

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO MULTICÊNTRICO EM QUÍMICA DE MINAS GERAIS**

AMANDA ALVES SOARES

**ANÁLISE CRÍTICA DE ENSAIOS COM FOCO EM ADEQUAÇÃO
METROLÓGICA E LEVANTAMENTO DE DADOS VÁLIDOS PARA ESTIMAÇÃO
DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO**

BELO HORIZONTE

2023

AMANDA ALVES SOARES

**ANÁLISE CRÍTICA DE ENSAIOS COM FOCO EM ADEQUAÇÃO
METROLÓGICA E LEVANTAMENTO DE DADOS VÁLIDOS PARA ESTIMAÇÃO
DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Multicêntrico em Química de Minas Gerais, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Química.

Orientador: Prof. Dr. Patterson Patrício de Souza

BELO HORIZONTE

2023

Soares, Amanda Alves.
S676a Análise crítica de ensaios com foco em adequação metrológica e levantamento de dados válidos para estimação da incerteza de medição / Amanda Alves Soares. – 2023.
133 f. : il.
Orientador: Patterson Patricio de Souza.

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação Multicêntrico em Química de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2023.
Bibliografia.

1. Metrologia. 2. Conformidade. 3. Qualidade. 4. Incerteza - Medição. 5. Ensaio de tração. I. Souza, Patterson Patricio de. II. Título.

CDD: 620.0044

Ficha elaborada pela Biblioteca - *campus* Nova Suíça - CEFET-MG
Bibliotecária: Rosiane Maria Oliveira Gonçalves - CRB6-2660

AMANDA ALVES SOARES

**ANÁLISE CRÍTICA DE ENSAIOS COM FOCO EM ADEQUAÇÃO METROLÓGICA
E LEVANTAMENTO DE DADOS VÁLIDOS PARA ESTIMAÇÃO DA INCERTEZA
DE MEDIÇÃO**

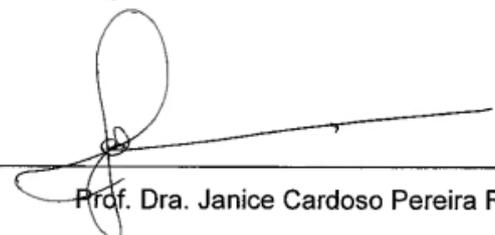
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Multicêntrico em Química de Minas Gerais, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Química.

Belo Horizonte, 05 de julho de 2023.

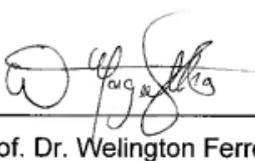
Aprovado pela Banca Examinadora:



Prof. Dr. Patterson Patrício de Souza (Orientador)



Prof. Dra. Janice Cardoso Pereira Rocha



Prof. Dr. Wellington Ferreira de Magalhães

DEDICATÓRIA E AGRADECIMENTOS

Primeiramente, dedico este trabalho à Deus. Todos os caminhos que percorri certamente foram guiados por Ele. Dedico também ao meu esposo Fernando, que abriu mão de tantas coisas para que esse projeto fosse realizado, além de todos os conselhos e apoio emocional. Aos meus pais, Marilene e João, que me incentivaram desde cedo, mesmo sem saber, nos caminhos da pesquisa científica. E à minha irmã, que mesmo do outro lado do mundo, me ouvia e torcia por mim. Sem a força e o coração de vocês, nada disso valeria a pena.

Agradeço ao meu orientador, Patterson, pelo apoio incondicional e confiança. Muitas vezes, nem eu mesma acreditava no meu trabalho, mas o tempo todo você confiou em mim, mesmo eu sendo uma aluna tão estranha...não conhecia ninguém, gostava de metrologia, não era do CEFET e, além disso tudo, haviam ainda os vários obstáculos de uma vida proletariada. Eu só tinha uma abstração do assunto que queria abordar e a vontade de fazer o trabalho. Isso bastou para você, que comprou a ideia sem questionar e deu todo o suporte e encorajamento necessário, sem se importar com dia ou horário. Obrigada por tudo! Agradeço também à professora Patrícia, que tanto agregou ao trabalho com a sua experiência. Ao Venilton, no suporte com os ensaios de tração, ao Fernando Cunha com as dicas na etapa da estimação da incerteza e ao meu amigo Wadson pela amizade de 15 anos, pelos momentos de desabafo e treinos para os seminários. Ter a mentoria de pessoas como vocês foi um privilégio. Agradeço também ao CEFET-MG, por ter me aceitado de braços abertos. Ter participado de tudo isso foi um sonho realizado.

E por último, e não menos importante, aos meus amigos e colegas, os pessoais, os do CEFET-MG e os da minha vida profissional. A apresentação dessa dissertação culmina em um encerramento de um ciclo profissional. Foram quase 15 anos na indústria e no setor de serviços laboratoriais, contando com dois anos como bolsista na UFMG, trabalhando e aprendendo muito com inúmeros profissionais incríveis. Impossível citar os nomes somente de alguns aqui, pois seria injusta com todos os mestres que tive em todo esse tempo, desde o pessoal do laboratório até o da produção e da gerência, cada um com um ensinamento específico para passar. Todo o conhecimento que tentei colocar nesse texto veio de vocês. Espero que esse trabalho possa representar tudo isso. E que seja o início de um novo ciclo.

Epígrafe

"[...] e seja louvado o Nosso Criador que, como diz Agostinho, estabeleceu todas as coisas em número, peso e medida." Umberto Eco, em O nome da rosa.

"O amor é uma amostra mortal da imortalidade."

Fernando Pessoa

RESUMO

A Metrologia, a “ciência da medição e suas aplicações”(1), cresce em importância nos cenários acadêmico, industrial e econômico em todo o mundo. A versão mais atual da norma ISO/IEC 17025 de 2017, que trata dos requisitos gerais para avaliação da competência de laboratórios de ensaio e calibração, reforça essa tendência. Entre os seus requisitos, dois pontos principais têm chamado a atenção: a gestão do risco e a estimação da incerteza de medição, cruciais para as tomadas de decisão baseadas na conformidade de ensaios. Os principais objetivos desse trabalho, são, além de entender essas novas tendências, fazer uma revisão bibliográfica dessas definições e, por fim, a partir de um estudo de caso, aplicar esses conceitos, permitindo que resultados válidos sejam obtidos e usados para o seu devido propósito. Para o estudo de caso escolhido, um ensaio físico de tração uniaxial aplicado a polímeros, especificamente em produto acabado da produção de canudos biodegradáveis. Das diversas propriedades que podem ser obtidas através desse ensaio, foi estudado o módulo de Young, importante no estabelecimento da resistência do material à deformação. A primeira etapa, que trata da análise crítica do ensaio, permitiu que fossem realizadas as adaptações necessárias, baseadas nos requisitos de processo 7.2, 7.5, 7.6 e 7.7 da norma ISO/IEC 17025. Foram sugeridas mudanças no número de medições das dimensões dos corpos de prova, utilização de um formulário padrão para coleta e memória de cálculo dos dados, estimação da incerteza de medição e utilização de cartas controle para acompanhamento do desempenho do procedimento. A partir disso, os dados foram coletados em condições de precisão intermediária, permitindo a simulação do comportamento de uma amostra controle. No tratamento de dados, foi realizada a avaliação da correlação, da estatística descritiva e identificação de outliers. Nos cálculos tanto do valor do módulo quanto da estimativa da incerteza foram utilizadas diversas abordagens e desenvolvida a discussão em torno dos diversos resultados possíveis obtidos. Por fim, é mostrado como pode ocorrer a utilização dos resultados de incerteza de medição na avaliação de conformidade do produto, através de uma das ferramentas da qualidade, que são as cartas controle.

Palavras chave: Metrologia, conformidade, qualidade, incerteza de medição, ensaio de tração uniaxial.

ABSTRACT

Metrology, the “science of measurement and its applications” (1), is growing in importance in academic, industrial and economic scenarios around the world. The most current version of the 2017 ISO/IEC 17025 standard, which deals with the general requirements for assessing the competence of testing and calibration laboratories, reinforces this trend. Among its requirements, two main points have drawn attention: risk management and measurement uncertainty estimation, crucial for decision-making based on analysis compliance. The main objectives of this work are, in addition to understanding these new trends, to carry out a bibliographical review of these definitions and, finally, from a case study, to apply these concepts, allowing valid results to be obtained and used for their due purpose. For the chosen case study, a physical test of uniaxial traction applied to polymers, specifically in finished product of the production of biodegradable straws. Of the various properties that can be obtained through this test, the Young's modulus, important in establishing the material's resistance to deformation, was studied. The first stage, which deals with the critical analysis of the test, allowed the necessary adaptations to be carried out, based on the process requirements 7.2, 7.5, 7.6 and 7.7 of the ISO/IEC 17025 standards. Changes in the number of measurements of the dimensions of the bodies were suggested, the use of a standard form for data collection and calculation memory, estimation of measurement uncertainty and use of control charts to monitor the performance of the procedure. From this, the data were collected under conditions of intermediate precision, allowing the simulation of the behavior of a control sample. In the treatment of data, the evaluation of correlation, descriptive statistics and identification of outliers was carried out. In the calculations of both the Young's modulus value and the uncertainty estimate, different approaches were used and the discussion was developed around the different possible results obtained. Finally, it is shown how the measurement uncertainty results can be used in the evaluation of product conformity, through one of the quality tools, which are the control charts.

Keywords: Metrology, compliance, quality, measurement uncertainty, uniaxial tensile test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema relacionando o papel da Metrologia, dos órgãos nacionais e da incerteza de medição no ciclo da Qualidade e no desenvolvimento socioeconômico dos países e dos ODS propostos pela ONU.....	19
Figura 2. Gráfico do histórico recente dos investimentos em bolsas estudantis e pesquisa em Metrologia e Qualidade pelo INMETRO, período entre 2005 à 2022.....	22
Figura 3. Gráfico do histórico recente dos investimentos em bolsas estudantis e pesquisa em Metrologia e Qualidade pelo INMETRO, período entre 2005 à 2022.....	23
Figura 4. Classificação simplificada das abordagens mais discutidas na literatura para avaliação da informação de incerteza de medição.....	29
Figura 5. Diagramas representando as distribuições de probabilidade uniforme e triangular.....	33
Figura 6. Fluxograma de decisão para utilização das informações de tendência e de seu resultado de incerteza.....	37
Figura 7. Representação hipotética da expectativa de prejuízo como uma função da incerteza de medição, de acordo com o FFP, onde o custo ótimo está representado por U_f	44
Figura 8. Exemplos dos possíveis resultados de uma medição, comparados à uma especificação.....	48
Figura 9. Relação entre as distribuições de probabilidade das hipóteses nula e alternativa e os erros associados.....	50
Figura 10. Testes de hipóteses bicaudal e unicaudal.....	50
Figura 11 Representação das zonas de aceitação e rejeição definidas pelas regras de decisão.....	53
Figura 12 Representação esquemática das principais partes de uma máquina universal de ensaios e exemplos de corpos de prova normalizados.....	56
Figura 13 Comportamento idealizado de um polímero amorfo, relacionando o módulo de Young, a estrutura adquirida, temperatura e seu comportamento tensão-deformação.....	59
Figura 14 Canudos padronizados, já como corpos de prova, e identificados. Peças metálicas e cilíndricas utilizadas durante a fixação dos corpos de prova nas garras da máquina de ensaio. Corpo de prova fixado nas garras da máquina de ensaio. Célula de carga de 20 KN utilizada	68
Figura 15. Figura esquemática da regressão linear pelo Método dos Mínimos Quadrados.....	69
Figura 16 Exemplo da homoscedasticidade, com variâncias iguais estatisticamente em todos os pontos da regressão, <i>versus</i> a heteroscedasticidade, com variâncias diferentes.....	71
Figura 17 Diagrama de Ishikawa representando a abordagem bottom-up para estimação de incerteza de medição do módulo de Young.....	76
Figura 18. Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova da amostra PP-100, em mm.....	78
Figura 19 Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2, em mm.....	79
Figura 20 Correlação entre tensão x deformação das amostras PP-100, PP-ADT1 e PP-ADT2.....	85
Figura 21 Detalhamento da correlação das amostras PP-100.....	86
Figura 22. Correlação força <i>versus</i> deformação das amostras PP-100.....	87
Figura 23. Representação da sessão transversal de um tubo.....	88
Figura 24. Histogramas dos níveis 5,8,11,14 e 17 da região linear, com avaliação da variável tensão das amostras PP-100.....	89
Figura 25. Gráficos box-plot representam os parâmetros da estatística descritiva para as bateladas 1-4 da amostra PP-100. Representados os gráficos dos níveis 5, 8, 11,14 e 17.....	95
Figura 26. Gráficos box-plot representam os parâmetros da estatística descritiva para as bateladas 1-2 e 3-4 da amostra PP-100. Representados os gráficos dos pontos 5, 8, 11,14 e 17.....	95

Figura 27. Gráficos de regressão pelos métodos MMQUO (considera variâncias iguais) e MMQUP (usa o valor real das variâncias para o cálculo dos ponderadores)101

Figura 28. Carta controle para avaliação da conformidade das amostras analisadas.....108

LISTA DE EQUAÇÕES

Bloco de equações 1. Equação de Welch-Satterwaite.....	28
Bloco de equações 2. Relação funcional entre as grandezas de entrada e saída na equação do mensurando.....	31
Bloco de equações 3. Expressões da variância experimental dos dados.....	31
Bloco de equações 4. Obtenção do fator de divisão para a distribuição uniforme.....	33
Bloco de equações 5. Obtenção do fator de divisão para a distribuição triangular.....	33
Bloco de equações 6. Incerteza-padrão combinada.....	34
Bloco de equações 7. Avaliação da correlação entre as variáveis.....	34
Bloco de equações 8. Alternativas para a determinação da incerteza-padrão de precisão intermediária, u_{pi}	36
Bloco de equações 9. Incerteza-padrão da tendência.....	38
Bloco de equações 10. Incerteza-padrão combinada do método top-down.....	39
Bloco de equações 11. Variáveis do ensaio de tração.....	47
Bloco de equações 12. Lei de Hooke e determinação do módulo de elasticidade.....	59
Bloco de equações 13. Método dos Mínimos Quadrados ponderado.....	70
Bloco de equações 14. Regra de ouro para avaliação da premissa da utilização do MMQU.....	71
Bloco de equações 15. Equação de medição do módulo de Young pelo procedimento A.....	73
Bloco de equações 16. Incerteza-padrão u_{E_1} do módulo de Young.....	73
Bloco de equações 17. Incerteza-padrão $u_{b_{WF}}$ associada à inclinação b_{WF}	73
Bloco de equações 18. Abordagem bottom-up para a estimação da incerteza do módulo de Young E_B	74
Bloco de equações 19. Avaliação da correlação entre variáveis.....	77
Bloco de equações 20. Relação entre a tensão e a espessura da parede.....	88
Bloco de equações 21. Cálculo da estatística de Shapiro-Wilk.....	90
Bloco de equações 22. Cálculo dos momentos de assimetria e curtose através dos coeficientes de Fisher.....	92
Bloco de equações 23. Estatística do teste unicaudal de Grubbs.....	97

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Quadro 1. Alguns dos documentos internacionais mais consultados para avaliação da informação de incerteza de medição e suas principais abordagens.....	30
Quadro 2. Relação dos possíveis erros no teste de hipótese e como são classificados.....	49
Quadro 3. Especificações técnicas das amostras de canudos avaliadas nos ensaios de tração.....	64
Quadro 4. Adequação do ensaio de tração aos principais itens dos requisitos de processo da norma ISO 17025.....	65
Quadro 5. Ensaio de rotina e ensaio revisado para o teste de tração com produto acabado.....	67
Quadro 6. Códigos dos procedimentos de cálculo do módulo de Young e sua estimativa de incerteza.....	77
Tabela 1. Dados gerados pelo software Bluehill© para o início e fim da região elástica, módulo, coeficiente linear e coeficiente de correlação para cada corpo de prova testado da amostra PP-100.....	82
Tabela 2. Dados gerados pelo software Bluehill© para o início e fim da região elástica, módulo, coeficiente linear e coeficiente de correlação para cada corpo de prova testado das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2.....	83
Tabela 3. Comparação entre os resultados médios de força, tensão, deformação e área das bateladas de ensaios, no nível 5 da região elástica das amostras PP-100.....	86
Tabela 4. Testes F e T para verificação dos valores de variância e média de força, tensão, deformação e área das bateladas de ensaios, no nível 5 da região elástica das amostras PP-100.....	86
Tabela 5. Resultados dos testes de Shapiro-Wilk para os ensaios 1-4, nos pontos da região linear para a variável tensão, para um $n=20$, $\alpha=0,05$, valor Tabelado = 0,905.....	90
Tabela 6. Valores de média, mediana, variância, desvio padrão, quartis, assimetria e curtose das amostras PP-100 agrupadas e separadas nos grupos de ensaios 1-2 e 3-4.....	93
Tabela 7. Identificação de outliers nas bateladas 1-2 e 3-4 através do Teste de Grubbs.....	98
Tabela 8. Dados experimentais obtidos da região linear da curva de tensão <i>versus</i> deformação e dados de tensão ajustados com a regressão pelo MMQUO e MMQUP, para 1-4, 1-2 e 3-4.....	100
Tabela 9. Resultados obtidos do módulo de Young e seus desvios-padrão associados.....	101
Tabela 10. Valores para o módulo de Young das amostras PP-100 pelos métodos citados na literatura.....	102
Tabela 11. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem da literatura, das amostras PP-100.....	103
Tabela 12. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up, das amostras PP-100.....	104
Tabela 13. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up, das amostras PP-100.....	105
Tabela 14. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up B, das amostras PP-100.....	105

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1.	INTRODUÇÃO.....	12
1.1	TEMA E OBJETIVOS.....	13
1.2	JUSTIFICATIVA DO TEMA.....	15
1.2.1	BREVE HISTÓRICO.....	15
1.2.2	CICLO DA QUALIDADE.....	18
CAPÍTULO 2.	AFINAL, O QUE É INCERTEZA?.....	25
2.1	ERRO X INCERTEZA.....	25
2.2	DEFINIÇÃO DO MENSURANDO E DAS FONTES DE INCERTEZA.....	26
2.3	TIPOS A E B, INCERTEZA COMBINADA E EXPANDIDA.....	27
2.4	ABORDAGENS MAIS UTILIZADAS.....	28
2.4.1	MÉTODO BOTTOM-UP.....	30
2.4.2	MÉTODO TOP-DOWN.....	34
CAPÍTULO 3.	PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DAS MEDIÇÕES.....	40
3.1	O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DOS RISCOS.....	40
3.2	O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DOS CUSTOS.....	43
3.3	O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DA QUALIDADE.....	44
CAPÍTULO 4.	UTILIZAÇÃO DA INCERTEZA NA AVALIAÇÃO DA CONFORMIDADE.....	47
4.1	TESTES DE HIPÓTESES.....	49
4.2	INTERVALOS DE ABRANGÊNCIA.....	51
4.3	REGRAS DE DECISÃO E INCERTEZA ALVO.....	51
CAPÍTULO 5.	EXPOSIÇÃO DO ESTUDO DE CASO.....	55
5.1	INTRODUÇÃO AOS POLÍMEROS.....	55
5.2	MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS.....	55
5.3	ENSAIO DE TRAÇÃO.....	57
5.3.1	MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	58
5.4	PROBLEMA PROPOSTO.....	60
5.5	PROPÓSITO DE USO.....	61
CAPÍTULO 6.	MATERIAIS, MÉTODOS E RESULTADOS OBTIDOS.....	63
6.1	MATERIAIS E MÉTODOS.....	63
6.1.1	SISTEMA DE MEDIÇÃO UTILIZADO E AMOSTRAS.....	63
6.1.2	ANÁLISE CRÍTICA DE ACORDO COM A ISO/IEC 17025.....	64
6.1.3	CÁLCULO DO MÓDULO DE YOUNG – MMQP.....	69
6.1.4	CÁLCULO DO MÓDULO DE YOUNG - LITERATURA.....	72
6.2	ESCOLHA DAS ABORDAGENS DE ESTIMAÇÃO DA INCERTEZA.....	72
6.3	RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO.....	77

6.3.1	MEDIÇÕES PRÉ-ENSAIO.....	78
6.3.2	TRATAMENTO ESTATÍSTICO.....	84
6.3.2.1	CORRELAÇÃO DOS DADOS.....	84
6.3.2.2	IDENTIFICAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE PROBABILIDADE.....	88
6.3.2.2.1	IDENTIFICAÇÃO DE OUTLIERS.....	96
6.3	OBTENÇÃO DO MÓDULO DE YOUNG.....	99
6.4.1.	POP PELO MMQUP.....	99
6.4.2.	POP'S ABORDADOS PELA LITERATURA.....	101
6.5	ESTIMAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO.....	102
CAPÍTULO 7.	DECISÕES, DECISÕES.....	107
7.1	AVALIAÇÃO DA CONFORMIDADE.....	107
7.2	CONCLUSÕES FINAIS.....	109
CAPÍTULO 8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	112
CAPÍTULO 9.	ANEXOS.....	121

“Tenham pesos e medidas exatos e honestos para que vocês vivam muito tempo na terra que o Senhor, o seu Deus, lhes dá.” Bíblia Cristã, Deuteronômio 25:15

CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO

Citando Couto *et al* (2002),

O país [Brasil] tem um volume alto de perdas ocorridas em razão de erros, defeitos de produção, tempo perdido em retrabalho, excesso de refugo e outras formas de desperdício que se elevam a cifras bastante relevantes em relação ao [Produto Interno Bruto] PIB. Certamente o fator metrológico é responsável por grande parte dessas perdas, quando se refere ao grande número de instrumentos subutilizados no parque industrial brasileiro e ao impacto dos erros e incertezas de medição na comercialização e qualidade dos produtos (2).

A Metrologia é um assunto muito recente no cenário industrial e acadêmico brasileiro e, claramente, ainda não foi bem esclarecido e disseminado. Na indústria e setor de serviços, por exemplo, planilhas de cálculo de incerteza ou de calibrações são sempre muito temidas, ou geralmente feitas de forma incompleta. Muitas vezes são utilizadas fórmulas engessadas, programadas há muitos anos, copiadas de planilha a planilha, perpetuando equívocos que nunca são descobertos devido à mecanização do processo ou simplesmente não entendimento do assunto pelos profissionais envolvidos. Certificados de calibração que nunca foram avaliados criticamente, com correções nunca aplicadas, muitas vezes simplesmente arquivados. Já na academia, os conceitos básicos da Garantia de Qualidade de Laboratórios muitas vezes são preteridos à outras prioridades ou demandas dos pesquisadores.

É uma lacuna urgente no mercado profissional brasileiro a falta de formação de profissionais com conhecimento básico em Metrologia, em cálculo de incerteza, desenvolvimento de metodologias e procedimentos, validações e calibrações. Junto a isso, o entendimento da real importância do assunto para uma análise crítica e decisiva de dados, além da sua importância para o desenvolvimento industrial, científico e econômico de um país.

Depois de 20 anos do artigo de Couto *et al* (2002), aqui inicialmente citado, e 43 anos depois do lançamento daquele que é considerado o primeiro documento específico para qualidade em laboratórios, o ISO/IEC Guide 25 (3), a qualidade e a Metrologia são demandas mais do que reais, emergentes no mercado. Atualmente há uma linguagem muito mais universal, graças às facilidades modernas que permitem

uma troca rápida e efetiva tanto de conhecimento como de serviços, softwares, commodities etc. Essa globalização da qualidade nos leva a interagir com profissionais de todos os lugares do mundo e, muitas vezes, até à necessidade de atender a legislações internacionais, como é o caso das barreiras técnicas impostas entre os países (4). Laudos técnicos confiáveis desses produtos somente serão obtidos quando for possível compará-los com outros laudos, fornecidos por outros laboratórios. Isso só será possível conhecendo-se, além do resultado, as incertezas associadas a ele, o que nos fornece o grau de confiança daquela medição. Sem a decisão com confiança, maior é a probabilidade de perdas e retrabalho, logo, há uma maior probabilidade de prejuízo. A necessidade de “falar” um mesmo idioma no que se refere aos métodos tanto de medição quanto da estimação da incerteza e, conseqüentemente de garantia da qualidade, é indiscutível.

Com a versão mais atual da ISO/IEC 17025: 2017 (5), em que são abordados basicamente os mesmos requisitos da versão anterior (6), mas agora sob uma visão de análise e gestão de riscos, vem em destaque não somente a garantia da qualidade laboratorial, mas um outro assunto que é muito pouco abordado que são as regras de decisão e avaliação da conformidade. Essas regras são baseadas, principalmente, nos resultados de incerteza de medição. Atender à esta nova visão de gestão é reconhecer que precisamos entender as informações de forma cada vez mais profunda e crítica. Um novo tipo de mercado se abre e se impõe para os químicos analíticos e profissionais de laboratórios.

A Organização Internacional para Padronização, a ISO, uma das maiores instituições do mundo no que se refere à normalização, possui um lema que, apesar de simples, resume bem este objetivo: grandes coisas acontecem quando o mundo se entende¹(7), concorda, se padroniza. E esse é o objetivo da Metrologia: promover as ferramentas necessárias para que o mundo possa, utilizando a ciência como uma linguagem pura, interdisciplinar e universal, buscar propósitos e soluções em comum.

1.1 TEMA E OBJETIVOS

A intenção desse trabalho é poder introduzir e popularizar os conceitos citados entre os profissionais da área, promovendo um caminho para consolidar a estimação

¹ No original em inglês, “*great things happens when the world agrees*”.

da incerteza e análise de risco como parte inerente e inseparável do processo de medição. Além disso, pretende-se mostrar como inserir de forma prática essa visão em qualquer laboratório, seja ele de controle de qualidade ou de pesquisa, principalmente em ambientes não acreditados, gerando debate sobre a importância da Metrologia e o seu impacto em nossas decisões.

Baseado nisso, os objetivos específicos deste trabalho são, utilizando as ferramentas estatísticas necessárias e a norma ISO 17025:2017 como base:

- a. Realizar um estudo de caso: um ensaio físico de tração uniaxial, aplicado ao estudo das propriedades físicas de polímeros, especificamente de canudos biodegradáveis.
- b. Realizar o tratamento estatístico adequado. A ideia é poder utilizar softwares de fácil acesso. Usamos durante o estudo de caso o software Excel©.
- c. Realizar a estimação da incerteza de medição e a
- d. Avaliação da conformidade.

No capítulo 1, é apresentado um breve histórico da evolução da Metrologia e como ela se tornou uma ciência de base, essencial em diversos campos de pesquisa. Nesse item é discutida a sua relevância nas economias de países desenvolvidos e em desenvolvimento. O capítulo 2 traz uma revisão bibliográfica sobre a definição da incerteza de medição e suas principais metodologias de estimação. Já o capítulo 3 é voltado para a gestão da qualidade, tratando sobre propósito de uso, seus custos e gestão dos riscos associados. No capítulo 4 encerra-se essa discussão, mostrando como a incerteza pode ser utilizada na avaliação de conformidade.

Os capítulos 5 e 6 trazem a aplicação dos conceitos revisados no estudo de caso, primeiramente contextualizando a importância do tema no nicho escolhido e detalhando materiais e métodos. Em seguida, a descrição dos resultados obtidos, com a discussão ponto a ponto. O capítulo 7 encerra trazendo a interpretação de acordo com o propósito de uso, objetivos alcançados, conclusões e sugestões para continuidade do trabalho.

1.2 JUSTIFICATIVA DO TEMA

1.2.1 BREVE HISTÓRICO

Em 1682, John Arbuthnot, médico e matemático inglês, afirmou que “existem muitas poucas coisas que nós conhecemos em que não é possível transformar e reduzir à conhecimento matemático e racional; e aquelas em que não é possível, seu conhecimento só pode ser considerado pequeno e confuso” (8). De acordo com Mackenzie e Stigler (8), esse pensamento foi compartilhado por vários grandes cientistas pela história, desde Immanuel Kant (1724-1804), Leonardo Da Vinci (1452-1519), Roger Bacon (1220 – 1292) e Francis Bacon (1561- 1626), Lorde Kelvin (1824-1907) (8), entre muitos outros. Porém, com o passar dos anos, concluiu-se que era indiscutível que as medições sozinhas não diziam o bastante. Para servir aos propósitos da ciência as medições deveriam ser comparáveis e sua incerteza deveria ser conhecida e entendida.

Em 1738 Abraham De Moivre introduz a função da curva normal, conhecida então como lei dos erros, ou lei de frequência do erro (9), discutindo-a em seu texto *The doctrine of chances* (10), que traz os fundamentos da probabilidade aplicados aos jogos de aposta. Já em 1894 Sir Francis Galton, estatístico e matemático inglês, utilizou a lei de frequência do erro para discutir suas observações em seu trabalho *Natural Inheritance* (11). Ele chega a dizer que “não conhece nada tão maravilhoso e impressionante quanto a forma de ordem cósmica expressa pela Lei de Frequência do erro” (11).

A origem da Metrologia, a “ciência da medição e suas aplicações” (1) se dá, portanto, desde os primórdios dos tempos, quando surgem as primeiras formas de quantificar os interesses do homem (12). Porém, considera-se que a Metrologia moderna só nasce oficialmente em 20 de maio de 1875, em Paris, com a assinatura da Convenção do Metro e criação do Bureau Internacional de Pesos e Medidas, o BIPM, hoje a maior organização internacional dedicada ao assunto. Participaram da sua criação 21 países, inclusive o Brasil (governado por Dom Pedro II). O Brasil que, dez anos antes, já havia decretado uma lei imperial adotando o sistema métrico decimal, estabelecido na França em 1799 e consolidado em 1837 (13–15).

Observa-se então, nesse momento histórico, um movimento gradual importante em que estudos acadêmicos relacionados à medição passam de um campo mais

filosófico e puramente científico para um campo aplicado. Torna-se necessário poder comparar quantidades de forma universal, e se torna extremamente fundamental do ponto de vista tanto social quanto econômico da época. Esse movimento é evidenciado no texto *Medida, Normalização e Qualidade* (15), de Dias (1998), que diz que

As últimas décadas do século XIX testemunharam o início da revolução científica [...]. Em 1894, [...] Maxwell deu forma matemática às descobertas de Michael Faraday sobre as relações entre corrente elétrica e campos magnéticos [...]. Em 1865, como resultado de quase 20 anos de pesquisas sobre termodinâmica, Rudolf Clausius chegava ao conceito de entropia [...] e em 1898, os trabalhos de Pierre e Marie Curie comprovaram a existência da radioatividade. Seja no estudo da eletricidade, termodinâmica ou radioatividade, a exigência por instrumentos e técnicas de medição acompanhava a sofisticação experimental do trabalho científico. A grande novidade, porém, estava na ligação crescente entre tais descobertas e o mundo industrial em expansão [...] [porque] eram cruciais para a operação de alto-fornos e máquinas a vapor. [...] Em si mesma, a expansão do uso doméstico e industrial da energia elétrica constitui, sem qualquer dúvida, a principal força subjacente à redefinição da Metrologia científica.

