador e à dispersão do denominador, indicando:

- a (primeiro índice, referente ao numerador): indica qual a quantidade de termos que será considerada na avaliação da dispersão, além do termo extremo;
- b (segundo índice, referente ao denominador): indica qual a quantidade de termos que será desprezada no cálculo da dispersão, incluindo um dos extremos.

Os termos  $z(i)$  se referem aos dados do Rol, sendo  $i$  o valor indicativo da posição no Rol (  $H$  é o último valor do Rol).

Os valores dos quocientes calculados,  $Q_{(a,b)c}$ , são comparados com os valores dos quocientes tabelados  $Q_{(a,b)t}$ .

Todos os cálculos serão efetuados com os dados na forma de Rol, isto é, com os valores das observações apresentados em ordem crescente de valor, da esquerda para a direita, e de cima para baixo.

O maior dos resultados de quocientes será comparado com os valores críticos da tabela de Dixon (anexo G) que indicará:

$p > 5\%$  , isto é, o valor da dispersão relativa do teste de Dixon, é menor do que o valor da dispersão relativa crítica tabelada a 5%, o que indica que os valores testados são considerados **corretos**.

$5\% > p > 1\%$ , isto é, o valor da dispersão relativa do teste de Dixon está entre o valor da dispersão relativa crítica tabelada a 5% e o valor da dispersão

relativa crítica tabelada a 1%, o que indica que os valores testados são considerados como **erros** e deverão ser substituídos, após identificação e correção das falhas.

$p < 1\%$ , isto é, o valor da dispersão relativa do teste de Dixon é maior do que o valor da dispersão relativa crítica tabelada a 1%, o que indica que os valores testados são considerados **espúrios**, devendo ser desprezados, após identificação da causa para futuras correções.

$p$  é a probabilidade do valor observado, no teste estatístico.

Apresenta-se a seguir algumas análises efetuadas em dados experimentais coletados, nas quais procurou-se utilizar os valores de dispersão relativa calculada, com aproximação de milésimos, para possibilitar a comparação com os valores tabelados.

Estes dados estão indicados nas tabelas de número 3.1 até 3.15 e foram agrupados na tabela 3.16, sendo que se referem ao período em que existia apenas um equipamento para avaliação da consistência.

Os demais cálculos seguiram as expressões:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad [2.12] \quad s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \quad [2.27] \quad s = \sqrt{s^2} \quad [2.13]$$

onde:

- $x_i$        $\Rightarrow$  valores das observações
- $\bar{x}$          $\Rightarrow$  média dos valores das observações
- $s^2, s$      $\Rightarrow$  variância e desvio padrão dos valores das observações, respectivamente.

**Testes de identificação de dados espúrios (tabelas de 3.1 a 3.15)**

<p><b>Medidas</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p>282, 285, 274, 268, 272, 258, 266, 262, 273, 260, 260, 262, 257, 265, 275, 265, 272, 255, 269, 285, 264, 252, 269, 244, 251, 255, 245, 254, 257, 269</p>
<p><b>Rol</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p>244, 245, 251, 252, 254, 255, 255, 257, 257, 258, 260, 260, 262, 262, 264, 265, 265, 266, 268, 269, 269, 269, 272, 272, 273, 274, 275, 282, 285, 285</p>
<p><b>Cálculos</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p><math>\bar{x} = 264,2</math>      <math>s^2 = 111,73</math>      <math>s = 10,57</math></p>
<p><b>TESTE DE DIXON</b></p> $Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{251 - 244}{282 - 244} = \frac{7}{38} = 0,184$ $Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{285 - 282}{285 - 251} = \frac{3}{34} = 0,088$ <p>Maior valor de quociente calculado <math>\Rightarrow Q_{22} = 0,184</math></p>
<p><b>Conclusão:</b> Não existem dados espúrios para 99% de confiança, pois <math>Q_{(22)t} = 0,483</math>, para <math>p = 1\%</math>.</p>

Tabela 3.1- **Experimento:** A1 **Data:** 20/02/95 **Lotes:** 150091 a 150102

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

254, 267, 248, 254, 247, 249, 259, 236, 230, 237,  
240, 232, 228, 235, 237, 243, 241, 250, 234, 249,  
230, 223, 237, 252, 228, 225, 233, 238, 202, 233

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

202, 223, 225, 228, 228, 230, 230, 232, 233, 233,  
234, 235, 236, 237, 237, 237, 238, 240, 241, 243,  
247, 248, 249, 249, 250, 252, 254, 254, 259, 267

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 239,03 \quad s^2 = 162,05 \quad s = 12,73$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{225 - 202}{254 - 202} = \frac{23}{52} = 0,44$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{267 - 254}{267 - 225} = \frac{13}{42} = 0,309$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,440$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22),1} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

274, 280, 266, 283, 272, 272, 263, 297, 274, 271,  
272, 269, 268, 282, 267, 271, 279, 300, 254, 252,  
241, 248, 257, 253, 249, 223, 225, 220, 223, 222

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

220, 222, 223, 223, 225, 241, 248, 249, 252, 253,  
254, 257, 263, 266, 267, 268, 269, 271, 271, 272,  
272, 272, 274, 274, 279, 280, 282, 283, 297, 300

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 260,9 \quad s^2 = 476,55 \quad s = 21,83$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{223 - 220}{283 - 220} = \frac{3}{63} = 0,048$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{300 - 283}{300 - 223} = \frac{17}{77} = 0,220$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,220$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22)_1} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

228, 277, 268, 259, 253, 268, 251, 262, 267, 203,  
241, 233, 246, 202, 197, 240, 269, 245, 258, 228,  
274, 241, 252, 240, 203, 224, 198, 230, 223, 212

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

197, 198, 202, 203, 203, 212, 223, 224, 228, 228,  
230, 233, 240, 240, 241, 241, 245, 246, 251, 252,  
253, 258, 259, 262, 267, 268, 268, 269, 274, 277

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 239,73 \quad s^2 = 582,26 \quad s = 24,13$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{202 - 197}{269 - 197} = \frac{5}{72} = 0,069$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{277 - 269}{277 - 202} = \frac{8}{75} = 0,107$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,107$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22),\alpha} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

Tabela 3.4 - **Experimento: A4** **Data:** 21/02/95 **Lotes:** 150103 a  
150113

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

293, 278, 285, 278, 263, 274, 268, 265, 251, 248,  
250, 250, 252, 255, 262, 275, 284, 282, 276, 220,  
222, 227, 251, 229, 237, 232, 235, 226, 244, 248

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

220, 222, 226, 227, 229, 232, 235, 237, 244, 248,  
248, 250, 250, 251, 251, 252, 255, 262, 263, 265,  
268, 274, 275, 276, 278, 278, 282, 284, 285, 293

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 255,33 \quad s^2 = 438,90 \quad s = 20,95$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{226 - 220}{284 - 220} = \frac{6}{64} = 0,094$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{293 - 284}{293 - 226} = \frac{9}{67} = 0,134$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,134$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22)t} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .



**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

250, 237, 224, 254, 246, 247, 242, 244, 234, 230,  
232, 237, 243, 252, 240, 238, 246, 242, 240, 232,  
240, 242, 246, 240, 244, 251, 246, 244, 212, 221

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

212, 221, 224, 230, 232, 232, 234, 237, 237, 238,  
240, 240, 240, 240, 242, 242, 242, 243, 244, 244,  
244, 246, 246, 246, 246, 247, 250, 251, 252, 254

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 239,87 \qquad s^2 = 86,49 \qquad s = 9,3$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{224 - 212}{251 - 212} = \frac{12}{39} = 0,308$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{254 - 251}{254 - 224} = \frac{3}{30} = 0,1$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,308$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22),t} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

Tabela 3.6 - **Experimento:** A6 **Data:** 16/03/95 **Lotes:** 150138 a  
150148

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

276, 278, 275, 251, 266, 264, 252, 260, 227, 251,  
 237, 250, 243, 252, 267, 270, 208, 181, 220, 237,  
 163, 246, 235, 231, 236, 235, 240, 238, 245, 269

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

163, 181, 208, 220, 227, 231, 235, 235, 236, 237,  
 237, 238, 240, 243, 245, 246, 250, 251, 251, 252,  
 252, 260, 264, 266, 267, 269, 270, 275, 276, 278

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 243,43 \qquad s^2 = 676,00 \qquad s = 26,0$$

**TESTE DE DIXON**

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{208 - 163}{275 - 163} = \frac{45}{112} = 0,40$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{278 - 275}{278 - 208} = \frac{3}{70} = 0,042$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,400$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
 pois  $Q_{(22)t} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

264, 270, 205, 219, 270, 221, 226, 223, 222, 270,  
259, 259, 239, 260, 255, 257, 245, 249, 253, 254,  
253, 254, 246, 245, 229, 230, 220, 218, 243, 214

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

205, 214, 218, 219, 220, 221, 222, 223, 226, 229,  
230, 239, 243, 245, 245, 246, 249, 253, 253, 254,  
254, 255, 257, 259, 259, 260, 264, 270, 270, 270

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 242,4 \quad s^2 = 353,82 \quad s = 18,81$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{218 - 205}{270 - 205} = \frac{13}{65} = 0,20$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{270 - 270}{270 - 218} = \frac{0}{52} = 0$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,20$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
pois  $Q_{(22),t} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

Tabela 3.8 - **Experimento: A8** **Data:** 24/03/95 **Lotes:** 150157 a  
150166

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

257, 256, 260, 262, 250, 248, 234, 254, 256, 235,  
 243, 250, 215, 255, 256, 256, 252, 245, 245, 244,  
 253, 250, 247, 248, 251, 251, 224, 246, 203, 227

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

203, 215, 224, 227, 234, 235, 243, 244, 245, 245,  
 246, 247, 248, 248, 250, 250, 250, 251, 251, 252,  
 253, 254, 255, 256, 256, 256, 256, 257, 260, 262

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 245,77 \quad s^2 = 180,90 \quad s = 13,45$$

**TESTE DE DIXON**

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{224 - 203}{257 - 203} = \frac{21}{54} = 0,39$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{262 - 257}{262 - 224} = \frac{5}{38} = 0,132$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,390$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança,  
 pois  $Q_{(22),1} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

<p><b>Medidas</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p>245, 247, 250, 252, 246, 245, 250, 240, 245, 241,  243, 248, 240, 246, 249, 242, 245, 248, 246, 244,  240, 236, 184, 192, 237, 233, 242, 239, 236, 240</p>
<p><b>Rol</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p>184, 192, 233, 236, 236, 237, 239, 240, 240, 240,  240, 241, 242, 242, 243, 244, 245, 245, 245, 245,  246, 246, 246, 247, 248, 248, 249, 250, 250, 252</p>
<p><b>Cálculos</b> (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p><math>\bar{x} = 239,7</math>      <math>s^2 = 219,73</math>      <math>s = 14,82</math></p>
<p><b>TESTE DE DIXON</b></p> $Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{233 - 184}{250 - 184} = \frac{49}{66} = 0,74$ $Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{252 - 250}{252 - 233} = \frac{2}{19} = 0,105$ <p>Maior valor de quociente calculado <math>\Rightarrow Q_{22} = 0,74</math></p>
<p><b>Conclusão:</b> Existem dados espúrios (184 e 192), a 99% de confiança, pois <math>Q_{(22)t} = 0,483</math>, para <math>p = 1\%</math>.</p> <p>Eliminando-se estes valores tem-se: <math>Q_{22} = \frac{236 - 233}{250 - 233} = \frac{3}{17} = 0,177</math>.</p> <p>Assim, não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois obteve-se então <math>Q_{(22)t} = 0,483</math>, para <math>p = 1\%</math>.</p> <p>Os novos dados serão (em <math>10^{-1}</math> mm):</p> <p><math>\bar{x} = 243,39</math>      <math>s^2 = 22,67</math>      <math>s = 4,76</math></p>

Tabela 3.10 - **Experimento:**A10 **Data:** 25/04/95 **Lotes:** 150195 a 150199

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

238, 240, 270, 267, 287, 250, 233, 225, 230, 232,  
235, 235, 252, 241, 215, 247, 251, 240, 245, 253,  
244, 250, 254, 246, 248, 250, 300, 282, 275, 214

**ROL** (em  $10^{-1}$  mm):

214, 215, 225, 230, 232, 233, 235, 235, 238, 240,  
240, 241, 244, 245, 246, 247, 248, 250, 250, 250,  
251, 252, 253, 254, 267, 270, 275, 282, 287, 300

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 248,3 \quad s^2 = 388,88 \quad s = 19,72$$

**TESTE DE DIXON**

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{225 - 214}{282 - 214} = \frac{11}{68} = 0,162$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{300 - 282}{300 - 225} = \frac{18}{75} = 0,24$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,24$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois  $Q_{(22),1} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

249, 228, 237, 225, 234, 228, 233, 242, 252, 252,  
 245, 252, 256, 250, 222, 241, 250, 245, 226, 234,  
 240, 230, 223, 238, 235, 234, 233, 240, 235, 234

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

222, 223, 225, 226, 228, 228, 230, 233, 233, 234,  
 234, 234, 234, 235, 235, 237, 238, 240, 240, 241,  
 242, 245, 245, 249, 250, 250, 252, 252, 252, 256

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 238,1 \quad s^2 = 91,20 \quad s = 9,55$$

**TESTE DE DIXON**

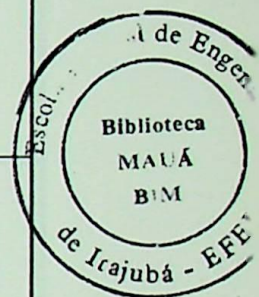
$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{225 - 222}{252 - 222} = \frac{3}{30} = 0,1$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{256 - 252}{256 - 225} = \frac{4}{31} = 0,13$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,13$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois

$$Q_{(22)t} = 0,483, \text{ para } p = 1\%.$$



**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

248, 267, 246, 243, 251, 231, 254, 255, 252, 250,  
237, 246, 270, 249, 245, 260, 261, 253, 253, 255,  
236, 237, 254, 253, 266, 255, 248, 241, 255, 248

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

231, 236, 237, 237, 241, 243, 245, 246, 246, 248,  
248, 248, 249, 250, 251, 252, 253, 253, 253, 254,  
254, 255, 255, 255, 255, 260, 261, 266, 267, 270

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 250,63 \qquad s^2 = 83,17 \qquad s = 9,12$$

### TESTE DE DIXON

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{237 - 231}{266 - 231} = \frac{6}{35} = 0,17$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{270 - 266}{270 - 237} = \frac{4}{33} = 0,121$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,17$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois

$$Q_{(22)t} = 0,483, \text{ para } p = 1\%.$$

Tabela 3.13 - **Experimento:** A13 **Data:** 13/06/95 **Lotes:** 150250 a 150259



**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

241, 236, 233, 248, 235, 242, 240, 250, 238, 245,  
 243, 237, 253, 246, 244, 235, 251, 239, 246, 248,  
 242, 237, 243, 240, 246, 242, 238, 245, 227, 231

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

227, 231, 233, 235, 235, 236, 237, 237, 238, 238,  
 239, 240, 240, 241, 242, 242, 242, 243, 243, 244,  
 245, 245, 246, 246, 246, 248, 248, 250, 251, 253

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 241,37 \quad s^2 = 36,48 \quad s = 6,04$$

**TESTE DE DIXON**

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{233 - 227}{250 - 227} = \frac{6}{23} = 0,26$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{253 - 250}{253 - 233} = \frac{3}{20} = 0,15$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,26$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois

$Q_{(22),1} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

**Medidas** (em  $10^{-1}$  mm):

168, 167, 170, 165, 167, 167, 168, 165, 175, 175,  
 182, 167, 168, 169, 165, 185, 185, 203, 195, 187,  
 186, 183, 185, 187, 176, 185, 190, 182, 183, 190

**Rol** (em  $10^{-1}$  mm):

165, 165, 165, 167, 167, 167, 167, 168, 168, 168,  
 169, 170, 175, 175, 176, 182, 182, 183, 183, 185,  
 185, 185, 185, 186, 187, 187, 190, 190, 195, 203

**Cálculos** (em  $10^{-1}$  mm):

$$\bar{x} = 178,0 \quad s^2 = 109,20 \quad s = 10,45$$

**TESTE DE DIXON**

$$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} = \frac{165 - 165}{190 - 165} = \frac{0}{25} = 0$$

$$Q_{22} = \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)} = \frac{203 - 190}{203 - 165} = \frac{13}{38} = 0,34$$

Maior valor de quociente calculado  $\Rightarrow Q_{22} = 0,34$

**Conclusão:** Não existem dados espúrios a 99% de confiança, pois  $Q_{(22)t} = 0,483$ , para  $p = 1\%$ .

Tabela 3.15 - **Experimento:** A15 **Data:** 12/07/95 **Lotes:** 160185 a 160188

Os cálculos efetuados nos experimentos de A1 até A15 foram agrupados na tabela 3.16 do item 3.3, onde também foram processados e analisados, segundo os conceitos apresentados no segundo capítulo deste trabalho.