A convenção do metro foi o ápice e um resultado natural desse movimento de revolução científica em conjunto com todas as mudanças políticas e sociais da época. O seu objetivo principal era a padronização das unidades de medida, inspirados pelo modelo francês, e que essas fossem amplamente divulgadas e estabelecidas internacionalmente. No entanto, foi somente em 1960 que o Sistema Internacional de Unidades (SI) foi definitivamente estabelecido (16) e até hoje vem avançando nas definições das unidades de medida. Isso se deu devido à formação dos Comitês de Consulta em várias áreas do conhecimento científico, para que fossem sendo desenvolvidas com o tempo as modificações necessárias para melhoria contínua das unidades e sua aplicação em escala mundial. Outros países se uniram posteriormente ao tratado, atualmente com 63 membros e 38 países associados.

Entre os anos de 1970 até 1995 se dá o ápice de trabalhos direcionados à Metrologia em si. Em 1978, um dos Comitês de Consulta do BIPM, especificamente o Comitê de pesos e medidas, declarou a necessidade de se padronizar também a metodologia de cálculo das incertezas geradas durante o processo de medição. Criou-se um grupo de trabalho, com participação de especialistas de 11 países, que se reuniram em 1980 para discutir a questão. Foi concebido então o rascunho das primeiras recomendações para estimação da incerteza, publicado em 1981, sendo reconfirmadas em 1986 (17,18).

Em 1984 surge a primeira edição do *Vocabulário Internacional de Metrologia*, o VIM (1), também pelo BIPM, outro grande passo no sentido da padronização da linguagem da Metrologia. Em outubro de 1978 também surge o que é considerada a origem da norma ISO/IEC 17025, o documento ISO GUIDE 25 ou *Guia para avaliação de competência técnica para laboratórios de ensaio*, publicado pela Cooperação Internacional para Acreditação de Laboratórios, a ILAC (3). Em 1982 a Comissão Internacional Eletrotécnica (IEC) atualiza o GUIDE 25, juntamente com a ISO; em 1990 o guia passa a incluir não somente laboratórios de ensaios, mas também laboratórios de calibração (19).

Em 1993 surge a primeira versão de um novo documento elaborado em conjunto pelo BIPM, ISO, IEC, OIML (Organização Internacional de Metrologia Legal), IUPAC (União Internacional de Química Pura e Aplicada) entre outras organizações, cujo grupo de trabalho foi chamado de ISO/TAG4/WG3, com objetivo de atualizar as recomendações feitas para o cálculo de incerteza em 1986. Em 1993 também é revisada e publicada a 2ª edição do VIM (1,2,17). Em 1995 o documento elaborado pelo ISO/TAG4/WG3 finalmente é revisado e publicado com o nome que possui hoje, *Guia para expressão da incerteza de medição*, o famoso GUM 95. Baseado nesse guia, ainda em 1995 foi publicado o primeiro Guia da EURACHEM em conjunto com a CITAC (Cooperação Internacional de Rastreabilidade em Química Analítica), mas aplicado diretamente para o cálculo da incerteza na química analítica e qualidade de laboratórios de ensaio (2), mais conhecido como QUAM: *quantificando incertezas em medições analíticas* (20).

Já em 1999 o GUIDE 25 é substituído pela norma ISO/IEC 17025, sendo realizadas adequações para ficar de acordo com a ISO 9001; se um laboratório estivesse acreditado pela referida norma, certamente cumpriria os requisitos para a 9001. Em 2005 é publicada uma revisão, corrigida em 2006, e, em 2017, a última versão, muito influenciada pela ISO 31000 (21), que trata da gestão de riscos em processos (3).

Até 2022 foram lançadas muitas outras publicações relevantes voltadas para área, muitas delas pelo próprio BIPM, principalmente atualizando e anexando novas orientações ao GUM 2008 (22–25) . Um destaque especial para as publicações em português, traduzidas por grupos de trabalho englobando inúmeros pesquisadores lusófonos, contribuindo para a disseminação da Metrologia nesses países. Como exemplos dessas publicações estão a primeira edição traduzida do VIM (tradução da

3ª edição original) (1), a tradução do GUM 2008 (22), ambos no ano de 2012, e o GUIA EURACHEM/CITAC *Utilização da informação de incerteza na avaliação da conformidade* (26) .

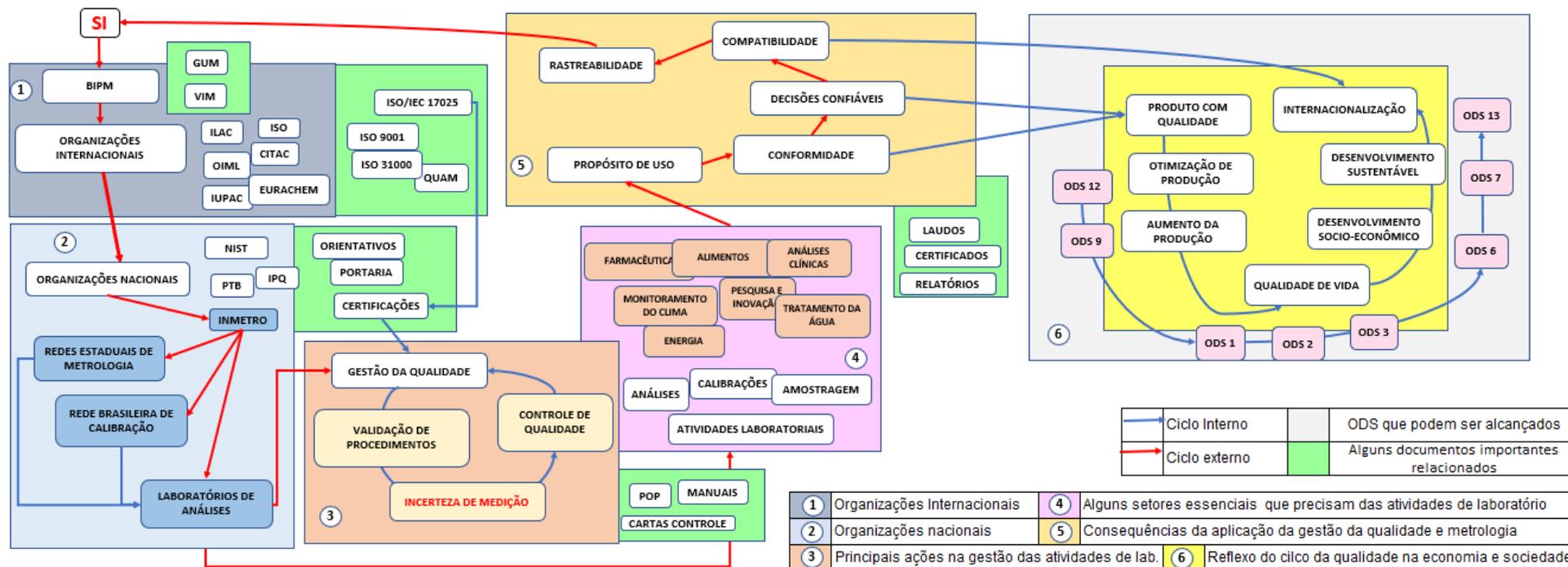
1.2.2 CICLO DA QUALIDADE

Diante do exposto, fica evidenciada a importância da Metrologia para o avanço socioeconômico de um país. Percebe-se que está inserida e tem um papel essencial em um ciclo, que aqui chamaremos de *ciclo da qualidade*, mostrado esquematicamente na Figura 1. Nesse ciclo, o ponto inicial se dá em 1875 com a padronização das unidades de medida e a criação do BIPM, do vocabulário de Metrologia em 1984 e logo em seguida com a padronização da estimação da incerteza de medição, em 1986. Esses acontecimentos foram cruciais para o desenvolvimento de diversas iniciativas em nível global, como o surgimento de várias organizações internacionais (nº1) e nacionais de Metrologia (nº2), como a OIML (1955), a ILAC (1977), a ISO (1947) e o próprio INMETRO (1973). Desencadeou também o desenvolvimento de inúmeros guias e documentos, que visavam respaldar o alcance da qualidade máxima nas atividades de laboratório² (mostrados nas caixas em verde).

Esses guias foram desenvolvidos a nível internacional e serviram de base para os documentos utilizados a nível nacional, muitas vezes são traduzidos. Por sua vez, os documentos internos dos laboratórios tendem a seguir esses orientativos e guias, criando seus próprios controles, como procedimentos operacionais padrão (POP's), manuais, cartas controle, etc.

² A ISO/IEC 17025:2017 define o termo “atividades de laboratório” como o conjunto de atividades que englobam ensaios, amostragens e calibrações. Um laboratório pode realizar uma ou mais delas.

Figura 1. Esquema relacionando o papel da Metrologia, dos órgãos nacionais e da incerteza de medição no ciclo da Qualidade e no desenvolvimento socioeconômico dos países e dos ODS propostos pela ONU.



Fonte: autoria própria (Excel©2016), baseado em (2-5,15,16,22,26-34).

Tudo isso permite a eficiência no alcance do propósito de uso dessas atividades (nº4) (34), segurança na avaliação da conformidade dos resultados de medição, o que leva à uma tomada de decisão muito mais confiável. Os resultados, emitidos através de laudos técnicos, certificados ou relatórios, serão válidos e confiáveis, passíveis de comparabilidade, o que garante principalmente rastreabilidade ao SI (nº5) (20,33). Voltamos então ao ponto de partida, fechando o “*ciclo externo*” mostrado na Figura 1 através das setas vermelhas.

A utilização da gestão da qualidade laboratorial garante, além da continuidade do “*ciclo externo*”, a movimentação do aqui chamado de “*ciclo interno*”, mostrado na Figura 1 através das setas azuis. Pode não ser explícito como deveria, mas grande parte das demandas comerciais, industriais, de pesquisa e de serviço, alicerces do desenvolvimento socioeconômico de qualquer país, estão intimamente atreladas às atividades de laboratório (nº4). A gestão adequada dessas atividades laboratoriais através da tríade *validação de métodos e procedimentos, avaliação da incerteza de medição e controle de qualidade* (nº3) leva à (nº6):

- a. produtos e serviços com maior qualidade;
- b. otimização de processos e por consequência aumento da produção;
- c. superação das barreiras técnicas e internacionalização dos produtos;
- d. aumento da qualidade de vida da população.

Essa relação entre a Metrologia, crescimento socioeconômico e qualidade de vida pode ser mais amplamente discutida no contexto dos 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), projeto iniciado em 2015 pela Organização das Nações Unidas (ONU) (34). Em 2018, a Organização das Nações Unidas para o Desenvolvimento Industrial (UNIDO), participou, juntamente com a comunidade metrológica mundial, da 26ª Conferência Geral de Pesos e Medidas, em que, além de outros tópicos essenciais, foi discutida justamente a contribuição da Metrologia como crucial para o alcance dos ODS (26,27).

Os objetivos 1 (erradicação da pobreza), 3 (saúde e bem estar), 13 (ação contra a mudança global do clima), 7 (energia acessível e limpa) e 9 (indústria, inovação e infraestrutura) podem ser alcançados principalmente a partir das ações diretas dos governos em conjunto com os Institutos Nacionais de Metrologia, garantindo: a produção de alimentos dentro dos padrões das legislações; diagnósticos médicos mais acurados; redução de testes com falsos

positivos e falsos negativos; disponibilização de medicamentos e vacinas de alta qualidade; controle ambiental; incentivo à novas fontes de energia; na indústria e inovação, desde o controle dos processos de produção, qualidade de matéria-prima, até a pesquisa e desenvolvimento de novos produtos (27).

Podemos ir bem além dessa discussão, considerando ainda os objetivos 2 (fome zero e agricultura sustentável), 6 (água potável e saneamento), 12 (consumo e produção responsáveis), 14 (vida na água) e 15 (vida terrestre), em que podemos destacar: controle efetivo de agrotóxicos, fertilizantes e qualidade do solo; controle de qualidade da água potável, controle e tratamentos de águas residuais, produção de bens de consumo de forma efetiva e responsável, além de um consumo consciente, a partir de informações disponíveis como tabelas nutricionais, tabelas de consumo de energia; estudo de níveis de toxicidade em animais aquáticos e terrestres e controle dos seus ecossistemas (26,27).

Em um país emergente como o Brasil, que hoje se enquadra entre as 10 maiores economias do mundo (35), percebe-se que ainda estamos bem aquém do esperado com relação às iniciativas em fazer da Metrologia um agente de desenvolvimento, principalmente em relação à investimentos em pesquisa e inovação, educação, indústria, Metrologia legal, etc.

A responsabilidade dos Institutos Nacionais nessa disseminação e o caminho para integrar os ciclos da qualidade nem sempre foi tão clara no Brasil. Essa associação ocorreu apenas em 1973, com o estabelecimento do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Sinmetro) e do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia, o INMETRO, através da Lei nº 5966 de 11 de dezembro, com objetivo de vincular a Metrologia ao processo industrial e científico-tecnológico brasileiro. Esse processo tem ocorrido desde então a pequenos passos. De acordo com Dias (15),

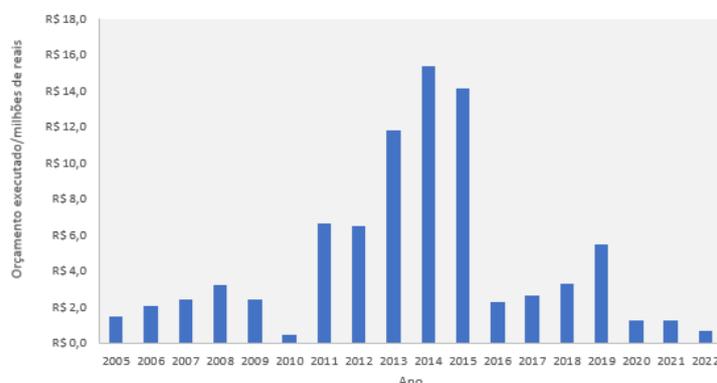
inicia-se [...] marcado por fortes investimentos governamentais em infraestrutura e formação de recursos humanos [...] [na] segunda metade da década de 1970. Atravessa uma fase de dificuldade e de redefinições nos anos 1980 e prossegue, na década de 1990, com a adaptação das políticas governamentais à abertura comercial e às novas demandas do consumidor.

Nesse caminho, as etapas fundamentais foram: o estabelecimento da normalização, aplicada como linguagem comum à indústria, comércio e

população; o papel do Estado como defensor do consumidor; e a criação de um plano de apoio ao desenvolvimento científico e tecnológico (15).

Como é sabido e destacado no texto de Dias (15), esse de 1998, mas que, infelizmente, se faz atual, “o volume de recursos disponíveis para as entidades executoras e financiadoras da área científico-tecnológica já se situava em nível bem inferior”. O portal da transparência do Governo Federal brasileiro (36) fornece os relatórios das despesas do órgão nos últimos 17 anos. Esses dados nos dão uma noção do histórico recente do investimento em vários setores do INMETRO, inclusive em bolsas de pesquisa na área de Metrologia e qualidade. No gráfico da Figura 2 fica explícito como esse investimento sofreu muita instabilidade ao longo dos anos, com idas e vindas principalmente de acordo com o quadro da economia e política brasileira, que por exemplo enfrentou uma grave crise econômica entre os anos de 2015 e 2016 (37), e, a partir do início do ano de 2020, enfrentou a pandemia de covid-19.

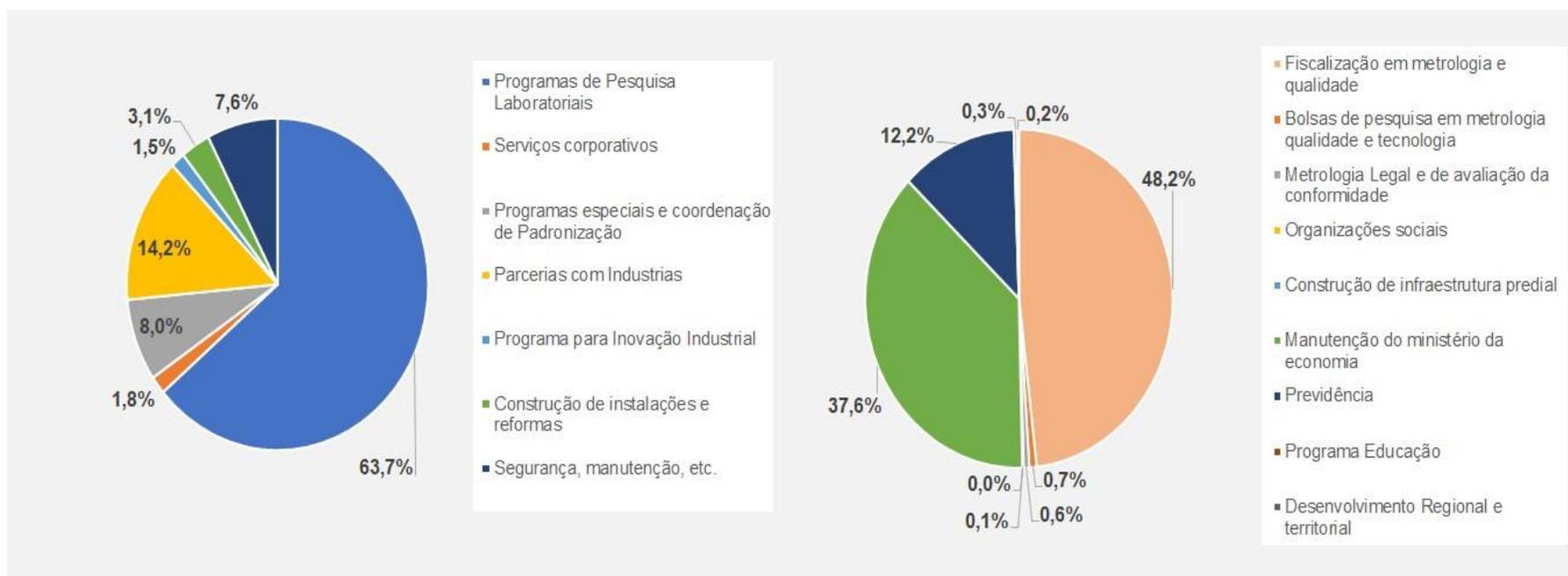
Figura 2. Gráfico do histórico recente dos investimentos em bolsas estudantis e pesquisa em Metrologia e Qualidade pelo INMETRO, período entre 2005 à 2022.



Fonte: autoria própria (Excel©2016), baseado em (36).

Já sobre as despesas executadas totais gastas no INMETRO, no ano de 2019, por exemplo, um valor próximo de 730 milhões de reais, equivalente a 171,5 milhões de dólares, foi direcionado (36,38). Como referência podemos citar o orçamento do Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia dos EUA, o NIST, que no mesmo ano teve um orçamento anual de 985,5 milhões de dólares (38,39). Dentro dessa discussão, é interessante observar em quais

Figura 3. Atividades a que as despesas dos órgãos nacionais são direcionadas, relativas ao ano de 2019. Despesas do NIST, a esquerda, e do INMETRO, a direita.



Fonte: autoria própria (Excel©2016), baseada em (36,39)

atividades o dinheiro desses órgãos foi aplicado, mostradas nos gráficos da Figura 3. No caso do NIST, mais de 60% foi destinado às ações de pesquisa e mais de 15% à inovação e parcerias com o setor industrial. No caso do INMETRO, apenas 0,7% do valor investido no ano de 2019 foi direcionado para pesquisas científicas na área e menos de 50% direcionados para atividades de Metrologia legal e qualidade; uma boa fatia desse orçamento foi inclusive direcionada para outros setores, como previdência e ministério da economia.

No caso da Europa, os esforços para a promoção da Metrologia em consonância com o desenvolvimento tecnológico-industrial são similares aos vistos nos EUA. A associação EURAMET (Associação Europeia de Laboratórios Nacionais de Metrologia) conta atualmente com 37 membros, entre eles, por exemplo, França, Alemanha, Bélgica, Reino Unido, Espanha e Portugal. Seu objetivo é promover ações que aumentem os investimentos de seus respectivos países principalmente nas áreas científica, de infraestrutura e inovação, gerando assim uma maior competitividade econômica e tecnológica no mercado, além de promover organização e compartilhamento de ideias (40).

Nesse ponto, podemos perceber que o “ciclo interno” se fecha quando os países passam a entender a necessidade de investir recursos em ciência e tecnologia, assim como nos órgãos de qualidade e Metrologia, nacionais e internacionais, fazendo com que esse ciclo gere mais retorno e conhecimento, contribuindo para o alcance dos ODS. É claro que todos os ODS estão interligados e que, ao alcançar apenas um deles, os outros objetivos serão gradualmente atingidos. Ver a Metrologia por este ponto de vista e a importância da incerteza de medição nesse contexto nos ajudam a entender o porquê promover tantos esforços na sua divulgação e implantação.

CAPÍTULO 2. AFINAL, O QUE É INCERTEZA?

A incerteza de medição nada mais é que o reflexo da falta de conhecimento do valor exato ou valor verdadeiro do mensurando (22). É como uma “dúvida” que existe sobre o resultado do mensurando (41). Uma passagem muito interessante e, que inclusive é o trecho inicial do GUM, diz que

Quando se relata o resultado de medição de uma grandeza física deve-se sempre dar alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de forma que aqueles que o utilizam possam avaliar a sua confiabilidade. Sem essa indicação, resultados de medição não podem ser comparados, seja entre eles mesmos ou com valores de referência fornecidos numa especificação ou numa norma. É, portanto, necessário que exista um procedimento que seja de pronta aplicação, fácil compreensão e ampla aceitação para caracterizar a qualidade de um resultado de medição, isto é, para avaliar e expressar sua incerteza (22).

De acordo com o VIM (1), é definida como um “parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas”. Essas informações podem ser entendidas como componentes, cada um deles contribuindo para o valor da incerteza final, também chamada de incerteza-padrão combinada.

2.1 ERRO X INCERTEZA

Os termos “erro” e “incerteza” não devem ser confundidos. De acordo com o VIM, erro é a “diferença entre um valor medido de uma grandeza e um valor de referência”, enquanto a incerteza é a “dispersão dos valores atribuídos a um mensurando” (lembrando-se que o erro é um conceito idealizado, visto que não se conhece o verdadeiro valor do mensurando) (1). O erro possui duas componentes: os erros aleatórios e os erros sistemáticos (20). Ambos não podem ser eliminados, porém podem ser reduzidos. O erro sistemático, se conhecida a sua fonte de forma clara, pode ser corrigido por um chamado fator de correção. Nesse contexto, a incerteza será resultante dos erros aleatórios combinados e da correção imperfeita do resultado para os efeitos sistemáticos

(22). Portanto, o valor da incerteza não deve ser utilizado para fazer correção de resultados de medição (20), e vice e versa.

2.2 DEFINIÇÃO DO MENSURANDO E DAS FONTES DE INCERTEZA

O mensurando, que é a grandeza que se deseja medir (1), é uma das definições mais importantes da metrologia. Estabelecer a equação que define o mensurando adequadamente não é uma etapa fácil. Uma descrição completa ocorre através do conhecimento da sua natureza, ou seja, do princípio de medição. Essa compreensão leva ao método de medição, que por sua vez leva ao procedimento de medição (42). De acordo com o GUM, se os dados indicam que a equação não modela a medição no grau necessário de exatidão exigido, devem-se incluir grandezas de entrada adicionais para a adequação do resultado. Dessa forma, a própria falha na definição correta do mensurando pode ser uma fonte de incerteza importante (22).

De acordo com o GUM, esse conhecimento possibilita a identificação de inúmeras fontes, como por exemplo, amostragem não representativa, condições ambientais, erros de tendência pessoal, resolução dos instrumentos de medição, valores inexatos de padrões de referência, calibração dos instrumentos, aproximações, suposições, entre muitas outras possibilidades (22).

É importante destacar que a todas as grandezas de entrada presentes na função de medição carregam consigo fontes de incerteza. Se uma variável não existe na equação, a incerteza também não vai existir (42). Um outro conceito importante aqui são as grandezas de influência, que são definidas pelo GUM como “quantidade que não é medida, mas que afeta o resultado da medição” (22). A grandeza de influência não entra diretamente na equação de medição, porém está presente na contribuição da precisão (que pode ser de repetibilidade, intermediária ou de reprodutibilidade, mais detalhadas no item 2.4.2), visto que essas grandezas podem afetar o resultado de medição de observações repetidas por não se manterem completamente constantes (22). Grandezas de influência podem ser por exemplo condições ambientais, estabilidade da fonte de energia, particulados no ar, vibrações, fluxo de ar, etc.

Uma ferramenta importante da qualidade e que é geralmente utilizada nesse momento é o diagrama de Ishikawa, que possibilita organizar e identificar

todas as fontes e seus respectivos componentes, relacionando-os como causa (entrada) e efeitos (saída) (43).

2.3 TIPOS A E B, INCERTEZA COMBINADA E EXPANDIDA

As componentes da incerteza geralmente são classificadas em dois tipos de informações, chamadas de tipos A e B. As informações do tipo A são aquelas obtidas a partir dos dados das distribuições estatísticas dos valores provenientes de repetidas medições, na maior parte das vezes caracterizadas por desvios-padrão (1). O outro, do tipo B, são informações baseadas em dados externos, como de certificados de calibração, ensaios interlaboratoriais, dados de medições prévias, experiência, especificação de fabricantes, manuais, etc. Segundo o GUM, o propósito em se dividir as informações em tipo A e B é apenas uma forma de facilitar o entendimento, e não dizer que são obtidas de formas diferentes, visto que as informações do tipo B fundamentalmente também são obtidas através de distribuições de probabilidade (22).

Após o levantamento das fontes de incerteza e de suas respectivas contribuições, as incertezas-padrão obtidas são combinadas, utilizando-se uma das metodologias já estabelecidas pela literatura. Além da incerteza combinada, é amplamente utilizada a incerteza expandida, ou incerteza global, que é obtida através da incerteza combinada multiplicada por um fator k , chamado de fator de abrangência. A incerteza expandida é mais voltada para aplicações regulamentadoras, tanto comerciais quanto nas áreas de saúde, alimentícia, ambiental, entre muitos outros exemplos, em que é necessário que se defina um intervalo mais extenso de confiança ao redor do resultado da medição (22).

Considerando a distribuição de probabilidade normal, define-se o k a partir do cálculo do número efetivo de graus de liberdade, v_{eff} , que pode ser definido pela equação de Welch-Satterthwaite (22), mostrada no Bloco de equações 1, em que $u_c^A(y)$ é a incerteza-padrão combinada da grandeza de saída elevada a quarta potência, e v_i o número de graus de liberdade. Quando este é muito grande (tende para infinito), é convenção admitir um fator k igual a 2, em que é produzido um intervalo com nível da confiança (ou probabilidade de abrangência) próximo de 95%, e igual a 3 quando se deseja um nível próximo

de 99%. Esse assunto é discutido mais detalhadamente no anexo G do GUM (22).

Bloco de equações 1. Equação de Welch-Satterwaite.

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_c^4(y)}{v_i}} \quad (\text{Eq.1})$$

$$v_{eff} \leq \sum_{i=1}^N v_i \quad (\text{Eq. 1.1})$$

Fonte: (22).

2.4 ABORDAGENS MAIS UTILIZADAS

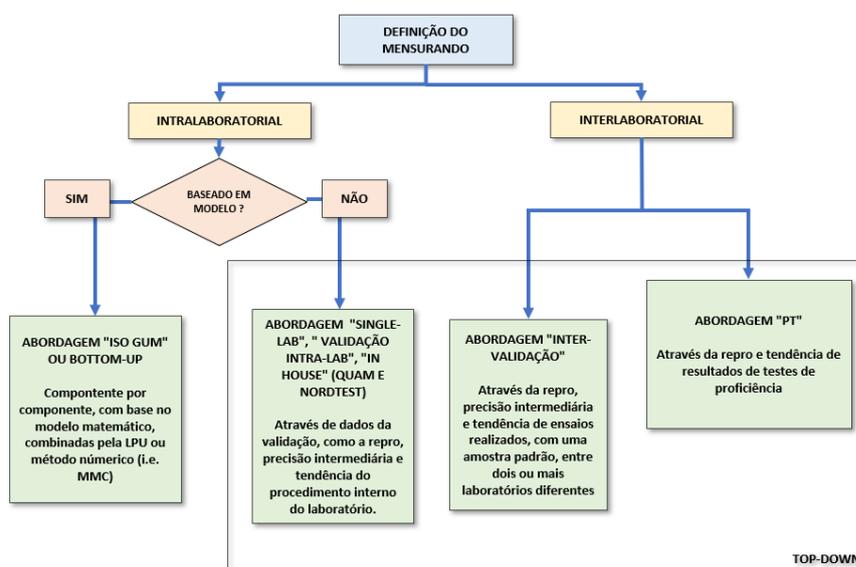
Um método ideal para estimação e expressão da incerteza de medição deve ser universal, internamente consistente e transferível, sendo aplicável a qualquer tipo de medição (22). A metodologia inicialmente proposta no GUM pelo grupo de trabalho do BIPM de 1980 foi feita de modo a se “opor” à uma ideia antiga de que as influências que davam origem às incertezas eram basicamente de dois tipos diferentes, aleatórias e sistemáticas, e que estes dois tipos não poderiam ser relatados de forma conjunta.

No guia é provado (anexo E item E3), utilizando a lei da propagação de incertezas (conhecida como LPU em inglês e LPI no documento em português), que todos os componentes podem ser tratados da mesma forma e, sendo assim, permite que sejam combinados. Além de tudo, a LPI permitiria que o resultado combinado pudesse ser utilizado em um outro resultado de incerteza, além de poder ser aplicado em intervalos que correspondam, de forma realista suficiente, na maior parte dos casos³, à níveis da confiança escolhidos (22). Outros métodos foram sendo consolidados após o GUM de 1995 e há muita discussão sobre qual é o melhor método para estimação da incerteza. Na prática, muitas vezes as abordagens são utilizadas em conjunto e, obviamente, dependendo do objetivo e propósito de uso de cada caso (20,44).

³ De acordo com o anexo G do GUM, para obter o fator de abrangência adequado é necessário conhece-se muito bem a distribuição de probabilidade que caracteriza o resultado de medição e sua incerteza-padrão combinada. Geralmente os fatores mais considerados comercialmente são os fatores aplicados à distribuição de probabilidade normal, devido às aproximações baseadas no teorema central do limite. Porém, ocasionalmente, esses casos podem não ser aplicáveis.

Um dos principais pontos em comum entre todas as abordagens é que o mensurando precisa ser bem definido inicialmente, além da análise cuidadosa do procedimento, para que as principais fontes sejam identificadas. O método chamado de “bottom-up”, ou “método ISO GUM” foi inicialmente o mais difundido, seguido da metodologia “top-down”, relatado no guia NT TR 537 (2017) (45), baseado principalmente na ISO 11352 para “estimação da incerteza baseada em informações de validação e controle de qualidade da água”, e no guia QUAM, que define essa abordagem como uma determinação direta da incerteza combinada através dos resultados de algumas ou todas as fontes usando dados de performance do procedimento (20). Nesses casos, podem ser usados tanto os dados de validação intralaboratoriais quanto dados de testes interlaboratoriais ou ensaios de proficiência (PT’s), em que ensaios em amostras de referência são avaliados por um ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-determinadas⁴. A Figura 4 mostra uma classificação simplificada das abordagens citadas. Já o Quadro 1 mostra as abordagens aplicadas ou exemplificadas em alguns documentos importantes da área.

Figura 4. Classificação simplificada das abordagens mais discutidas na literatura para avaliação da informação de incerteza de medição.



Fonte: Adaptada de (20,44,46).

⁴ Não confundir interlaboratoriais com PT's. A comparação interlaboratorial é definida como a avaliação de ensaios nos mesmos itens ou itens similares por dois ou mais laboratórios, enquanto os PT's avaliam o desempenho do participante contra critérios pré-estabelecidos por meio de comparações interlaboratoriais.

Quadro 1. Alguns dos documentos internacionais mais consultados para avaliação da informação de incerteza de medição e suas principais abordagens.

DOCUMENTO	ANO	MODELO MATEMÁTICO	VALIDAÇÃO INTRALAB	VALIDAÇÃO INTERLAB	PT
Guia para expressão da incerteza da medição – GUM	1993 1995 2008	X			
EA-4/02 Expressão da incerteza de medição na calibração	1999	X			
Quantificando a incerteza em medições analíticas - QUAM	2000 2012	X	X		
EA 4/16 Orientações para expressão da incerteza em ensaios quantitativos	2004	X	X	X	X
Relatório Técnico 1/2006 Guia para estimação da incerteza de medição para resultados quantitativos de ensaios	2006	X	X		X
Suplemento 1 do GUM – propagação das distribuições usando método de Monte Carlo	2008	X			
Relatório Técnico NORDTEST 537 – Handbook para cálculo da incerteza de medição em laboratórios ambientais	2017		X	X	X

Fonte: Adaptado de (44).

Outra abordagem que está sendo muito explorada se baseia na metodologia numérica de Monte Carlo (MMC), que surgiu com objetivo de superar as dificuldades mais relevantes encontradas principalmente no método do GUM, como em alguns casos da necessidade de expansão da série de Taylor, premissa de independência entre as grandezas de entrada, suposição da normalidade do mensurando para aplicação do fator de abrangência (ver nota 3) (47); cálculo dos graus de liberdade efetivos, geralmente com as incertezas do tipo B contribuindo com um número infinito de graus de liberdade (48). No MMC, por exemplo, distribuições de probabilidade mais complexas podem ser utilizadas sem a necessidade de se aplicar as derivadas parciais, além do problema de grandezas de entrada correlacionadas não afetarem o resultado obtido (49).

2.4.1 MÉTODO BOTTOM-UP

O método bottom-up se baseia em identificar as fontes de incerteza mais relevantes no procedimento analítico, quantificá-las individualmente, classificando-as em avaliações do tipo A ou B, usando como base um modelo matemático do mensurando, este bem definido de acordo com as exigências já descritas. (22).

Essa metodologia é a mais trabalhosa, porém é a que mais gera conhecimento sobre cada etapa do processo. Conseqüentemente, permite que sejam identificadas melhorias no processo de medição, como por exemplo redução dos erros aleatórios e sistemáticos. Pode ser considerada uma relação funcional, mostrada na Equação 2, em que y representa o mensurando e X_n as grandezas de entrada.

Bloco de equações 2. Relação funcional entre as grandezas de entrada e saída na equação do mensurando.

$$y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n) \quad (\text{Eq. 2})$$

Fonte: (22).

De acordo com o guia, o conceito de função deve ser interpretado no seu sentido mais amplo, em que se entende que a função conterá todas as grandezas de entrada e influência e correções necessárias para que, quando combinadas, estimem o resultado de incerteza (22).

Para as grandezas de entrada avaliadas como do tipo A, a melhor estimativa da incerteza-padrão é a variância experimental, s^2 , dada na Equação 3. Geralmente é mais utilizado o resultado do desvio-padrão experimental, s , obtido pela Equação 3.1. Porém, em algumas situações, também são utilizados a variância da média, $s^2(\bar{x})$, Equação 3.2, e desvio-padrão da média, $s(\bar{x})$, Equação 3.3 (22).

Bloco de equações 3. Expressões da variância experimental dos dados.

$$s^2(x) = \frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2 \quad (\text{Eq. 3})$$

$$s(x) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

$$s^2(\bar{x}) = \frac{s^2(x)}{n} \quad (\text{Eq. 3.2})$$

$$s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{s^2(x)}{n}} \quad (\text{Eq. 3.3})$$

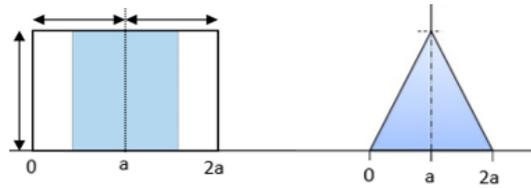
Fonte: Adaptado de (22).

Para as grandezas de entrada avaliadas como do tipo B a determinação da incerteza-padrão irá depender de como a informação foi expressa na sua fonte. Por exemplo:

- a. Geralmente um laudo ou certificado expressa a incerteza expandida, ou seja, a incerteza-padrão multiplicada por um fator de abrangência. Logo para obtenção da incerteza-padrão basta dividir a incerteza expandida por esse fator (22);
- b. Pode ser que esteja declarado apenas que a incerteza define um certo nível da confiança, por exemplo, de 95%, mas não é dado o fator correspondente. Nesse caso, na falta de mais informações, infere-se que foi utilizada uma distribuição normal, e nesse caso, o fator utilizado seria igual a 1,96 (22);
- c. Em alguns casos, somente os limites extremos são informados. Sem mais conhecimento prévio, como por exemplo na leitura da resolução de uma vidraria, pode-se supor que seja igualmente provável que o valor do mensurando esteja em qualquer lugar deste intervalo, e de que esteja fora do intervalo é zero (22). Inferindo-se uma distribuição de probabilidade uniforme, a incerteza-padrão é obtida através da Equação 4.4. Esse resultado é obtido através da dedução das Equações 4 a 4.4 e da Figura 5.
- d. Ainda sobre a utilização de limites extremos, em alguns casos é possível inferir que valores mais próximos do centro da distribuição sejam mais prováveis que valores mais próximos dos limites (distribuição triangular) (22). A incerteza-padrão é obtida a partir da Equação 5.4, resultado obtido de acordo com a dedução nas Equações 5 a 5.4 e da Figura 5.

A Equação 4 mostra a função de densidade de probabilidade uniforme, ou retangular, que determina a probabilidade de a variável ocorrer quando está no intervalo descrito. Já a Equação 4.1 dá sua estimativa da média, $\langle x \rangle$, enquanto as Equações 4.3 e 4.4 estimam, respectivamente, a variância e o desvio-padrão. Já no Bloco 5, é descrita a função de densidade de probabilidade triangular, que determina a probabilidade de a variável ocorrer quando está no intervalo especificado. A Equação 5.1 dá a estimativa da sua média e as Equações 5.3 e 5.4 estimam, respectivamente, a variância e o desvio-padrão.

Figura 5. Diagramas representando as distribuições de probabilidade uniforme (à esquerda) e triangular (à direita).



Fonte: Adaptado de (22).

Bloco de equações 4. Obtenção do fator de divisão para a distribuição uniforme.

$$f(x) = \begin{cases} 0, & \text{se } x < 0 \text{ ou } x > 2a, \\ \frac{1}{2a}, & \text{se } 0 \leq x \leq 2a. \end{cases} \quad (\text{Eq. 4})$$

$$\langle x \rangle = \int_0^{2a} x \cdot \frac{1}{2a} dx = a \quad (\text{Eq.4.1})$$

$$\langle x^2 \rangle = \int_0^{2a} x^2 \cdot \frac{1}{2a} dx = \frac{4a^2}{3} \quad (\text{Eq.4.2})$$

$$s^2 = \langle x^2 \rangle - [\langle x \rangle]^2 = \frac{a^2}{3} \quad (\text{Eq.4.3})$$

$$s = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (\text{Eq.4.4})$$

Bloco de equações 5. Obtenção do fator de divisão para a distribuição triangular.

$$f(x) = \begin{cases} 0, & \text{se } x < 0 \text{ e } x > 2a \\ \frac{x}{a^2}, & \text{se } 0 \leq x \leq a \\ \frac{(2a-x)}{a^2}, & \text{se } a \leq x \leq 2a \end{cases} \quad (\text{Eq.5})$$

$$\langle x \rangle = \int_0^a x \cdot \left(\frac{x}{a^2}\right) dx + \int_a^{2a} x \cdot \left[\frac{(2a-x)}{a^2}\right] dx = a \quad (\text{Eq.5.1})$$

$$\langle x^2 \rangle = \int_0^a x^2 \cdot \left(\frac{x}{a^2}\right) dx + \int_a^{2a} x^2 \cdot \left[\frac{(2a-x)}{a^2}\right] dx = \frac{7a^2}{6} \quad (\text{Eq.5.2})$$

$$s^2 = \langle x^2 \rangle - [\langle x \rangle]^2 = \frac{a^2}{6} \quad (\text{Eq.5.3})$$

$$s = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (\text{Eq.5.4})$$

Fonte: Adaptado de (50)

No caso de grandezas de entrada independentes, ou seja, não correlacionadas, a incerteza-padrão combinada pode ser obtida da raiz de $u_c^2(y)$, mostrada na Equação 6. No caso dessa correlação ser significativa, a equação utilizada para obtenção da incerteza-padrão combinada é mostrada na Equação 6.1.

Bloco de equações 6. Incerteza-padrão combinada.

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x} \right)^2 u^2(x_i) \quad (\text{Eq.6})$$

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=0}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u^2(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x} \right)^2 u^2(x_i) + \quad (\text{Eq.6.1})$$

$$2 \sum_{i=1}^N \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)$$

Fonte: (22)

As derivadas parciais nas equações da incerteza-padrão combinada são chamadas de coeficientes de sensibilidade, e descrevem como a estimativa de saída y varia com as alterações nos valores das estimativas de entrada, onde cada $u(x_i)$ representa uma incerteza-padrão avaliada. A incerteza-padrão combinada será uma estimativa que caracteriza a dispersão dos valores que poderiam, razoavelmente, ser atribuídos ao mensurando. Caso as grandezas de entrada sejam correlacionadas, e essa correlação for significativa, esse efeito não pode ser ignorado, devendo ser avaliado experimentalmente (22). Uma das formas de avaliar correlação entre duas variáveis são os diagramas de dispersão, ou mesmo a utilização da correlação de Pearson $r_{x,y}$ (47), mostrada na Equação 7.

Bloco de equações 7. Avaliação da correlação entre as variáveis.

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

2.4.2 MÉTODO TOP-DOWN

Nesta abordagem, a base para a estimação da incerteza de medição são as informações que já existem a partir da experiência do laboratório, geralmente do controle de qualidade, validação, testes intra, interlaboratoriais e ensaios de proficiência (PT) (20,45).

Os documentos de referência utilizados para aplicação da metodologia top-down têm sido o handbook NT TR 537, com sua primeira edição em 2003 e a mais recente de 2017. Chamado *Handbook for calculation of measurement*

uncertainty in environmental laboratories (49), publicado pela Nordtest, e o QUAM (20), já citado anteriormente.

Nessa metodologia são usadas basicamente as informações de precisão em condições de repetibilidade, reprodutibilidade e precisão intermediária, definidos pelo VIM (2012) nos itens 2.20, 2.24 e 2.22 (1), respectivamente, como

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

[A condição de reprodutibilidade] [...] as quais incluem diferentes locais, diferentes operadores, diferentes sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares; os diferentes sistemas de medição podem utilizar procedimentos de medição diferentes; na medida que possível, é conveniente que se especificadas as condições que mudaram e aquelas que não.

[A condição de precisão intermediária] [...] as quais compreendem o mesmo procedimento de medição, o mesmo local e medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares, ao longo dum período extenso de tempo, mas podem incluir outras condições submetidas a mudanças.

São duas as formas de determinar a incerteza-padrão relacionada às condições de precisão intermediária. A primeira é através dos dados de controle de qualidade, geralmente utilizando-se amostras de controle ou dados de cartas controle (49).

A Equação 8 descreve a situação em que são avaliadas amostras controle que passam pelo mesmo processo analítico que as amostras de teste, possuindo uma matriz igual ou similar. Logo, a incerteza-padrão será simplesmente o desvio-padrão s_{pi} obtido para essas amostras controle, com dados coletados por um período extenso de tempo, cumprindo as exigências da condição de precisão intermediária.

Outra opção é através das cartas controle, uma ferramenta simples e eficaz da rotina de qualidade laboratorial. Ela indica o controle do processo e também quando os resultados estão fora dos limites impostos, permitindo a tomada de ação (51). Quando são utilizadas as cartas controle, seus limites podem ser determinados pelo chamado “desvio-padrão alvo”, s_{alvo} , (45), e esse valor pode ser utilizado, como mostrado na Equação 8.1. Esse valor pode, entre outros métodos, ser baseado na incerteza alvo, que será discutida mais adiante.

Lembrando que os limites da carta podem ser definidos através do intervalo de abrangência, utilizando-se um fator para o nível de abrangência escolhido (por exemplo 95%, com k geralmente igual a 2).

A segunda forma de determinar a incerteza-padrão relacionada à precisão intermediária pode ser aplicada quando as amostras de controle não passam pelo mesmo processo que as amostras de teste, como por exemplo amostras sintéticas (como materiais de referência certificados), com matrizes diferentes das amostras teste. Nesses casos, é necessário levantar os dados também em condições de repetibilidade das amostras teste (entre replicatas), calculando o desvio-padrão s_r , e aplicando-o à Equação 8.2 (49).

Bloco de equações 8. Alternativas para a determinação da incerteza-padrão de precisão intermediária, u_{pi} .

$$u(x_i) = u_{pi} = s_{pi} \quad (\text{Eq. 8})$$

$$u(x_i) = u_{pi} = s_{alvo} \quad (\text{Eq. 8.1})$$

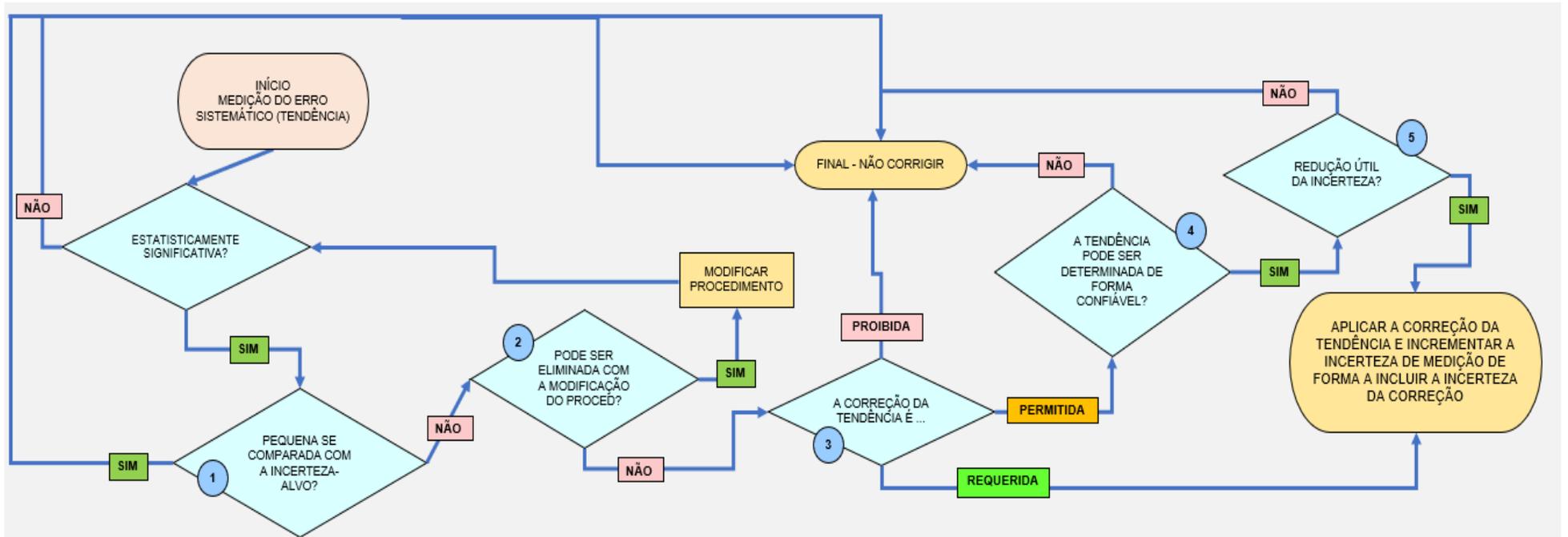
$$u(x_i) = u_{pi} = \sqrt{s_{pi}^2 + s_r^2} \quad (\text{Eq. 8.2})$$

Fonte: adaptado de (49).

Para a tendência, devemos destacar novamente um ponto importante já discutido no tópico 2.1 desse texto. Ele diz que, de acordo com o GUM, o erro sistemático, se conhecida a sua fonte de forma clara, pode ser corrigido e a incerteza será resultante dos erros aleatórios combinados e da incerteza associada à correção imperfeita do resultado para os efeitos sistemáticos (22). Uma publicação da EURACHEM (52) recomenda como utilizar as informações da tendência e da sua incerteza de medição, mostrado conforme o fluxograma de decisão na Figura 6. As observações mostradas no fluxo são:

1. Não há necessidade em tentar corrigir uma tendência menor que a própria incerteza alvo;
2. Deve ser considerada alguma mudança no método que possibilite a eliminação da tendência, se for possível;
3. No caso de a tendência não ser desprezível e nem poder ser eliminada através do passo 2, existem três vias: no caso de ser proibida ou

Figura 6. Fluxograma de decisão para utilização das informações de tendência e de seu resultado de incerteza.



Fonte: adaptado de (50).

requerida a correção, por exemplo por alguma regra de decisão ou legislação e, quando for permitida, devem ser observados os próximos critérios em 4;

4. No caso de a tendência poder ser determinada de forma confiável, de forma que a correção possa ser aplicada em todas as amostras, dentro do escopo do método, deve ser aplicada;
5. A correção só será significativa se for obtida uma redução na incerteza de medição, ou seja: se a incerteza da correção for menor que a componente de incerteza quando a correção não é feita.

Geralmente, na determinação da incerteza da tendência dois componentes são considerados: a raiz quadrada média (RMS) das várias medições da tendência durante um período de tempo; e valores de incerteza informados em certificados de materiais de referência, u_{MRC} . As equações são mostradas no Bloco de equações 9.

As Equações 9 e 9.1 são usadas quando estão disponíveis vários resultados de estudos de recuperação, ou ensaios interlaboratoriais, por exemplo, onde N é o número de estudos realizados. Já a Equação 9.2 pode ser usada quando somente um resultado de recuperação/interlaboratorial/PT está disponível (49).

Bloco de equações 9. Incerteza-padrão da tendência.

$$u_{tend.} = \sqrt{RMS_{tend}^2 + u_{MRC}^2} \quad (\text{Eq.9})$$

$$RMS_{tend} = \sqrt{\frac{\sum tend)^2}{N}} \quad (\text{Eq.9.1})$$

$$u_{tend.} = \sqrt{(tend)^2 + \left(\frac{stend}{\sqrt{N}}\right)^2 + u_{C_{ref}}^2} \quad (\text{Eq.9.2})$$

Fonte: adaptado de (49)

Por fim, as contribuições de precisão intermediária e de tendência são combinadas na Equação 10:

Bloco de equação 10. Incerteza-padrão combinada do método top-down.

$$u_c = \sqrt{(u_{PI})^2 + (u_{tend})^2} \quad (\text{Eq.10})$$

Fonte: adaptado de (49)

A vantagem da metodologia top down, como já dito, é que somente dados que já são obtidos no dia-a-dia do laboratório serão usados, sem a necessidade de um custo adicional que pode surgir pela abordagem do GUM ou MMC. Porém, um conhecimento menor sobre as componentes de incerteza é gerado.

Outra observação é que, na maior parte das vezes, a incerteza pode ser superestimada, principalmente quando dados de estudos interlaboratoriais e de ensaios de proficiência são utilizados. Um caso é mostrado no exemplo 1 do relatório técnico da Eurolab 1/2007 (44), em que são comparadas as duas abordagens na determinação de cobre em tecido biológico, mostrado de forma resumida no Anexo 1. A abordagem GUM estimou uma incerteza relativa de 1,7%, enquanto a abordagem top-down estimou uma incerteza relativa de 4,4. É claro que a discrepância entre as estimativas pode ser explicada, além das componentes que foram levadas em consideração em cada caso, pelos diferentes cenários envolvidos em cada participante do interlaboratorial. Por isso, é importante levar em consideração o propósito de uso, análise do risco, etc.

Algumas publicações como por exemplo o documento *“Definindo e utilizando a incerteza-alvo em medições químicas”* (53) e *“Incerteza de Medição revisitada: Abordagens alternativas para avaliação da incerteza”* (44) tratam desse assunto e podem ser úteis no momento de decisão. Essa última referência citada também traz alguns exemplos de aplicação e comparação entre as abordagens, retirados da literatura, como já mencionado, mostradas no Anexo 1. Como pode ser visto, para cada caso específico podem ser aplicadas mais de uma abordagem, muitas vezes com resultados diferentes. Como orientado no guia, não existem regras específicas que favoreçam uma abordagem à frente da outra; entretanto, é crucial que o bom senso seja aliado ao propósito de uso do ensaio. A chave para a estimação da incerteza de medição é sempre a definição coerente do mensurando.

CAPÍTULO 3. PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DAS MEDIÇÕES

3.1 O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DOS RISCOS

A escolha de uma metodologia para coleta de amostras, procedimento de análise, análise estatística, abordagem da estimação da incerteza de medição e, em seguida, interpretação dos dados obtidos, são deliberações críticas durante todo o processo analítico. Em cada etapa, o gestor deve determinar, baseado no propósito de uso, ou *fitness for purpose* (FFP), qual o risco aceitável ele pode correr para obtenção do seu resultado e o risco de utilizar o mesmo. O termo nada mais é que o “grau com o qual o resultado de um procedimento de medição permite ao usuário tomar uma decisão tecnicamente e administrativamente correta para um dado propósito” (54).

O FFP é um conceito que cresce em importância dentro do plano de gestão de risco. Por exemplo, um papel indicador de pH com uma incerteza de uma unidade de pH pode ser o suficiente quando o interesse é somente saber se a solução é ácida ou básica. Um pHmetro calibrado poderia ser considerado um exagero nessa situação, gerando um gasto desnecessário ao laboratório (55). A utilização de uma equação da reta pode ser suficiente para estimar uma concentração em certos casos, mas pode gerar um erro inaceitável em outros, onde uma equação polinomial representaria melhor a relação entre os dados, gerando um menor erro. Talvez a medição de apenas um analito em uma amostra ambiental seja um indicador suficiente de poluição; em outros casos, um analito interfere em outro, e a metodologia escolhida não é adequada para demonstrar essa relação. Toda análise, portanto, é agente estratégico, logo o seu planejamento de forma imprudente pode acarretar em custos desnecessários ou subestimados. O FFP demanda a precisão suficiente e somente a necessária, onde requisitos puramente científicos serão limitados por considerações financeiras (56). A questão é que, quanto mais se conhece, mais argumentos e mais base temos para

tomar decisões. O risco também está associado em decidir o grau de conhecimento necessário.

Na maior parte das vezes este ponto de vista do FFP e do risco não são considerados, mas essa abordagem vem sendo cada vez mais adotada por laboratórios de todo mundo, principalmente baseados na última versão da ISO/IEC 17025 com a chamada “mentalidade de risco”.

E o que significa a “mentalidade de risco”? Segundo a norma ISO 31000 (21), risco é o efeito da incerteza nos objetivos, muitas vezes expresso pela combinação de consequências de um ou mais eventos e a probabilidade de ocorrência associada. Esta é uma norma muito interessante, pois se aplica a qualquer organização atuante em qualquer setor, ajudando a relacionar os princípios da gestão de riscos aos requisitos de estrutura e processos, sendo essa a abordagem adotada pelas normas 9000 e 17025 mais recentes, por exemplo. De acordo com Wong (57), essa abordagem era apenas implícita na versão anterior, visto que o laboratório deveria realizar ações preventivas que mitigassem possíveis não conformidades, além dos planos de ação para que não houvessem recorrências ou buscar tratativas dos seus efeitos. Entretanto, a mentalidade de risco adotada na nova versão expõe esses mesmos requisitos de forma que o autor chama de “mais proativa”; em que o risco é considerado como parte inerente do sistema de gestão da qualidade.

Apesar de não especificar como ou em que grau devem ser planejadas essas ações citadas, a versão atual da ISO 17025 indica que devem ser considerados os riscos e oportunidades associados às atividades de laboratório; dessa forma assegura-se que o sistema alcance os propósitos pretendidos, aumentando as oportunidades, prevenindo os impactos e, a partir disso tudo, alcançando as melhorias esperadas (5).

Exemplos dessas ações podem ser:

- a. a identificação de ameaças, admitindo-se riscos afim de perseguir oportunidades;
- b. a escolha de reter os riscos para evitar prejuízos maiores;
- c. através da determinação da incerteza de medição, identificando pelo menos as suas contribuições mais importantes (5).
- d. Como controlar os riscos e em quais níveis devem ser aceitos ou não.

Isso pode ser feito através de análises críticas de protocolos, procedimentos, equipamentos, objetivos, resultados de calibrações e ajustes, certificados, ensaios interlaboratoriais, controle de qualidade efetivo, etc. (5).

A implantação dessa mentalidade de risco possibilita a redução de alguns requisitos mais engessados da norma (tanto em relação à sua implementação quanto ao cumprimento) aumentando assim a sua flexibilidade e possibilidade de ações; porém aumentou-se a exigência no que se refere aos requisitos de processo, procedimentos e informação documentada (5).

Esse aumento causou um impacto grande nos profissionais responsáveis pela P&D e gestão da qualidade, no que diz respeito a como cumprir esses requisitos, visto que essa perspectiva é bem diferente da clássica adotada até pouco tempo atrás. Essa nova conduta incentiva o conhecimento mais aprofundado tanto da metodologia, quanto das técnicas, das amostras, dos processos, como também reconhecimento da Metrologia como ferramenta para levantamento de evidências e prática dos requisitos.

Em tempos passados (e em vários setores principalmente da indústria brasileira ainda é uma situação bem atual), a qualidade era totalmente focada no produto final e acompanhamento da produção (como retenção de produtos, por exemplo), o que muitas vezes gera alto índice de retrabalho ou perdas; a atuação no problema acaba sendo tardia e não leva em conta ou quantifica o risco envolvido nas decisões *durante* os processos.

A nova tendência mostra que a Garantia da Qualidade de Laboratórios (GQL) deve ser cada vez mais vista de forma estratégica, através da utilização e interpretação das informações coletadas durante o processo para *previsão* de problemas e, por sua vez, atuar preventivamente.

Segundo o texto de Freitas (58), risco e incerteza muitas vezes são tratados como sinônimos, apesar de possuir significados distintos. As definições de risco claramente variam de acordo com a área de aplicação da literatura consultada, porém o objetivo é sempre definir como gerir e contabilizá-lo. Aven (59) traz um artigo de revisão completo que abrange desde as várias definições de risco adotadas durante a história até as principais linhas de aplicação ligadas às mais diversas áreas de estudo.

3.2 O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DOS CUSTOS

Levando em consideração o custo de um ensaio, desde a amostragem, o processo analítico quanto a determinação da incerteza de medição, podemos dizer que, para custos baixos, geralmente tem-se larga probabilidade de erros, logo maiores incertezas estarão associadas (60). O contrário também é válido: quanto maior o investimento para o conhecimento adequado do processo, menores incertezas estarão associadas.

Nessa linha de pensamento, considerando que a amostragem é a etapa que mais acrescenta incerteza ao resultado, conseqüentemente pode haver um aumento no custo da análise para que essa estimativa também seja conhecida. Segundo o texto de Cunha (42), não se pode considerar que exista uma incerteza de amostragem, visto que a amostragem em si não é uma medida e não possui uma equação de medição. O que de fato existe é a incerteza associada à heterogeneidade da população avaliada. Sob esse ponto de vista, garantir no mínimo uma amostragem representativa já geraria um possível aumento nos custos do ensaio.

No item 7.6.1 da versão mais recente da ISO/IEC 17025 é mencionada a necessidade da avaliação de todas as contribuições de incerteza, inclusive as oriundas da amostragem, ou da heterogeneidade. Esse item diz que:

Os laboratórios devem identificar as contribuições para a incerteza de medição. Ao avaliar a incerteza de medição, todas as contribuições que sejam significativas, incluindo aquelas oriundas da amostragem, devem ser consideradas utilizando-se métodos de análise apropriados (5).

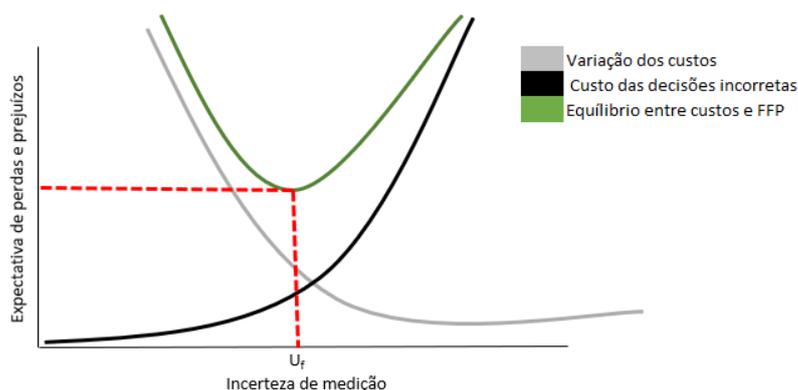
Esse item deve gerar uma corrida à procura de soluções metrológicas nesse sentido, visto que não era exigido nem citado na versão anterior de 2005, e geralmente essa abordagem é simplesmente ignorada pela maioria dos laboratórios. A versão de 2005, item 5.4.6.2 diz apenas que

Os laboratórios de ensaio devem ter e devem aplicar procedimentos para a estimativa das incertezas de medição. [...] laboratório deve pelo menos tentar identificar todos os componentes de incerteza e fazer uma estimativa razoável. [...] A estimativa razoável deve estar baseada no conhecimento do desempenho do método e no escopo da medição, e deve fazer uso, por exemplo, de experiência e dados de validação anteriores (6).

Uma representação hipotética das relações entre os riscos associados aos custos e a estimação da incerteza de medição pode ser vista na Figura 7. A curva em cinza, que representa a variação dos custos da medição em função da incerteza,

mostra que, quanto menor a estimativa da incerteza, maior o custo para o laboratório. Isso ocorre devido aos investimentos que devem ser realizados, por exemplo, em melhores equipamentos nas etapas de análise e preparo de amostras, estimação da incerteza de amostragem e melhorias no seu processo, maior gasto em P&D, treinamento periódico de pessoal, aquisição de materiais de referência, participação em PT's, etc. Já a curva em preto representa os custos devido a decisões incorretas, baseadas em informações de incerteza. Observa-se que há uma relação proporcional: quanto menor a incerteza, menor o risco associado à tomada de decisão, logo menores as perdas relacionadas. A curva em verde mostra a junção dessas duas perspectivas e uma situação em que se equilibra os custos/prejuízos, mas também se toma a decisão baseada em dados suficientes, de acordo com o FFP.

Figura 7. Representação hipotética da expectativa de prejuízo como uma função da incerteza de medição, de acordo com o FFP, onde o custo ótimo está representado por U_f .



Fonte: Adaptado de (54)

Vários artigos se dedicam a estabelecer, através de uma abordagem matemática do FFP, a divisão ótima de recursos entre amostragem e análise, de forma a alcançar o melhor custo-benefício, como em Thompson (54) e Fearn et al. (58).