### 3.3 Os novos conceitos e os resultados práticos

Um terceiro passo dado foi o de calcular a incerteza do resultado do equipamento existente (Penetrômetro antigo), utilizando os dados do item 3.2 que foram lançados na tabela 3.16, considerando que as amostras de tamanho 29 (vinte e nove) ou 30 (trinta) eram suficientes para suposição de aproximação da distribuição normal, bem como a análise dos dados totais, que consiste de distribuição amostral dos dados, também possibilita esta suposição [14].

Teste	$\bar{x} (\times 10^{-1} \text{mm})$	$s_i (\times 10^{-1} \text{mm})$	$s_i^2 (\times 10^{-1} \text{mm})$
A01	264,2	10,57	111,73
A02	239,0	12,73	162,05
A03	260,9	21,83	476,55
A04	239,7	24,13	582,26
A05	255,3	20,95	438,90
A06	239,9	9,30	86,49
A07	243,4	26,00	676,00
A08	242,4	18,81	353,82
A09	245,8	13,45	180,90
A10	243,4	4,76	22,67
A11	248,3	19,72	388,88
A12	238,1	9,55	91,20
A13	250,6	9,12	83,17
A14	241,4	6,04	36,48
A15	178,0	10,45	109,20

Tabela 3.16 - Dados de testes de consistência - Equipamento antigo

A média geral das médias é dada por:

$$m_j = \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{15} n_{i,j} \bar{x}_{i,j}}{\sum_{j=1}^{15} \sum_{i=1}^n n_{i,j}} = 242 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)} \quad 3.05$$

A variância geral, que é considerada como variância em condições de repetibilidade, é dada por:

$$\overline{s_{ij}^2} = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{15} (n_{ij} - 1) s_{ij}^2}{\sum_{j=1}^{15} \sum_{i=1}^n (n_{ij} - 1)} = 256 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)} \quad 3.06$$

A variância em condições de reprodutibilidade ( $s_R^2$ ) não foi considerada, pois os experimentos acima citados somente foram executados em condições de repetibilidade.

O desvio padrão do conjunto de medidas é  $16 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$  que será a dispersão final do equipamento.

A repetibilidade do equipamento é:

$$r = 2,8 \times 16 = 44,8 \cong 45 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)} \quad 3.07$$

A metade da repetibilidade total, que corresponde ao conceito de incerteza expandida é:  $22,5 \cong 23 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$

Logo, o resultado final obtido no equipamento, transformando a variação total em unilateral (incerteza), será dado por:

$$\text{consistência} = (242 \pm 23) 10^{-1} \text{mm com } 95\% \text{ de confiança} \quad 3.08$$

Este valor de dispersão é maior do que a faixa especificada para a consistência, na primeira avaliação experimental (eq. 3.01) cuja variação total é:

$$210 - 180 = 30 (10^{-1}\text{mm})$$

que transformada em variação unilateral, define:

$$(30 \div 2) = 15 (10^{-1}\text{mm})$$

Aliado a este fato percebe-se que o erro da medição [15], considerando o ponto médio da primeira faixa de valores estimada, 195 ( $10^{-1}\text{mm}$ ), como a melhor estimativa do valor verdadeiro da medição [9], foi de:

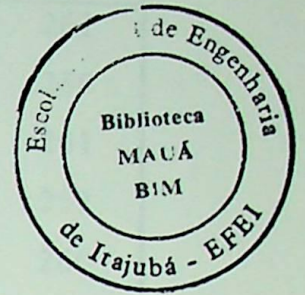
$$\text{Erro} = (242 - 195) = 47 (10^{-1}\text{mm})$$

Foram levantadas suposições de fontes de erros sistemáticos que necessitavam ser investigadas e eliminadas, e que foram alertadas pelo valor do erro, dado por:

Erro Sistemático = Média das Medidas - Valor Verdadeiro

Convencional

Com a obtenção de um outro equipamento de medição da consistência da massa, que ficou conhecido como "Penetrômetro Novo", foi efetuado novo levantamento de dados, com testes em paralelo nos dois equipamentos visando obter a reprodutibilidade efetiva dos equipamentos, visto que os dois equipamentos passariam a ser utilizados no controle da consistência das massas de dinamites. Estes dados seguem apresentados nas tabelas 3.17 e 3.18.



## Testes de repetibilidade e reprodutibilidade

Lotes	150396	150397	150398	150399	150400
<b>Medidas</b> ( $10^{-1}$ mm)	238	240	259	252	261
	246	243	255	253	259
	236	239	256	255	261
	237	248	257	254	252
	236	244	260	249	260
	240	243	257	260	252
	235	240	254	255	258
<b>Rol</b> ( $10^{-1}$ mm)	235	239	254	249	252
	236	240	255	252	258
	236	240	256	253	259
	237	243	257	254	260
	238	243	257	255	260
	240	244	259	255	261
	246	248	260	257	261
$\bar{x}_i$ (eq. 2.12) ( $10^{-1}$ mm)	238,3	242,4	256,9	253,6	258,7
$s_i^2$ (eq. 2.27)	14,44	9,61	4,41	6,76	9,61
$s_i$ ( $\sqrt{s_i^2}$ )	3,8	3,1	2,1	2,6	3,1
$Q_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)}$	0,090	0,110	0,170	0,380	0,550
$Q_{10} = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)}$	0,550	0,440	0,170	0,250	0,000
Sendo $Q_{(10)t} = 0,680$ , para $p = 1\%$ , conclui-se que: não existem dados espúrios, a 99% de confiança.					

Tabela 3.17 - B1A Data: 29/11/95 Equipamento novo

Um único operador.

<u>Lotes</u>	150396	150397	150398	150399	150400
<b>Medidas</b> ( $10^{-1}$ mm)	260	250	263	253	262
	256	242	256	256	254
	256	241	257	256	257
	253	243	256	261	254
	254	245	255	254	251
	252	248	255	259	253
	249	248	261	260	264
<b>Rol</b> ( $10^{-1}$ mm)	249	241	255	253	262
	252	242	255	254	254
	253	243	256	256	257
	254	245	256	256	254
	256	248	257	259	251
	257	248	261	260	253
	260	250	263	261	264
$\bar{x}_i$ (eq. 2.12) ( $10^{-1}$ mm)	254,4	245,3	257,6	257,0	256,4
$s_i^2$ (eq. 2.27)	12,96	11,56	9,61	9,00	23,04
$s_i$ ( $\sqrt{s_i^2}$ )	3,6	3,4	3,1	3,0	4,8
$Q_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)}$	0,27	0,11	0,00	0,13	0,15
$Q_{10} = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)}$	0,27	0,22	0,25	0,13	0,15
Sendo $Q_{(10)t} = 0,680$ , para $p = 1\%$ , conclui-se que: não existem dados espúrios, a 99% de confiança					

Tabela 3.18 - **B1B**    **Data:** 29/11/95    Equipamento Antigo  
Um único operador

As médias das médias e as médias das variâncias são:

$$\begin{aligned}\bar{x}_{B1A} &= 250 (10^{-1}\text{mm}) & \overline{s_{B1A}^2} &= 9 (10^{-1}\text{mm}) \\ \bar{x}_{B1B} &= 254 (10^{-1}\text{mm}) & \overline{s_{B1B}^2} &= 13 (10^{-1}\text{mm})\end{aligned}$$

onde:

$$\bar{x}_{B1A} \text{ e } \bar{x}_{B1B} \text{ são dados pela eq. 3.05}$$

$$\overline{s_{B1A}^2} \text{ e } \overline{s_{B1B}^2} \text{ são dados pela eq. 3.06}$$

sendo então:

$$\text{Variância de repetibilidade: } s_r^2 = 9 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{Variância de reprodutibilidade: } s_R^2 = [(9+13)/2] = 11 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{Repetibilidade: } r = 2,8 \times \sqrt{9} = 8,4 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{Reprodutibilidade: } R = 2,8 \times \sqrt{9+11} = 13 (10^{-1}\text{mm})$$

Para a definição final da consistência, utiliza-se a metade do valor da reprodutibilidade:

$$\text{consistência} = (252 \pm 6) 10^{-1}\text{mm com 95\% de confiança} \quad 3.09$$

O erro desta medição foi de:

$$(252 - 195) = 57 (10^{-1}\text{mm})$$

Nota-se que este primeiro cálculo, efetuado considerando as condições de reprodutibilidade, apresentou um valor médio mais elevado do que o cálculo inicial, efetuado considerando somente as condições de repetibilidade (3.07), demonstrando assim a



interferência de fontes de caráter sistemático; enquanto que a dispersão se mostrou menor devido às providências para a implantação da confiabilidade da medição, que reduziram as fontes de caráter aleatório, dentre aquelas citadas na página 48.

Partiu-se então para novos testes, introduzindo mais limitações e controles, visando eliminar as fontes de incerteza, reconhecidamente, de origens sistemáticas, bem como reduzir as variações de origem aleatórias. Estes dados seguem apresentados nas tabelas de 3.19 a 3.22.

<b>Operador A</b>	<u>Equipamento Novo</u>			<u>Equipamento Antigo</u>		
<b>Lotes</b>	<u>Medidas (<math>10^{-1}</math>mm)</u>			<u>Medidas (<math>10^{-1}</math>mm)</u>		
170146	204	199	195	190	196	205
170147	201	206	203	221	219	222
170148	202	204	206	221	219	222
170155	217	209	217	221	222	223
170156	202	201	216	221	203	207
<b>Lotes</b>	<u>Rol (<math>10^{-1}</math>mm)</u>			<u>Rol (<math>10^{-1}</math>mm)</u>		
170146	195	199	204	190	196	205
170147	201	203	206	219	221	222
170148	202	204	206	204	205	212
170155	209	217	217	221	222	223
170156	201	202	216	203	207	221

Tabela 3.19 - Experimento B2 Data: Dezembro/96

<u>Equipamento Novo (B2)</u>					
(Todos os valores em $10^{-1}$ mm)					
Lotes	$\bar{x}$	$s_i^2$	$s_i$	$Q_{10}^+$	$Q_{10}^-$
170146	199,3	20,3	4,5	0,44	0,56
170147	203,3	6,3	2,5	0,40	0,60
170148	204,0	4,0	2,0	0,50	0,50
170155	214,3	21,2	4,6	1,00	0,00
	217,0	0,0	0,0	0,00	0,00
170156	206,3	70,6	8,4	0,07	0,93
<p>Sendo <math>Q_{(10)c} = 0,994</math>, identificou-se a existência de dado espúrio no lote 170155, dado este que foi eliminado dando origem aos valores da linha imediatamente abaixo à deste lote.</p>					
<u>Equipamento Antigo (B2)</u>					
(Todos os valores em $10^{-1}$ mm)					
Lotes	$\bar{x}$	$s_i^2$	$s_i$	$Q_{10}^+$	$Q_{10}^-$
170146	197,0	57,8	7,6	0,40	0,60
170147	220,7	2,3	1,5	0,67	0,33
170148	207,3	16,0	4,0	0,13	0,87
170155	222,0	1,0	1,0	0,50	0,50
170156	210,3	90,3	9,5	0,22	0,78
<p>Sendo <math>Q_{(10)c} = 0,994</math>, verificou-se que não existiam dados espúrios a 99% de confiança.</p>					

Tabela 3.20 - Cálculos efetuados com os dados da tabela 3.19

As fórmulas de cálculo usadas nos testes de Dixon foram:

$$Q'_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)}$$

$$Q''_{10} = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)}$$

<b>Operador B</b>	<u>Equipamento Novo</u>			<u>Equipamento Antigo</u>		
<b>Lotes</b>	<u>Medidas (10<sup>-1</sup>mm)</u>			<u>Medidas (10<sup>-1</sup>mm)</u>		
170146	219	208	200	208	217	221
170147	205	210	225	214	213	236
170148	217	210	225	224	249	222
170155	222	201	219	230	225	221
170156	215	205	210	218	234	234
<b>Lotes</b>	<u>Rol (10<sup>-1</sup>mm)</u>			<u>Rol (10<sup>-1</sup>mm)</u>		
170146	200	208	219	208	217	221
170147	205	210	225	213	214	236
170148	210	217	225	222	224	249
170155	201	219	222	221	225	230
170156	205	210	215	218	234	234

Tabela 3.21 - Experimento B3 Data: Dezembro/96

As fórmulas de cálculo usadas nos testes de Dixon foram:

$$Q'_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)}$$

$$Q_{10}'' = \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)}$$

<b>Equipamento Novo (B3)</b>					
(Todos os valores em $10^{-1}$ mm)					
<b>Lotes</b>	$\bar{x}$	$s_i^2$	$s_i$	$Q_{10}'$	$Q_{10}''$
170146	209,0	90,1	9,5	0,42	0,42
170147	213,3	108,2	10,4	0,25	0,75
170148	217,3	56,3	7,5	0,47	0,53
170155	214,0	130,0	11,4	0,86	0,14
170156	210,0	25,0	5,0	0,50	0,50
<b>Equipamento Antigo (B3)</b>					
<b>Lotes</b>	$\bar{x}$	$s_i^2$	$s_i$	$Q_{10}'$	$Q_{10}''$
170146	215,3	44,9	6,7	0,69	0,31
170147	221,0	169,0	13,0	0,04	0,96
170148	231,7	228,0	15,1	0,07	0,93
170155	225,3	20,3	4,5	0,44	0,56
170156	228,7	84,6	9,2	1,00	0,00
	234,0	0,0	0,0	0,00	0,00
Sendo $Q_{(10)c} = 0,994$ , verificou-se que não existem dados espúrios a 99% de confiança.					