3.3 O PROPÓSITO DE USO E A GESTÃO DA QUALIDADE

A gestão da qualidade é uma exigência importante para qualquer laboratório que queira prestar serviços, sejam eles de ensaio, amostragem ou calibração. Para qualquer uma dessas atividades, competências básicas como imparcialidade, confidencialidade e controle de qualidade são essenciais para o sucesso de qualquer

um dos tipos desses serviços. Essas competências podem, inclusive, ser aplicadas na rotina da pesquisa na academia. A maior parte dos trabalhos acadêmicos que se utilizam de resultados de medição tratam de provar ou refutar argumentos; esses resultados devem trazer evidências de sua validade, logo, devem passar pela gestão da qualidade e pela prática dessas competências.

A GQL pode ser separada em dois componentes complementares: controle interno da qualidade e avaliação externa da qualidade. O primeiro se baseia em monitorar continuamente não somente os procedimentos utilizados, mas todas as possíveis variáveis que possam interferir nos resultados. Já a avaliação externa baseia-se em avaliar a performance do laboratório, principalmente através de ensaios interlaboratoriais ou PT's (29).

Como já citada aqui diversas vezes, a norma mais popular e utilizada para avaliação dessas competências é a ISO/IEC 17025, que se desdobra em requisitos gerais para operação consistente de laboratórios (5). Esses requisitos são divididos em:

- a. Requisitos gerais (item 4): traz as exigências com relação à imparcialidade e a confidencialidade;
- b. Requisitos de estrutura (item 5): traz as exigências e orientações com relação à estrutura organizacional, definição de responsabilidades e formação de pessoal;
- c. Requisitos de recursos (item 6): traz as exigências relacionadas à qualificação de pessoal, instalações, condições ambientais, equipamentos, rastreabilidade metrológica, além de assegurar que produtos e serviços providos por terceiros sejam controlados, afim de não afetar as atividades internas;
- d. Requisitos de processo (item 7): traz as exigências que envolvem todas as partes do processo de medição, desde o início que trata da análise crítica de contratos, propostas e pedidos, passando pela verificação e validação de métodos, amostragem, manuseio de amostras, registros, avaliação da incerteza de medição, garantia da validade de resultados até a parte final que trata do relato dos resultados, declarações de conformidade, inclusive como lidar com reclamações e não conformidades;
- e. Requisitos do sistema de gestão (item 8): traz as exigências dos itens mínimos que um sistema de gestão deve abordar, como a documentação e

abordagem de risco, ações corretivas e de melhoria, auditorias e análise crítica.

A ISO/IEC 17025 é uma acreditação quase que obrigatória para laboratórios prestadores de serviço, internacionalmente falando. Já falando de laboratórios acadêmicos, porém, levando em conta a realidade financeira, a implantação e acreditação de um sistema de gestão da qualidade como esse é muitas vezes improvável. Esse processo exige, como visto, uma série de etapas que passam por treinamento, investimento em materiais de referência, calibração de equipamentos, em pessoas, consultorias, etc.; investimento esse que vai muito além do que esses laboratórios possam ostentar.

Entretanto, é interessante ver que o FFP também se aplica nessa situação. É possível tentar aplicar aqueles requisitos que possam ajudar a garantir a qualidade e a validade dos resultados de medição, dentro do propósito do laboratório.

CAPÍTULO 4. UTILIZAÇÃO DA INCERTEZA NA AVALIAÇÃO DA CONFORMIDADE

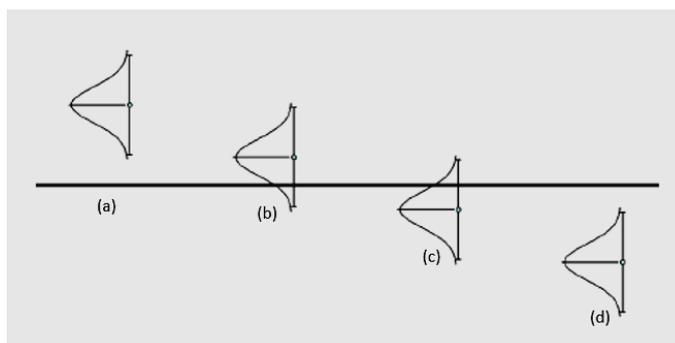
Todas as medições associadas às atividades de laboratório são realizadas com um objetivo, que é a avaliação de conformidade de um produto, de um serviço, equipamento, etc. (51). Essa avaliação vai de encontro direto com a determinação da incerteza de medição. Como chegaremos à essa relação entre conformidade e incerteza será discutido em partes durante esse capítulo.

Muitos laboratórios emitem laudos com a avaliação da conformidade, como por exemplo em uma comparação com legislações vigentes; laboratórios fornecedores de calibrações, quando o equipamento/sistema de medição possui uma faixa de aceitação pré-definida pelo cliente; em casos de controles ambientais, de alimentos ou em casos de Metrologia legal. Um exemplo famoso é o do ciclista americano Floyd Landis, que perdeu o seu título no Tour de France em 2006 devido a um resultado positivo de doping. Os resultados do laboratório foram colocados em dúvida pelo atleta (61). No laudo emitido, a razão dos hormônios testosterona/epi testosterona encontrada na amostra foi de 12:1, muito acima da razão permitida, que era de 4:1. A amostra foi analisada pelo laboratório clínico nacional da França, o Laboratório Nacional para Detecção de Doping (LNDD), acreditado pela Agência Mundial Antidoping (WADA), e, mesmo assim, foi contestado fervorosamente por Landis. Em 2007, por fim, o veredito foi dado e o atleta foi banido por dois anos de participar de competições (62).

Casos como esse demonstram a importância não somente da GQL, da mentalidade de risco aplicando-se não somente na gestão de um processo, seja ele administrativo ou técnico, mas também durante a estimativa mais adequada da incerteza e elaboração do laudo para o cliente. Em casos como o discutido, com todos os requisitos de qualidade garantidos e com os limites do analito em questão bem definidos, com resultado muito acima das especificações, a interpretação foi transparente e segura. Mas e em casos em que os resultados estão muito próximos

dos limites? Como avaliar, utilizando a informação da incerteza, se esses estão dentro ou fora de uma determinada faixa, abaixo ou acima de um limite?

Figura 8. Exemplos dos possíveis resultados de uma medição, comparados à uma especificação. Em (a) e em (d) estes estão claramente acima e abaixo, respectivamente, da especificação dada (linha). Porém nos casos em (b) e (c) podem ocorrer erros de interpretação, ou seja, risco de rejeitar/aceitar de forma errônea.



Adaptado de (25).

Baseados nessa pergunta, podemos dizer que, devido à natureza da medição, nunca conheceremos o valor real de um mensurando, somente poderemos estimar a faixa em que ele está inserido, com um certo nível de probabilidade. Dessa forma, há sempre um risco em aceitar um resultado falso (condição de falsa aceitação), conhecido também como risco do consumidor, ou erro do tipo II, como também há a probabilidade de se rejeitar um resultado verdadeiro (condição de falsa rejeição), ou risco do produtor, ou erro do tipo I. São conhecidos também como, respectivamente, erros β e α (63). A Figura 8 ilustra essas situações em (b) e (c). Três grandes estatísticos construíram a base para a interpretação destes problemas, conhecidos como *testes de hipóteses*. Foram eles Fisher, Neyman e Pearson, que desenvolveram a filosofia e a matemática dos testes no período entre 1915 e 1933, com o pontapé inicial dado na descoberta do teste t por Student em 1908. Desde então, são algumas das metodologias quantitativas mais amplamente utilizadas em todas as áreas do conhecimento (64). Os métodos mais utilizados hoje são uma mistura entre os testes de significância desenvolvidos por Fisher e pelos testes de hipóteses desenvolvidos por Neyman e Pearson (65). Na abordagem de Fisher, os dados são comparados à uma hipótese nula através de um teste estatístico, enquanto que a abordagem de

Neyman-Pearson leva em conta uma hipótese nula e uma alternativa, baseando-se no risco de realizar uma escolha inferencial equivocada (63).

4.1 TESTES DE HIPÓTESES

A base de um teste desse tipo é verificar uma hipótese sobre um parâmetro, uma distribuição ou a qualidade de um ajuste, por exemplo. Essas hipóteses são chamadas de hipóteses nulas (H_0), sendo a sua declaração verificada pelo teste. A hipótese nula sempre deve ser formulada de forma afirmativa, além de vir acompanhada de uma hipótese alternativa (H_1), que será confirmada se a hipótese nula for rejeitada; além disso, cada teste só é válido para um certo nível de significância específico (66).

As premissas dos testes de hipóteses são, no geral, que as variáveis sejam independentes, aleatórias e, na maioria das aplicações de rotina, que a distribuição de probabilidade seja normal. Como ilustrado na Figura 9, cada hipótese é representada por uma distribuição e ambas se relacionam através dos erros do tipo α e β , como classificado no Quadro 2.

Quadro 2. Relação dos possíveis erros no teste de hipótese e como são classificados.

H_0	Verdadeira	Falsa
Aceitar	<p>Teste ok.</p> <p>Não ocorre erro em se aceitar uma hipótese que é realmente verdadeira.</p>	<p>Erro do tipo II, ou β, ou risco do consumidor.</p> <p>Se o consumidor ou o cliente “compra” um produto que está não conforme, ele comete o erro falso conforme.</p>
Rejeitar	<p>Erro do tipo I, ou α, ou risco do produtor.</p> <p>Se o produtor “descarta” o seu produto mesmo ele estando conforme, ele comete o erro falso não-conforme.</p>	<p>Teste ok.</p> <p>Não ocorre erro em se rejeitar uma hipótese que é realmente falsa.</p>

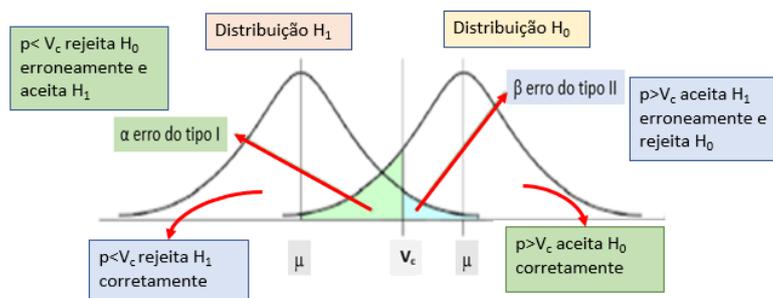
Fonte: Adaptado de (61,64,(67,68)).

Cada distribuição é representada pelo parâmetro μ de estimativa do valor da média. Uma estimativa de teste, calculada a partir das observações da amostra da população, representado por V_c , determina o menor nível de significância que conduz à rejeição da hipótese nula, com os dados fornecidos (65), chamado de p-valor.

Para a distribuição da hipótese nula, (considerando-se que esta é a hipótese verdadeira), para um p-valor acima do risco pré-estabelecido por V_c , aceita-se a

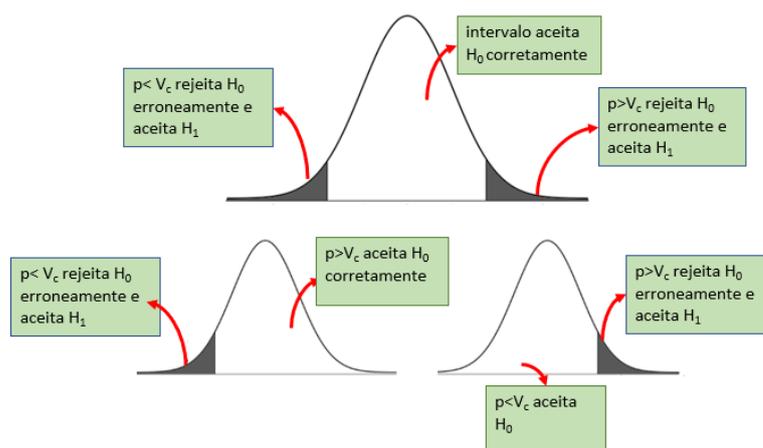
hipótese nula e rejeita-se a hipótese alternativa (corretamente, então não há erro). Na Figura 10, são mostrados os três tipos de testes de hipóteses possíveis, dependendo da conclusão a ser retirada se a hipótese nula for rejeitada.

Figura 9. Relação entre as distribuições de probabilidade das hipóteses nula e alternativa e os erros associados I e II.



Fonte: Adaptado de (68).

Figura 10. Testes de hipóteses bicaudal e unicaudal.



Fonte: Adaptado de (64,65,68)

Se os valores obtidos estiverem abaixo do p-valor, corre-se o risco de rejeitar a hipótese nula, sendo essa verdadeira, e aceitar a hipótese alternativa erroneamente (erro do tipo I, ou α). Quanto menor o valor do p-valor, menor o risco α , porém consequentemente aumenta-se o risco β (erro do tipo II). Isso ocorre porque, ao diminuir o risco de se rejeitar a hipótese nula de forma errônea, aumenta-se o risco de aceitar a hipótese alternativa, sendo essa falsa.

4.2 INTERVALOS DE ABRANGÊNCIA

Existe uma relação importante entre os testes de hipótese e intervalos de confiança. Porém é necessário entender as diferenças básicas entre os termos relacionados mais utilizados na comunidade científica, muitas vezes de forma equivocada. Um *intervalo de confiança* é uma estimativa de intervalo para um parâmetro de uma população, delimitando elementos desconhecidos de uma distribuição de probabilidade. Podem também ser chamados de *intervalos de tolerância*. Já o termo *nível de confiança* se refere à probabilidade escolhida que definirá a precisão expressa pelo comprimento do intervalo de confiança (65). Muitas vezes, essas definições estatísticas são utilizadas de forma errônea no relato da expressão da incerteza de medição. O GUM determina a utilização do termo de *nível da confiança*, porém esse também é facilmente confundido com o termo estatístico. Os termos recomendados e que são definidos pelo VIM são *intervalo de abrangência* ou *intervalo expandido* e *probabilidade de abrangência* ou *probabilidade de expansão* (1,27,69).

Voltando à relação entre os intervalos de abrangência e os testes de hipóteses: para um parâmetro qualquer que esteja sob um teste, este conduzirá a rejeição da hipótese nula se e somente se esse parâmetro não estiver contido no intervalo. Dessa forma, os testes e os intervalos são processos equivalentes, fornecendo uma estrutura fácil e natural para dispor dos níveis de risco de uma decisão (65).

4.3 REGRAS DE DECISÃO E INCERTEZA ALVO

Voltando ao caso Floyd Landis e à pergunta de como é tomada a decisão sobre um resultado de medição, a resposta está na utilização dos testes de hipóteses e a sua aplicação na formulação do conceito de regra de decisão. A ISO/IEC 17025 determina que

“quando for fornecida uma declaração de conformidade a uma especificação ou norma, o laboratório deve documentar a regra de decisão empregada, considerando o nível de risco associado à regra de decisão empregada, e aplicar a regra de decisão. Quando essa regra for prescrita pelo cliente ou por regulamentos normativos, não é necessária uma análise de risco adicional sobre o nível de risco” (5).

O termo *regra de decisão* é definido em diversos documentos internacionais como a “regra que descreve como a incerteza de medição é considerada ao declarar

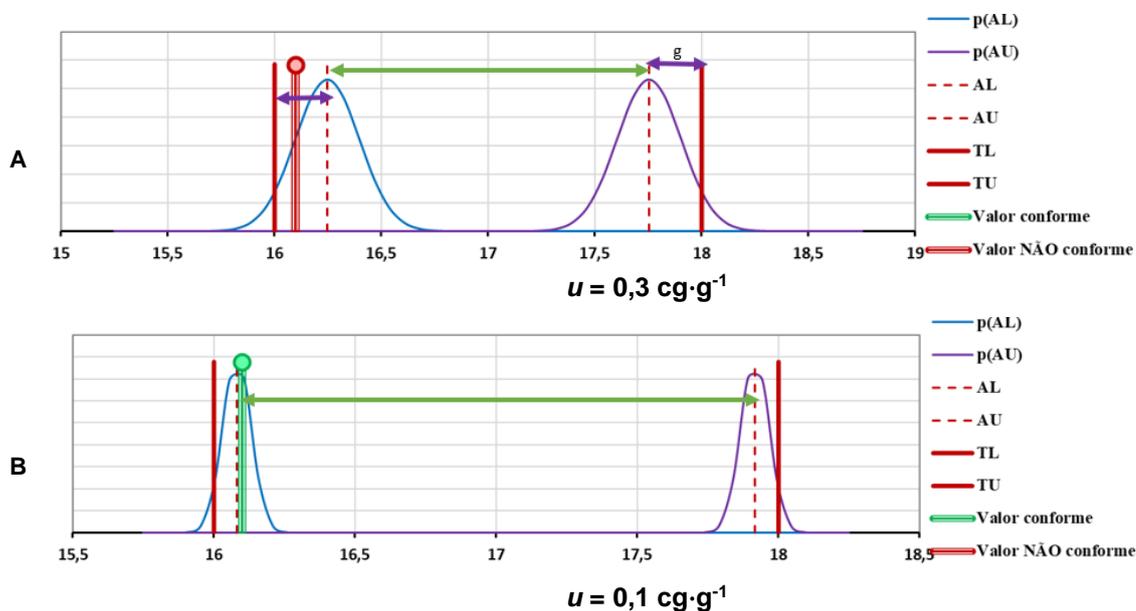
a conformidade com um requisito especificado” (5,27). Estas regras definem instruções para a determinação das *zonas de aceitação e rejeição*, levando em conta a probabilidade de abrangência aceitável no caso de uma decisão errônea (25).

As zonas de aceitação e rejeição podem ser definidas a partir da *banda de guarda*, g , como mostrado na Figura 11. A ideia da banda de guarda é resguardar uma decisão para que ela seja mais segura, criando essas zonas que induzem, dependendo do risco que for assumido, a aumentar ou diminuir os limites (determinados por contrato, lei, regulamento, etc.) por uma quantidade ku , em que k é um fator de abrangência de acordo com o nível de risco escolhido e u a incerteza-padrão naquele limite (31,33,70,71). Lembrando que uma das premissas para **esse caso** de regra de decisão é assumir que a distribuição dos dados atribuídos ao mensurando deve ser pelo menos aproximadamente normal. Destaca-se também que existem outras formas de definir as regras de decisão, mas que não serão citadas aqui.

As regras de decisão, portanto, dependem diretamente da incerteza de medição, e, muitas vezes, dependem também da incerteza alvo, termo que pode ser definido como a “incerteza de medição especificada como um limite superior e escolhida de acordo com o uso pretendido dos resultados de medição” (1). Os conceitos de regra de decisão e incerteza alvo parecem ser os mesmos à primeira vista, porém são termos diferentes e que podem se complementar, dependendo do caso. A regra de decisão pode vir acompanhada da informação de incerteza alvo, visto que a largura da banda determinará a conformidade do resultado, e a largura da banda depende da incerteza-padrão. Para incertezas muito altas, pode acontecer de não ser possível aceitar ou rejeitar com segurança resultados como os mostrados nos casos (b) e (c) da Figura 8. Por esse motivo, muitas vezes a incerteza alvo já vem definida na regra de decisão para que a utilização das bandas faça sentido. É claro que a incerteza alvo nem sempre será detalhada na regra de decisão, ou no regulamento, ou no contrato, mas o laboratório, através da experiência de rotina e de P&D pode perfeitamente defini-la, por exemplo, para controle da qualidade de seu processo de medição (71).

A Figura 11 mostra duas situações em que a regra de decisão é aplicada à um mesmo resultado de medição e como o valor da incerteza-padrão pode interferir na sua aceitação ou rejeição.

Figura 11. Representação das zonas de aceitação e rejeição definidas pelas regras de decisão. A seta em roxo mostra a largura da banda de guarda g , enquanto a seta verde delimita a zona de aceitação. AL/AU representam os limites de aceitação inferior/superior das bandas; TL/TU são os limites de tolerância inferior/superior impostos pela especificação do produto; $p(AL)/p(AU)$ são as densidades de probabilidade junto ao AL/AU.



Fonte: Adaptado de (31,70).

Nesse exemplo fictício, a regra de decisão determina que o limite de decisão é aquele a partir do qual se pode decidir, com um nível de confiança de aproximadamente 95%, que o lote tenha uma concentração entre o limite inferior (TL) e superior (TU).

Ou seja, o produto estará conforme dentro do intervalo especificado, do ponto de vista do risco do consumidor, reduzindo visto a zona de aceitação em relação a faixa de tolerância, considerando uma probabilidade de 5% de que o cliente aceite erroneamente um produto não conforme.

Considerando um mesmo fator k para ambos os casos, no caso A, a incerteza-padrão obtida foi de $0,3 \text{ cg}\cdot\text{g}^{-1}$, gerando bandas de guarda mais largas, reduzindo o intervalo entre AL e AU, que forma a zona de aceitação. Nesse caso o resultado cai na zona de rejeição, ou seja, devemos rejeitar o produto. Já no caso B, devido à obtenção de uma incerteza menor, de $0,1 \text{ cg}\cdot\text{g}^{-1}$, as bandas de guarda são mais estreitas, e o resultado de medição fica entre o intervalo estabelecido por elas, indicando que devemos aceitar o produto.

A conclusão que podemos tirar após essas considerações são as seguintes:

- a. A importância da determinação da distribuição de probabilidade dos dados, para que possa ser aplicado a regra de decisão correta; para isso, também aplicada a correta análise estatística dos dados.
- b. A importância da escolha adequada da abordagem para estimação da incerteza-padrão;
- c. A incerteza-padrão que o laboratório é capaz de alcançar pode ser similar ao caso A, e as bandas de guarda nunca serão estreitas o suficiente, ou seja, uma incerteza mais “alta”. Nesse caso, pode ser a indicação para que um estudo mais aprofundado do processo analítico seja realizado, identificando as principais fontes de incerteza e os pontos de melhoria. Outra possibilidade é, quando não é possível “melhorar” esse valor de incerteza, por exemplo devido à custos, que sejam então assumidos riscos maiores na análise ou liberação, nesses casos.

CAPÍTULO 5. EXPOSIÇÃO DO ESTUDO DE CASO

5.1 INTRODUÇÃO AOS POLÍMEROS

Os polímeros são um dos materiais com maior aplicabilidade em todo o mundo, presentes em praticamente todas as áreas da vida cotidiana. Sua incrível versatilidade se deve à sua estrutura química característica, podendo variar amplamente indo de polímeros encontrados na natureza, como certas proteínas, celulose, até aqueles produzidos por rotas sintéticas, como o poliestireno e o nylon. Essas diferenças químicas e estruturais produzem diferentes atributos, como por exemplo diferentes comportamentos mecânicos. A utilização de aditivos, misturas e compósitos também amplia de forma inimaginável as possibilidades para a utilização desses materiais(72). Os bioplásticos, que são o enfoque nesse estudo de caso, são polímeros de base biológica, fonte renovável ou biodegradável. Eles tiveram nos últimos anos bastante destaque na literatura por criar alternativas ao plástico convencional, buscando, além da adequação ambiental, custos de produção e propriedades similares (73).

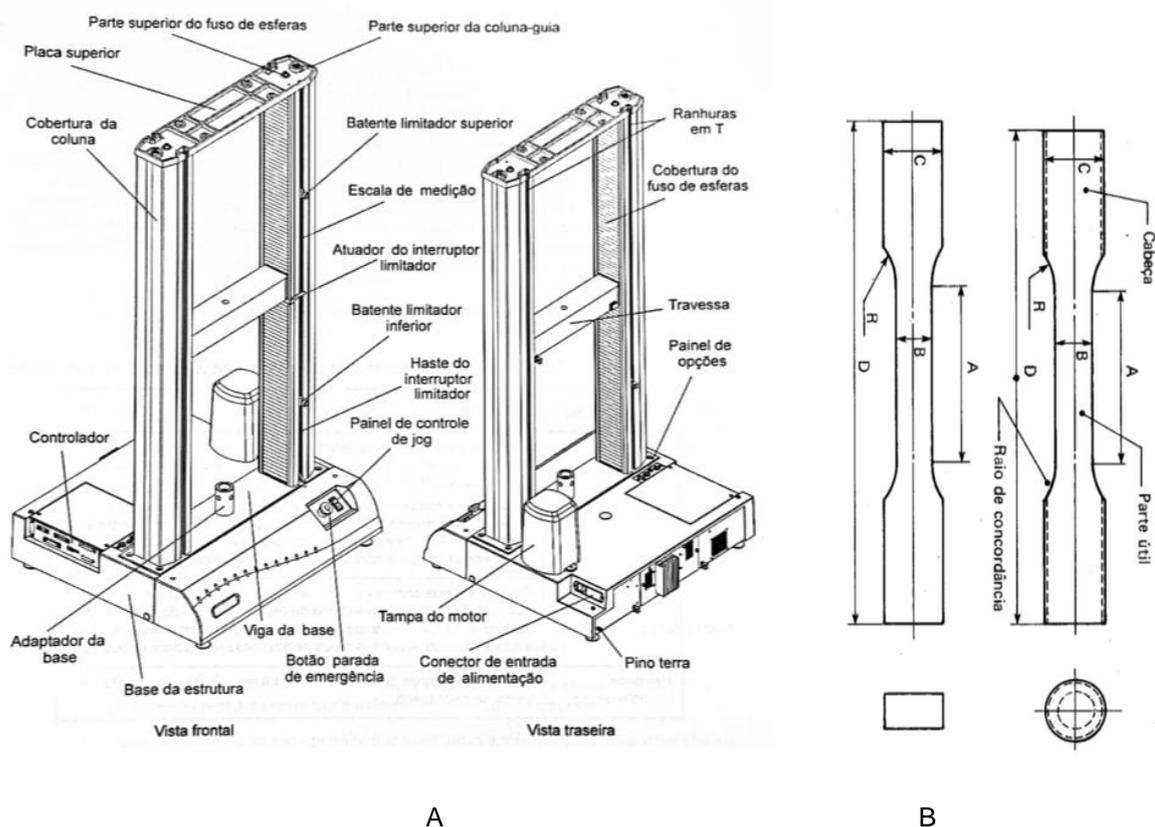
Os ensaios de controle de qualidade e caracterização dos polímeros vão variar de acordo com a sua aplicação. Características que podem ser avaliadas, por exemplo, são a massa molar, grau de polimerização, resposta às forças mecânicas, cristalinidade, defeitos, etc. (74). Esses ensaios são importantes para além do controle de qualidade, e podem ser usados para prever propriedades como densidade, capacidade calorífica, propriedades óticas, sendo muito úteis no desenvolvimento de novos materiais (75). Neste contexto, discutiremos mais a fundo o ensaio mecânico de tração, com uma resumida revisão da teoria desse teste e como ele pode ser utilizado na avaliação da conformidade de produtos.

5.2 MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS

A máquina universal assim é chamada devido à sua ampla gama de aplicações em ensaios mecânicos. Inicialmente era utilizada somente para ensaios de tração,

mas depois foi adaptada para realizar ensaios de compressão, flexão, dobramento, cisalhamento, arrancamento, delaminação, adesão, entre outros (76,77). Uma representação esquemática da máquina é mostrada na figura 12-A.

Figura 12. Representação esquemática das principais partes de uma máquina universal de ensaios (A) e exemplos de corpos de prova normalizados (B).



Fonte: (77,78)

É geralmente composta por quatro partes principais, sendo elas (77,79):

- Estrutura: composta de uma base, podendo ser com uma ou duas colunas, uma travessa móvel e uma placa superior;
- Controlador/painel de controle: composto por um hardware que controla a estrutura e quaisquer equipamentos auxiliares conectados ao sistema. O painel contém todos os conectores para as células de carga, sensores, etc., e permite o movimento da travessa para cima e para baixo.
- Sequência de carga: composta por todos os componentes que estão instalados entre a travessa móvel e a base da estrutura; envolve uma célula de carga, um conjunto de garras, adaptadores necessários para conectar os componentes ao corpo de prova;

d) Software: controla todo o sistema, execução e análise de dados dos testes.

5.3 ENSAIO DE TRAÇÃO

O teste de tração é um método mecânico e destrutivo, que geralmente usa um corpo de prova com dimensões padronizadas (exemplo na Figura 12-B), sob condições determinadas de temperatura, umidade, força e velocidade da máquina. Esses parâmetros são geralmente determinados pelas normas associadas a cada tipo de material (78). É um teste fundamental para determinação de várias propriedades mecânicas dos materiais, permitindo comparação, classificação para aplicações específicas, avaliação de eficiência e conformidade de produtos, etc. (80). A facilidade e reprodutibilidade o torna um dos mais importantes entre os ensaios mecânicos (75).

O método consiste em estender o corpo de prova através do seu eixo longitudinal à uma velocidade constante, até que ele se rompa ou até que a tensão ou a deformação alcance um limite pré-determinado.

As deformações promovidas no material podem ser consideradas uniformemente distribuídas, até que a carga máxima seja atingida e o corpo de prova se rompa (75). Tanto a tensão, σ , dada pela Equação 11, quanto a deformação, ε , dada pela Equação 11.1, são medidas durante esse processo, em que A é a área da seção transversal, F é a força aplicada, L a distância final entre as garras e L_0 a distância inicial.

Bloco de equações 11. Variáveis do ensaio de tração.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (\text{Eq.11})$$

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} \quad (\text{Eq.11.1})$$

Fonte: (75)

A relação entre a tensão e a deformação, no início do ensaio, é linear, obedecendo a lei de Hooke. Essa linearidade termina em um ponto chamado de limite elástico, definido como a maior tensão que o material pode suportar sem perder a sua característica elástica. Após esse ponto, o material não obedece mais à linearidade, e atinge a zona plástica, onde a tensão e a deformação não se relacionam mais através de uma simples constante (75). A partir daí o ensaio segue até ser atingida

uma tensão máxima suportada pelo material, que é caracterizada pelo final da zona plástica, chamado de limite de resistência. Após esse instante, inicia o fenômeno da estricção, que é a diminuição da seção transversal do corpo de prova. É nessa fase que se dá a ruptura do corpo de prova, finalizando o teste (75).

Diversas informações importantes podem ser retiradas desse ensaio (81). Entre elas estão:

- a. o comportamento de tensão-deformação, mostrado de forma geral na Figura 14-II, sendo possível identificar se um material é frágil, plástico ou totalmente elástico (74);
- b. limite de escoamento, que é o nível de tensão no qual a deformação passa de elástica para plástica (71);
- c. limite de resistência à tração, que é a tensão no ponto máximo da curva de tensão-deformação, correspondendo à tensão máxima que um material suporta sem se romper (71);
- d. módulo de elasticidade, ou módulo de Young, que representa a rigidez ou resistência do material à deformação elástica (71). No próximo item, o módulo de elasticidade será mais detalhado, sendo a propriedade escolhida para o estudo de caso desse trabalho.

5.3.1 MÓDULO DE ELASTICIDADE

A lei de Hooke, mais conhecida como lei da elasticidade, foi descoberta em 1660 pelo cientista inglês Robert Hooke (82). Ela dita que, para pequenas deformações em um material, o tamanho dessa deformação será diretamente proporcional à carga ou à força deformadora. Dentro dessas condições, o material retorna ao seu formato e tamanho originais após a retirada da força. O módulo de elasticidade ou módulo de Young, E , nada mais é do que a constante de proporcionalidade da relação entre força deformadora e a deformação (79). A deformação elástica, portanto, é representada pela região linear do gráfico de tensão-deformação, mostrada na Equação 12, podendo ser determinado pela inclinação da reta, como mostrado na Equação 12.3 (78).

Esse comportamento pode ser entendido através do conhecimento da estrutura química do material, que, nesse estudo de caso especificamente, tratará de estruturas características dos polímeros.

Bloco de equações 12. Lei de Hooke e determinação do módulo de elasticidade.

$$\sigma \propto \varepsilon \quad (\text{Eq.12})$$

$$\sigma = b \varepsilon + a, \text{ em que } b = E, \text{ logo} \quad (\text{Eq.12.1})$$

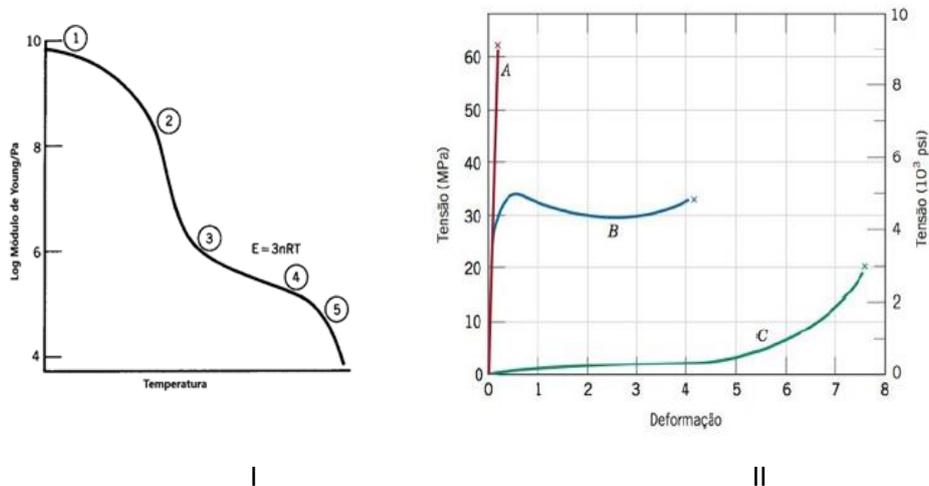
$$\sigma = E \varepsilon + a \quad (\text{Eq.12.2})$$

$$E = \frac{\sigma - a}{\varepsilon} \quad (\text{Eq.12.3})$$

Fonte: Adaptado (75)

Um polímero pode exibir características tanto de um sólido elástico (comportamento que obedece à lei de Hooke) quanto de um líquido viscoso. O tipo de comportamento irá depender principalmente da transição vítrea (t_g), que marca as mudanças entre o estado amorfo para o estado de fusão, em função da temperatura. Os polímeros que apresentam essa particularidade são chamados de viscoelásticos (72). A transição vítrea pode ser entendida através dos movimentos das cadeias poliméricas. A Figura 13 detalha mais a relação entre esses movimentos, a temperatura, o módulo de Young, a estrutura do polímero e o seu comportamento tensão-deformação.

Figura 13. Comportamento idealizado de um polímero amorfo, relacionando o módulo de Young, a estrutura adquirida, temperatura e seu comportamento tensão-deformação.



Fonte: Adaptado de (71,80)

Na Figura 13-I, no ponto 1, a baixas temperaturas, somente movimentos vibracionais são possíveis, e o polímero é duro e vítreo. Esses polímeros são rígidos e quebradiços, quebrando após pequenas deformações, mostrado na Figura 13-II, curva A.

Conclui-se que, quanto maior o módulo de Young, mais rígido será o material ou menor a deformação gerada pela tensão aplicada (74,83). Na região da transição vítrea, no ponto 2, o polímero fica mais macio, o valor do módulo cai três ordens de magnitude, e o material se torna mais emborrachado. Nessa região, eles são mais extensíveis, exibindo o ponto de escoamento que marca a transição da deformação elástica para a plástica, mostrada na curva B.

Nessa região, ocorre o início da *reptação*, que é o movimento linear de polímeros na direção do seu comprimento, dependente da sua massa molecular e do tempo de relaxação da cadeia (83,84).

A região entre os pontos 3 a 5 é chamado de *rubbery plateau*. Os polímeros nessa região têm como característica serem altamente elásticos, geralmente governados pela relação $E = 3nRT$, em que n representa o número de segmentos da cadeia polimérica ligados a cada extremidade por unidade de volume. As quantidades RT são, respectivamente, a constante dos gases e a temperatura absoluta.

Neste caso, podemos dizer resumidamente que as moléculas de cadeia muito longa são capazes de rotacionar de forma razoavelmente livre em torno do seu eixo, unindo uma rede contínua e monolítica necessária para formar os elastômeros, mostrados no perfil da curva C (83). O módulo aqui é o menor, visto que a deformação que o material é capaz de sofrer sem perder a característica elástica é muito maior, gerando uma menor inclinação, e conseqüentemente, um menor módulo de Young.

5.4 PROBLEMA PROPOSTO

O último relatório divulgado sobre a utilização de plásticos constatou que, no mundo, foram gerados 139 milhões de toneladas métricas de resíduos plásticos descartáveis só em 2021(85). Estima-se também que sejam consumidas, por pessoa no planeta, cerca de 50000 partículas de microplásticos (partículas de até 5 mm de diâmetro) por ano (86). Se focarmos somente nos canudos descartáveis, de acordo com dados do ano de 2018 da *Ocean Conservancy*, eles foram um dos dez itens mais comuns encontrados durante limpezas realizadas pela ONG em zonas costeiras (87).

Em um artigo de Viera *et al* (84), há um levantamento em que 50 das maiores economias do mundo foram avaliadas em relação às suas legislações sobre canudos descartáveis. Entre elas, 26 possuíam legislações que proibiam o uso em todo o território nacional; 9 possuíam legislações, porém aplicáveis em apenas algumas cidades do país.

Conclui-se que, para economias que juntas são responsáveis por volta de 87% do lixo plástico no mundo, 52% tem tomado medidas mais rígidas com relação ao assunto (84). Apesar de ser um número expressivo, vê-se urgente a necessidade de inovação das soluções tanto no tratamento dos resíduos já existentes quanto na criação de produtos mais sustentáveis.

Nesse contexto, o problema proposto é poder determinar, de forma rápida e prática através dos ensaios de tração, as características mecânicas dos canudos biodegradáveis produzidos tanto pelo INTECHLAB como canudos comerciais, permitindo a comparação das características desses produtos, de forma que possam ser competitivos e atender as necessidades do mercado. O objetivo inicial é adequar os ensaios de tração utilizados na rotina do laboratório, para que possam produzir resultados válidos para análise estatística e metrológica.

O ensaio pode ser aplicado de duas formas: usando-se diretamente o produto acabado na máquina de ensaio ou produzindo o corpo de prova com as dimensões determinadas por norma, como por exemplo a ASTM D638-10 (88). De acordo com Souza (78), alguns tipos de produto podem ser testados na sua forma acabada, geralmente devido à não haver possibilidade de se retirar ou usinar o corpo de prova; porém, conceitos como limite de escoamento, resistência, alongamento, não devem ser mais utilizados da mesma forma, visto que não podem mais ser comparados com os corpos de prova normalizados. Esse ponto será discutido mais adiante no capítulo 7.

5.5 PROPÓSITO DE USO

O propósito de uso desse estudo de caso baseia-se em utilizar os resultados do ensaio de tração uniaxial na avaliação da conformidade do produto, de forma confiável e conhecendo-se o risco associado, em relação ao produto comercial convencional, e, posteriormente, poder utilizar o ensaio não somente na caracterização do material, mas como controle de qualidade durante a sua produção.

Apesar do ensaio de tração gerar diversos resultados interessantes para análise mecânica de materiais, foi escolhido somente o módulo de Young para a discussão. Além de ser um parâmetro importante, que dita a resistência, poderá ser utilizado como identificador do material, visto que é uma propriedade que se mantém característica, desde que sejam mantidas constantes as condições experimentais.

CAPÍTULO 6. MATERIAIS, MÉTODOS E RESULTADOS OBTIDOS

Nessa seção serão descritos todo o sistema de medição⁵, documentos e escolha da abordagem de estimação da incerteza de medição na adequação metrológica dos ensaios de tração. Uma discussão sobre o porquê de cada ponto de melhoria proposto será realizada, assim como o tratamento estatístico.

6.1 MATERIAIS E MÉTODOS

6.1.1 SISTEMA DE MEDIÇÃO UTILIZADO E AMOSTRAS

No ensaio de tração foram utilizados:

- a. Máquina universal de ensaios da marca INSTRON, modelo EMIC 23-20, com dupla coluna de bancada, com faixa de velocidade variando entre 0,005 mm/min a 500 mm/min, espaçamento entre colunas de 420 mm, altura 1582 mm, largura 756 mm, profundidade 707 mm, potência máxima de 600 VA, com taxa de aquisição de pontos 500 Hz. A medição de força acontece com células de carga de 20 kN, e a medição de deslocamento é feita através de um sensor óptico com resolução de 0,0001 mm; O software da máquina é o Bluehill©, que possibilita a configuração dos parâmetros dos testes, operação do sistema e coleta dos dados (77).
- b. Paquímetros Mitutoyo modelo convencional (analógico), 300 mm, com resolução de 0,05 mm e modelo Absolute (digital), 150 mm, com resolução de 0,01 mm;
- c. Amostras sob avaliação: Canudos compostos de polímeros biodegradáveis, chamados de INTL-29, PPADT-1 e PP-ADT2. Para a amostra de referência

⁵ De acordo com o VIM, sistema de medição é o conjunto de um ou mais instrumentos de medição, podendo incluir outros dispositivos, compreendendo, se necessário, reagentes e insumos, montado e destinado para fornecer informações especificadas de acordo com o propósito de uso.

foram usados canudos de polipropileno (PP) 100%. As especificações das amostras são dadas no Quadro 3.

O PP foi escolhido por ser o material “convencional” mais comum na fabricação de canudos descartáveis.

Quadro 3. Especificações técnicas das amostras de canudos avaliadas nos ensaios de tração.

Código	Composição	Origem	Bateladas de ensaios realizadas
INTL-29	-	INTECHLAB	1
PP-100	Polipropileno 100% e pigmentos de alta pureza	Comercial	4
PP-ADT1	Polipropileno 100% virgem + aditivo biodegradável	Comercial	2
PPADT-2	Polipropileno + aditivo biodegradável atóxico	Comercial	2

Fonte: autoria própria.

6.1.2 ANÁLISE CRÍTICA DE ACORDO COM A ISO/IEC 17025

Como discutido no capítulo 3, item 3.3, que trata da gestão da qualidade, a norma mais aceita internacionalmente para esse fim é a ISO/IEC 17025. Para objetivos de pesquisa ou controle de qualidade, integrar à rotina pelo menos os requisitos do item 7 da norma, os de processo, poderia ser uma estratégia interessante para o caso dos laboratórios acadêmicos ou não acreditados.

A importância dessa adaptação já foi exposta nos capítulos 3 e 4, por isso o foco deste item será somente transformar os requisitos descritos no item 7 da norma em ações para adequação do ensaio em estudo desse trabalho, mostradas no Quadro 4.

A partir dessas deliberações, o POP para o ensaio de tração com o produto acabado foi revisado e adequado, com o comparativo de antes e depois de cada etapa, mostradas no Quadro 5. As principais modificações no ensaio em si foram com relação às medições feitas das dimensões dos corpos de prova.

Quadro 4. Adequação do ensaio de tração aos principais itens dos requisitos de processo da norma ISO 17025.

ITEM	SUB ITEM	DESCRIÇÃO NA NORMA	EVIDÊNCIAS ESPERADAS	ADEQUAÇÃO DO ENSAIO DE TRAÇÃO NO INTECHLAB	
7.2	SELEÇÃO, VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	7.2.1.2	Todos os métodos, procedimentos e documentação de apoio, como instruções, normas, manuais e dados de referência pertinentes para as atividades de laboratório devem ser atualizadas e prontamente disponíveis	Registros bem organizados e de fácil acesso aos operadores.	Organização de uma pasta para o equipamento com o POP, manual da máquina, certificados de calibração, documentos de apoio.
		7.2.1.4	Quando o cliente não especificar o método, o laboratório deve selecionar um método apropriado e informar ao cliente o método escolhido. Também podem ser utilizados métodos desenvolvidos ou modificados pelo laboratório.	Descrição clara da norma utilizada ou do método desenvolvido.	Escolha de um padrão, como uma amostra controle, para os ensaios de tração e início de coleta de dados para confecção de cartas controle de ensaios; Registro da verificação da validação dos métodos ou registro da norma. Qualquer alteração deve ser documentada;
		7.2.1.5	Verificar se o laboratório é capaz de realizar métodos adequadamente antes de implantá-los, assegurando que possa alcançar o desempenho requerido.	Registros da verificação.	Análise crítica periódica. Desvios de método devem ser documentados.
		7.2.2.1 7.2.2.2	O laboratório deve validar métodos não normatizados ou desenvolvidos pelo laboratório. Quando foram feitas alterações em métodos validados, deve ser determinada a influência dessas mudanças.	Calibração ou avaliação da tendência e precisão utilizando padrões de referência; Avaliação dos fatores que influenciam o resultado; Ensaio de robustez; Comparação com métodos validados; Comparações interlaboratoriais.	Uma das técnicas citadas ou uma combinação delas podem ser usadas na validação do método. Utilização do padrão escolhido para determinação da precisão intermediária, além do início do estudo de outras influências importantes no ensaio.

ITEM		SUB ITEM	DESCRIÇÃO	EVIDÊNCIAS ESPERADAS	ADEQUAÇÃO DO ENSAIO DE TRAÇÃO NO INTECHLAB
7.5	REGISTROS TÉCNICOS	7.5.1	O laboratório deve assegurar que os registros técnicos para cada atividade de laboratório contenham os resultados, o relatório e as informações suficientes para facilitar, se possível, a identificação de fatores que afetam o resultado de medição e sua incerteza de medição associadas, bem como para possibilitar que sejam repetidas em condições o mais próximo possível das condições originais.	Dados e cálculos devem ser registrados no momento em que são realizados e devem ser identificáveis à tarefa específica a que se referem.	Formulário para realização do ensaio, registro e armazenamento com a identificação correta na pasta do computador. Utilização de planilha padronizada para inserção dos dados realização dos cálculos.
7.6	AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO	7.6.1	O laboratório deve identificar as contribuições para a incerteza de medição. Ao avaliar a incerteza, todas as contribuições que sejam significativas, incluindo aquelas oriundas da amostragem, devem ser consideradas utilizando-se métodos de análise apropriados.	Estimação da Incerteza de Medição	As principais contribuições devem ser identificadas e levantadas; um ponto importante aqui é a incerteza da calibração, visto que os equipamentos utilizados não possuem certificado de calibração. A incerteza da amostragem deve ser levantada de acordo com o objetivo do cliente, por exemplo, serão amostrados durante o processo de produção, ou o produto acabado, volume do lote, etc.
		7.6.3 (NOTA 2)	Para um método em particular no qual a incerteza de medição dos resultados foi estabelecida e verificada, não há necessidade de avaliar a incerteza de medição para cada resultado, caso o laboratório possa demonstrar que os fatores de influência identificados como críticos estejam sob controle.		Com cartas controle do padrão, através de verificação intermediária dos pontos críticos do processo, como por exemplo módulo de Young, deformação, etc.
7.7	GARANTIA DA VALIDADE	7.7.1	O laboratório deve ter um procedimento para monitorar a validade dos resultados.	Aplicação de técnicas estatísticas quando necessário, utilização de materiais de referência, instrumentação calibrada, comparações interlaboratoriais, uso de cartas controle, etc.	Ensaio interlaboratoriais em parceria com outros laboratórios de pesquisa, por exemplo.
		7.7.2	O laboratório deve monitorar o seu desempenho por meio de comparação com resultados de outros laboratórios, quando disponível	Participação em ensaios de proficiência, comparações interlaboratoriais	

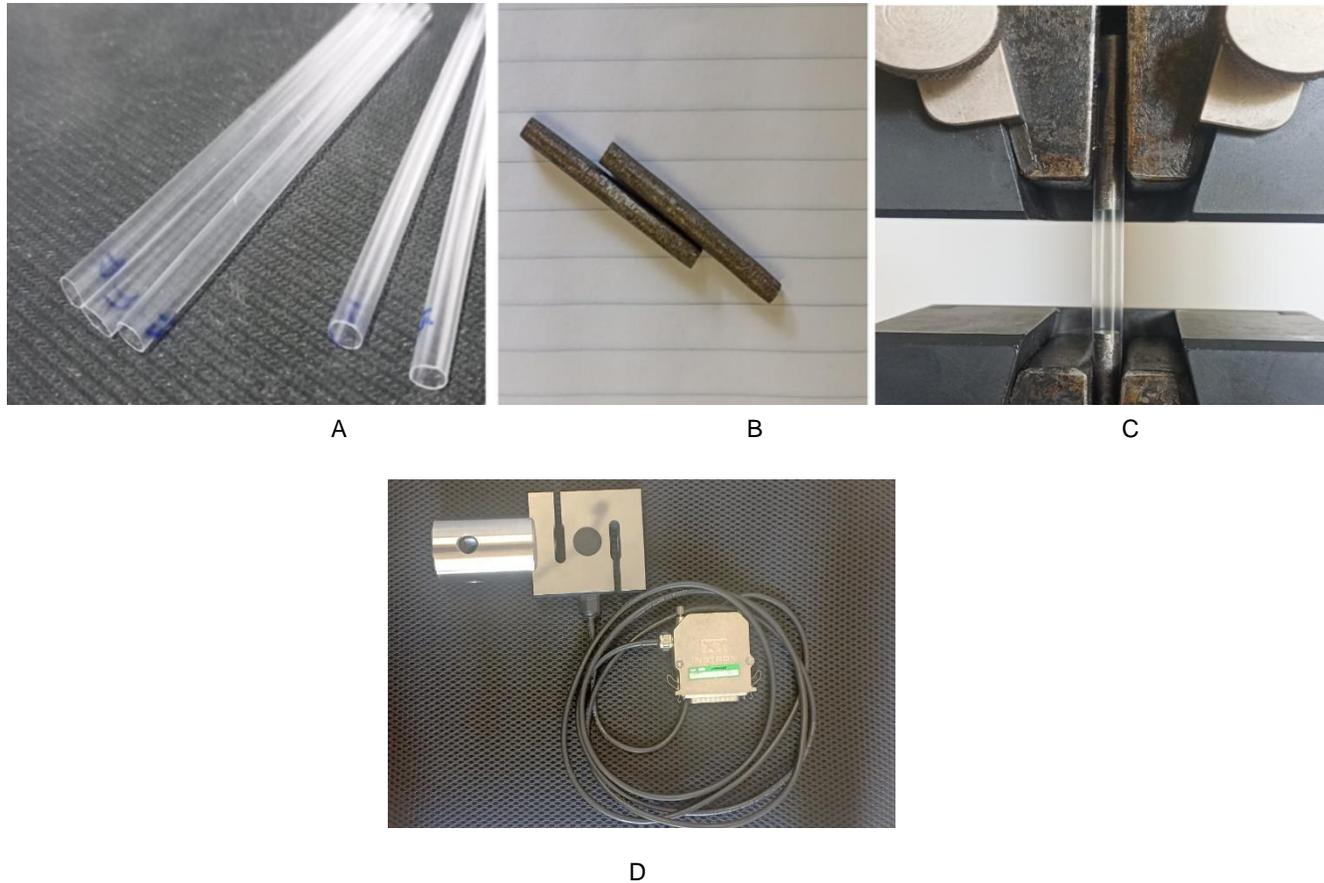
Adaptado de (5).

Quadro 5. Ensaio de rotina e ensaio revisado para o teste de tração com produto acabado.

Etapa		Ensaio de Rotina	Alteração realizada
1	Padronização dos canudos em corpos de prova	O canudo geralmente apresenta tamanho entre 200 a 210 mm; o canudo então é medido, com auxílio do paquímetro, e cortado com uma tesoura para que ficasse com comprimento final de 100 mm.	Os corpos de prova foram identificados, conforme Figura 14-A.
2	Número de corpos de prova	Para cada ensaio, devem ser padronizados no mínimo 5 corpos de prova (87).	Mantido.
3	Medição das dimensões do corpo de prova	As medidas da espessura da parede, e_p , e do diâmetro externo dos canudos (já padronizados), D_e , devem ser feitas com o paquímetro. Medida única de cada parâmetro.	Devem ser feitas pelo menos 5 medições de cada parâmetro em cada corpo de prova. A média da espessura e do diâmetro devem ser calculadas para cada corpo de prova.
4	Ajuste do transdutor e seleção do método	No software Bluehill®, selecionar o item relativo ao transdutor (célula de carga), figura 14-D. Ele deve ser "calibrado" (na verdade, é feito o "ajuste no zero"). As configurações do método são feitas com os parâmetros de saída de interesse selecionados.	Mantido.
5	Fixação do corpo de prova na máquina de ensaio	As extremidades do corpo de prova são preenchidas com peças metálicas em formato cilíndrico, mostradas na Figura 14-B, de forma a garantir que, quando fixados nas garras, não amassem o material plástico gerando falhas/fissuras no corpo de prova durante o ensaio. O corpo de prova é colocado entre as garras e a distância entre elas deve ser medida com o paquímetro (L_0) e inserida no painel de controle do método. Essa distância não é padronizada, mas deve ser registrada.	Mantido.
6	Entrada de dados no software Bluehill	As medidas de espessura e diâmetro (únicas) são inseridas no painel de controle.	As médias dos dados de espessura e diâmetro relativas ao corpo de prova que será testado são inseridas no painel de controle.
7	Início do ensaio	Antes do início do ensaio a força deve ser "equilibrada" (ajustada no zero). O método é iniciado e a tensão é aplicada sobre o material, ao mesmo tempo em que o deslocamento das garras ocorre, na taxa configurada. É orientado que a ruptura ocorra entre 0,5 a 5 min do tempo de teste (87). Velocidade utilizada 55,0 mm/min	Mantido.
8	Final do ensaio	Após a fratura do material, o corpo de prova é retirado e uma nova amostra fixada, seguindo-se novamente o procedimento a partir do item 5. Os resultados são salvos em pasta e podem ser lidos no formato do software Bluehill © ou no formato CSV (EXCEL©. O resultado do módulo é dado pelo software Bluehill.	Foi usada uma planilha EXCEL© para o tratamento dos dados obtidos e cálculo do valor do módulo de elasticidade.

Fonte: Adaptado do procedimento de rotina do INTECHLAB.

Figura 14. Canudos padronizados, já como corpos de prova, e identificados (A). Peças metálicas e cilíndricas utilizadas durante a fixação dos corpos de prova nas garras da máquina de ensaio (B). Corpo de prova fixado nas garras da máquina de ensaio (C). Célula de carga de 20 KN utilizada (D).



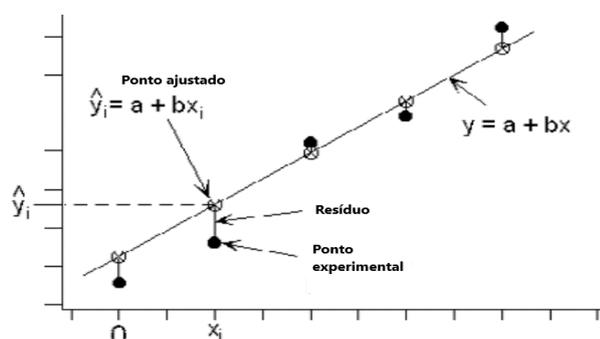
Fonte: Autoria própria.

6.1.3 CÁLCULO DO MÓDULO DE YOUNG – MMQUP

O POP para obtenção do módulo de Young no software Excel©2016 é o apresentado abaixo. Esse procedimento foi aplicado para obtenção do melhor valor da inclinação e de seu desvio-padrão associado, utilizando o método dos mínimos quadrados univariado ponderado (MMQUP). Para início e final da região elástica foram usadas as referências dadas pelo software Bluehill©, como descrito.

- Os dados de força, tensão e deformação gerados pelo software, em formato CSV, foram inseridos na planilha “MMQUP” do Excel© mostrada no Anexo 2. Os dados de deformação gerados pelo software são dados em %, por isso são convertidos na planilha em valores adimensionais, dividindo-os por 100. Os cálculos mais relevantes dos cálculos de MMQUP foram inseridos nos Anexos de 2 a 9.
- O ponto considerado inicial da região elástica é aquele que é igual ou maior que 2% da força máxima aplicada (74).
- O ponto considerado final da região elástica, gerado pelo software Bluehill©, é calculado como o ponto de escoamento ou ponto de força máxima nessa região, o que vier primeiro (ponto de inclinação zero) (74).
- Aplica-se o procedimento do MMQUP com os dados da faixa linear para obtenção dos coeficientes linear e angular, assim como os desvios-padrão associados a eles, sendo o coeficiente angular igual ao módulo de Young.

Figura 15. Figura esquemática da regressão linear pelo Método dos Mínimos Quadrados.



Adaptado de (89)

As equações utilizadas no MMQUP são as mostradas no Bloco 13. O método ponderado foi escolhido para eliminar a etapa de verificação de uma das principais premissas para utilização do método dos mínimos quadrados ordinários, MMQUO, que é a da homoscedasticidade dos dados.

Bloco de equações 13. Método dos Mínimos Quadrados ponderado.

$$w_i = \frac{n \frac{1}{s_i^2}}{\sum_i \frac{1}{s_i^2}} \quad (\text{Eq.13})$$

$$b_w = \frac{\sum_i w_i (x_i - \bar{x}_w)(y_i - \bar{y}_w)}{\sum_i w_i (x_i - \bar{x}_w)^2} \quad (\text{Eq.13.1})$$

$$a_w = \bar{y}_w - b_w \cdot \bar{x}_w \quad (\text{Eq.13.2})$$

$$s_{x/y}^2 = \sum_i \frac{w_i (y_i - \hat{y}_w)^2}{(n-2)} \quad (\text{Eq.13.3})$$

$$s_b^2 = \frac{s_{x/y}^2}{\sum_i w_i (x_i - \bar{x}_w)^2} \quad (\text{Eq.13.4})$$

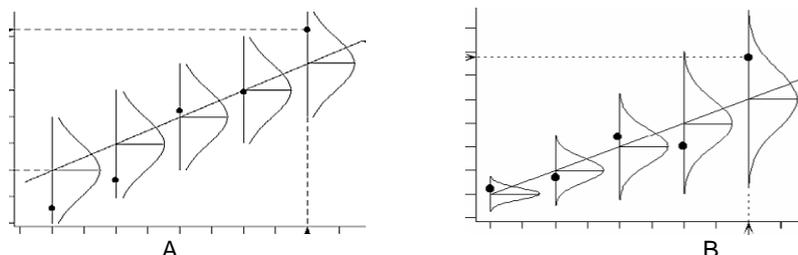
$$s_a^2 = s_b^2 \frac{\sum_i x_i^2}{n} \quad (\text{Eq.13.5})$$

Fonte: (89)

O ajuste dos parâmetros pelo MMQUP consiste em determinar os valores dos parâmetros a_w , que é a interseção, e b_w , a inclinação, que minimizam a soma das diferenças quadráticas entre a reta ajustada e os pontos experimentais, divididas pelas respectivas variâncias (90), ilustrado na Figura 15. Na Equação 13, é introduzido o ponderador, chamado de w_i . O método clássico, que supõe como primeira premissa a homoscedasticidade, considera que todos os pontos de y da regressão possuem a mesma variabilidade (Figura 16). Isso na realidade é muito difícil de se garantir experimentalmente, e, se ignorado, pode agregar mais incertezas associadas ao ajuste matemático (42). O ponderador leva em consideração a variação em cada ponto individualmente, dando maior peso aos níveis mais precisos e menor peso aos menos precisos, ao contrário de considerar todos os níveis iguais, que é o que acontece no método clássico. Isso refina a capacidade de previsão do ajuste (42). Para o

cálculo das incertezas associadas, tanto da inclinação quanto da interseção, é usado o valor da variância residual, $s_{x/y}^2$.

Figura 16. Exemplo da homoscedasticidade (A), com variâncias iguais estatisticamente em todos os pontos da regressão, *versus* a heteroscedasticidade (B), com variâncias diferentes. O segundo caso é o mais comum experimentalmente falando.



Fonte: Adaptado de (86).

A segunda premissa importante para utilização tanto do MMQUO quanto do MMQUP é que as incertezas relacionadas à variável independente sejam desprezíveis relativamente às incertezas da variável dependente. Na maior parte dos trabalhos acadêmicos e rotinas de laboratório é considerada essa abordagem, em detrimento da utilização do método dos mínimos quadrados bivariado (MMQB), que considera as incertezas de ambas variáveis nos cálculos do ajuste dos parâmetros (91). Uma regra que pode ser usada na avaliação dessa premissa é a descrita pelas equações do Bloco 14.

Nesse estudo de caso, essa regra foi utilizada para avaliação e justificativa da utilização do método univariado, que será discutido mais detalhadamente no capítulo 7.

Bloco de equações 14. Regra de ouro para avaliação da premissa da utilização do MMQU.

$$3 \frac{df_{cal}}{dx} u_{x_i} \leq u_{y_i} \quad (\text{Eq.14})$$

$$3 \frac{d(bx + a)}{dx} u_{x_i} \leq u_{y_i} = 3bu_{x_i} \leq u_{y_i} \quad (\text{Eq.14.1})$$

Logo, para o Módulo de Young, $3 \frac{d(E\epsilon + a)}{d\epsilon} u_{\epsilon_i} \leq u_{\sigma_i} = 3Eu_{\epsilon_i} \leq u_{\sigma_i} \quad (\text{Eq.14.2})$

Fonte: (91)

6.1.4 CÁLCULO DO MÓDULO DE YOUNG - LITERATURA

É interessante, nesse momento da discussão, introduzir como é feito, na literatura (88,106–109), o cálculo do módulo de Young através da curva de tensão *versus* deformação. Nas referências consultadas, geralmente é indicado utilizar a relação $E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$, para quaisquer dois pontos na faixa linear. Outra forma é com a obtenção dos dados de módulo de Young gerados pelo software da máquina universal de ensaios, como o Bluehill©, e calcular a média dos corpos de prova utilizados.

6.2 ESCOLHA DAS ABORDAGENS DE ESTIMAÇÃO DA INCERTEZA

Antes do início da coleta de dados em si, a modelagem qualitativa das grandezas envolvidas tem que estar bem definida. Essa modelagem se baseia em, através da função de medição, descrevendo as grandezas de entrada, saída e de influência. Como discutido no item 2.4, a incerteza de medição pode ser obtida por diferentes abordagens, mas em todas elas, determinar com clareza a equação do mensurando é essencial. Para a estimação da incerteza de medição tanto pela abordagem top-down quanto pela bottom-up, foram utilizadas informações em condições de precisão intermediária, sendo realizada a avaliação das amostras em dias diferentes de análise, com operadores diferentes em amostras similares.