Tabela 3.22 - Cálculos efetuados com os dados da tabela 3.21

Foram então efetuados os cálculos com os valores obtidos, seguindo a teoria da norma ISO 5725, a saber:

**Cálculo da média geral (eq. 3.05):**

Operador A (B2)

equipamento novo  $\Rightarrow \bar{x} = 206 (10^{-1}\text{mm})$

equipamento antigo  $\Rightarrow \bar{x} = 212 (10^{-1}\text{mm})$

média geral do operador A  $\Rightarrow \bar{x} = 209 (10^{-1}\text{mm})$  (a)

Operador B (B3)

equipamento novo  $\Rightarrow \bar{x} = 213 (10^{-1}\text{mm})$

equipamento antigo  $\Rightarrow \bar{x} = 226 (10^{-1}\text{mm})$

média geral do operador B  $\Rightarrow \bar{x} = 220 (10^{-1}\text{mm})$  (b)

**Média total geral [(a+b)/2] = 215 (10<sup>-1</sup>mm)**

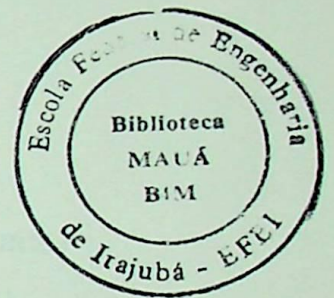
**Cálculo da variância (eq. 3.06):**

Operador A (B2)

equipamento novo  $\Rightarrow \overline{s_i^2} = 20 (10^{-1}\text{mm})$

equipamento antigo  $\Rightarrow \overline{s_i^2} = 33 (10^{-1}\text{mm})$

variância geral do operador A  $\Rightarrow \overline{s^2} = 27 (10^{-1}\text{mm})$  (a)



Operador B (B3)

$$\text{equipamento novo} \Rightarrow \overline{s_i^2} = 82 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{equipamento antigo} \Rightarrow \overline{s_i^2} = 109 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{variância geral do operador B} \Rightarrow \overline{s^2} = 96 (10^{-1}\text{mm}) \text{ (b)}$$

$$\text{Variância total geral } [(a+b)/2] = 62 (10^{-1}\text{mm})$$

**Cálculo do desvio padrão ( $\sqrt{s_i^2}$ )**Operador A (B2)

$$\text{equipamento novo } (\sqrt{20}) \Rightarrow 4,5 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{equipamento antigo } (\sqrt{33}) \Rightarrow 5,75 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{desvio padrão geral do operador A } (\sqrt{27}) \Rightarrow 5,3 (10^{-1}\text{mm})$$

Operador B (B3)

$$\text{equipamento novo } (\sqrt{82}) \Rightarrow 9,05 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{equipamento antigo } (\sqrt{109}) \Rightarrow 10,45 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{desvio padrão geral do operador B } (\sqrt{96}) \Rightarrow 9,8 (10^{-1}\text{mm})$$

$$\text{Desvio padrão total geral } (\sqrt{62}) = 7,9 (10^{-1}\text{mm})$$

Variância de repetibilidade (menores valores observados):

$$s_r^2 \text{ do equipamento novo (operador A)} = 20 (10^{-1}\text{mm})$$

$$s_r^2 \text{ do equipamento antigo (operador A)} = 33 (10^{-1}\text{mm})$$

$$s_r^2 \text{ média} = 27 (10^{-1}\text{mm})$$

Variância de reprodutibilidade (valor médio entre equipamentos e entre operadores):

$$s_R^2 = 62 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

**Repetibilidade (B2 - Operador A)**[menores valores obtidos]:

$$r_N \text{ (do equipamento novo)} = 2,8 \times 4,5 = 12,6 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

$$r_A \text{ (do equipamento antigo)} = 2,8 \times 5,75 = 16,1 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

**Reprodutibilidade** (eq. 2.06 e 2.08 )

$$R = 2,8 \times \sqrt{27+62} = 26 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

A faixa de valores obtida pelas medições da consistência, considerando todos os incrementos de controles efetuados e utilizando a reprodutibilidade como referência de variabilidade, visto que ela é maior, teremos:

$$[215 \pm R/2] \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

isto é :

$$[215 \pm 13] \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

tendo-se pois:

$$\text{consistência} = (215 \pm 13) 10^{-1} \text{mm com } 95\% \text{ de confiança} \quad 3.10$$

O erro da medição foi de:

$$\text{Erro} = V_m - VV_c = (215 - 195) = 20 \text{ (} 10^{-1} \text{mm)}$$

onde:

$V_m$  = Valor medido

$VV_c$  = Valor verdadeiro ou convencional

Esta faixa (3.10), comparada com a primeira especificação estabelecida (3.01), continua apresentando um valor médio maior, porém com uma menor variação visto que foram introduzidos conceitos e controles que determinaram menores repetibilidade e reprodutibilidade.

Neste cálculo final a distribuição foi considerada semelhante a normal visto que trabalhou-se com distribuição amostral, o que permite de forma consistente esta suposição [14].

Por outro lado nota-se a ocorrência de uma sensível modificação na variabilidade dos resultados; indo de 27 ( $10^{-1}$ mm), do anexo B (item B1 - média entre  $s_x^2$  e  $s_y^2$ ), a 256 ( $10^{-1}$ mm) no item 3.3 (equação 3.06); e finalmente chegando a 62( $10^{-1}$ mm) no teste B3.

Esta ocorrência se deveu às providencias introduzidas visando diminuir a variabilidade, incluindo: especificação da característica a ser avaliada, método de teste, procedimento de teste, treinamento de pessoal, conscientização geral para o problema e eliminação de aspectos de origem sistemáticas a nível da FPV.

Percebeu-se também uma melhor repetibilidade do equipamento novo, em relação ao equipamento antigo, possivelmente associada às suas condições de recém-construído.

Foi elaborada uma revisão na especificação inicial da característica "consistência", sendo sua faixa de valores aprovados, alterada para [200  $\Leftrightarrow$  255] ( $10^{-1}$ mm), o que se mostrou mais consistente com as condições de medição existentes e também atendeu à solicitação do cliente.



A norma **ISO TAG4** foi aplicada parcialmente, visto que seus conceitos para estimação da incerteza da medição referente aos aspectos aleatórios coincidem com os conceitos da norma **ISO 5725** que foi utilizada no estudo de caso.

Os valores dos erros apontados em cada conjunto de testes indicam o distanciamento do valor médio medido para o valor verdadeiro convencional, apresentando assim a necessidade da investigação dos efeitos sistemáticos. Esta investigação carece de uma preparação, envolvendo um grupo de variáveis a serem avaliadas, o que procura-se indicar nas informações apresentadas no capítulo seguinte.

## CAPÍTULO 4

### DISSEMINAÇÃO DA METODOLOGIA DE DETERMINAÇÃO DA INCERTEZA DA MEDIÇÃO

#### 4.1 Considerações iniciais

Neste capítulo procura-se citar todas as variáveis envolvidas no cálculo da incerteza da medição, incluindo aquelas que sejam de origem externa à área onde ocorre efetivamente a medição e que se constituem em fontes inicialmente aleatórias, quando tratadas em sua origem, mas que conseqüentemente se transformam em fontes sistemáticas quando transferidas para a área onde efetivamente ocorrerá a medição.

Constatou-se que a grande dificuldade para o estabelecimento de uma metodologia de cálculo da incerteza da medição, confiável, para a característica “consistência”, encontrava-se nas fontes de incerteza de origem sistemáticas, envolvendo fornecedores de matérias primas, de equipamentos, de serviços, empresas de calibração, entidades de metrologia, as condições ambientais e as pesquisas científicas de suas influências nas características do produto.

Portanto seria necessário que todos os envolvidos estivessem cientes e em consenso com as técnicas para a definição e expressão da incerteza de seus produtos e/ou serviços.

A disseminação da metodologia de determinação da incerteza da medição se faz necessária visando desencadear a sua rede de divulgação que possibilitará os futuros cálculos do resultado da medição final.

## 4.2 Princípios

Identifica-se, de acordo com a norma **ISO TAG4**, que as fases da determinação do resultado da medição e sua incerteza são as seguintes:

- a) definição da característica a ser medida, do seu método de teste e do seu procedimento de teste;
- b) pesquisar todas as influências de caráter sistemático, inclusive as de padrões, calibrações e outras informações apresentadas como referências iniciais;
- c) procurar eliminar o máximo possível destas influências e definir as incertezas associadas às restantes. Estas incertezas serão agregadas à incerteza final da medição a ser realizada;
- d) executar o levantamento das variações aleatórias que comporão a parte com tratamento estatístico do processo de medição, utilizando sempre o conceito de desvio padrão para o valor da incerteza;
- e) definir a incerteza combinada, que irá compor os efeitos aleatórios e sistemáticos;
- f) definir a incerteza expandida, que irá adicionar um fator de segurança, denominado fator de cobertura, que trará associado a si um nível de confiança para a medição final.

Dentre estas fases, na **FPV**, considera-se a primeira (a) como atendida, visto que houve uma evolução muito grande com as seguintes providencias: definição de um equipamento de teste para a determinação quantitativa da característica em pauta; com a

elaboração da especificação da característica; com a definição de um método de teste e com a elaboração do procedimento de teste.

As fases finais (levantamento estatístico [d]; cálculo da incerteza combinada [e] e cálculo da incerteza expandida [f]) são de fácil consecução e a evidência está nos exemplos anteriormente apresentados.

A maior dificuldade para se obter um sistema de medição abrangente e confiável, está no atendimento das fases de pesquisa e eliminação ou quantificação das influências de caráter sistemático, notadamente sendo mais crítica a identificação destas influências.

Entre as possíveis fontes de natureza sistemática, podemos citar:

- a) características das matérias primas que interferem na característica em estudo, do produto, exigindo esta etapa, uma pesquisa científica, às vezes exaustiva, que poderia ser apoiada na teoria estatística de Delineamento de Experimentos;
- b) incerteza associada às características das matérias primas;
- c) definição de padrões para os equipamentos de medição e consequentemente o estabelecimento de suas incertezas, após as calibrações;
- d) interferências das condições ambientais, na consistência do produto.

O método de determinação da incerteza da medição para ter reconhecimento a nível internacional deverá estar baseado na

recomendação **INC-1** do **CIPM** e deverá também seguir o guia **ISO-TAG4**.

Em linhas gerais as fontes de incerteza aleatórias e sistemáticas deverão ser tratadas como a dispersão dos dados existentes, sendo indicadas pela variância e pelo desvio padrão. A expressão final da incerteza deverá ser feita através do desvio padrão, com a indicação do nível de confiança associado.

### **4.3 Estrutura**

Vislumbram-se duas grandes linhas de ação para a definição da incerteza da medição: uma voltada para a pesquisa das influências das matérias primas, serviços, insumos e das condições ambientais, sobre as características medidas; e a outra voltada para o tratamento estatístico das variáveis definidas como “influentes” no processo de avaliação da característica medida do produto final. A primeira linha de ação é mais longa e pode envolver, por exemplo, a necessidade do acompanhamento das variações das condições ambientais durante todas as estações do ano, visto que o processamento industrial estará vinculado a estas variações. É provável que a incerteza sofra variações de estação para estação, ou entre as estações mais críticas: verão e inverno.

Apresenta-se a seguir uma sugestão de estrutura de avaliação da incerteza da medição que deveria ser disseminada aos fornecedores de materiais e serviços, visando garantir a quantificação da incerteza de origem sistemática.

### **4.4 Guia para a avaliação da Incerteza da Medição**

Esta é uma proposta de guia sumário simplificado, para ser disseminado às áreas periféricas do processo de medição, com a

indicação do procedimento geral para a avaliação da incerteza da medição, sendo aplicável na maioria das circunstâncias.

A identificação das fontes de incerteza é a mais importante fase do procedimento.

A quantificação das incertezas em testes, geralmente envolve em grande parte a estimação das fontes de origem sistemáticas (fontes do tipo "B"). Consequentemente, é raramente justificado dispendir esforço indevido na tentativa de obter uma avaliação exata da incerteza para testes. No entanto, estimativas devem ser feitas, por pessoal apropriado, que aplicam seus conhecimentos de uma maneira crítica e apoiam suas estimativas em dados quantitativos, na maioria das vezes.

#### **4.4.1 Componentes avaliados de observações repetidas: Avaliação do tipo "A" da incerteza padrão.**

As incertezas determinadas de observações repetidas são avaliadas meramente pela aplicação de fórmulas estatísticas e não requerem qualquer julgamento mais aprofundado.

Apenas deve ser garantida a independência entre as observações e devem ser observados os cuidados comuns com o procedimento de medição, como por exemplo: com o método de aproximação de valores, com a "zeragem" de equipamentos, com as variações de pressões de água, de tensões elétricas, de temperatura, etc.

Quando as fontes forem correlacionadas, isto é, não houver independência entre elas, será necessário incluir as covariâncias correspondentes, no procedimento de cálculo.

#### 4.4.2 Componentes avaliados por outros modos: Avaliação Tipo “B” da incerteza padrão.

Se um laboratório de medição tem tempo e recursos ilimitados, ele pode conduzir uma investigação estatística exaustiva de toda fonte concebível de incerteza, por exemplo, pelo uso de muitos instrumentos de diferentes tipos e marcas, pelo uso de diferentes métodos de medição, pelo uso de diferentes aproximações nos seus modelos teóricos de medição.

A incerteza associada com todos estes tipos de causa pode ser avaliada pela análise estatística de uma série de observações e a incerteza de cada uma das causas pode ser caracterizada por um desvio padrão estatisticamente avaliado.

Em outras palavras, todos os componentes da incerteza podem ser obtidos de avaliações tipo “A”, porém em investigações que não sejam economicamente praticáveis os levantamentos estatísticos, muitos dos componentes da incerteza são obtidos por outros meios práticos, que caracterizam então as fontes sistemáticas.

Como exemplo deste tipo de fonte cita-se: resolução de um indicador digital, Histerese, precisão finita aritmética, valores importados de outras medições, método de medição inacessível em medições subsequentes, não aplicação de correções de curvas de calibração, falha de amostragem, etc.

#### 4.4.3 Procedimento

Este procedimento segue as definições do guia **ISO TAG4** e está em consenso com as normas **WECC**, **NIS 80** e **NIS 3003**, sendo constituído das seguintes fases:

- a) exprimir em termos matemáticos a dependência entre o mensurando (quantidade obtida)  $y$  e as quantidades variáveis (fontes de incerteza)  $x_i$ ;
- b) identificar todas as correções que devem ser aplicadas e efetuá-las, para todos os erros conhecidos;
- c) listar todas as fontes de incertezas, associadas tanto com medições repetidas, como também aquelas associadas com valores de medições prévias, correções e com quantidades de influência na forma de incerteza estimada.
- d) calcular as variâncias  $s_{x_i}^2$  para as quantidades medidas repetidamente;
- e) para valores únicos, isto é, valores resultantes de medições anteriores, ou valores da literatura, ou valores corrigidos, adotar a variância de onde eles foram originados;
- f) para quantidades de influência para as quais a distribuição da população é conhecida ou pode ser assumida, calcular a variância apropriada da população;
- g) apresentar a variância  $s_{x_i}^2$  de todas as quantidades de entrada (fontes) e incluí-las na quantidade de saída (resultado), através da soma formulada abaixo, de maneira a se obter a variância  $s_y^2$ , quando independentes:

$$s_y^2 = \sum_{i=1}^y s_{x_i}^2$$

Para quantidades correlacionadas, isto é, interdependentes, deverá ser calculada também a covariância existente;



- h) calcule a incerteza total (expandida) pela multiplicação do desvio padrão  $s_y$  pelo fator de cobertura  $k=2$ ;
- i) apresente o valor da incerteza da medição, indicando o seu grau de confiança associado, que é definido pelo fator  $k=2$ , sendo 95%.

#### 4.5 Implantação e avaliação

A implantação do sistema de medição e consequentemente da confiabilidade metrológica deve se dar somente após exaustivas verificações das interferências e o estabelecimento das suas incertezas, o que eliminará possibilidades de modificações precoces que poderiam desacreditar o sistema.

As bases definidas para o sistema deverão ser verificadas periodicamente visando garantir sua constância ou identificar necessidades de correções.

Deve ser estabelecida a periodicidade da verificação, de forma a se poder avaliar o sistema sob as condições de variação mais críticas possíveis e suas influências, como por exemplo: de temperatura, de umidade, de operador, de local, de equipamento, etc.

Existe a possibilidade de ter que se recorrer a coeficientes sazonais, quando a interferência do tempo ou da estação climática for determinante para o cálculo das variações e quando estiver associado infalivelmente às estações do ano.

Apresenta-se no item 4.6 um exemplo prático de um método para a determinação da incerteza da medição.

## 4.6 Exemplo prático

<p>Segue um modelo prático do método proposto para cálculo da incerteza da medição. A coluna da esquerda apresenta a regra geral, enquanto que a coluna da direita apresenta o exemplo prático, que consta de massa padrão de 10 kg, classificada pela OIML como classe I.</p>		
1	Determinar a relação matemática entre as quantidades dadas e o valor final obtido	<p>Será assumido que a massa desconhecida, <math>W_x</math>, pode ser obtida da seguinte relação:</p> $W_x = W_s + D_s + \delta C + Ab$
2	Identificar todas as correções que tem que ser aplicadas aos resultados das medições, para as condições da medição	<p>Não é prática normal aplicar correção para esta classe de massa e o comparador não tem linearidade de erro mensurável, contudo incertezas para estas contribuições tem sido estimadas:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Tendência de desvio da massa desde a última calibração = 0,</li> <li>- Correção para a flutuabilidade do ar = 0,</li> <li>- Correção da linearidade do ar = 0</li> </ul>
3	Listar componentes sistemáticos da incerteza associados com erros sistemáticos corrigidos e não corrigidos, tratados como incertezas	<p>Fonte / limite(mg)/distribuição</p> <p><math>W_s</math> Calibração da massa padrão <math>\pm 30</math>/ normal</p> <p><math>D_s</math> Tendência da massa padrão <math>\pm 15</math>/retangular</p> <p><math>\delta C</math> Comparador <math>\pm 10</math>/retangular</p> <p><math>Ab</math> Flutuabilidade do ar <math>\pm 10</math>/retangular</p>

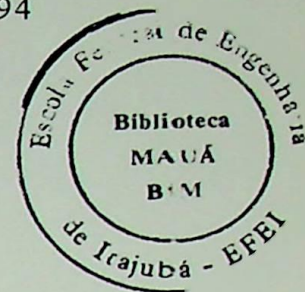
4	<p>Procurar trabalho experimental anterior ou teoria como base para determinação das incertezas e da distribuição de probabilidades para os componentes da incerteza</p>	
5	<p>Calcule a incerteza padrão para cada componente da incerteza, obtido da avaliação tipo B, usando a equação (2) para a distribuição retangular assumida:</p> $u(x_i) = \frac{a_i}{\sqrt{3}} \quad (2)$ <p>ou a equação (3) para a distribuição normal assumida:</p> $u(x_i) = \frac{\text{incerteza expandida}}{k} \quad (3)$ <p>ou citar outras referências se for diferente das abrangidas neste método.</p>	<p>Então:</p> $u(x_1) = u(W_s) = 30/2 = 15\text{mg}$ $u(x_2) = u(D_s) = 15/\sqrt{3} = 8,66\text{mg}$ $u(x_3) = u(\delta C) = 10/\sqrt{3} = 5,77\text{mg}$ $u(x_4) = u(Ab) = 10/\sqrt{3} = 5,77\text{mg}$
6	<p>Usar conhecimentos anteriores ou fazer várias medições e cálculos para determinar se pode haver um componente aleatório da incerteza que é significativo comparado com o efeito dos componentes sistemáticos da incerteza listados.</p>	<p>Do conhecimento prévio do sistema de medição, é sabido que há uma contribuição aleatória significativa.</p>
7	<p>Se um componente aleatório da incerteza é significativo, fazer medições repetidas para obter a média, através da equação (4):</p>	<p>Três medições foram feitas da diferença entre a massa desconhecida e a massa padrão, das quais a média foi calculada:</p>

	$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n x_k \quad (4)$	$\overline{W}_R = \frac{0,015 + 0,025 + 0,020}{3} = 0.020$ <p style="text-align: right;">mg</p>
8	<p>Cada desvio padrão é calculado do valor médio pelas equações (5) e (6):</p> $s(x_k) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{k=1}^n (x_k - \bar{x})^2} \quad (5)$ $s(\bar{x}) = \frac{s(x_k)}{\sqrt{n}} \quad (6)$ <p>ou referente aos resultados de repetibilidade de medições prévias para uma boa estimativa de S (<math>X_k</math>) baseada em um grande número de leituras.</p>	<p>Uma avaliação prévia tipo A foi feita para determinar a repetibilidade da comparação, usando o mesmo tipo de massa de 10 kg. O desvio padrão foi determinado de 10 medições usando a técnica convencional e foi calculado, usando a equação (5), dando 25mg. Desde que o número de leituras feitas quando calibrando a massa desconhecida foi 3, este é o valor de n que é usado para o cálculo do desvio padrão da média, usando a equação (6):</p> $s(\overline{W}_R) = \frac{s(W_R)}{\sqrt{n}} = \frac{25}{\sqrt{3}} = 14,4 \text{ mg}$
9	<p>Determinar a incerteza padrão para as avaliações tipo A através da equação (7):</p> $u(x_i) = s(\bar{x}) \quad (7)$	<p>Esta é então a incerteza padrão pela equação (7):</p> $u(x_s) = u(W_R) = s(\overline{W}_R) = 14,4 \text{ mg}$
10	<p>Calcule a incerteza padrão combinada para as quantidades dadas não correlacionadas usando a equação (10):</p> $u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)} \equiv \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)} \quad (10)$ <p>onde <math>c_i</math> é a derivada parcial</p>	<p>As unidades de todas as incertezas padrão são em termos daquelas do medido, isto é, mg, e a relação funcional entre as quantidades dadas e o medido é uma soma linear, por essa razão, todos os coeficientes de sensibilidade são unitários (<math>c_i = 1</math>).</p>

	<p><math>\partial f/\partial x_i</math>, ou um coeficiente conhecido. Alternativamente use a equação (11) se as incertezas padrão são valores relativos:</p> $\frac{u_c(y)}{ y } = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left[ \frac{p_i \cdot u(x_i)}{ x_i } \right]^2}$ <p>(11)</p> <p>onde <math>p_i</math> são conhecidos expoentes positivos ou negativos na relação funcional.</p>	<p>Nenhuma das quantidades dadas é considerada correlacionada em qualquer extensão significativa; portanto, a equação (10) pode ser usada para calcular a incerteza padrão combinada:</p> $u_c(W_x) = \sqrt{15^2 + 8,66^2 + 5,77^2 + 5,77^2 + 14,4^2}$ $= 23,98 \text{ mg}$
11	<p>Cada incerteza expandida será calculada através da equação (12)</p> $U = k \cdot u_c(y)$ <p>(12)</p> <p>ou se há uma contribuição aleatória significativa avaliada de um pequeno número de leituras (ver seção 7.3) usar o apêndice A para calcular um valor para <math>K_p</math> e usar este valor para calcular a incerteza expandida.</p>	$U = 2 \cdot 23,98 \text{ mg} = 47,96 \text{ mg}$ <p>Desde que <math>n &gt; 2</math> e <math>u(W_R)/u_c(W_x) &gt; 0,5</math>. Não foi considerado necessário usar apêndice A, da norma NIS 3003, para determinar um valor para <math>K_p</math>. De fato os efetivos graus de liberdade de <math>u_c(W_x)</math> são aproximadamente 69, o qual dá um valor para <math>K_{95} = 2,04</math>.</p>
12	<p>Relate a incerteza expandida no valor da medição.</p>	<p>O valor da massa de 10 kg é: <math>(10.000,025 \pm 0,050)</math> g.</p> <p>A incerteza relatada é baseada na incerteza padrão multiplicada por um fator de cobertura de <math>k=2</math>, o qual fornece um nível de confiança de aproximadamente 95%.</p>

## CAPÍTULO 5

### CONSIDERAÇÕES FINAIS



#### 5.1 Contribuições

Ao verificar todas as informações avaliadas durante o desenvolvimento deste trabalho conclui-se que, no âmbito da FPV-IMBEL, ele pode ser considerado como a primeira tentativa no sentido de se obter uma metodologia de determinação da incerteza da medição.

Inicialmente sua maior contribuição foi determinar maior credibilidade às medições efetuadas, eliminando desta forma os antagonismos que surgiam entre as áreas de controle e produção, da empresa.

Oportuno se faz, a comparação entre a incerteza inicial definida para o equipamento de medição utilizado,  $3 (10^{-1}\text{mm})$  a 95% de confiança (anexo A); e a incerteza definida para as medições realizadas,  $26(10^{-1}\text{mm})$  [página 77], a 95% de confiança.

A diferença se deve principalmente a:

- a) diferentes constituições dos produtos analisados, sendo a parafina um produto de composição única e conseqüentemente com menor variabilidade, enquanto que a massa de dinamite é uma mistura de várias matérias primas;
- b) as medições da parafina se dão a temperatura constante  $77^{\circ}\text{F}$  ( $25^{\circ}\text{C}$ ), enquanto que para o acompanhamento da "consistência" não pode ser estabelecido o tratamento a temperatura constante;

- c) alterações efetuadas nos equipamentos visando adequá-los às massas de dinamites, que definiram diferentes velocidades de penetração.

Esta diferença aponta para o teste da parafina como sendo de maior confiabilidade metrológica, isto é, de menor valor de incerteza, visto que as fontes de erro são minimizadas pelos controles estabelecidos para a execução da medição.

Estes controles devem sempre ser considerados quando do estabelecimento de um método de determinação da incerteza da medição. Cabe citar que dificilmente se conseguirá implantar todos os controles possíveis e imagináveis, para a execução de uma medição; o que levaria à obtenção da exatidão na medida, porém, deve-se ter sempre o cuidado para se maximizar os controles, minimizando desta forma a variabilidade.

Considera-se também a identificação da necessidade de controles como sendo outra contribuição deste trabalho, voltada principalmente para aspectos externos a área onde se desenvolve o processo de medição, isto é, associada a aspectos sistemáticos.

## **5.2 Propostas para trabalhos futuros**

Este trabalho, além de servir para o esclarecimento conceitual da incerteza que envolve o processo de medição e de ter sido um elemento eliminador de conflitos internos, também se apresenta como uma oportunidade de melhoria para o ensaio ou teste como um todo, envolvendo inclusive os clientes dos produtos e indicando para tanto uma gama muito grande de trabalhos futuros os quais se projetam com uma extensa pesquisa que foge ao seu escopo inicial.

Abre-se, portanto, uma frente muito ampla de trabalhos futuros que deverão ser desenvolvidos visando a certificação da **FPV-IMBEL** por órgãos legais, entre os quais citamos:

- a) divulgação da metodologia internacional de determinação da incerteza da medição, entre seus fornecedores de matérias e seus prestadores de serviços;
- b) treinamento destes colaboradores, na avaliação e cálculo da incerteza da medição, dos parâmetros dos seus fornecimentos, atentando para o cuidado com a obtenção da maior abrangência possível;
- c) treinamento destes colaboradores, na divulgação do resultado do cálculo da incerteza da medição, que irá compor o cálculo da incerteza da medição final;
- d) divulgação da metodologia internacional de determinação da incerteza da medição, entre suas áreas e funcionários envolvidos;
- e) treinamento das áreas e funcionários envolvidos no procedimento de determinação da incerteza da medição;
- f) treinamento das áreas e funcionários para a divulgação da incerteza da medição calculada;
- g) oficialização da sistemática de avaliação e expressão do cálculo da incerteza da medição, no âmbito da empresa, de seus fornecedores e seus clientes.



### 5.3 Observações finais

Considerando que o consenso internacional para a expressão da incerteza da medição é ainda recente (1981-1986), é necessário que haja uma maior divulgação do mesmo, o que considerou-se também como uma das metas deste trabalho.

Conclui-se que o cálculo da repetibilidade e da reprodutibilidade do sistema de medições da “consistência” das massas de dinamites foi importante para a eliminação dos antagonismos existentes e também por ser o primeiro passo dado visando o desenvolvimento de um sistema de determinação da incerteza da medição para a empresa.

Enfatiza-se finalmente que o citado sistema deverá ser calcado nas fases citadas no item 4.2, sendo de extrema importância a concordância com a norma **ISO TAG4**.

Finalmente considera-se atingidos os objetivos do trabalho, visto que houve a divulgação das diretrizes internacionais vigentes com a comparação entre as diferentes linhas teóricas viáveis; houve a aplicação prática dos conceitos com a avaliação dos seus resultados e a indicação de novos estudos a serem efetuados; houve a melhoria na determinação da incerteza das medições e houve a indicação do modelo correto a ser seguido para a implantação de uma metodologia para a determinação da incerteza da medição, consistente com o padrão internacional e hábil para futuras certificações.

A definição da incerteza da medição da característica “consistência” da massa de dinamites, apresentada neste trabalho, não solucionou completamente o problema existente, entretanto serviu para eliminar o antagonismo existente entre áreas, que passaram a

vislumbrar a necessidade de aprimorar ainda mais o sistema de medição desta característica, o que seria o ponto de partida para a implantação de um sistema de medição para toda a empresa e que pudesse ser reconhecido e aceito por órgãos e empresas de certificação. Finalmente é importante lembrar que a **Imbel**, como um todo, encontrava-se em um processo de providências visando certificação futura, nos moldes das normas **NBR ISO 9000**.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NBR ISO 9000  
Normas de gestão da qualidade e garantia da qualidade - Diretrizes para seleção de Uso  
Dezembro/1994
- 9001  
Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em projeto, desenvolvimento, produção, instalação e serviços associados  
Dezembro/1994
- 9002  
Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em produção, instalação e serviços associados - Dezembro/1994
- 9003  
Sistemas da qualidade - Modelo para garantia da qualidade em inspeção e ensaios finais  
Dezembro/1994
- 9004  
Gestão da qualidade e elementos do sistema da qualidade - Diretrizes - Dezembro/1994

- [2] **URBANSKI, Tadeusz** Chemistry and tecnologia  
of explosives.  
Ed. Pergamon Press Book  
volume I (1964),  
volume II (1965)
- [3] **ASTM** ASTM Designation: D 1321-55T  
Tentative Method of Test for  
Needle Penetration of Petroleum  
Waxes.  
Issued, 1954; Revised, 1955.
- [4] **COSTA NETO, P.L.O** Estatística  
Ed. Edgard Blucher Ltda.- 1977
- [5] **MIL-STD** 105D  
Sampling procedures and tables  
for inspection by attributes.  
Abril 1963
- [6] **MIL-STD** 414  
Sampling procedures and tables  
for inspection by variables for  
percent defective.  
Junho 1957
- [ 7] **ISO** International Standard ISO 5725  
Precision of test methods -  
Determination of repeatability  
and reproducibility for a  
standard test method by inter-  
laboratory tests.  
2th edition - 1986

- [ 8] **WECC** Guidelines for the Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibrations  
1st edition - 1990
- [ 9] **ISO** ISO-TAG4-WG3  
Expression of Uncertainty  
1st edition - 1993
- [10] **NAMAS** NIS 80  
Guide to the Expression of Uncertainties in Testing  
1st edition - september 1994
- [11] **NAMAS** NIS 3003  
The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement for Calibrations  
8th edition - may 1995
- [12] **ISO** 3534  
Statistics: Vocabulary and Symbols
- [13] **INMETRO** Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia  
1995
- [14] **BUSSAB**, Wilton O. Métodos quantitativos /  
**MORETTIN**, Pedro A. Estatística básica  
Editora Atual  
1987

- [15] **VUOLO, J. Henrique** Fundamentos da teoria dos erros.  
Editora Edgard Blucher Ltda.  
1992

### **Bibliografia complementar**

- [16] **Waeny, José C. C.** Noções Básicas de Confiabilidade  
Metrológica  
IPT - Publicação Interna  
2ª Edição - 1983
- [17] **Juran, J.M.** Quality Control Handbook  
McGraw Hill  
3ª Edição - 1974
- [18] **Waeny, José C. C.** Programas Interlaboratoriais -  
Introdução à Metodologia e  
Análise dos Resultados  
IPT - 1984
- [19] **Waeny, José C. C.** Repetitividade e Reprodutividade  
IPT - Publicação Interna  
1980
- [20] **Sampaio, Júlio R. B** Recomendações para  
Determinação da Incerteza de  
Medição  
Seminário Internacional de  
Metrologia para Controle da  
Qualidade  
Florianópolis - Agosto de 1996
- [21] **Kessel, W.** International Recommendations

- [21] **Wang, José Carlos C.** and Guidelines for Determining the Uncertainty of Measurement  
Seminário Internacional de Metrologia para Controle da Qualidade  
Florianópolis - Agosto de 1996
- [22] **Taylor, Barry N.** Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of  
**Kuyatt, Chris E.** NIST Measurement Results -  
NIST Technical Note 1297  
1994 Edition  
United States Department of  
Commerce Technology  
Administration - National  
Institute of Standards and  
Technology
- [23] **NBR ISO** 10011-1  
Diretrizes para auditoria de  
sistemas da qualidade -  
Parte 1: Auditoria  
1993
- [24] **NBR ISO** 10011-2  
Parte 2: Critérios  
para qualificação de auditores  
de sistema da qualidade  
1993
- [25] **NBR ISO** Parte 3: Gestão de programas  
de auditoria  
1993

- [26] **Waeny, José Carlos C.** Controle total da qualidade em metrologia  
Editora: McGraw Hill  
1992



**Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos**

**ANEXO A**

ASTM Designation: D 1321 - 55T

# Tentative Method of Test for NEEDLE PENETRATION OF PETROLEUM WAXES<sup>1</sup>



ASTM Designation: D 1321 - 55 T

ISSUED, 1954; REVISED, 1955<sup>2</sup>

This Tentative Method has been approved by the sponsoring committee and accepted by the Society in accordance with established procedures, for use pending adoption as standard. Suggestions for revisions should be addressed to the Society at 1916 Race St., Philadelphia 3, Pa.