Nesse estudo de caso, é interessante comentar aqui a particularidade do mensurando em questão, que é a inclinação da relação linear entre a tensão e a deformação, dada pelas Equações do bloco 12, em que $\sigma = E \varepsilon + a$. Entretanto, podemos utilizar também a equação da inclinação, obtida pelo MMQUP, mostrada na Equação 13.1. Ela é definida pelos valores da variável independente, nesse caso ε , representado na Equação 13.1 por x , e pela variável dependente, representado por y . Com a nomenclatura do módulo de Young, teremos definida a Equação 15, que descreve o POP A para obtenção do módulo. A grandeza de saída, portanto, será $b_w = E_A$, enquanto as grandezas de entrada serão ε e σ . Essa particularidade do mensurando, entretanto, nos leva por dois caminhos, ambos dentro da abordagem bottom-up: o primeiro, e

mais lógico, em que utilizamos a própria incerteza associada ao parâmetro da inclinação, definida na Equação 13.4 e adaptada para a Equação 16:

Bloco de equações 15. Equação de medição do módulo de Young pelo procedimento A.

$$E_A = \frac{\sum_i w_i (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}_w) (\sigma_i - \bar{\sigma}_w)}{\sum_i w_i (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}_w)^2} \quad (\text{Eq.15})$$

Fonte: Adaptado de (89)

Bloco de equações 16. Incerteza-padrão u_{E_1} do módulo de Young.

$$u_{E_A} = u_{b_w} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i (\sigma_i - \bar{\sigma}_w)^2}{(n-2) w_i (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}_w)^2}} \quad (\text{Eq.16})$$

Fonte: Adaptado de (89).

Um segundo caminho para a abordagem bottom-up é mostrado na referência *Manual of codes of practise for the determination of uncertainties in mechanical tests on mettalic materials* (92). Aqui a abordagem dada pela referência citada foi adaptada ao nosso caso. A relação linear, mostrada na Equação 12.1, passa a ser $F = b_{wF} \varepsilon + a_w$. Os Anexos de 6 a 9 mostram como ficaram os resultados para essa alteração. Baseado nisso, a informação da inclinação, aqui chamada de b_{wF} , obtida também com o MMQUP, será utilizada como uma das grandezas de entrada, mostrada na sequência de Equações do bloco 18. A incerteza-padrão $u_{b_{wF}}$ será o desvio-padrão associado à inclinação, já mostrada na Equação 16. Porém, adaptada para a nova situação, seria a mostrada na Equação 17:

Bloco de equações 17. Incerteza-padrão $u_{b_{wF}}$ associada à inclinação b_{wF} .

$$u_{b_{wF}} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i (F_i - F_w)^2}{(n-2) w_i (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}_w)^2}} \quad (\text{Eq.17})$$

Fonte: Adaptado de (89).

A outra grandeza de entrada introduzida nessa abordagem será a área da seção transversal, A , conforme mostrado nas Equações do bloco 18. Ambas grandezas definirão a grandeza de saída, o módulo de Young obtido pelo POP B.

Bloco de equações 18. Abordagem bottom-up para a estimação da incerteza do módulo de Young E_B .

$$F = b_{wF}\varepsilon + a_w \quad (\text{Eq.18})$$

$$\text{Então } b_{wF} = \frac{F - a_w}{\varepsilon} = \frac{\Delta F \cdot L_0}{\Delta L} \quad (\text{Eq.18.1})$$

$$E_B = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{\Delta F / A}{\Delta L / L_0} = \frac{\Delta F \cdot L_0}{A \cdot \Delta L} \quad (\text{Eq.18.2})$$

$$\text{Logo, } E_B = \frac{b_{wF}}{A} \quad (\text{Eq.18.3})$$

Os coeficientes de sensibilidade serão

$$\text{Módulo em função de } b_{wF}: \frac{\partial E}{\partial b_{wF}} = \frac{1}{A} \quad (\text{Eq.18.4})$$

$$\text{Módulo em função de } A: \frac{\partial E}{\partial A} = -\frac{b_{wF}}{A^2} \quad (\text{Eq.18.5})$$

Fonte: Adaptado de (92).

Para a grandeza de entrada A , será considerada a equação de cálculo da área, $A = \pi D_e e_p - \pi e_p^2$ (sua demonstração será detalhada no bloco de Equações 20, mais adiante, no item 6.3.2.1). Nessa equação, entram as grandezas diâmetro externo do canudo, D_e , e também a espessura da parede, e_p . Será adicionada aqui também a correção da resolução do paquímetro, C_{res-p} , para que seja iniciado o processo de incorporar as correções envolvidas, e, no futuro, também poder agregar àquelas associadas à calibração do sistema de medição.

O cálculo da estimativa da incerteza combinada da área, u_{cA} , é mostrado na continuidade do bloco 18 de equações, em que u_{D_e} será igual a incerteza-padrão de precisão de precisão intermediária das medições do diâmetro externo; u_{e_p} será igual a incerteza-padrão de precisão intermediária das medições da

espessura da parede; $u_{C_{res-p}}$ a incerteza-padrão da resolução, calculada com base na Equação 4.4, $s = \frac{a}{\sqrt{3}} = u_{C_{res-p}}$.

Por fim, combinamos todas as incertezas-padrão obtidas na Equação 18.13, em que é determinada a incerteza combinada do módulo de Yong E_B .

Bloco de equações 18 (continuação). Abordagem bottom-up para a estimação da incerteza do módulo de Young E_B .

$$A = \pi D_e e_p - \pi e_p^2 \quad (\text{Eq.18.6})$$

Adicionado à equação 18.6 a correção de resolução do paquímetro, C_{res-p} , para cada medida feita com o paquímetro, teremos

$$A = \pi[(D_e + C_{res-p}) \cdot (e_p + C_{res-p})] - \pi[(e_p + C_{res-p}) \cdot (e_p + C_{res-p})] \quad (\text{Eq.18.7})$$

$$A = \pi D_e e_p - \pi e_p^2 + \pi D_e C_{res-p} - \pi e_p C_{res-p} \quad (\text{Eq.18.8})$$

Os coeficientes de sensibilidade serão

$$\text{Módulo em função de } D_e: \frac{\partial E}{\partial D_e} = \pi e_p - 0 + \pi C_{res-p} - 0 = \pi e_p + \pi C_{res-p} \quad (\text{Eq.18.9})$$

$$\text{Módulo em função de } e_p: \frac{\partial E}{\partial e_p} = \pi D_e - 2\pi e_p + 0 - \pi C_{res-p} = \pi D_e - 2\pi e_p - \pi C_{res-p} \quad (\text{Eq.18.10})$$

$$\text{Módulo em função de } C_{res-p}: \frac{\partial E}{\partial C_{res-p}} = 0 - 0 + \pi D_e - \pi e_p = \pi D_e - \pi e_p \quad (\text{Eq.18.11})$$

A incerteza combinada u_{cA} será:

$$u_{cA} = \sqrt{(\pi e_p + \pi C_{res-p})^2 \cdot u_{D_e}^2 + (\pi D_e - 2\pi e_p - \pi C_{res-p})^2 \cdot u_{e_p}^2 + (\pi D_e - \pi e_p)^2 \cdot u_{C_{res-p}}^2} \quad (\text{Eq.18.12})$$

A incerteza combinada u_{EB} será:

$$u_{EB} = \sqrt{\left(\frac{1}{A}\right)^2 \cdot u_{b_{wF}}^2 + \left(\frac{b}{A^2}\right)^2 \cdot u_{cA}^2} \quad (\text{Eq.18.13})$$

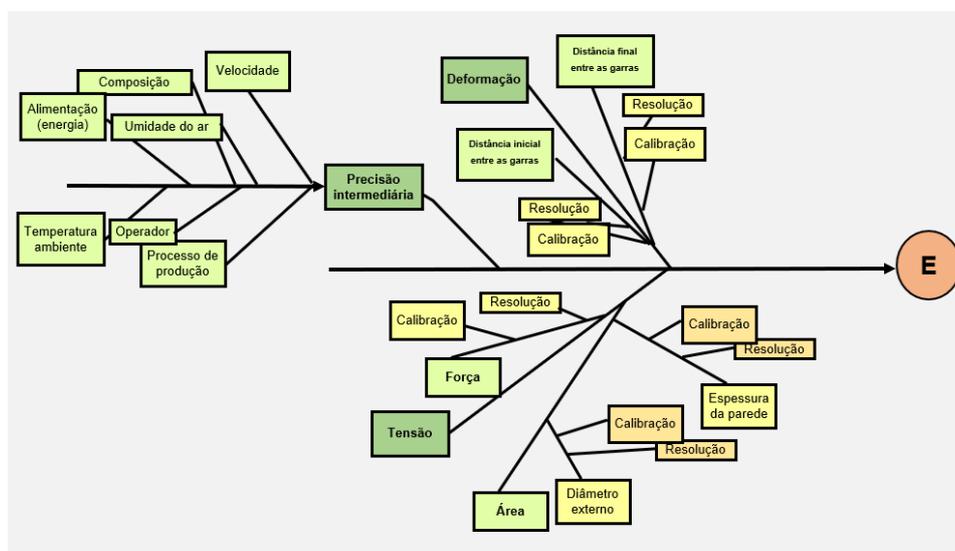
Fonte: Adaptado de (92).

Ainda nesse contexto, no lugar de usar u_{cA} , podemos utilizar somente os resultados de precisão intermediária da área, substituindo $u_{pi} = s_{pi} = u_A$ na

equação 18.13, obtendo um segundo valor de incerteza combinada $u_{E_{B2}}$. Esse valor vai considerar apenas os valores de desvio-padrão amostral das áreas obtidas durante as medições de pré-ensaio, definindo o POP B2.

No item 6.5 serão discutidos com mais detalhes os resultados obtidos para cada abordagem. Abaixo, na Figura 17, é mostrado o digrama de Ishikawa, ilustrando a abordagem bottom-up da incerteza de medição para o módulo de Young.

Figura 17. Diagrama de Ishikawa representando a abordagem bottom-up para estimação de incerteza de medição do módulo de Young.



Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Já quando consideramos os valores de módulo de Young gerados diretamente pelo software Bluehill©, E_c , ou quando usamos os valores da região elástica na relação $E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$, E_D , para obtenção desses valores, temos uma aproximação da abordagem top-down, que usaria preferencialmente, nessa situação, somente as informações de precisão da rotina do laboratório. Entretanto, vale ressaltar que, essencialmente, esses dois modos citados também são obtidos, calculados pelo software, através da utilização da Equação 15. Porém, não utilizaríamos o desvio-padrão do parâmetro b_w , e sim o desvio-padrão amostral das medidas de módulo de elasticidade, como mostrado na Equação 3.1, o que provavelmente geraria uma maior incerteza associada. Nesse caso, a incerteza para os dois casos seria dada pela Equação 8, $u_{pi} = s_{pi}$, e pela 3.1, da seguinte forma:

Bloco de equações 19. Incerteza-padrão do módulo de Young para os métodos da literatura.

$$u_{pi} = s_{pi} = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (E_j - \bar{E})^2} \quad (19)$$

Fonte: Adaptado de (45).

A estimação da tendência não é aplicável a esse ensaio, visto que seria necessária a avaliação de um material de referência certificado, por exemplo. Talvez fosse possível para corpos de prova normalizados, mas de acordo com a norma ASTM D638-10, não haviam, até a data da publicação, corpos de prova padrão reconhecidos para esse método (88).

Dessa forma, foram designados para cada procedimento de cálculo dos valores de módulo de Young e incerteza um nome e símbolo, para facilitar a discussão dos resultados, mostrados no Quadro 6.

Quadro 6. Códigos dos procedimentos de cálculo do módulo de Young e sua estimativa de incerteza.

Procedimento	Item em que foi descrito	Nome do procedimento	Símbolo do módulo	Símbolo da incerteza
Cálculo do módulo através da inclinação pelo MMQUP, usando os dados de $\sigma \times \epsilon$	6.1.3	POP A	$b_w = E_A$	$u_{E_A} = u_{b_w}$
Cálculo do módulo através da inclinação pelo MMQUP, usando os dados de $F \times \epsilon$	6.2	POP B	$E_B = \frac{b_w F}{A}$	u_{E_B}
		POP B2		$u_{E_{B2}}$
Cálculo do módulo através da média dos valores gerados pelo software Bluehill©	6.1.4	POP C	E_C	$u_{pi} = s_{pi} = u_{E_C}$
Cálculo do módulo através da média dos valores da faixa linear aplicados à equação Cálculo do módulo através da média dos valores gerados pelo software Bluehill©	6.1.4	POP D	E_D	$u_{pi} = s_{pi} = u_{E_D}$

Fonte: Autoria própria (Excel©2016).

6.3 RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

6.3.1 MEDIÇÕES PRÉ-ENSAIO

O ensaio tem início com a padronização das amostras dos canudos para o tamanho de 100 mm e a medição da espessura da parede e do diâmetro externo dos canudos. A partir desses dados, o software Bluehill© faz o cálculo da área da sessão transversal, valor usado para determinação da tensão aplicada, descrita na Equação 11. Outra medição pré-ensaio é o da distância inicial entre as garras, utilizada no cálculo da deformação, que pode ser visto na Equação 11.1. As Figuras 18 e 19 mostram os resultados das amostras analisadas a partir da análise de frequência com os dados obtidos com histogramas. O histograma é uma ferramenta poderosa na identificação da função de densidade de probabilidade (PDF), que caracteriza e determina qual é a probabilidade de um dado valor de uma variável ocorrer. A determinação da distribuição é crucial, pois caracteriza a variável aleatória, dando a ela uma descrição completa do seu comportamento (93).

O histograma mostrado na Figuras 18 mostra a análise de frequência realizada para as medições pré-ensaio das amostras PP-100, enquanto a Figura 19 das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2. Dois operadores diferentes (1 e 2) realizaram as medições, utilizando o mesmo equipamento (paquímetro analógico) para as amostras PP-100. O operador 1 realizou as medições da amostra PP-ADT1, com o paquímetro digital, e o operador 2 da amostra PP-ADT2, com o paquímetro analógico.

Figura 18. Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova da amostra PP-100, em mm.

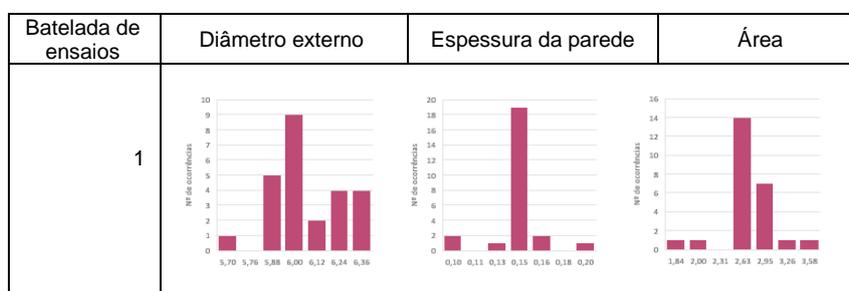


Figura 18 (continuação). Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova da amostra PP-100, em mm.

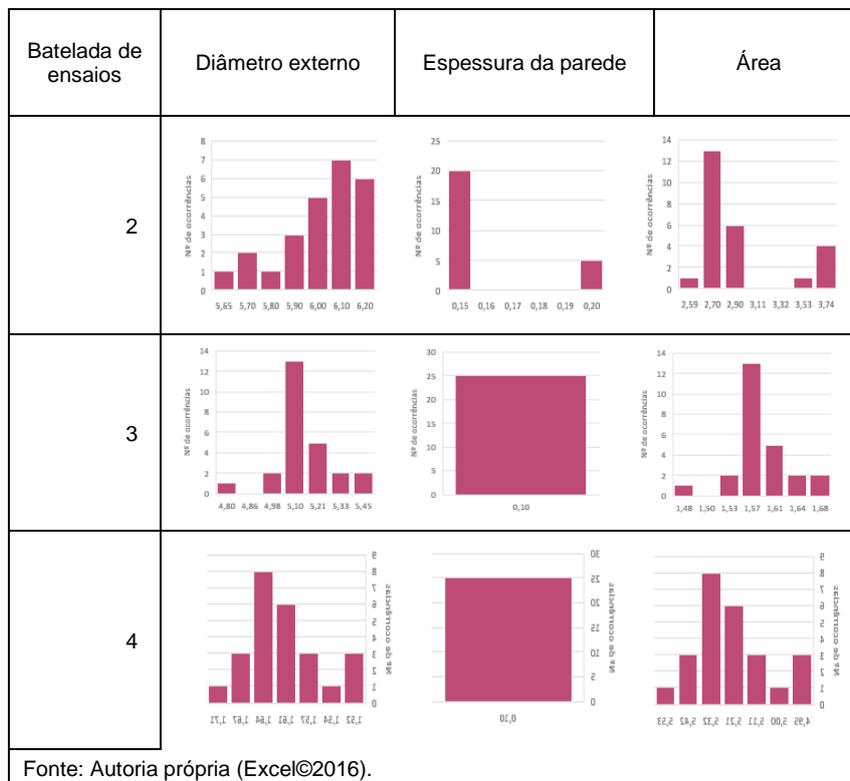


Figura 19. Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2, em mm.

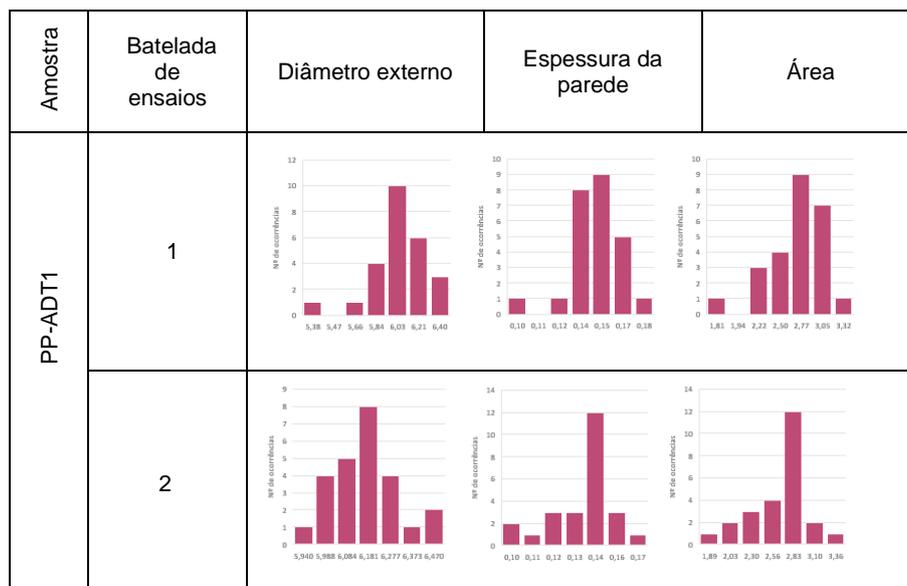
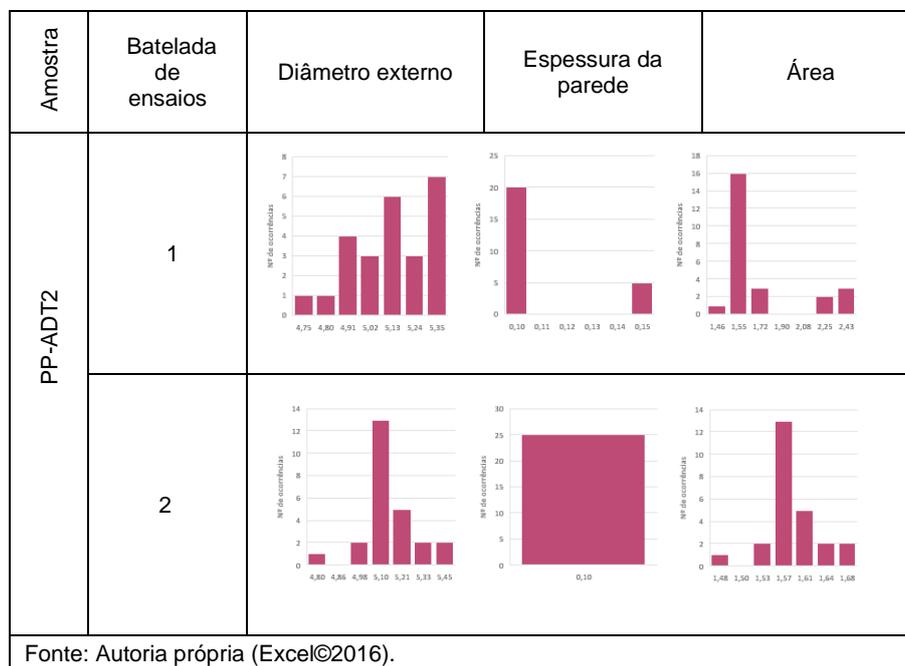


Figura 19 (continuação). Histogramas das variáveis medidas durante o pré-ensaio: espessura, diâmetro e área da sessão transversal dos corpos de prova das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2, em mm.



É indicado que o número mínimo de amostras para uma utilização eficiente do histograma na análise da PDF seja de 50 observações (94). Neste trabalho, entretanto, as medições pré-ensaio foram feitas em 5 corpos de prova, cada parâmetro medido 5 vezes, gerando 25 medições por batelada. Já os ensaios foram realizados em 4 bateladas, com 5 corpos de prova cada, gerando 20 medições por batelada. Dessa forma, ainda assim escolhemos utilizar o histograma como ferramenta, já que o intuito do trabalho é justamente mostrar como essa análise é útil e prática. Além disso, poder dar continuidade na aplicação dessas ferramentas nos ensaios de tração e na coleta de dados, dessa forma obtendo um maior número de observações e poder refinar os resultados.

A descrição de uma distribuição é dada pelos momentos da função de distribuição. São eles o momento de primeira ordem, representado pelos parâmetros de posição; o momento de segunda ordem, representado pelos parâmetros de dispersão (variância); o terceiro momento é a assimetria, que avalia o grau de simetria em torno da média dos dados; e o quarto momento é a curtose, que prevê o achatamento da distribuição, ou seja, o quão espalhados

os dados estão. Esses dois últimos são chamados de medidas de forma da distribuição (93,95).

Podemos observar através dos histogramas que, para a medida do diâmetro e área, o perfil obtido é mais similar à uma distribuição normal do que o perfil assumido pelo parâmetro espessura, mais similar à uma distribuição delta de Dirac, que pode ser representada por um retângulo infinito, com área igual a unidade. Essa distribuição é usada para descrever observações que são arbitrariamente restritas a um determinado valor (96,97). Isso ocorreu para as amostras PP-100 (nas bateladas 3 e 4) e PP-ADT2, na batelada 2. Já na amostra PP-ADT1 o perfil de todos os parâmetros é similar à distribuição normal.

Esse comportamento pode ser explicado, em partes, devido a resolução do equipamento, já que o paquímetro digital tem uma resolução de 0,01 mm, enquanto que o analógico de 0,05 mm. A espessura, por ser uma medida muito menor, acaba tendo os resultados limitados pela resolução do equipamento escolhido. Porém, a influência principal para obtenção desses resultados pode ter sido devido a perícia dos diferentes operadores, já que ele ocorreu durante a medição das amostras PP-100, que foram realizadas com o mesmo paquímetro.

As medições de tensão e deformação foram obtidas de acordo com o procedimento revisado mencionado no Quadro 5 da seção 6.1.2, a partir da etapa 4 até a 8. As Tabelas 1 e 2 mostram os resultados gerais obtidos para as amostras em estudo, obtidos pelo software Bluehill©. Somente o operador 1 realizou os ensaios de tração.

De acordo com os resultados gerais obtidos, o ponto inicial da região elástica se inicia no ponto 5 e o ponto final varia entre os pontos 14 a 17. Houve a ocorrência de um corpo de prova com o ponto final 19 (PP-100, ensaio 3, corpo de prova 2) e outro no ponto 55 (PP-100, ensaio 2, corpo de prova 3). A partir dessa análise geral, a faixa linear foi fixada entre os pontos 5 e 17.

Tabela 1. Dados gerados pelo software Bluehill© para o início e fim da região elástica, módulo, coeficiente linear e coeficiente de correlação para cada corpo de prova testado da amostra PP-100.

Data ensaio		15/10/2022	15/10/2022	15/10/2022	15/10/2022	15/10/2022	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023
Amostra	-	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100	PP-100
Batelada de ensaios	-	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2
Corpo de prova		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
máxima força	kN	0,08660	0,09320	0,09040	0,08670	0,08050	0,09080	0,08800	0,10440	0,09070	0,08280
Ponto inicial	kN	0,001732	0,001864	0,001808	0,001734	0,001610	0,001816	0,001760	0,002088	0,001814	0,001656
Ponto inicial da região elástica	-	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Ponto final da região elástica	-	16	15	16	15	15	17	16	55	16	14
Módulo Young	Mpa	719,06	819,19	756,63	851,06	877,34	720,4	622,8	493,92	746,45	794,19
Intercepto	MPa	-0,29	-0,40	-0,30	-0,39	-0,46	-0,33	-0,25	-1,34	-0,34	-0,45
Coeficiente de correlação	-	0,93	0,95	0,92	0,93	0,94	0,93	0,94	0,93	0,93	0,93

Data ensaio		24/02/2023	24/02/2023	24/02/2023	24/02/2023	24/02/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023
Amostra	-	PP-100									
Batelada de ensaios	-	3	3	3	3	3	4	4	4	4	4
Corpo de prova	-	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
máxima força	kN	0,09180	0,08840	0,08420	0,08520	0,08370	0,08550	0,08040	0,08330	0,08210	0,08270
Ponto inicial	kN	0,001836	0,001768	0,001684	0,001704	0,001674	0,001710	0,001608	0,001666	0,001642	0,001654
Ponto inicial da região elástica	-	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Ponto final da região elástica	-	15	19	15	15	16	16	16	16	14	15
Módulo Young	Mpa	1558,92	1234,62	1328,84	1422,37	1225,19	1088,15	1172,67	1304,25	1255,71	1166,67
Intercepto	Pa	-0,77	-0,46	-0,68	-0,74	-0,39	-0,48	-0,43	-0,46	-0,79	-0,52
Coeficiente de correlação	-	0,94	0,93	0,93	0,94	0,94	0,94	0,94	0,94	0,93	0,93

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Tabela 2. Dados gerados pelo software Bluehill© para o início e fim da região elástica, módulo, coeficiente linear e coeficiente de correlação para cada corpo de prova testado das amostras PP-ADT1 e PP-ADT2.

Data ensaio	-	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023
Amostra	-	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1	PP-ADT1
Batelada de ensaios	-	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2
Corpo de prova	-	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
máxima força	kN	0,09550	0,09360	0,09440	0,09260	0,09430	0,09230	0,09200	0,09100	0,09970	0,08740
Ponto inicial	kN	0,001910	0,001872	0,001888	0,001852	0,001886	0,001846	0,001840	0,001820	0,001994	0,001748
Ponto inicial da região elástica	-	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Ponto final da região elástica	-	14	14	16	16	15	14	15	16	15	15
Módulo Young	MPa	990,16	782,76	823,52	993,21	968,77	1111,29	891,9	825,09	1034,64	1023,39
Intercepto	MPa	-0,52	-0,42	-0,32	-0,40	-0,46	-0,53	-0,46	-0,38	-0,43	-0,49
Coeficiente de correlação	-	0,94	0,94	0,94	0,95	0,93	0,93	0,94	0,92	0,94	0,94

Data ensaio	-	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	20/02/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023	04/03/2023
Amostra	-	PP-ADT2									
Batelada de ensaios	-	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2
Corpo de prova	-	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
máxima força	kN	0,05950	0,06730	0,06290	0,06130	0,06210	0,06670	0,05960	0,06270	0,06530	0,05990
Ponto inicial	kN	0,001190	0,001346	0,001258	0,001226	0,001242	0,001334	0,001192	0,001254	0,001306	0,001198
Ponto inicial da região elástica	-	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Ponto final da região elástica	-	17	19	16	16	16	17	16	16	16	14
Módulo Young	MPa	702,54	671,82	806,93	559,21	741,89	816,83	736,82	771,44	751,82	921,34
Intercepto	MPa	-0,23	-0,15	-0,38	-0,24	-0,35	-0,30	-0,34	-0,36	-0,39	-0,51
Coeficiente de correlação	-	0,92	0,92	0,92	0,91	0,90	0,92	0,88	0,92	0,92	0,91

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

6.3.2 TRATAMENTO ESTATÍSTICO

Para que o resultado de medição obtido seja válido, é necessário que os dados brutos sejam analisados com cuidado, baseados pelo menos nos conceitos estatísticos mais básicos. Nesse item alguns deles serão discutidos, como a correlação, parâmetros das distribuições de probabilidade e estatística descritiva, além da identificação de outliers. Por fim, os resultados do ajuste pelo MMQUP também serão avaliados.

6.3.2.1 CORRELAÇÃO DOS DADOS

Quando dizemos que medições realizadas são independentes, significa que a ocorrência estocástica (aleatória) de um evento não interfere na ocorrência estocástica do outro evento (93). Já a covariância σ_{XY}^2 entre as variáveis pode indicar a dependência entre dados. Quando os eventos são estatisticamente independentes, a covariância entre eles é zero, mas a recíproca não é necessariamente verdadeira (resultados dependentes podem ter covariância igual ou próxima de zero em alguns casos) exigindo-se cuidado ao utilizar-se dessa afirmação (98). O cálculo da covariância pode ser feito utilizando-se uma forma normalizada para o grau de dependência linear entre as variáveis, obtendo-se o coeficiente de correlação ρ_{XY} (98), definido como mostrado na Equação 19. Entretanto, a aplicação prática desse conceito geralmente se dá através da correlação de Pearson (48), já definida na equação 7.

Bloco de equações 19. Avaliação da correlação entre variáveis.

$$\rho_{XY} = \frac{\sigma_{XY}^2}{\sigma_X \sigma_Y} \quad (\text{Eq.19})$$

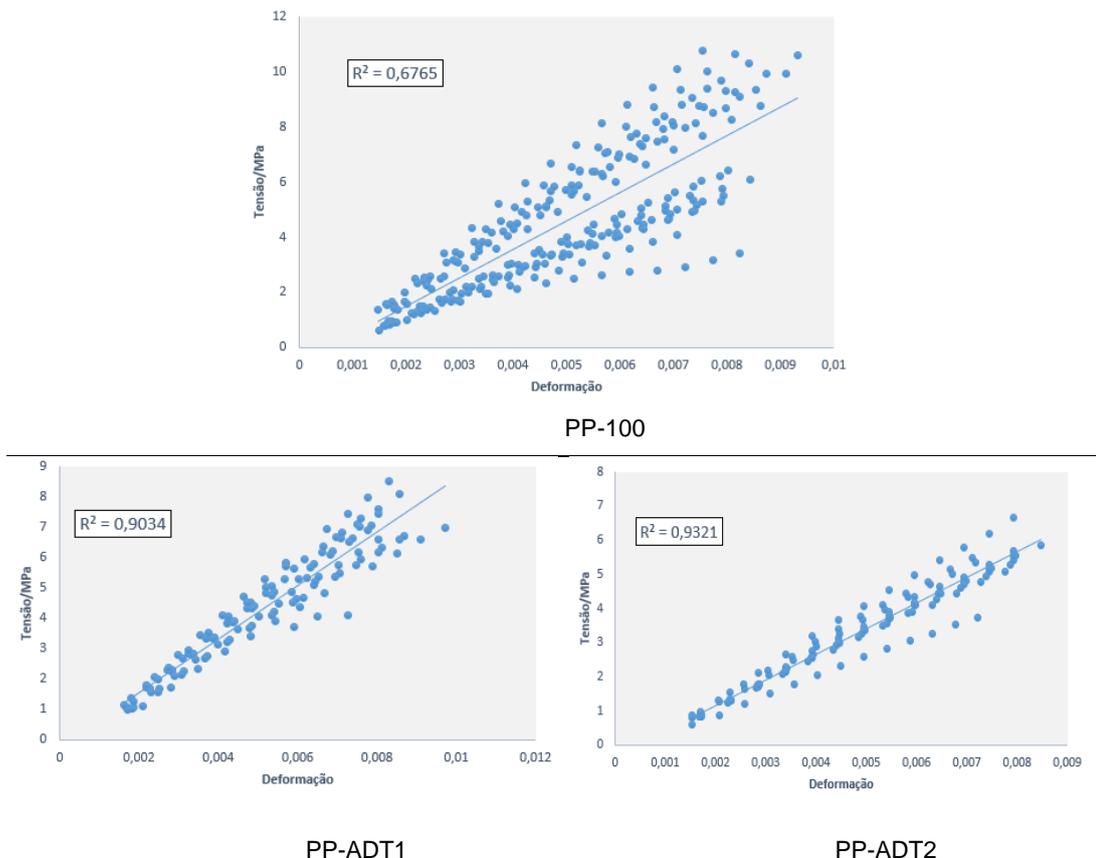
$$r_{x,y} = \frac{\sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{\sqrt{[n_t \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2][n_t \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2]}} \quad (\text{Eq.7})$$

Fonte: (47,92)

Quando as variáveis são independentes, $\rho_{XY} = 0$ e $\sigma_{XY}^2 = 0$ e, para uma relação linear entre as variáveis, o coeficiente de correlação fica entre -1 e 1 (92). Em MUKAKA (2012) é mostrada a regra de ouro para interpretação dos

coeficientes de correlação: De 0,7 até 1,0 (ou -0,7 a -1,0 para correlações negativas) podemos considerar correlações altas; entre 0,5 a 0,7 (ou -0,5 a -0,7) correlações moderadas, enquanto que abaixo de 0,5 (ou -0,5) correlações negligíveis (99). A Figura 20 mostra essa correlação, verificada entre as grandezas de entrada tensão e deformação para as amostras avaliadas.