This method was prepared jointly by the Technical Association of Pulp and Paper Industry and the American Society for Testing Materials.

## Scope

1. This method covers a test procedure for the empirical estimation of the consistency of waxes derived from petroleum, by measurement of the extent of penetration of a standard needle. The method is applicable to waxes having a penetration no greater than 50.

NOTE 1.—This method is similar to the needle method for determining the consistency of bitumen, ASTM Method D 5.<sup>3</sup> Cone methods applicable to greases and to petrolatum, are described in ASTM Methods D 217 and D 937,<sup>4</sup> respectively.

## Definition

2. *Penetration of petroleum wax* is the depth, in tenths of a millimeter, to

<sup>1</sup> Under the standardization procedure of the Society, this method is under the jurisdiction of the ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants.

<sup>2</sup> Revision accepted by the Administrative Committee on Standards, September 15, 1955.

<sup>3</sup> 1955 Book of ASTM Standards, Part 3.

<sup>4</sup> See pp. 127 and 410.

760

a composite drawing illustrating the two available types of instrument, that with an adjustable table, and that with an adjustable needle assembly; the use of either type instrument is permissible. The loaded needle must fall, when released, without appreciable friction. The instrument shall be provided with leveling screws and a spirit level to maintain the plunger shaft in a true vertical position.

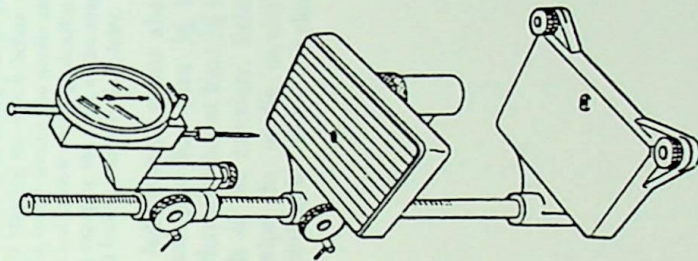


FIG. 1.—Penetrometer.

(b) *Timing Device*.—An automatic timing release mechanism attached to the penetrometer may be used. Alternatively, a stopwatch graduated in 0.1-sec intervals may be used.

(c) *Needle and Plunger*.—The needle shall be made from a cylindrical steel rod approximately 50 mm long and 1.00 mm in diameter conforming to the requirements given in Fig. 2. After tapering, the point shall be "blunted" by

grinding off to a truncated cone. The finished needle shall be hardened and highly polished. The exposed length of the needle, when mounted in the chuck of the penetrometer or in a ferrule, shall be  $41.5 \pm 1.5$  mm. The total weight of the plunger shall be  $47.5 \pm 0.05$  g and that of the needle,  $2.5 \pm 0.05$  g; a weight of  $50 \pm 0.05$  g is required for mounting on the plunger. This needle is the same as that specified in ASTM Method D 5.

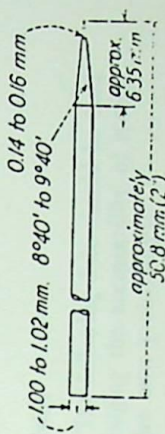


FIG. 2.—Standard Needle.

NOTE 2.—The National Bureau of Standards will measure and certify the accuracy of penetration needles in accordance with these permissible variations.

(d) *Test Specimen Container*, consisting of a brass cylinder open at both ends, having a 1-in. inside diameter, 1½-in. height, and ¼-in. wall thickness. To prevent slippage of very hard wax, a few screw threads or grooves shall be cut into the center part of the inside wall of the cylinder. The cylinder shall be placed on a base plate of brass or glass, wetted with an equal volume mixture of glycerine and water.

(e) *Air Bath* capable of being maintained at  $75 \pm 4$  F (Note 3).

NOTE 3.—Alternatively, the use of a constant-temperature test room or an air cabinet, instead of the air and water baths and the test bath, is permitted provided the specimen is cooled in an atmosphere maintained at a temperature of  $75 \pm 4$  F and provided the test temperature is maintained at  $77 \pm 2$  F. Likewise, a box made of transparent plastic may be used for the water bath and the test performed directly in the water bath, instead of in the test bath described in Paragraph (e).

(f) *Water Bath* of at least 10-liters capacity capable of being maintained at

77  $\pm$  0.2 F (Note 3). It shall be possible to immerse the test specimen in the bath to a depth of not less than 4 in. and to support it on a perforated shelf not less than 2 in. from the bottom of the bath. The bath shall be equipped with a circulating pump to supply the test bath used while observing the penetration, and to maintain a uniform water temperature.

(g) *Test Bath* shall be a container with a minimum inside diameter of  $3\frac{1}{2}$  in. and a minimum depth above the bottom of  $2\frac{1}{2}$  in. The test bath shall be made of a material having poor heat conductance, such as a wooden box lined with copper, or a glass or plastic container. Water from the bath shall be circulated through this test bath so that its temperature is equal to that of the water bath. Provisions shall be made to allow lowering and raising of the water level.

(h) *Thermometer* for use in the water bath. An ASTM Saybolt viscosity thermometer having a range of 66 to 80 F and conforming to thermometer 17 F, as given in ASTM Specification E 1,<sup>6</sup> is recommended. The thermometer shall be immersed to the 70 F mark.

#### Preparation of Test Specimen

5. Heat the wax sample to approximately 30 F above its melting point (as determined by ASTM Methods D 87 or D 127),<sup>6</sup> using care to prevent local overheating. Stir until the sample is homogeneous and free from air bubbles. Then, pour the melted wax into the test specimen container in such a way that a convex meniscus is formed. The test specimen container and the plate on which it is resting shall be at  $75 \pm 4$  F. Allow the container and contents to cool in the air bath at  $75 \pm 4$  F for 1 hr; then, place it in the water bath at  $77 \pm 0.2$  F (Notes 4 and 5) and allow to remain for 1 hr.

<sup>6</sup> See p. 1315.

#### Procedure

6. (a) Remove the test specimen from the water bath and slide the brass cylinder containing the test specimen off the brass plate; use the surface that contacted the plate for testing. Place the specimen in the test bath maintained at  $77 \pm 0.2$  F (Notes 4 and 5). Adjust the water level in the test bath so as to cover the specimen completely.

NOTE 4.—Very hard waxes occasionally will shrink away from the walls of the test specimen container; in such cases it is permissible to wedge the specimen in the container.

NOTE 5.—The test temperature may be other than 77 F, but should not be so high as to give a penetration value exceeding 50.

(b) Place the test bath with specimen upon the penetrometer table, making certain that it cannot teeter during testing. Keep the needle in the test bath for at least 5 min before attaching it to the penetrometer. Place a 50-g weight above the needle, making a total load of  $100 \pm 0.15$  g for the needle and all attachments. Observe that the indicator on the scale is in the "zero" position. Lower the water level in the test bath until the surface of the specimen is no longer covered with water (Note 6). Adjust either the indicator assembly or the table, depending upon the type of instrument, until the tip of the needle nearly touches the surface of the specimen. Securely lock the movable assembly in this position.

NOTE 6.—If a transparent thermostated box is used, the needle can be positioned without lowering the water level.

(c) Then, by means of the slow-motion adjustment, bring the needle tip to just touch the surface of the specimen, watching the shadow of the needle tip as an aid to accurate setting. Raise the water level in the test bath until the specimen is completely covered. After 5 min release the needle shaft and hold it free

to remove all adhering wax, and position the needle as described in Paragraph (c).  
Reporting

7. Record as a single test value the average scale reading for the four penetrations on the prepared specimen and report to the nearest penetration unit. If a temperature other than 77 F is used, give the actual temperature in the report.

#### Precision

8. The following data should be used for judging the acceptability of results (95 per cent probability):

Repeatability, Same Operator and Apparatus	2
Reproducibility, Different Operators and Apparatus	3

Penetration.....

for 5 sec, timing this interval automatically or with a stopwatch graduated to 0.1 sec (Note 7). Observe that the release mechanism does not drag on the shaft; then gently depress the indicator shaft until it is stopped by the needle shaft, and read the penetration from the indicator scale.

NOTE 7.—If an automatic timing release mechanism is not used, the timing can be done conveniently by starting the watch before the beginning of the test, releasing the needle shaft as the second hand crosses a unit graduation of the watch, and engaging the shaft of the needle when the watch indicates exactly 5 sec later.

(d) Make four tests at points about equally spaced (not less than  $\frac{1}{4}$  in. apart) on a circumference at least  $\frac{1}{8}$  in. from the side of the container. Before each test, wipe the needle carefully toward its point with a clean, dry cloth

**Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos**

de Engenharia de FV-Imob, sendo que as seguintes observações:

a) Todas as medidas aproximadas de comprimento e espessura de milímetros.

b) DGG - Departamento de Garantia da Qualidade

UFF - Unidade de Fabricação

Perifoneamento - Processo de fabricação de dinamite

Perifoneamento - Processo de fabricação de dinamite

Perifoneamento - Processo de fabricação de dinamite

Perifoneamento - Processo de fabricação de dinamite

$C_{av}$  - Coeficiente de absorção

$C_{ab}$  - Coeficiente de absorção

$Z(t)$  - Função

**ANEXO B**

Estudo: Consistência de massas de dinamites gelatinosas

$Z(t-1)$  - Função

$Z(t)$  - Função

Taxa F - Distribuição

$F_1$  - Fator de distribuição

$F_2$  - Fator de distribuição

$v_1$  - número de graus de liberdade

$v_2$  - número de graus de liberdade

$C_{av}$  - coeficiente de absorção

## ANEXO B

O documento constante deste anexo é oriundo de original da área de Engenharia da FPV-Imbel, razão pela qual acrescentamos as seguintes observações:

a) Todas as medidas apresentadas são referentes à unidade: décimos de milímetros

b) DGQ - Departamento de Garantia da Qualidade

UF3 - Unidade de Fabricação 3

Penetrômetro velho: - Primeiro aparelho desenvolvido para medição da consistência - outubro de 1994

Penetrômetro novo: - Segundo aparelho desenvolvido para medição da consistência - abril de 1995

$C_{RV}$  - Coeficiente de dispersão tabelado

$C_{RVO}$  - Coeficiente de dispersão observado

Z(1) - Primeiro elemento do rol

Z(2) - Segundo elemento do rol

Z(H-1) - Penúltimo elemento do rol

Z(H) - Último elemento do rol

Teste F - Distribuição "F de Snedecor"[8]

$F_o$  - Fator de Snedecor observado

$F_c$  - Fator de Snedecor crítico (tabelado)

$v_1$  = número de graus de liberdade do numerador[8]

$v_2$  = número de graus de liberdade do denominador[8]

CV = coeficiente de variação[8]

## ESTUDO: CONSISTÊNCIA DE MASSAS DE DINAMITES GELATINOSAS

**OBJETIVO:** Avaliar a repetibilidade e a reprodutibilidade dos Laboratórios em Teste.

**PLANO:** Foi retirado massa (mesma massa PV 15 RX-3 - Lote 17017/3 em 4/12/95) suficiente para 60 testes (30 no DGQ - Penetrômetro Novo e 30 na UF.3 - Penetrômetro Velho) efetuados pelo mesmo analista (Bosco), no menor espaço de tempo possível.

### DADOS OBTIDOS:

#### PENETRÔMETRO VELHO

224; 231; 220; 214; 226; 225; 221; 227; 229; 231; 233; 227; 228; 230; 232; 214; 226; 230; 229; 224; 225; 216; 219; 223; 219; 217; 224; 221; 217; 225.

#### PENETRÔMETRO NOVO

203; 192; 198; 207; 202; 208; 198; 194; 193; 196; 198; 211; 203; 196; 201; 201; 198; 199; 200; 209; 200; 209; 200; 198; 205; 207; 201; 204; 203; 207.

### A - ANÁLISE ESTATÍSTICA

#### A.1 - ORDENAÇÃO DOS DADOS

##### PENETRÔMETRO VELHO UF-3

214; 214; 216; 217; 217; 219; 219; 220; 221; 221; 223; 224; 224; 224; 225; 225; 225; 226; 226; 227; 227; 228; 229; 229; 230; 230; 231; 231; 232; 233.

#### A.2 - ORDENAÇÃO DOS DADOS

##### PENETRÔMETRO NOVO DGQ

192; 193; 194; 196; 196; 198; 198; 198; 198; 198; 199; 200; 200; 200; 201; 201; 201; 202; 203; 203; 203; 204; 205; 207; 207; 207; 208; 209; 209; 211.

TABELA A

LABORATÓRIOS	UF-3	DGQ
1	214	192
2	214	193
3	216	194
4	217	196
5	217	196
6	219	198
7	219	198
8	220	198
9	221	198
10	221	198
11	223	199
12	224	200
13	224	200
14	224	200
15	225	201
16	225	201
17	225	201
18	226	202
19	226	203
20	227	203
21	227	203
22	228	204
23	229	205
24	229	207
25	230	207
26	230	207
27	231	208
28	231	209
29	232	209
30	233	211

### A.3 - ANÁLISE DOS DADOS

#### A.3.1 - LABORATÓRIO UF.3 - PENETRÔMETRO VELHO

Q<sub>22</sub> : Maior valor dentre :

$$\frac{Z(3) - Z(1)}{Z(H-2) - Z(1)} = \frac{216 - 214}{231 - 214} = \frac{2}{17} = 0,1176$$

$$\frac{Z(H) - Z(H-2)}{Z(H) - Z(3)} = \frac{233 - 231}{233 - 216} = \frac{2}{17} = 0,1176$$

Para N= 30    5% → C<sub>RV</sub> = 0,412

$$C_{RV} = 0,412 > C_{RV0} = 0,1176$$

Não existem dados espúrios.

#### A.3.2 LABORATÓRIO DGQ - PENETRÔMETRO NOVO

Q<sub>22</sub>: Maior valor Dentre

$$\frac{Z(3) - Z(1)}{Z(H - 2) - (Z_1)} = \frac{194 - 192}{209 - 192} = \frac{2}{17} = 0,1176$$

$$\frac{Z(H) - Z(H - 2)}{Z(H) - Z(3)} = \frac{211 - 209}{211 - 194} = \frac{2}{17} = 0,1176$$

Para N = 30    5% → C<sub>RV</sub> = 0,412

$$C_{RV} = 0,412 > C_{RV0} = 0,1176$$

Não existem dados espúrios

### B1 - CÁLCULOS INICIAIS

Para dados da UF-3

$$\bar{X} = 224,23$$

$$S_r^2 = 29,49$$

$$S_r = 5,43$$



Para dados do DGQ

$$\bar{Y} = 201,37$$

$$S_Y^2 = 24,70$$

$$S_Y = 4,97$$

Analisando os valores das médias e seus respectivos desvios padrões das duas séries de dados, pode-se perceber que com  $\pm 3$  desvios padrão ao redor da média de cada série; não estará incluída a média da outra série, isto significa que a diferença entre as médias das duas amostras é grande quando levamos em conta as dispersões das observações. Pode-se concluir que existem fortes evidências, que nos permitem afirmar que as médias das duas amostras devem ser diferentes.

## B.2 - ANÁLISE DA VARIÂNCIA

O objetivo da análise de variância é decidir se amostras foram retiradas de populações que tenham o mesmo valor da média. Se as médias amostrais são diferentes entre-si, cabe a pergunta: Porque as médias das amostras são diferentes?

Existem duas fontes de variabilidade:

### - PRIMEIRA FONTE

Devido ao fato das populações serem realmente diferentes, denominada "variabilidade entre". Quanto maior esta variabilidade, maior a evidência de que existem diferenças entre as populações das quais foram retiradas as amostras.

### - SEGUNDA FONTE

Devido ao fato de que existem diferenças dentro de cada amostra, denominada "variabilidade dentro". Quanto maior esta variabilidade, maior será a dificuldade para se concluir que as populações sejam ou não diferentes.

### HIPÓTESE NULA

$H_0$  - Afirma que as populações tem o mesmo valor de média.

### HIPÓTESE ALTERNATIVA

$H_1$  - Afirma que as populações tem diferentes valores de média.

### TESTE F

$$F = \frac{\text{Variância entre}}{\text{Variância dentro}} = \frac{S_b^2}{S_w^2}$$

$$S_b^2 = \frac{\sum_{j=1}^K N_j (\bar{x}_j - \bar{x})^2}{K - 1}$$

$$S_w^2 = \frac{\sum_{i=1}^H (N_i - 1) S_i^2}{N_i \cdot K}$$

$$\bar{x} = \frac{\sum_{j=1}^K X_j}{K}$$

K = Número de amostras.

N<sub>i</sub> = Número de observações de cada amostra.

N<sub>t</sub> = Número total de observações.

$$\bar{x} = \frac{224,23 + 201,37}{2} = 212,80$$

$$S_w^2 = \frac{29 \times 29,49 + 29 \times 24,70}{58} = \frac{855,21 + 716,30}{58}$$

$$S_w^2 = 27,10$$

$$S_b^2 = \frac{30(224,23 - 212,80)^2 + 30(201,37 - 212,80)^2}{2 - 1}$$

$$S_b^2 = 30[130,65 + 130,65] = 7,839$$

$$F_0 = \frac{7,839}{27,10} = 289,26$$

O valor de F<sub>0</sub> (observado) deve ser comparado com o valor crítico F<sub>c</sub> a distribuição F, que num nível de significância determina o valor máximo da estatística F, no caso de H<sub>0</sub> ser verdadeira.

ENTÃO:

Se: F<sub>0</sub> > F<sub>c</sub> ----- Rejeitar H<sub>0</sub>

F<sub>0</sub> < F<sub>c</sub> ----- Aceitar H<sub>0</sub>

Para 5% de significância, com:

$V_1 =$  Graus de Liberdade do Numerador = 1

$V_2 =$  Graus de Liberdade do Denominador = 58

$F_c \cong 4,0$

$F_0 = 289,26 > F_c \cong 4,0$

Rejeitar a Hipótese  $H_0$ . Isto é as populações tem médias diferentes.

Avaliando as variações isoladas dos dois grupos de dados obtemos:

$$CV_X = \frac{S_X}{\bar{X}} = \frac{5,43}{224,23} = 0,0243$$

$$CV_Y = \frac{S_Y}{\bar{Y}} = \frac{4,97}{201,97} = 0,0246.$$

Percebe-se que os coeficientes de variação são muito parecidos (quase idênticos) donde se conclui que podem até ser considerados "precisos", porém não possuem exatidão, o que inviabiliza a utilização para análises comparativas.

**Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
“Consistência” de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos**

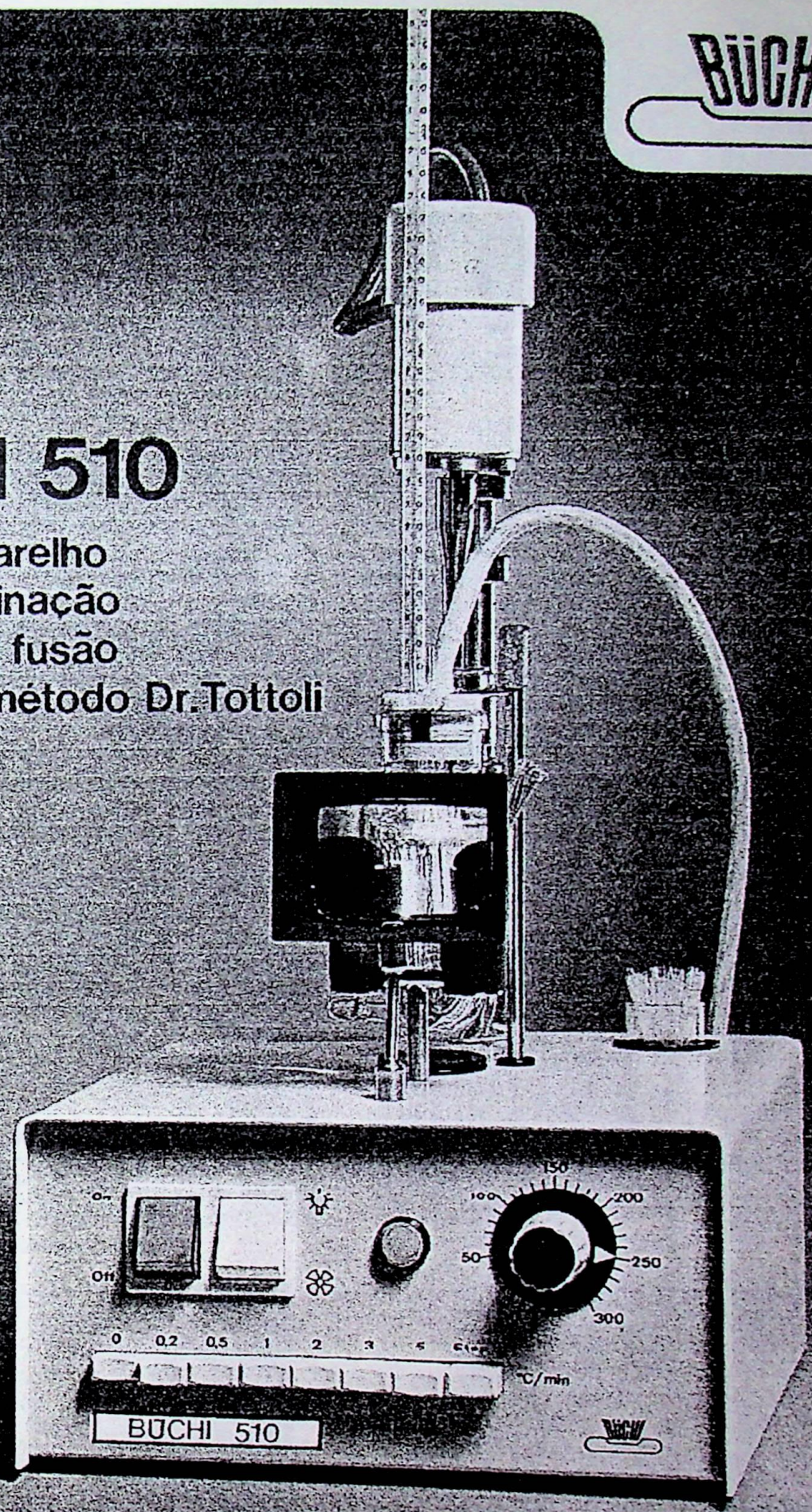
**ANEXO C**

Catálogos de equipamentos de medição

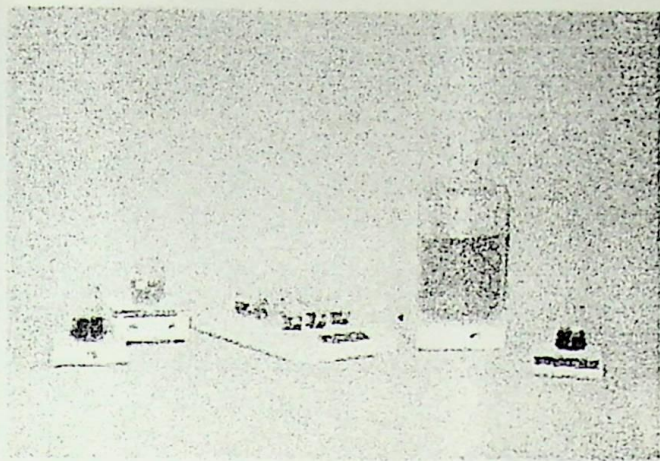


# BÜCHI 510

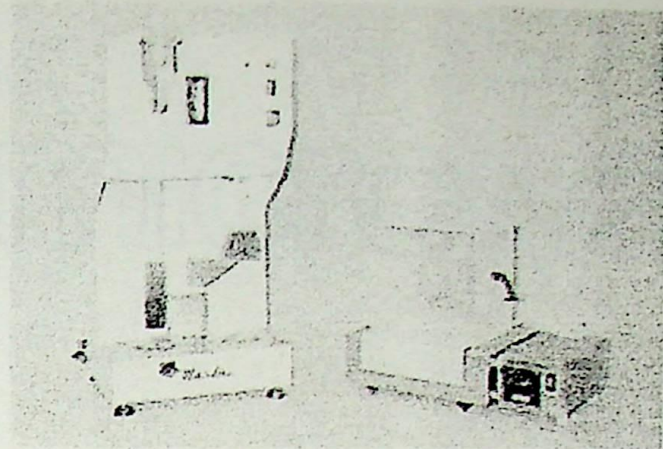
um novo aparelho  
para determinação  
do ponto de fusão  
segundo o método Dr. Tottoli



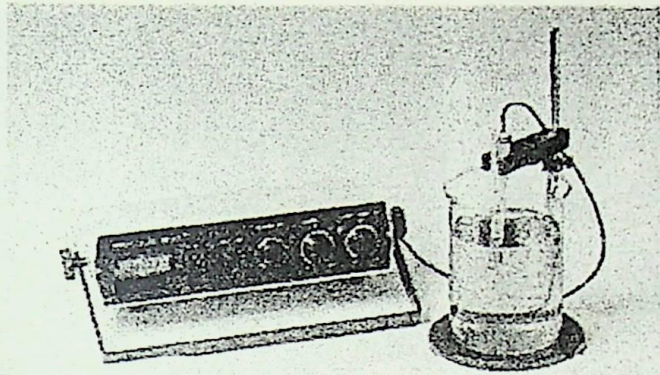
**BÜCHI LABORATORY-TECHNIQUES LTD**  
CH-9230 FLAWIL/SWITZERLAND ☎ 071 83 13 92 TELEX 77403



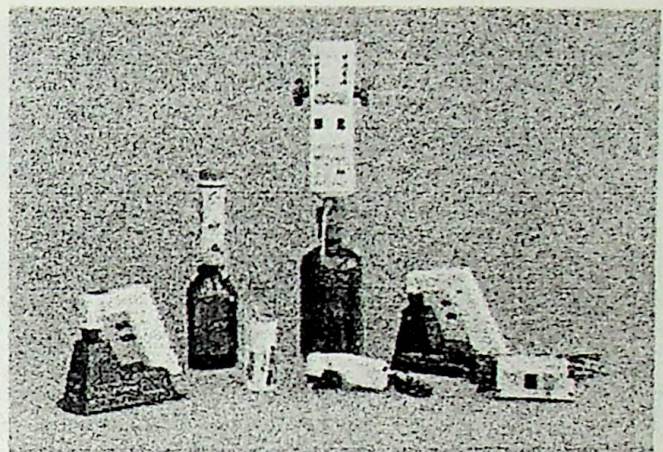
Agitadores Magnéticos



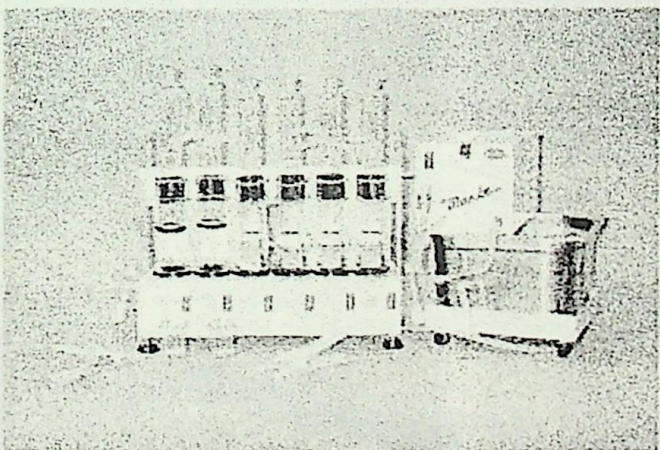
Bloco Digestor e  
Desulfurador de Nitrogênio (proteína)



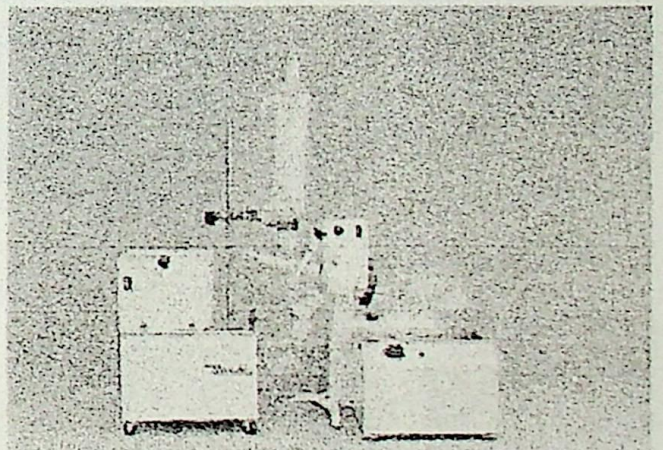
Medidor de pH



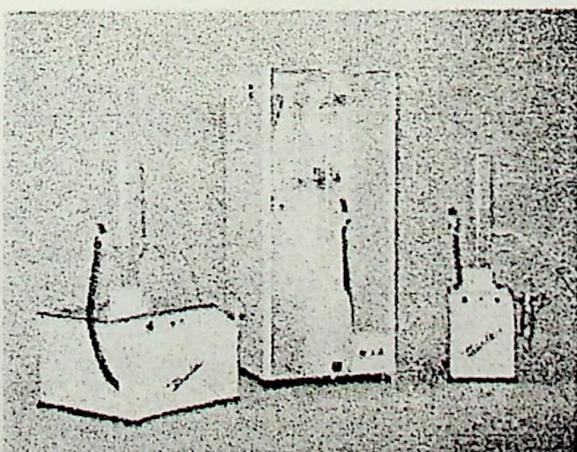
Pipetadores e Dispensadores



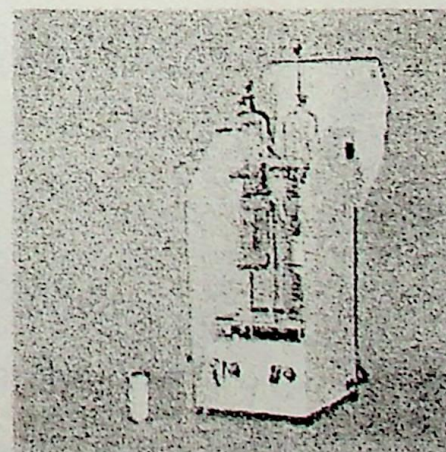
Digestor de Fibras



Evaporador Rotativo e Trompa de Vácuo



Destiladores de Água



Extrator de Lípidos (gordura)

# I micronal



**espectrofotômetros digitais UV-VIS  
B380 e B382**

Espectrofotômetros são indispensáveis na rotina diária de um laboratório moderno.