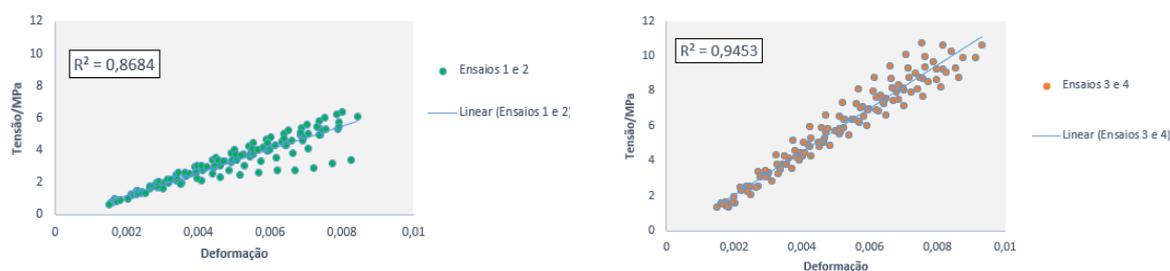
Figura 20. Correlação entre tensão x deformação das amostras PP-100, PP-ADT1 e PP-ADT2.



Fonte: Autoria própria (Excel©2016).

Considerando a regra citada, podemos ver que existe uma alta correlação nas amostras PP-ADT1 e PPADT2, com coeficientes de correlação acima de 0,90. Porém, na amostra PP-100, podemos ver apenas uma correlação moderada, de apenas 0,68. Isso pode ter acontecido devido à clara formação de dois grupos distintos de dados. A Figura 21 mostra a avaliação da correlação desses grupos separadamente. Identificou-se uma similaridade entre as bateladas de ensaios 1 e 2 e entre as bateladas 3 e 4, com correlações de 0,87 e 0,94, respectivamente.

Figura 21. Detalhamento da correlação das amostras PP-100.



Fonte: Autoria própria. (Excel©2016).

Podemos inferir que, de acordo os dados brutos obtidos, o motivo principal para a separação mostrada na Figura 21 foram os menores valores de área das bateladas 3-4, em relação aos valores obtidos nas bateladas 1-2. A Tabela 3 mostra os resultados médios dos valores de força, tensão, área e deformação para o nível 5 da região linear, seguida da Tabela 4 em que são aplicados os testes F e T para comprovação da inferência, que foram realizados para todos os níveis. Podemos observar que, em cada nível, os valores de força se mantêm constantes em todas as bateladas, assim como os valores de deformação, porém temos valores diferentes de tensão e área entre as bateladas 3-4 e 1-2.

Tabela 3. Comparação entre os resultados médios de força, tensão, deformação e área das bateladas de ensaios, no nível 5 da região elástica das amostras PP-100.

Batelada	Unidade	Batelada 1	Batelada 2	Batelada 3	Batelada 4
Força média	kN	0,002440	0,002400	0,002460	0,002440
Desvio-padrão	kN	0,00008944	0,0001871	0,0003912	0,0001949
Tensão	MPa	0,8664	0,8304	1,548	1,517
Desvio-padrão	MPa	0,08474	0,12311	0,10677	0,12616
Deformação	-	0,001638	0,001701	0,001668	0,001849
Desvio-padrão	-	0,00006011	0,0001241	0,0001275	0,0001491
Área	mm2	2,672	2,940	1,587	1,612
Área	mm2	0,09834	0,4025	0,02891	0,02118

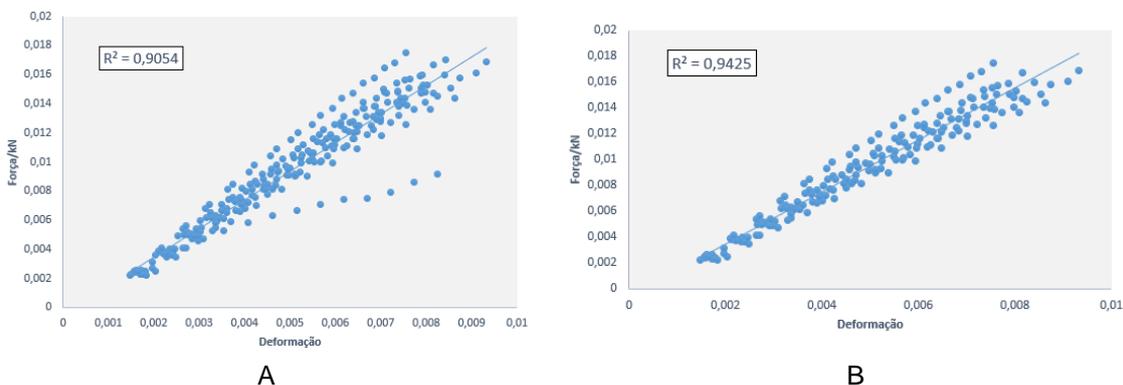
Tabela 4. Testes F e T para verificação dos valores de variância e média de força, tensão, deformação e área das bateladas de ensaios, no nível 5 da região elástica das amostras PP-100 em que *F* é a estatística calculada, *P* o p-valor, e *HIP* a hipótese, em que *IGUAIS* significam que os valores podem ser considerados estatisticamente iguais e *DIF* estatisticamente diferentes.

BATELADA	TESTE F - VARIÂNCIAS									TESTE T - MÉDIAS								
	2 E 1			3 E 2			4 E 3			2 E 1			3 E 2			4 E 3		
	F	P	HIP	F	P	HIP	F	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP
FORÇA	4,375	0,091	IGUAIS	4,371	0,091	IGUAIS	4,026	0,103	IGUAIS	0,431	0,678	IGUAIS	0,309	0,765	IGUAIS	0,102	0,921	IGUAIS
TENSÃO	F	P	HIP	F	P	HIP	F	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP
	2,111	0,244	IGUAIS	1,329	0,395	IGUAIS	1,396	0,377	IGUAIS	0,538	0,605	IGUAIS	9,845	0,000	DIF.	0,419	0,686	IGUAIS
DEFORMAÇÃO	F	P	HIP	F	P	HIP	F	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP
	4,261	0,095	IGUAIS	1,056	0,480	IGUAIS	1,368	0,384	IGUAIS	1,019	0,338	IGUAIS	0,415	0,689	IGUAIS	2,068	0,072	IGUAIS
ÁREA	F	P	HIP	F	P	HIP	F	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP	T	P	HIP
	16,749	0,009	DIF.	193,752	0,000	DIF.	1,863	0,281	IGUAIS	1,443	0,223	IGUAIS	7,495	0,002	DIF.	1,552	0,159	IGUAIS

Fonte: Autoria própria (Excel©2016).

Na Figura 22-A, é fácil observar que, se fossem avaliados os valores de força *versus* deformação, o coeficiente de correlação obtido seria de 0,90. Observa-se também um desvio maior nos dados referentes à batelada 2 que, se fosse retirada, aumentaria a correlação para 0,94, mostrado na Figura 22-B.

Figura 22. Correlação força *versus* deformação das amostras PP-100.



Fonte: Autoria própria. (Excel©2016).

A diferença nos valores de área pode ser visualizada nos dados de medições pré-ensaio, já discutidos, em que os valores de espessura das bateladas 3-4 exibem perfis similares à distribuição de Dirac.

Como as bateladas 3-4 tiveram menores indicações para a espessura, de 0,10 mm, enquanto as 1-2 tiveram uma média de leitura de 0,15 mm, por consequência o módulo de elasticidade 3-4 foi maior, com o aumento da inclinação. Como as amostras PP-100 eram do mesmo lote, podemos explicar essa diferença principalmente devido ao comportamento da PDF, que, como já discutido, pode ter tido forte influência da resolução do equipamento e da leitura do operador.

Isso faz sentido quando destrinchamos a relação da área A com a tensão σ , mostrada na Equação 11 e Figura 23. Na dedução da Equação da área da sessão transversal (Equações 20 a 20.4), vemos a relação entre o diâmetro D_e e a espessura da parede, e_p . Quanto menor a espessura, menor será a área, consequentemente, como vimos na discussão anterior, maior a tensão, consequentemente logo maior a inclinação da região linear da curva de tensão *versus* deformação, gerando um maior valor do módulo de elasticidade.

Bloco de equações 20. Relação entre a tensão e a espessura da parede.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (\text{Eq.11})$$

$$A = \pi R^2 - \pi r^2 \quad (\text{Eq.20})$$

$$A = \pi \left(\frac{D_e}{2}\right)^2 - \pi \left(\frac{d_i}{2}\right)^2, \text{ sendo o } d_i = (D_e - 2e_p) \quad (\text{Eq.20.1})$$

Logo,

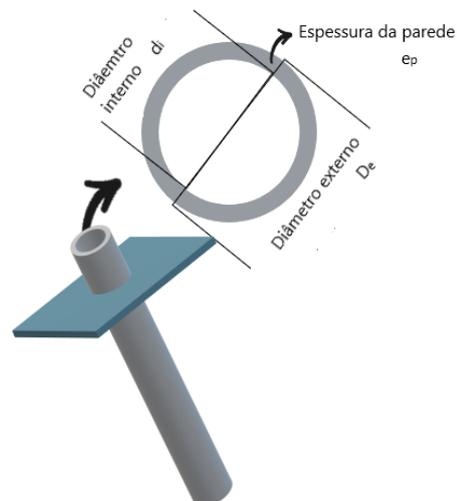
$$A = \pi \left(\frac{D_e}{2}\right)^2 - \pi \left(\frac{D_e - 2e_p}{2}\right)^2 \quad (\text{Eq.20.2})$$

$$A = \pi \frac{D_e^2}{4} - \pi \frac{D_e^2}{4} + \pi 4 D_e \frac{e_p}{4} - \pi 4 \frac{e_p^2}{4} \quad (\text{Eq.20.3})$$

$$A = \pi D_e e_p - \pi e_p^2 \quad (\text{Eq.20.4})$$

Fonte: Adaptado de (78,92)

Figura 23. Representação da sessão transversal de um tubo.



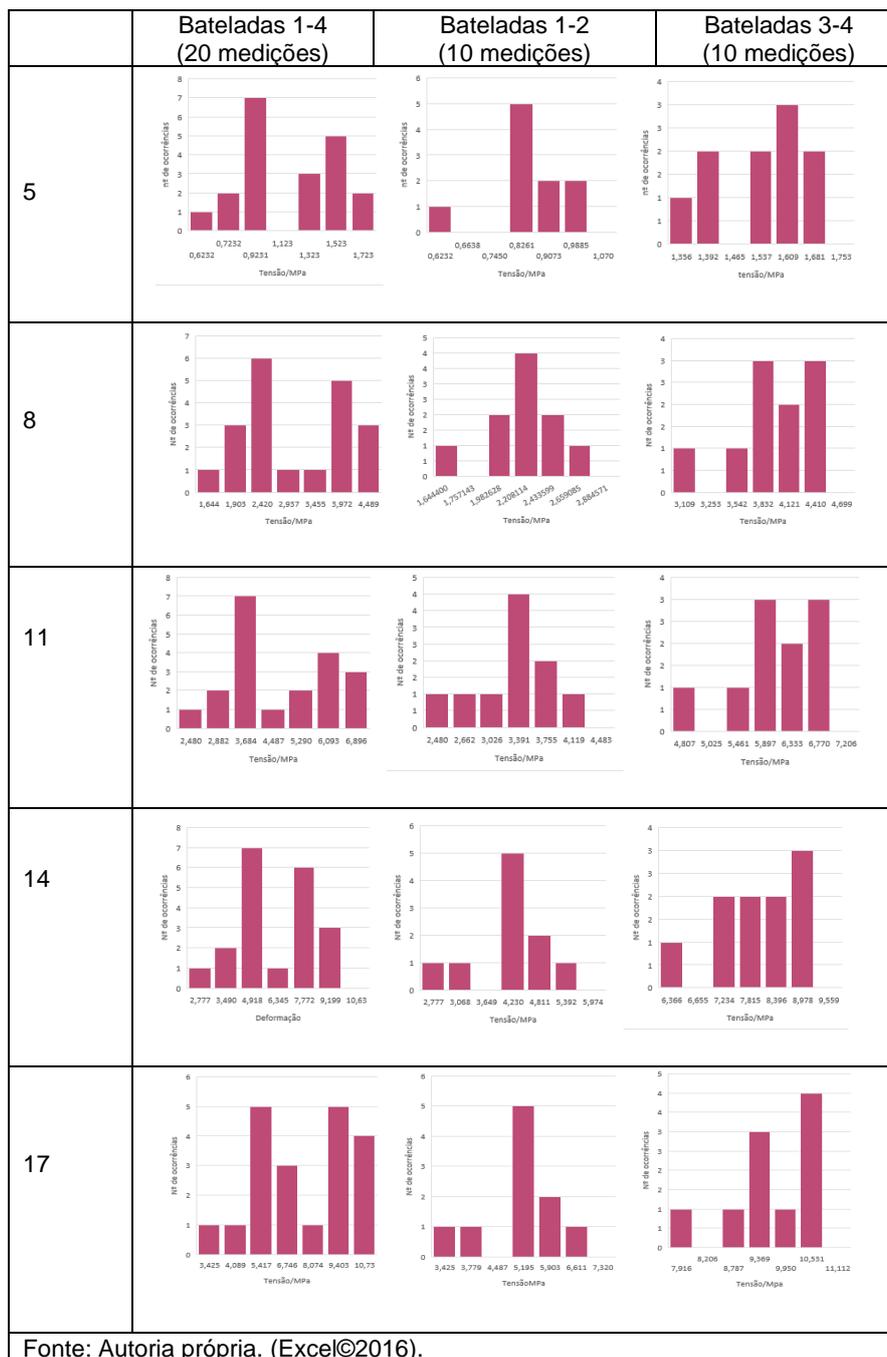
Fonte: autoria própria (Paint3D©2016)

6.3.2.2 IDENTIFICAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE PROBABILIDADE

Da mesma forma que foi feito para as medições pré-ensaio, os perfis das PDF's das variáveis de entrada, tensão e deformação, foram avaliados. Foram aplicados também testes estatísticos para confirmação da distribuição. Será detalhado somente a variável de entrada tensão, para evitar que a discussão fique muito extensa, visto que a tratativa de ambas foi similar. Será detalhado somente a discussão das amostras PP-100; o resultado das outras amostras avaliadas será dado em resumo na discussão da conformidade, no capítulo 7.

O primeiro passo foi a análise de frequência, ponto a ponto da região linear. Na Figura 24 são mostrados os pontos 5, 8, 11, 14 e 17. Podemos ver a análise considerando as 4 bateladas em conjunto (1-4), totalizando 20 medições de tensão por nível (5 corpos de prova por batelada). Foi possível visualizar o perfil de duas distribuições, que corrobora com interpretação da formação de dois grupos distintos, já feita na correlação dos dados. Portanto foi feita a análise dos ensaios separadamente (1-2 e 3-4), sendo esses perfis mostrados também na Figura 24. Vale lembrar que melhores resultados seriam obtidos seguindo a premissa do mínimo de 50 observações para análise da frequência.

Figura 24. Histogramas dos níveis 5,8,11,14 e 17 da região linear, com avaliação da variável tensão das amostras PP-100.



O teste estatístico utilizado para confirmação da distribuição normal foi o teste de Shapiro-Wilk. Os resultados utilizando-se os dados 1-4 são mostrados na Tabela 5. É um dos testes estatísticos mais utilizados para verificação da normalidade. Publicado em 1965 (100), dita que a hipótese nula do teste é que os dados seguem, pelo menos aproximadamente, a distribuição normal. Ele é específico para essa distribuição e tem alto poder de decisão, porém é limitado a amostragens com tamanho entre 3 a 50 amostras. Outras desvantagens são

que dificilmente rejeitará a hipótese nula para amostras pequenas, ou tende a rejeitá-la quando os resultados apresentam pequenas discrepâncias quanto à normalidade em amostras muito grandes (101).

O teste se baseia em obter a estatística do teste D_{sw} e compará-la com o valor Tabelado para um determinado nível de confiança. Se o valor da estatística calculado for menor do que o valor Tabelado, temos evidências para rejeitar a hipótese nula, ou seja, os dados não se aproximam de uma distribuição normal (96). A estatística é calculada a partir das Equações do bloco 21.

Bloco de equações 21. Cálculo da estatística de Shapiro-Wilk.

$$D_{sw} = \frac{b^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (\text{Eq.21})$$

$$b_{par} = \sum_{i=1}^{n/2} a_{n-1+1} (x_{n-i+1} - x_i) \quad (\text{Eq.21.1})$$

$$b_{impar} = \sum_{i=1}^{(n+1)/2} a_{n-1+1} (x_{n-i+1} - x_i) \quad (\text{Eq.21.2})$$

Fonte: (95,96)

Os valores de a são tabelados e os valores de x_i devem ser ordenados de forma crescente, visto que, de acordo com as equações, a diferença depende da posição de cada medida (96,95). O cálculo de b é diferente para um número de amostras, se par ou ímpar.

Tabela 5. Resultados dos testes de Shapiro-Wilk para os ensaios 1-4, nos pontos da região linear para a variável tensão, para um $n=20$, $\alpha=0,05$, valor Tabelado = 0,905.

Ponto da região linear	Média	b	$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$	Estatística D_{sw}	Hipótese nula
5	1,190	1,474	2,54	0,855	rejeita
6	1,834	2,284	6,10	0,856	rejeita
7	2,471	3,106	11,15	0,865	rejeita
8	3,058	3,876	17,16	0,876	rejeita
9	3,619	4,678	24,72	0,885	rejeita
10	4,154	5,428	33,13	0,889	rejeita
11	4,645	6,071	41,31	0,892	rejeita
12	5,138	6,769	51,06	0,898	rejeita
13	5,641	7,546	63,05	0,903	rejeita
14	6,094	8,292	75,77	0,908	aceita
15	6,533	8,882	86,71	0,910	aceita
16	7,014	9,468	98,64	0,909	aceita
17	7,471	10,08	111,99	0,908	aceita

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Como observado na Tabela 5, entre os pontos 1 a 13 da faixa linear, a distribuição obtida não pode ser considerada similar à normal, com a hipótese nula rejeitada. Isso acontece porque o valor obtido da estatística D_{sw} é menor do que o valor tabelado, igual a 0,905 para um nível de significância de 5%. Entre os pontos 14 a 17, a hipótese é aceita, e as distribuições obtidas para esses pontos podem ser consideradas similares à normal. Isso parece contraditório inicialmente, visto que partimos do pressuposto que existem duas distribuições distintas, formadas pelas bateladas 1-2 e 3-4. Entretanto, podemos nos valer do teorema central do limite, que diz que, para um grande número de variáveis aleatórias independentes, com variância finita, a soma e a média obedecem aproximadamente a distribuição normal, não importando qual seja a distribuição à que a variável pertença inicialmente (94,102). No caso dos pontos 14 a 17, o teorema parece prevalecer. Isso provavelmente pode ser justificado por uma menor variância associada a esses pontos. Já para 1-2 e 3-4 separados, obtemos distribuições similares à normal em todos os pontos. Esses resultados podem ser vistos no Anexo 10.

Até o final da discussão dos resultados, os dados das bateladas 1-4 agrupados ainda serão avaliados, para fins de discussão. É importante fazer essa avaliação para que seja levantada a importância de cada um dos itens argumentados nesse trabalho e do seu impacto nos resultados finais, inclusive na avaliação da incerteza de medição. Como já dito, o objetivo da avaliação das 4 bateladas simultaneamente é fazer a estimação da precisão intermediária. Por mais que nessa condição de precisão haja variações entre os dias e entre operadores, por exemplo, o bom senso sempre deve guiar se é possível utilizar todos os dados ou não, além da análise estatística.

6.3.2.3 ESTATÍSTICA DESCRITIVA

Como já mencionado no item 6.3.1, os momentos da distribuição são parâmetros que podem ser considerados um “resumo” da distribuição de probabilidade. Considerando que as flutuações observadas nos dados representam a realidade da natureza experimental da medição e que cada observação pode ser igualmente provável, podemos dizer que a média amostral \bar{x} se aproximará da média populacional μ_x , podendo o mesmo ser dito do desvio-

padrão amostral s_x (98). Logo, o primeiro momento é representado pelos parâmetros de posição, como a média e a mediana, e o segundo momento é representado pelos parâmetros de dispersão, como a variância, os quartis e o desvio padrão.

O terceiro momento, a assimetria, é um item indicador de onde os dados se concentram, se à direita (positiva) ou à esquerda (negativa) da média, ou seja, abaixo ou acima da média, respectivamente. A assimetria pode ser medida pelo coeficiente de assimetria de Fisher, g_1 , interpretado como $g_1 = 0$ para a distribuição simétrica, $g_1 > 0$ para a assimétrica positiva e $g_1 < 0$ para a assimétrica negativa (95).

Já a curtose, o quarto momento, representa o quão espalhados estão os dados em torno da média. Para as curvas platicúrticas, o achatamento é maior do que o de uma curva padrão (chamadas mesocúrticas. Para as curvas leptocúrticas, o grau de achatamento é menor. A curtose pode ser interpretada numericamente através do coeficiente de curtose de Fisher, g_2 , interpretado como $g_2 = 0$ para a distribuição normal padrão, $g_2 > 0$ para as leptocúrticas e $g_2 < 0$ para as platicúrticas (93,95). Ambos os coeficientes são mostrados no bloco de equações 22. Já a Tabela 6 resume todos os parâmetros obtidos para cada ponto da região linear da variável tensão das amostras PP-100, para os ensaios agrupados e separados nos grupos 1-2 e 3-4.

Bloco de equações 22. Cálculo dos momentos de assimetria e curtose através dos coeficientes de Fisher.

$$g_1 = \frac{n^2 \cdot M_3}{(n-1) \cdot (n-2) \cdot s^3} \quad e \quad (\text{Eq.22})$$

$$M_3 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^3}{n} \quad (\text{Eq.22.1})$$

$$g_2 = \frac{n^2 \cdot (n+1) \cdot M_4}{(n-1) \cdot (n-2) \cdot (n-3) s^4} - 3 \cdot \frac{(n-1)^2}{(n-2) \cdot (n-3)} \quad e \quad (\text{Eq.22.2})$$

$$M_4 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^4}{n} \quad (\text{Eq.22.3})$$

Fonte: (90,91)

Tabela 6. Valores de média, mediana, variância, desvio padrão, quartis, assimetria e curtose das amostras PP-100 agrupadas e separadas nos grupos de ensaios 1-2 e 3-4.

	Ponto	Unidade	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Bate-ladras 1-4	Variância	MPa ²	0,1339	0,3209	0,5868	0,9032	1,3012	1,7435	2,174	2,687	3,318	3,988	4,564	5,192	5,894
	D-Padrão	MPa	0,3659	0,5665	0,7660	0,9504	1,1407	1,3204	1,474	1,639	1,822	1,997	2,136	2,278	2,428
	CV	%	30,74	30,88	31,00	31,08	31,52	31,78	31,74	31,90	32,30	32,77	32,70	32,49	32,50
	Média	MPa	1,190	1,834	2,471	3,058	3,619	4,154	4,645	5,138	5,640	6,094	6,533	7,014	7,471
	Mediana	MPa	1,161	1,740	2,322	2,852	3,360	3,890	4,412	4,887	5,364	5,799	6,259	6,717	7,165
	1º Quartil	MPa	0,8523	1,306	1,762	2,216	2,609	3,000	3,366	3,729	4,098	4,424	4,748	5,110	5,438
	2º Quartil	MPa	1,161	1,740	2,322	2,852	3,360	3,890	4,412	4,887	5,364	5,799	6,259	6,717	7,165
	3º Quartil	MPa	1,561	2,410	3,195	3,896	4,631	5,345	5,919	6,511	7,167	7,753	8,289	8,929	9,527
	4º Quartil	MPa	1,661	2,566	3,489	4,330	5,192	5,969	6,648	7,347	8,110	8,802	9,425	10,078	10,740
	Assimetria	-	0,005502	0,04329	0,06562	0,06985	0,06411	0,05316	0,02739	0,01141	-0,00416	-0,02162	-0,03749	-0,04074	-0,03493
Curtose	-	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	
Bate-ladras 1-2	Variância	MPa ²	0,0103	0,0233	0,0466	0,0804	0,1288	0,1918	0,2627	0,3497	0,4554	0,5805	0,6932	0,7914	0,8756
	D-padrão	MPa	0,1014	0,1527	0,2158	0,2836	0,3589	0,4380	0,5125	0,5913	0,6748	0,7619	0,8326	0,8896	0,9357
	CV	%	11,95	11,67	12,23	12,96	13,91	14,82	15,50	16,18	16,90	17,75	18,08	17,94	17,73
	Média	MPa	0,848	1,308	1,765	2,188	2,579	2,955	3,307	3,654	3,994	4,292	4,606	4,958	5,277
	Mediana	MPa	0,846	1,295	1,758	2,213	2,595	2,984	3,356	3,722	4,080	4,388	4,716	5,080	5,394
	1º Quartil	MPa	0,8054	1,258	1,686	2,025	2,416	2,779	3,110	3,448	3,797	4,105	4,394	4,722	5,025
	2º Quartil	MPa	0,8461	1,295	1,758	2,213	2,595	2,984	3,356	3,722	4,080	4,388	4,716	5,080	5,394
	3º Quartil	MPa	0,9266	1,421	1,921	2,393	2,843	3,277	3,680	4,073	4,465	4,835	5,202	5,598	5,947
	4º Quartil	MPa	0,966	1,498	2,080	2,596	3,059	3,553	4,018	4,444	4,852	5,231	5,623	6,036	6,415
	Assimetria	-	-1,113	-0,8767	-0,5031	-0,4240	-0,4034	-0,4054	-0,4848	-0,6143	-0,7623	-0,9022	-0,9425	-0,9058	-0,8712
Curtose	-	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	
Bate-ladras 3-4	Variância	MPa ²	0,0124	0,0380	0,0851	0,1451	0,2173	0,2948	0,3469	0,4291	0,5227	0,6228	0,6903	0,7755	0,8702
	D-padrão	MPa	0,1114	0,1950	0,2916	0,3809	0,4662	0,5430	0,589	0,655	0,723	0,789	0,831	0,881	0,933
	CV	%	7,27	8,26	9,18	9,70	10,01	10,14	9,84	9,89	9,92	10,00	9,82	9,71	9,65
	Média	MPa	1,532	2,361	3,177	3,928	4,658	5,353	5,984	6,622	7,287	7,896	8,460	9,070	9,665
	Mediana	MPa	1,568	2,424	3,227	3,947	4,690	5,409	6,012	6,620	7,288	7,876	8,419	9,060	9,664
	1º Quartil	MPa	1,449	2,262	3,082	3,807	4,474	5,101	5,692	6,309	6,930	7,498	8,013	8,572	9,141
	2º Quartil	MPa	1,568	2,424	3,227	3,947	4,690	5,409	6,012	6,620	7,288	7,876	8,419	9,060	9,664
	3º Quartil	MPa	1,595	2,501	3,408	4,247	5,040	5,821	6,506	7,214	7,927	8,615	9,215	9,868	10,523
	4º Quartil	MPa	1,661	2,566	3,489	4,330	5,192	5,969	6,648	7,347	8,110	8,802	9,425	10,078	10,740
	Assimetria	-	-0,6641	-0,9727	-1,078	-1,065	-0,9913	-0,8645	-0,7286	-0,6966	-0,6389	-0,6028	-0,5284	-0,5631	-0,5290
Curtose	-	PLATI	PLATI	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	LEPTO	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	PLATI	

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

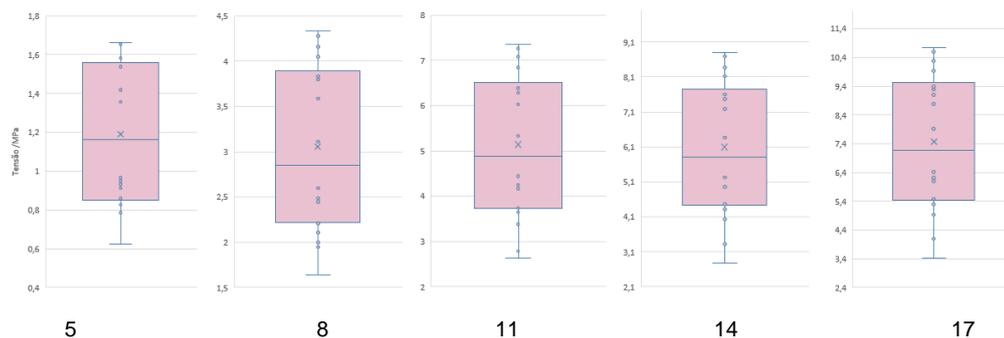
Podemos observar que os formatos dos histogramas obtidos, tanto para o perfil agrupado quanto separados, indicam distribuições assimétricas. Nesses casos os parâmetros da média e mediana não serão idênticos, como seria a interpretação caso a distribuição fosse simétrica, como a normal (94,102). Isso pode ser confirmado também através dos valores do coeficiente de Fisher, mostrados na Tabela 6, que variam em sua maior parte entre -1 e 1, indicando a assimetria, porém, certa similaridade com a normal. Coeficientes fora dessa faixa apontariam para um alto grau de assimetria (90,91).