Modelos Micronal B380 e B382 em pintura digital, são equipados com monocromador à rede de difração segundo montagem de Littrow, com leitura linear dos comprimentos de onda. As análises são realizadas com grande precisão, rapidez e máxima eficiência.

Design moderno e facilidade de ocupação visual e operacional são o desenvolvimento de um equipamento de design, que apresenta os elementos de comando e indicação de maneira funcional. O revestimento em pintura epoxi protege o aparelho eficientemente.

A disposição de seus componentes internos, como por exemplo os relés operacionais integrados e a fonte de alimentação estabilizada, garante confiabilidade e máximo rendimento.

#### Saída para registrador

A saída analógica incorporada permite a conexão de um registrador para protocolar os resultados.

#### Fácil troca de lâmpada

Um compartimento especial, amplo, permite a troca da lâmpada, sem necessidade de realinhar o feixe óptico do aparelho.

#### Acessórios opcionais

A linha de acessórios oferece variantes interessantes, tais como suportes, cubetas, bomba aspiradora, etc., de acordo com as aplicações desejadas.

#### Principais áreas de aplicação

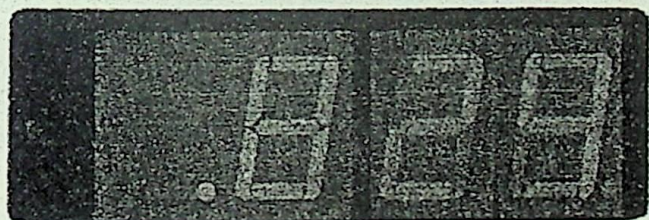
- Indústria Metalúrgica: controle de composição e pureza de metais, controle de qualidade de componentes, etc.
- Indústria Farmacêutica: controle de qualidade de matéria-prima, dosagem de vitaminas, etc.

- Laboratórios de Análises Clínicas: bioquímica em geral, como análises das enzimas cardíacas (CPK, TGO, DHL), hepáticas (TGO, TGP, fosfatase alcalina), fatores reumáticos (ácido úrico, mucoproteínas), lípidos totais, colesterol, triglicerídeos, glicose, etc.

- Açúcar e Alcool: controle de qualidade de matéria-prima, etc.

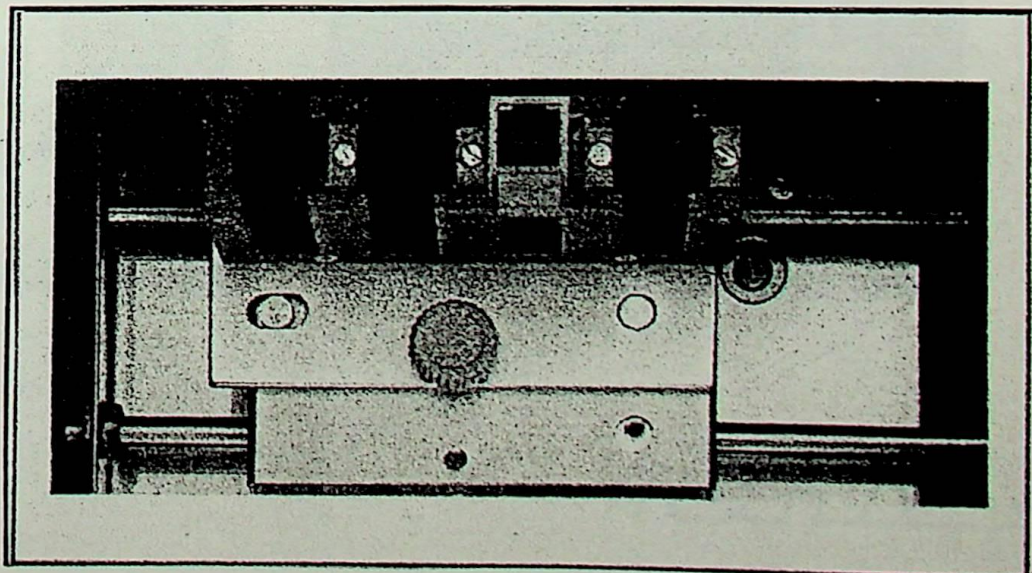
Outros equipamentos podem ser acoplados ao B380 ou B382 e formar novos conjuntos de medição, ampliando assim a sua gama de aplicações:

- Sistema FIA (Análises Químicas por Injeção em Fluxo) composto de:
  - Espectrofotômetro B380 ou B382
  - Cubeta com suporte FIA
  - Bomba Peristáltica com tubos de tygon
  - Módulo de análise
  - Registrador Potenciométrico B292
- Banho Ultratermostático B290, utilizado como banho circulante no controle da temperatura em cubetas termostatizáveis dos espectrofotômetros, na faixa de  $-15$  a  $+100^{\circ}\text{C}$  com precisão de  $0,1^{\circ}\text{C}$ .
- Equipamento destinado a titulações espectrofotométricas BA319, para aplicação em complexometria, composto de:
  - Suporte para tubos de titulação
  - Tubos de titulação
  - Agitador a hélice
  - Parte superior do recipiente de titulação
  - Luva guia



O display digital do monocromador é digital do tipo LED, com 15 mm de altura, proporcionando uma perfeita leitura dos resultados.

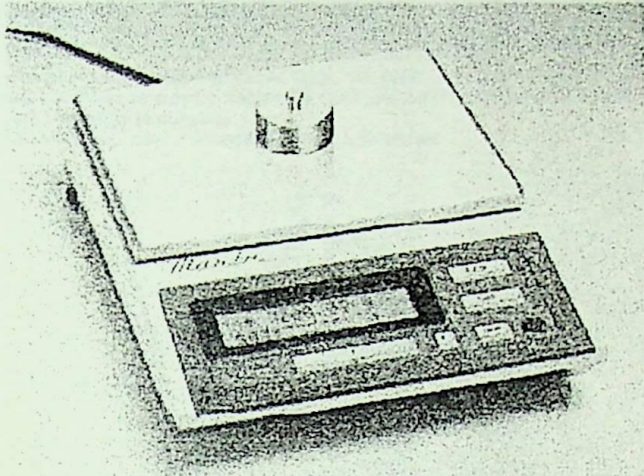
O compartimento de amostra é em aço inoxidável, tipo cartucho intercambiável, projetado para aceitar cubetas de fluxo laminar, de microvolume, cilíndricas ou retangulares.



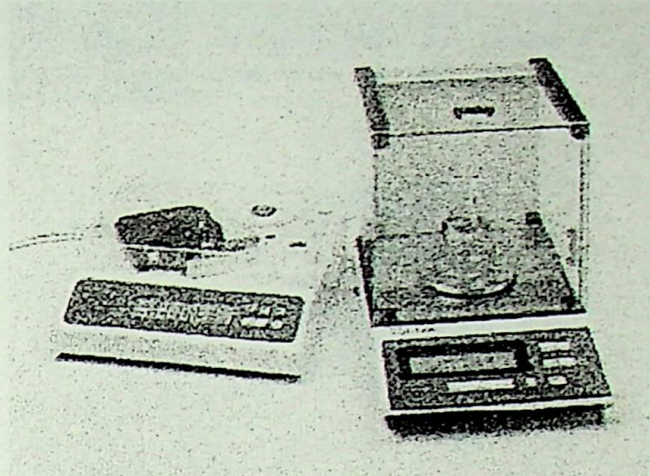


# QUALIDADE e PRECISÃO

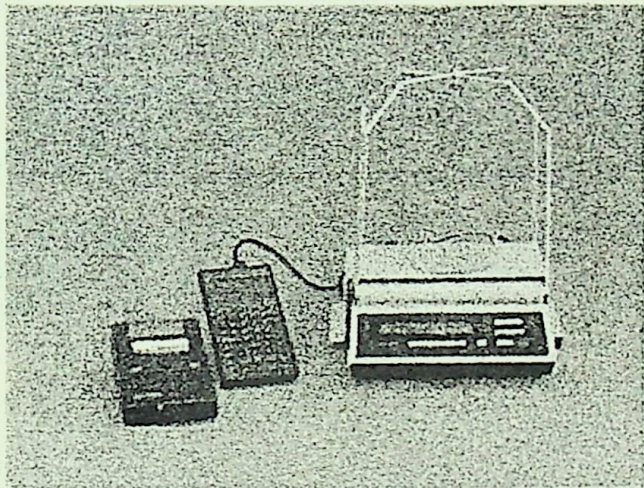
## EM EQUIPAMENTOS PARA SEU LABORATÓRIO



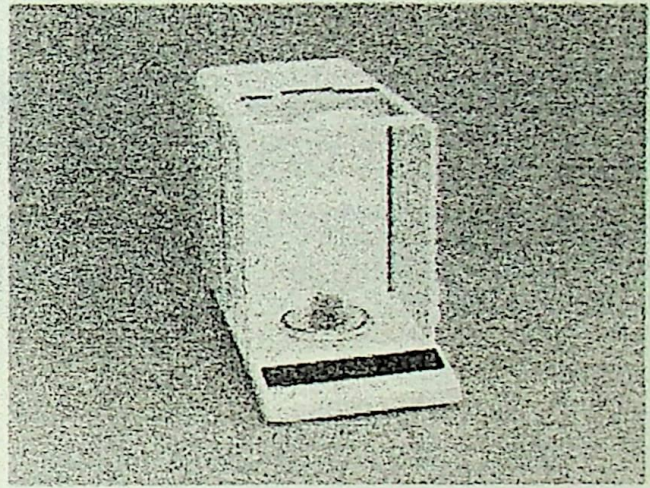
Balança Eletrônica - Série AS



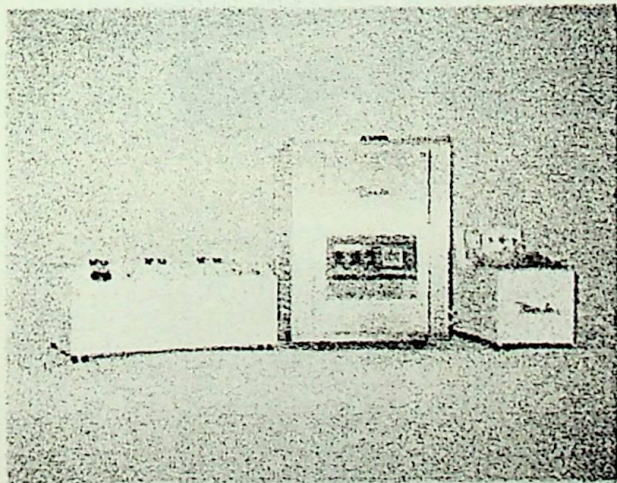
Balança Eletrônica de Alta Precisão - Série AL



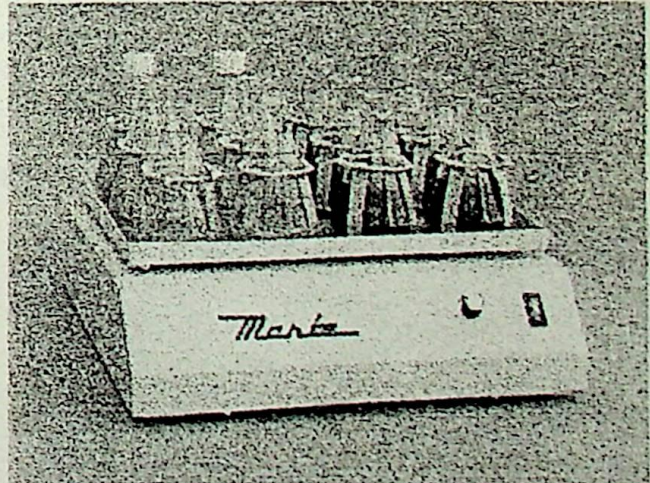
Controle Estatístico de Processo



Balança Analítica



Banhos



Mesa Agitadora

*Marte*®

## BALANÇAS ELETRÔNICAS DE PRECISÃO

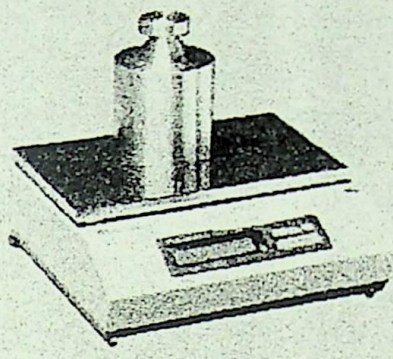
Vantagens das séries AS e AL: Visor de cristal líquido; Indicador de estabilidade; adaptável ao ambiente de trabalho; Indimarte; Diversas funções programáveis. Saída de dados RS 232C (opcional).

MODELOS	AL 200 <sup>b</sup>	AL 500 <sup>c</sup>	AS 500	AS 1000	AS 2000	AS 5000	AS 5500 <sup>d</sup>	A 10K	A 40K	A 4/40K
Carga máxima	200g	500g	500g	1.000g	2.000g	5.000g	500/5.000g	10.000g	40.000g	4.000/40.000g
Sensibilidade	0,001g	0,001g	0,01g	0,01g	0,01g	0,1g	0,01/0,1g	0,1g	1g	0,1/1g
Reprodutibilidade	0,001g	0,001g	0,01g	0,01g	0,01g	0,1g	0,01/0,1g	0,1g	1g	0,1/1g
Prato (mm)	ø 100	ø 100	202x156	202x156	202x156	202x156	202x156	320x210	300x310	300x310

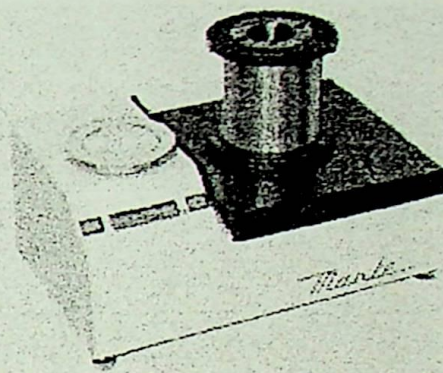
os. - Balança pesadora e contadora: AL 200C, AL 500C, AS 500C, AS 1000C, AS 2000C, AS 5000C, AS 5500C, AC 10K, AC 40K e AC 4/40K  
 Balança pesadora e percentagem: AL 200P, AL 500P, AS 500P, AS 1000P, AS 2000P, AS 5000P e AS 5500P

- Possuem calibração automática

- Modelo Automate<sup>®</sup> com mudança automática de escala



A 10K

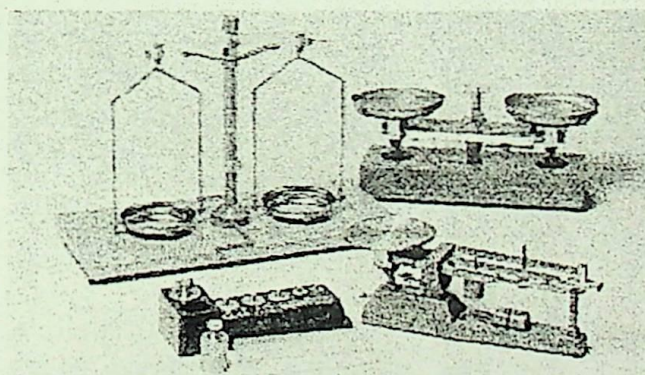


A 4/40K

## BALANÇAS MECÂNICAS

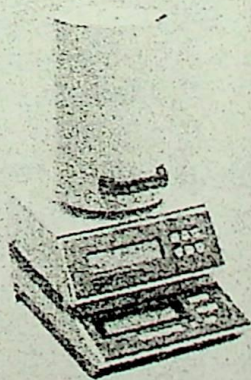
MODELOS	500	506	507	508	509	510	516	517	518	602
Carga máxima	200g	200g	100g	300g	500g	1.000g	2.000g	5.000g	10.000g	2.000g
Sensibilidade	5mg	1mg	3mg	5mg	7mg	10mg	20mg	50mg	100mg	0,1g

MODELOS	003	010	020	1000	1001	1007	1020	000A	000D	000O
Carga máxima	5.000g	10.000g	20.000g	311g	1.610g	5.550g	21.100g	125g/m <sup>2</sup>	250g/m <sup>2</sup>	500g/m <sup>2</sup>
Sensibilidade	0,5g	0,8g	1g	10mg	0,1g	0,5g	1g	0,5g/m <sup>2</sup>	1g/m <sup>2</sup>	2g/m <sup>2</sup>

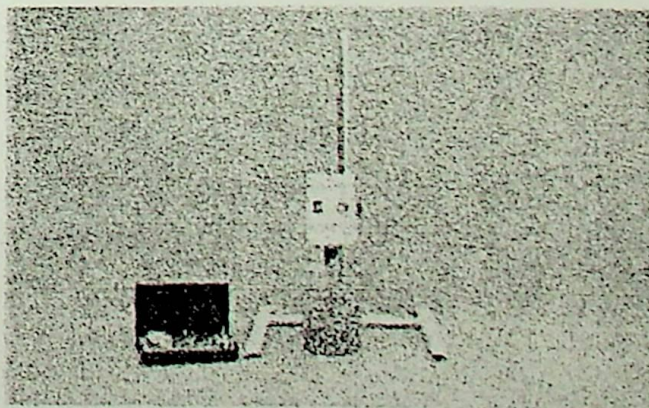


- BALANÇAS MECÂNICAS DE PRECISÃO
- JOGOS DE PESO DE PRECISÃO

## EQUIPAMENTOS



Secador à Infravermelho



Agitador Mecânico

**Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos**

**ANEXO D**

**Recomendação INC - 1 (1980)**

# Recommendations of Working Group and CIPM

## A.1 Recommendation INC-1 (1980)

The Working Group on the Statement of Uncertainties (see Foreword) was convened in October 1980 by the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) in response to a request of the Comité International des Poids et Mesures (CIPM). It prepared a detailed report for consideration by the CIPM that concluded with Recommendation INC-1 (1980) [2]. The English translation of this Recommendation is given in 0.7 of this *Guide* and the French text, which is authoritative, is as follows [2]:

### Expression des incertitudes expérimentales

#### Recommandation INC-1 (1980)

1. L'incertitude d'un résultat de mesure comprend généralement plusieurs composantes qui peuvent être groupées en deux catégories d'après la méthode utilisée pour estimer leur valeur numérique:

- A. celles qui sont évaluées à l'aide de méthodes statistiques,
- B. celles qui sont évaluées par d'autres moyens.

Il n'y a pas toujours une correspondance simple entre le classement dans les catégories A ou B et le caractère « aléatoire » ou « systématique » utilisé antérieurement pour classer les incertitudes. L'expression « incertitude systématique » est susceptible de conduire à des erreurs d'interprétation; elle doit être évitée.

Toute description détaillée de l'incertitude devrait comprendre une liste complète de ses composantes et indiquer pour chacune la méthode utilisée pour lui attribuer une valeur numérique.

2. Les composantes de la catégorie A sont caractérisées par les variances estimées  $s_j^2$  (ou les « écarts-types » estimés  $s_j$ ) et les nombres  $v_j$  de degrés de liberté. Le cas échéant, les covariances estimées doivent être données.

3. Les composantes de la catégorie B devraient être caractérisées par des termes  $u_j^2$  qui puissent être considérés comme des approximations des variances correspondantes dont on admet l'existence. Les termes  $u_j^2$  peuvent être traités comme des variances et les termes  $u_j$  comme des écarts-types. Le cas échéant, les covariances doivent être traitées de façon analogue.

4. L'incertitude composée devrait être caractérisée par la valeur obtenue en appliquant la méthode usuelle de combinaison des variances. L'incertitude composée ainsi que ses composantes devraient être exprimées sous la forme d'« écart-types ».

5. Si pour des utilisations particulières on est amené à multiplier par un facteur l'incertitude composée afin d'obtenir une incertitude globale, la valeur numérique de ce facteur doit toujours être donnée.

# Determinação da incerteza da medição em ensaios de "Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos

## A.2 Recommendation 1 (CI-1981)

The CIPM reviewed the report submitted to it by the Working Group on the Assessment of Uncertainties and adopted the following recommendations at its 19th meeting held in October 1981 [2]:

### Recommendation 1 (CI-1981)

Expression of experimental uncertainties

The Comité International des Poids et Mesures

considering

the need to find an agreed way of expressing experimental uncertainty in laboratory

work after the two basic systems of units by

international progress in

the field of

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

## A.3 Recommendation 1 (CI-1986)

The CIPM has reviewed the report of the Working Group on the Assessment of Uncertainties at its 21st meeting held in October 1986 and adopted the following recommendations [2]:

### Recommendation 1 (CI-1986)

Expression of experimental uncertainties

The Comité International des Poids et Mesures

considering

the need to find an agreed way of expressing experimental uncertainty in laboratory

work after the two basic systems of units by

international progress in

the field of

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

the

## ANEXO E

### Recomendação 1: CI-1981/CI-1986

## A.2 Recommendation 1 (CI-1981)

The CIPM reviewed the report submitted to it by the Working Group on the Statement of Uncertainties and adopted the following recommendation at its 70th meeting held in October 1981 [3]:

### Recommendation 1 (CI-1981)

#### Expression of experimental uncertainties

The Comité International des Poids et Mesures

#### *considering*

- the need to find an agreed way of expressing measurement uncertainty in metrology,
- the effort that has been devoted to this by many organizations over many years,
- the encouraging progress made in finding an acceptable solution, which has resulted from the discussions of the Working Group on the Expression of Uncertainties which met at BIPM in 1980.

#### *recognizes*

- that the proposals of the Working Group might form the basis of an eventual agreement on the expression of uncertainties.

#### *recommends*

- that the proposals of the Working Group be diffused widely;
- that BIPM attempt to apply the principles therein to international comparisons carried out under its auspices in the years to come;
- that other interested organizations be encouraged to examine and test these proposals and let their comments be known to BIPM;
- that after two or three years BIPM report back on the application of these proposals.

## A.3 Recommendation 1 (CI-1986)

The CIPM further considered the matter of the expression of uncertainties at its 75th meeting held in October 1986 and adopted the following recommendation [4]:

### Recommendation 1 (CI-1986)

#### Expression of uncertainties in work carried out under the auspices of the CIPM

The Comité International des Poids et Mesures,

*considering* the adoption by the Working Group on the Statement of Uncertainties of Recommendation INC-1 (1980) and the adoption by the CIPM of Recommendation 1 (CI-1981),

*considering* that certain members of Comités Consultatifs may want clarification of this Recommendation for the purposes of work that falls under their purview, especially for international comparisons,

*recognizes* that paragraph 5 of Recommendation INC-1 (1980) relating to particular applications, especially those having commercial significance, is now being considered by a working group of the International Standards Organization (ISO) common to the ISO, OIML and IEC, with the concurrence and cooperation of the CIPM.

*requests* that paragraph 4 of Recommendation INC-1 (1980) should be applied by all participants in giving the results of all international comparisons or other work done under the auspices of the CIPM and the Comités Consultatifs and that the combined uncertainty of type A and type B uncertainties in terms of *one standard deviation* should be given.

IMBEL  
FPM  
DGA  
Secundária de  
de Trabalho  
de Trabalho  
de Trabalho

Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
"Consistência" de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos

**ANEXO F**

Instruções de Trabalho - IMBEL - nº 217.220

IMBEL |  
FPV |  
DGO |

INSTRUÇÕES DE TRABALHO

N.º 217.220

ENSAIO DE CONSISTÊNCIA (RESISTÊNCIA A PENETRAÇÃO);

Sequência das Etapas de Trabalho	Potencial de Perdas e Acidentes	Procedimentos Recomendados e/ou pontos principais
1 - Preparar material de ensaio e EPI.	1-a) Uso do equipamento danificado.	1-a) Conferir: - Aparelho de Penetração; - Cronômetro; - Pote de PVC (corpo de prova); - Canivete; - Espátula de madeira; - Mesa ou Bancada sem trepidações; - Luvas de borracha; - Ficha para anotações dos resultados.
2 - Conferir amostra a ser analisada.	2- Amostra sem identificação.	2- Verificar se a identificação da amostra está de acordo com a requisição, observando: - No. do lote; - Data de fabricação; - No. da amostra ou No. da caixa.
3 - Preparar corpo de prova.	3-a) Ferimento nas mãos;  b) Queda de explosivo no chão.  c) Massa do explosivo não uniforme no corpo de prova.  d) Queda do corpo de prova.	3-a) Cortar com auxílio do canivete as duas extremidades do cartucho e/ou a ponta;  b) Evitar que caia resíduo do explosivo sobre a mesa ou no chão; caso aconteça limpar imediatamente.  c) Pressionar com os dedos a massa do explosivo no pote de PVC para que ela ocupe todos os espaços do pote de PVC e que a superfície da massa fique paralelamente proporcional a do pote.  d) Posicionar o corpo de prova na plataforma do penetrometro.
4 - Executar ensaio.	4-a) Resultado incorreto.	4-a) Colocar o ponteiro do aparelho no zero, deslizar e fazer com que o bico do cone encoste na superfície da massa e travar novamente o aparelho.



Sequência das Etapas de Trabalho	Potencial de Perdas e Acidentes	Procedimentos Recomendados e/ou pontos principais
	b) Esquecimento de acionar o cronômetro. c) Tempo de penetração incorreto. d) Leitura incorreta. e) Anotação incorreta na ficha. f) Deformação na ponta do cone.	b) Apertar a alavanca do aparelho soltando a trava do sistema e acionar o cronômetro ao mesmo tempo. c) Apertar a alavanca do sistema e impedir que a penetração exceda a 20 segundos. d) Fazer a leitura no indicador do aparelho em 22 centímetros de milímetro, de forma frontal ao mostrador. e) Falar o resultado de forma clara e pedir que o auxiliar repita. f) Permanecer com a borracha embaixo do cone nos intervalos dos ensaios.
5 - Montar certificado de ensaio.	5-Falta de dados.	5-Passar para certificado os seguintes dados: - Identificação do produto; - No. do certificado; - Resultados de acordo com a tabela anexa.
6 - Divulgar resultados.	6-Falta de divulgação.	6-Enviar quantas vias forem necessárias ao escritório para que seja feita a divulgação.
7 - Efetuar limpezas.	7-Impregnação de explosivos no aparelho,	7-Executar limpeza geral após efetuar os ensaios. OBS.: Penetrômetro de cone (ASTM No. D 217 - 52 T ISSED). 1952-Peso do cone: 58g Peso padrão: 1700g

TABELA DE CONSISTÊNCIA:

VALORES ENCONTRADOS				TIPO	
ATE		199		RUIM	= D
DE	200	a	219	ACIMA DO IDEAL	= B
DE	220	a	239	IDEAL	= A
DE	240	a	255	BOA	= A
DE	256	a	269	QUASE BOA	= C
ACIMA DE		270		RUIM	= D

Obs.: S3 serão aprovadas as consistências do tipo A e B.

Determinação da incerteza da medição em ensaios de  
“Consistência” de Dinamites: Um fator eliminador de conflitos

**ANEXO G**

Tabela de valores críticos do teste de Dixon

## Critical values for Dixon's test

The version given in the table below is R.S. Gardner's version of Dixon's test as published in CROW, E.L., DAVIS, F.A. and MAXFIELD, M.W. *Statistical Manual*, Dover Publications, 1960 : table 16<sup>[8]</sup>. This version applies when it is not known at which end of a series of data an outlier may occur.

Test criterion	H	5 %	1 %
$Q_{10} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H) - z(1)} \text{ or } \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(1)}$ whichever is the greater	3	0,970	0,994
	4	0,829	0,926
	5	0,710	0,821
	6	0,628	0,740
	7	0,569	0,680
$Q_{11} = \frac{z(2) - z(1)}{z(H-1) - z(1)} \text{ or } \frac{z(H) - z(H-1)}{z(H) - z(2)}$ whichever is the greater	8	0,608	0,717
	9	0,564	0,672
	10	0,530	0,635
	11	0,502	0,605
	12	0,479	0,579
$Q_{22} = \frac{z(3) - z(1)}{z(H-2) - z(1)} \text{ or } \frac{z(H) - z(H-2)}{z(H) - z(3)}$ whichever is the greater	13	0,611	0,697
	14	0,586	0,670
	15	0,565	0,647
	16	0,546	0,627
	17	0,529	0,610
	18	0,514	0,594
	19	0,501	0,580
	20	0,489	0,567
	21	0,478	0,555
	22	0,468	0,544
	23	0,459	0,535
	24	0,451	0,526
	25	0,443	0,517
	26	0,436	0,510
	27	0,429	0,502
	28	0,423	0,495
	29	0,417	0,489
	30	0,412	0,483
31	0,407	0,477	
32	0,402	0,472	
33	0,397	0,467	
34	0,393	0,462	
35	0,388	0,458	
36	0,384	0,454	
37	0,381	0,450	
38	0,377	0,446	
39	0,374	0,442	
40	0,371	0,438	

For a given set of data  $z(h)$ ,  $h = 1, 2, \dots, H$ , arranged in order of magnitude, the critical values may be approximated by the following formulae :

**H = 3 to 7**

$$\text{CrV}(1\%) = 1,070\ 88 + H^3 (0,000\ 406\ 403H - 0,003\ 982\ 99)$$

$$\text{CrV}(5\%) = 1,295\ 77 + H^2 (0,010\ 633\ 6H - 0,000\ 530\ 002H^2 - 0,063\ 293\ 4)$$

**H = 8 to 12**

$$\text{CrV}(P) = 1,715\ 33 - 3,200\ 02P + H(0,057\ 502\ 1P - 0,215\ 899 + 0,014\ 912\ 1H - 0,000\ 386\ 346H^2)$$

**H = 13 to 40**

$$\begin{aligned} \text{CrV}(P) = & 1,285\ 8 + 0,000\ 000\ 245\ 006H^4 + 0,000\ 006\ 883\ 07PH^4 - 0,000\ 039\ 118\ 4H^3 - 0,000\ 726\ 943PH^3 + \\ & + 0,002\ 369\ 84H^2 + 0,027\ 184\ 1PH^2 - 0,068\ 667\ 9H - 0,406\ 221PH \end{aligned}$$

where  $P$  is a probability expressed as 0,05 (for 5 %) or 0,01 (for 1 %).

DATA	04 / 06 / 19 97
PROC.	
MED.	PPG
LEV.	
RS	Wacafar

EFEI - BIBLIOTECA MAUÁ  
8200883



NÃO DANIFIQUE ESTA ETIQUETA