Comparando-se os ensaios agrupados e separados, pode-se observar que a curtose muda para alguns pontos. Quando agrupados, todos os pontos apresentam a curtose platicúrtica, ou seja, mais achatada, com índice de Fisher menor que zero. Quando avaliados separadamente, os grupos indicam curtoses leptocúrticas na maior parte dos pontos. Já o desvio-padrão dos dados 1-4, mais facilmente visualizado através do coeficiente de variação (CV) calculado, varia entre 30,74 % a 32,50 %. Esse alto desvio-padrão pode ser explicado pela junção dos grupos. A análise dos grupos separados apresenta desvios-padrões similares, no geral as bateladas 1-2 com valores menores. Nesse momento, o CV pode gerar interpretações equivocadas, visto as bateladas 3-4 ficaram entre 7,27 % a 10,01%, enquanto que o do grupo 1-2 ficou entre 11,67 % a 17,94%. Isso ocorre porque o CV é calculado utilizando-se a média como referência, $CV = \frac{s_x}{\bar{x}}$, e a média 3-4 é bem maior, diminuindo assim o valor encontrado.

A análise da estatística descritiva através dos seus parâmetros é esclarecedora e diz muito sobre os dados. Entretanto, a análise gráfica pelo box-plot une essas informações, além da capacidade dessa ferramenta em indicar possíveis outliers, tema que será discutido mais à frente.

Na Figura 24, podemos ver o grande espalhamento dos dados pelo tamanho da caixa, refletindo o desvio-padrão. A assimetria é representada pelos tamanhos diferentes dos braços das caixas, além das diferentes posições da mediana (linha que divide a caixa) e a média (\bar{x} representado no centro da caixa). Os quartis também estão representados, delimitando as extremidades e a mediana.

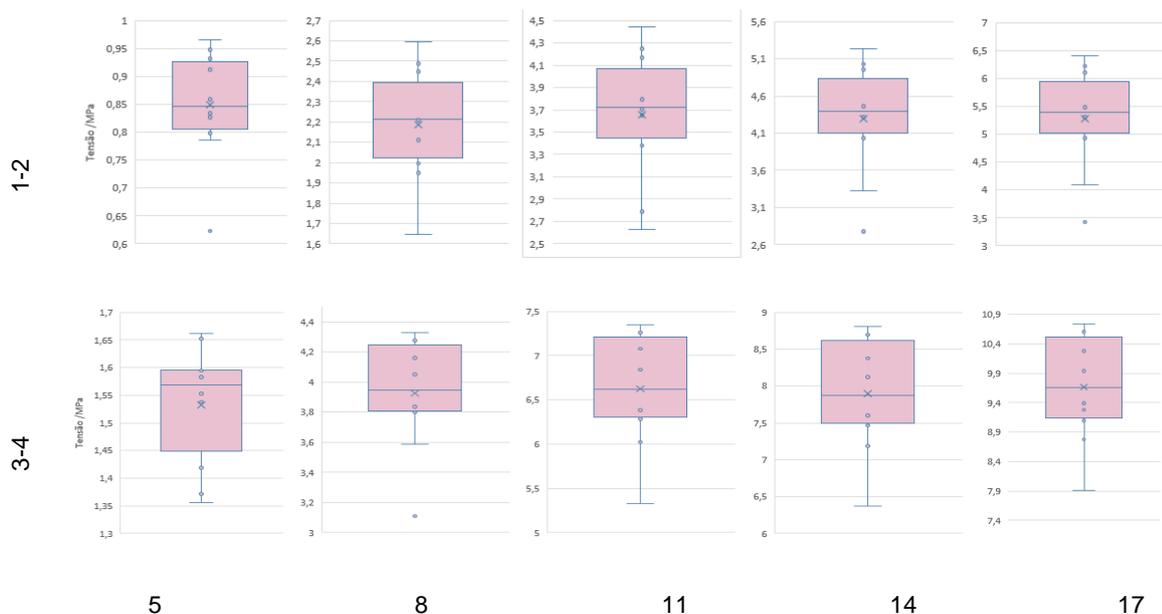
Figura 25. Gráficos box-plot representam os parâmetros da estatística descritiva para as bateladas 1-4 da amostra PP-100. Representados os gráficos dos níveis 5, 8, 11,14 e 17.



Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Na Figura 25, podemos ver o grande espalhamento dos dados pelo tamanho da caixa, refletindo o desvio-padrão e a curtose platicúrtica. A assimetria é representada pelos tamanhos diferentes dos braços das caixas, além das diferentes posições da mediana (linha que divide a caixa) e a média (x representado no centro da caixa). Os quartis também são descritos, o primeiro sendo o início da caixa, o segundo a mediana, o terceiro o final da caixa, e o quarto sendo o final do braço, ou limite superior. O valor mínimo dos dados é dado pelo limite inferior do braço. Na Figura 26 são mostrados os gráficos 1-2 e 3-4.

Figura 26. Gráficos box-plot representam os parâmetros da estatística descritiva para as bateladas 1-2 e 3-4 da amostra PP-100. Representados os gráficos dos pontos 5, 8, 11,14 e 17.



Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Quando separamos as bateladas em 1-2 e 3-4, podemos ver o menor espalhamento dos dados pelo menor tamanho da caixa. Os braços continuam de tamanhos diferentes, porém o valor da média se aproximou da mediana. Essa contradição pode ser explicada pelo surgimento dos pontos discrepantes, ou outliers, que são representados no box-plot fora da caixa e além dos braços. Após os testes adequados, que serão realizados no próximo item, se esses pontos forem confirmados como discrepantes, poderão ser retirados e uma nova análise da assimetria pode indicar valores mais próximos de zero do coeficiente de Fisher, acarretando em braços mais simétricos no box-plot.

6.3.2.2.1 IDENTIFICAÇÃO DE OUTLIERS

A detecção de outliers na análise dos dados experimentais é essencial, visto que a presença desses pode dificultar a análise, alterando de forma significativa a interpretação dos resultados. Segundo DE FREITAS (2019) *apud* KUMAR; TAN; STEINBACH (2009), (103,104), os outliers podem ocorrer devido à três principais causas, sendo elas a variação natural dos dados, erros de coleta durante a medição, como erro humano, por exemplo, ou presença de ruído, além de dados de diferentes distribuições.

Através da análise do box-plot já foram identificados alguns possíveis outliers. Mesmo com essa indicação, podem ser realizados mais testes. Se confirmados, esses pontos devem ser excluídos. Um teste não é complementar ao outro, mas sim técnicas diferentes para identificação dos outliers. Existem vários testes, porém o mais conhecido é o teste estatístico de Grubbs, que tem como premissa que os dados estejam distribuídos normalmente.

O teste de Grubbs é definido por uma hipótese nula que diz que não existem outliers no conjunto de dados pertencentes à uma mesma distribuição, e por uma hipótese alternativa que testifica que há exatamente um outlier no conjunto de dados. A estatística de Grubbs para os testes uni-caudais é dada pelas Equações no bloco 23, em que t_{α} é a distribuição de Student com alfa igual a 5%. Ou seja, se o valor calculado da estatística de Grubbs G for maior que o valor crítico, o dado suspeito sob análise poderá ser considerado um outlier (105).

A Tabela 7 mostra os resultados obtidos do teste de Grubbs para cada ponto da faixa linear. Os testes foram feitos para os dados agrupados 1-4 e para 1-2 e 3-4 separados. Para os dados agrupados, não foram detectados outliers (hipótese nula foi aceita) enquanto que para os grupos separados apenas um dado do ponto 5 (0,6232 MPa) nas bateladas 1-2 foi identificado como outlier (hipótese nula rejeitada).

Esses resultados podem parecer contraditórios à primeira vista, já que foi discutido a formação de duas distribuições quando os dados são analisados em conjunto. De fato, a definição de “outlier” abrange dados que possam ser de distribuições diferentes. Então, na teoria, durante o teste uma distribuição deveria excluir os dados da outra. Entretanto, se observamos as Equações 23 e 23.1, para o cálculo da estatística de Grubbs são utilizados os valores do desvio-padrão e da média, que são determinantes para o resultado do teste. Ao utilizarmos esses parâmetros específicos dos ensaios agrupados, o teste de Grubbs acaba por ficar mais “amplo”, e não detecta os outliers.

Bloco de equações 23. Estatística do teste unicaudal de Grubbs.

$$G = \frac{\bar{x} - x_{\min}}{s_x} \quad (\text{Eq.23})$$

$$G = \frac{\bar{x} - x_{\min}}{s_x} \quad (\text{Eq.23.1})$$

$$G > \frac{(N-1)}{\sqrt{N}} \sqrt{\frac{t_{\alpha/N}^2}{(N-2) + t_{\alpha/N}^2}} \quad (\text{Eq.23.2.})$$

Fonte: (101).

Quando separamos os grupos, o desvio-padrão e a média se tornam mais “sensíveis”, e tem mais facilidade em detectar possíveis outliers. Isso é mostrado também nos gráficos de box-plot, em que nos dados agrupados também não detecta outliers, enquanto que nos grupos separados detecta alguns possíveis. Como dito, os testes não são complementares, porém podem ser utilizados em conjunto para a identificação de dados discrepantes suspeitos.

Tabela 7. Identificação de outliers nas bateladas 1-2 e 3-4 através do Teste de Grubbs.

Ponto	Unidade	5		6		7		8		9		10		11		12		13		14		15		16		17			
		Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.		
1-2	Valor suspeito	MPa	0,6232	0,966	0,9784	1,498	1,3287	2,08	1,6444	2,596	1,941	3,059	2,2407	3,553	2,4801	4,018	2,626	4,444	2,7288	4,852	2,7769	5,231	2,9243	5,623	3,1809	6,036	3,4246	6,415	
	Média	MPa	0,848		1,308		1,765		2,188		2,579		2,955		3,307		3,654		3,994		4,292		4,606		4,958		5,277		
	D-padrão	Mpa	0,1014		0,1527		0,2158		0,2836		0,3589		0,438		0,5125		0,5913		0,6748		0,7619		0,8326		0,8896		0,9357		
	G	-	2,221	1,158	2,158	1,245	2,022	1,46	1,918	1,438	1,778	1,337	1,632	1,365	1,613	1,387	1,739	1,336	1,874	1,272	1,988	1,233	2,02	1,222	1,998	1,212	1,979	1,216	
	Alfa	-	0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		
	n	-	10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		
	α/n	-	0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		
	$1-(\alpha/n)$	-	0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		
	GL	-	8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		
	t crítico	-	3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		
	g crítico	-	2,176																										
	Aceita hipótese nula	-	não	sim	sim																								
	3-4	Valor suspeito	MPa	1,3564	1,661	1,9814	2,566	2,5632	3,489	3,1085	4,33	3,6602	5,192	4,2263	5,969	4,8067	6,648	5,3305	7,347	5,8754	8,11	6,3664	8,802	6,8959	9,425	7,3987	10,078	7,9155	10,74
		Média	MPa	1,532		2,361		3,177		3,928		4,658		5,353		5,984		6,622		7,287		7,896		8,46		9,07		9,665	
D-padrão		Mpa	0,1114		0,195		0,2916		0,3809		0,4662		0,543		0,589		0,6551		0,723		0,7892		0,8309		0,8806		0,9329		
G		-	1,58	1,155	1,947	1,051	2,104	1,069	2,151	1,055	2,141	1,146	2,076	1,133	1,998	1,129	1,972	1,107	1,953	1,138	1,938	1,149	1,882	1,162	1,898	1,145	1,875	1,152	
Alfa		-	0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		0,05		
n		-	10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		
α/n		-	0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		0,005		
$1-(\alpha/n)$		-	0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		0,995		
GL		-	8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		8		
t crítico		-	3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		3,355		
g crítico		-	2,176																										
Aceita hipótese nula		-	sim	sim																									

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

6.3 OBTENÇÃO DO MÓDULO DE YOUNG

6.4.1. POP PELO MMQUP

Após a análise dos dados, é possível esboçar duas situações. A primeira, a utilização dos dados em conjunto 1-4, obtendo possivelmente uma maior incerteza associada; ou a separação dos dados e utilização de um deles, com menor incerteza. Ambas serão analisadas e suas interferências no resultado final serão debatidas.

Os dados obtidos da faixa linear do ponto 5 ao 17 para as variáveis de entrada são mostrados resumidamente na Tabela 8. A planilha utilizada para o cálculo do MMQUP é mostrada no Anexo 2. Os resultados obtidos do módulo de Young e desvios associados aos parâmetros ajustados são mostrados na Tabela 9, juntamente com o resultado pelo MMQUO. A regressão pelos dois métodos também é mostrada na Figura 27.

Voltando à escolha do MMQUP como método para o cálculo do módulo de Young, introduzido no item 6.1.3, foi considerada a regra citada no Bloco de equações 14, em que, para utilização do método univariado devemos ter $3Eu_{\varepsilon i} \leq u_{\sigma i}$. Isso foi verdade para a maior parte dos pontos na análise dos ensaios agrupados, em que essa premissa foi aceita. Entretanto, para as bateladas separadas isso já não acontece, visto que os valores de desvio-padrão obtidos foram bem menores com relação aos obtidos na análise dos dados agrupados 1-4. Enfim, a escolha entre o método univariado ou bivariado deve ser feita pelo analista, e a partir dessa regra a escolha é feita com o risco sendo reconhecido.

Com relação à escolha do método ponderado, como já discutido, há a vantagem em não ser necessário provar a homocedasticidade ou ignorar a heterocedasticidade. O uso do ponderador permite darmos preferência aos níveis com menor variância em detrimento daqueles com maior (42).

Na Tabela 9 podemos ver as diferenças entre o método clássico e o ponderado, tanto nos valores dos módulos de elasticidade em si quanto nos valores dos seus desvios-padrão. Na Figura 27 é possível visualizar com clareza a relação dos ponderadores, mostrados na Tabela 8, e das variâncias em cada ponto da faixa linear, enquanto que no método clássico as variâncias são consideradas iguais em todos os pontos.

Tabela 8. Dados experimentais obtidos da região linear da curva de tensão *versus* deformação e dados de tensão ajustados com a regressão pelo MMQUO e MMQUP, para 1-4, 1-2 e 3-4.

Dados experimentais							MMQUO			MMQUP		
Bateladas 1-4												
Ponto	ϵ	S_{ϵ}	σ MPa	S_{σ} MPa	S^2_s MPa ²	CV %	W_i	$\sigma_{ajustado}$ MPa	regra de ouro	W_i	$\sigma_{ajust.}$ MPa	Regra de ouro
5	0,001714	0,000138	1,190	0,3659	0,1339	30,74	1	1,297	MMQBV	5,813	1,214	MMQBV
6	0,002304	0,0001845	1,834	0,5665	0,3209	30,88	1	1,884	MMQUV	2,425	1,829	MMQBV
7	0,002871	0,0002292	2,471	0,7660	0,5868	31,00	1	2,449	MMQUV	1,326	2,420	MMQUV
8	0,003416	0,0002725	3,058	0,9504	0,9032	31,08	1	2,992	MMQUV	0,8616	2,989	MMQUV
9	0,003946	0,0003151	3,619	1,141	1,301	31,52	1	3,519	MMQUV	0,5981	3,541	MMQUV
10	0,004464	0,0003561	4,154	1,320	1,744	31,78	1	4,035	MMQUV	0,4463	4,081	MMQUV
11	0,004974	0,0003967	4,645	1,474	2,174	31,74	1	4,543	MMQUV	0,3580	4,613	MMQUV
12	0,005479	0,000437	5,138	1,639	2,687	31,90	1	5,046	MMQUV	0,2896	5,140	MMQUV
13	0,005980	0,0004765	5,640	1,822	3,318	32,30	1	5,545	MMQUV	0,2345	5,662	MMQUV
14	0,006480	0,0005164	6,094	1,997	3,988	32,77	1	6,043	MMQUV	0,1951	6,184	MMQUV
15	0,006978	0,000556	6,533	2,136	4,564	32,70	1	6,539	MMQUV	0,1705	6,701	MMQUV
16	0,007475	0,0005951	7,014	2,278	5,192	32,49	1	7,034	MMQUV	0,1499	7,221	MMQUV
17	0,007972	0,000635	7,471	2,428	5,894	32,50	1	7,528	MMQUV	0,1320	7,739	MMQUV
Bateladas 1-2							MMQUO			MMQUP		
Ponto	ϵ	S_{ϵ}	σ MPa	S_{σ} MPa	S^2_s MPa ²	CV %	W_i	$\sigma_{ajustado}$ MPa	regra de ouro	W_i	$S_{ajust.}$ MPa	regra de ouro
5	0,001670	0,00009770	0,8734	0,1014	0,01029	11,61%	1,000	0,9538	MMQBV	6,274	0,8856	MMQBV
6	0,002244	0,0001289	1,308	0,1527	0,02331	11,67%	1,000	1,368	MMQBV	2,768	1,317	MMQBV
7	0,002796	0,0001589	1,765	0,2158	0,04658	12,23%	1,000	1,766	MMQBV	1,386	1,732	MMQBV
8	0,003328	0,0001885	2,188	0,2836	0,08043	12,96%	1,000	2,149	MMQBV	0,8024	2,132	MMQBV
9	0,003843	0,0002174	2,579	0,3589	0,1288	13,91%	1,000	2,521	MMQBV	0,5011	2,519	MMQBV
10	0,004347	0,0002458	2,955	0,4380	0,1918	14,82%	1,000	2,885	MMQBV	0,3365	2,898	MMQBV
11	0,004844	0,0002733	3,307	0,5125	0,2627	15,50%	1,000	3,243	MMQBV	0,2457	3,271	MMQBV
12	0,005336	0,0003010	3,654	0,5913	0,3497	16,18%	1,000	3,598	MMQBV	0,1846	3,641	MMQBV
13	0,005825	0,0003286	3,994	0,6748	0,4554	16,90%	1,000	3,950	MMQBV	0,1417	4,008	MMQBV
14	0,006311	0,0003556	4,292	0,7619	0,5805	17,75%	1,000	4,301	MMQBV	0,1112	4,374	MMQBV
15	0,006796	0,0003830	4,606	0,8326	0,6932	18,08%	1,000	4,650	MMQUV	0,0931	4,738	MMQBV
16	0,007281	0,0004095	4,958	0,8896	0,7914	17,94%	1,000	5,000	MMQUV	0,0816	5,103	MMQBV
17	0,007764	0,0004374	5,277	0,9357	0,8756	17,73%	1,000	5,348	MMQBV	0,0737	5,466	MMQBV
Bateladas 3-4							MMQUO			MMQUP		
Ponto	ϵ	S_{ϵ}	σ MPa	S_{σ} MPa	S^2_s MPa ²	CV %	W_i	$\sigma_{ajustado}$ MPa	regra de ouro	W_i	$S_{ajust.}$ MPa	regra de ouro
5	0,001759	0,0001620	1,532	0,1114	0,0124	7,269%	1,000	1,681	MMQBV	7,168	1,557	MMQBV
6	0,002364	0,0002175	2,361	0,1950	0,0380	8,258%	1,000	2,445	MMQBV	2,340	2,348	MMQBV
7	0,002945	0,0002708	3,177	0,2916	0,0851	9,180%	1,000	3,180	MMQBV	1,046	3,107	MMQBV
8	0,003505	0,0003219	3,928	0,3809	0,1451	9,698%	1,000	3,887	MMQBV	0,6129	3,839	MMQBV
9	0,004048	0,0003726	4,658	0,4662	0,2173	10,01%	1,000	4,573	MMQBV	0,4093	4,548	MMQBV
10	0,004580	0,0004211	5,353	0,5430	0,2948	10,14%	1,000	5,244	MMQBV	0,3017	5,242	MMQBV
11	0,005103	0,0004693	5,984	0,5890	0,3469	9,844%	1,000	5,906	MMQBV	0,2564	5,926	MMQBV
12	0,005622	0,0005169	6,622	0,6551	0,4291	9,892%	1,000	6,561	MMQBV	0,2072	6,604	MMQBV
13	0,006136	0,0005634	7,287	0,7230	0,5227	9,921%	1,000	7,211	MMQBV	0,1701	7,276	MMQBV
14	0,006649	0,0006108	7,896	0,7892	0,6228	9,995%	1,000	7,859	MMQBV	0,1428	7,946	MMQBV
15	0,007160	0,0006575	8,460	0,8309	0,6903	9,821%	1,000	8,505	MMQUV	0,1288	8,614	MMQBV
16	0,007670	0,0007041	9,070	0,8806	0,7755	9,709%	1,000	9,149	MMQUV	0,1147	9,280	MMQBV
17	0,008180	0,0007510	9,665	0,9329	0,8702	9,652%	1,000	9,793	MMQBV	0,1022	9,946	MMQBV

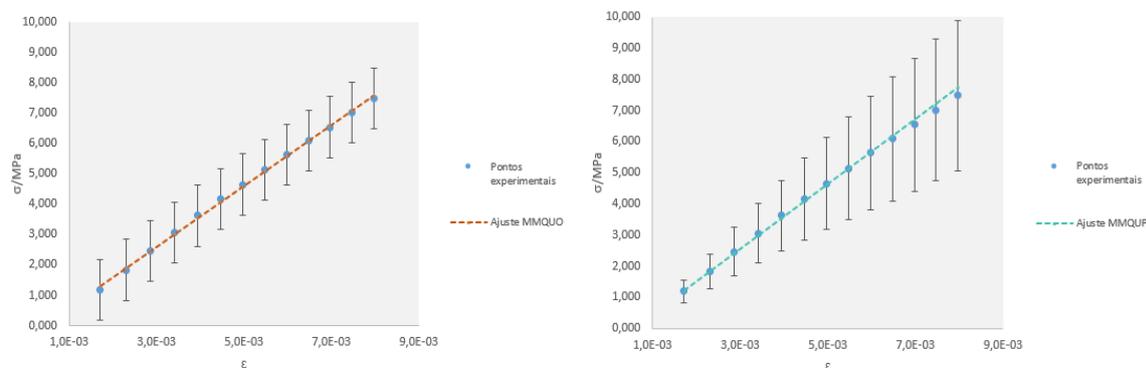
Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Tabela 9. Resultados obtidos do módulo de Young e seus desvios-padrão associados.

Método	Unidade	MMQUO (1-4)	MMQUO (1-2)	MMQUO (3-4)	MMQUP (1-4)	MMQUP (1-2)	MMQUP (3-4)
Módulo de Elasticidade	Mpa	995,8	719,4	1263,4	1035,1	755,3	1306,4
Desvio-padrão	MPa	11,8	8,6	12,7	11,1	9,3	12,3
Intercepto	MPa	-0,4103	-0,2401	-0,5413	-0,5542	-0,3856	-0,7405
Desvio-padrão	MPa	0,0623	0,0446	0,06910	0,0586	0,04856	0,0666
Desvio-padrão residual	MPa	0,08734	0,05877	0,09109	0,05891	0,03728	0,06089
Coefficiente de correlação	-	0,9985	0,9984	0,9989	0,9987	0,9986	0,9990

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Figura 27. Gráficos de regressão pelos métodos MMQUO (considera variâncias iguais) e MMQUP (usa o valor real das variâncias para o cálculo dos ponderadores).



Fonte: Autoria própria. (Excel©2016).

6.4.2. POP'S ABORDADOS PELA LITERATURA

Como citado no item 6.1.4, na literatura consultada são utilizados basicamente dois procedimentos para obtenção dos valores de módulo de Young. O primeiro e mais citado é a utilização da relação $E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$, chamado de D no Quadro 6, usando os dados obtidos do MMQUP; o segundo, método C, os valores médios de módulo gerados pelo software da máquina universal. Os resultados obtidos nos dois casos são mostrados na Tabela 10.

Para o procedimento D, realizou-se, a partir da faixa linear determinada, o cálculo a cada dois pontos consecutivos, obtendo-se 12 resultados de módulo. Calculou-se então os valores de média e desvio-padrão. Já para o procedimento C, foram considerados todos os valores obtidos nos 20 ensaios (1-4), e para as bateladas separadas (1-2 e 3-4) com 10 medições cada uma.

Tabela 10. Valores para o módulo de Young das amostras PP-100 pelos métodos citados na literatura.

Medições	$E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ (1-4)	Resultados do Software Bluehill© (1-4)	$E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ (1-2)	Resultados do Software Bluehill© (1-2)	$E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ (3-4)	Resultados do Software Bluehill© (3-4)
Unidade	MPa	MPa	MPa	Mpa	MPa	MPa
1	1092,1	719,1	756,42	719,1	1369,5	1558,9
2	1122,7	819,2	827,8	819,2	1402,6	1234,6
3	1076,3	756,6	796,9	756,6	1341,3	1328,8
4	1059	851,1	758,2	851,1	1344,5	1422,4
5	1034,5	877,3	745,8	877,3	1308,8	1225,2
6	962,4	720,4	707,8	720,4	1204	1088,2
7	975,2	622,8	705,3	622,8	1231,2	1172,7
8	1001,7	493,9	695	493,9	1293	1304,3
9	907,1	746,5	612,8	746,5	1186,2	1255,7
10	881,5	794,2	647,5	794,2	1103,6	1166,7
11	967,5	1558,9	726,8	-	1196,3	-
12	920,5	1234,6	659,7	-	1167,9	-
13	-	1328,8	-	-	-	-
14	-	1422,4	-	-	-	-
15	-	1225,2	-	-	-	-
16	-	1088,2	-	-	-	-
17	-	1172,7	-	-	-	-
18	-	1304,3	-	-	-	-
19	-	1255,7	-	-	-	-
20	-	1166,7	-	-	-	-
Média	1000,0	1007,9	720,0	740,1	1262,4	1275,8
Desvio-padrão	77,5	300,7	62,1	113,5	93,4	136,5

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

6.5 ESTIMAÇÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Após a obtenção dos valores do módulo de Young e seus desvios, podemos iniciar a última etapa proposta da adequação que é a estimação da incerteza de medição.

Discutiremos cada uma das abordagens discutidas no item 6.2, iniciando pelas abordagens citadas da literatura, que mais se aproximam da abordagem top-down, como já discutido. Relembrando que nesse caso, a abordagem top-down irá considerar apenas a contribuição da precisão intermediária. Vale a pena voltar à definição da precisão intermediária, que se difere da condição de repetibilidade quando determina que as medições repetidas podem ser feitas em um maior período de tempo e abrangendo outras condições submetidas a mudanças, como operadores diferentes, por exemplo. Diferente também da reprodutibilidade, essa abrangendo também diferentes laboratórios e sistemas de medição.

A vantagem da utilização da precisão intermediária sob as outras condições é que obtemos uma que engloba de forma mais abrangente todas as prováveis influências sob o procedimento de medição. Uma desvantagem é a possível superestimação do valor de incerteza, como pode ter acontecido quando avaliamos as 4 bateladas da amostra PP-100 em conjunto. O tipo de condição de precisão será escolhido, como sempre, de acordo com o propósito de uso. Nesse estudo de caso, a intenção é utilizar a amostra PP-100 como uma referência, e com base nos seus resultados, construir cartas controle para o procedimento de medição. Para esse propósito, a condição de precisão intermediária parece ser a mais indicada.

Aplicando a equação 19, os resultados para os procedimentos C e D obtidos são mostrados na Tabela 11.

Tabela 11. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem da literatura, das amostras PP-100.

Procedimento	Módulo/MPa (1-4)	Incerteza relativa/% (1-4)	Módulo/MPa (1-2)	Incerteza relativa/% (1-2)	Módulo/MPa (3-4)	Incerteza relativa/% (3-4)
D ($E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$)	(1000,0 ± 77,5)	7,8	(720,0 ± 62,1)	8,6	(1262,4 ± 93,4)	7,4
C (Software Bluehill®)	(1007,9 ± 300,7)	29,8	(740,1 ± 113,5)	15,3	(1275,8 ± 136,5)	10,7

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

O cálculo pelo POP D produziu incertezas estatisticamente iguais para os três grupos, o que foi confirmado pelo teste F unicaudal (direito) que gerou p-valores de 0,23 (comparação entre 1-4 e 1-2) e 0,27 (comparação entre 1-4 e 3-4) para um nível de significância de 95%. Em termos relativos, para esse método variou entre 7,4 a 8,6 %). Já usando os dados obtidos pelo POP C, a diferença entre os grupos já é estatisticamente significativa. O teste F gerou p-valores de 0,0025 (comparação entre 1-4 e 1-2) e 0,0098 (comparação entre 1-4 e 3-4), mostrando que os grupos possuem incertezas realmente diferentes entre si. Porém, quando comparamos as incertezas entre as bateladas 1-2 e 3-4, podem ser consideradas estatisticamente iguais, com p-valor igual a 0,30, com incertezas relativas de 15,3% e 10,7%, respectivamente, enquanto que para 1-4 a influência da grande dispersão dos dados fica mais evidente, com incerteza relativa de 29,8%.

Comparando-se os POP's, o teste F gerou p-valores de 0,000026 (comparação entre as bateladas 1-4), 0,032 (comparação entre 1-2) e 0,12 (comparação entre 3-4). Conclui-se que para as bateladas 1-4 e 1-2, os métodos geram incertezas diferentes, sendo a do POP C maior, enquanto que para a batelada 3-4 as incertezas entre os dois métodos foram estatisticamente iguais. Os resultados dos testes F são mostrados de forma integral no Anexo 11.

Já pela abordagem bottom-up utilizando apenas a incerteza da inclinação, u_{E_A} , obtida pelo MMQUP, obtivemos os resultados mostrados na Tabela 12.

Tabela 12. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up, das amostras PP-100.

Método	Módulo/MPa (1-4)	Incerteza relativa/% (1-4)	Módulo/MPa (1-2)	Incerteza relativa/% (1-2)	Módulo/MPa (3-4)	Incerteza relativa/% (3-4)
MMQUO	(995,8 ± 11,8)	1,2	(719,4 ± 8,6)	1,2	(1263,4 ± 12,7)	1,0
MMQUP	(1035,1 ± 11,1)	1,1	(751,8 ± 8,6)	1,1	(1306,4 ± 12,3)	0,9

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Observa-se, a partir desses resultados, que através desse procedimento (POP A) foram obtidos valores bem menores de incerteza, que, se comparados com os resultados anteriores, subestimam drasticamente o valor de incerteza.

Já para a segunda abordagem bottom-up desenvolvida, o POP B, foi necessário, como discutido, utilizar as Equações do Bloco 18, para que pudessem ser incorporados à estimação as incertezas relacionadas às medições pré-ensaios e ao sistema de medição, como as de resolução e calibração. Lembrando que foram usadas, nesse caso, duas formas de calcular a incerteza; a primeira, chamado de B, considerando os resultados de precisão intermediária do diâmetro externo e espessura da parede, da inclinação e de correção da resolução do paquímetro. A Tabela 14 mostra os formulários de cálculo da incerteza combinada e cada contribuição considerada. O Anexo 12 mostra os formulários para a segunda forma de realizar o cálculo, chamado de B2, utilizando somente os dados de precisão da área e da inclinação. A Tabela 13 compara os dois POP's. Em ambos os casos, para os valores de área foi necessário acrescentar à equação um fator de conversão de milímetros para metros, quadrados, e a força foi convertida de kN para MN, visto que o objetivo era obter o módulo em MPa ($\frac{MN}{m^2} = MPa$).

Na comparação entre os procedimentos, tanto o POP B quanto o B2 apresentaram como maior contribuição para incerteza final combinada a contribuição da área, ao contrário do imaginado, que seria a de inclinação. Novamente, a área representa um papel importante na interpretação dos resultados de medição do estudo de caso.

Tabela 13. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up, das amostras PP-100.

Bateladas	Módulo/MPa B	B Incerteza relativa/%	Módulo/MPa B2	B2 Incerteza relativa/%
(1-4)	(970,6 ± 317,9)	32,7	(970,6 ± 288,8)	29,8
(1-2)	(784,4 ± 171,2)	21,8	(784,3 ± 87,3)	11,1
(3-4)	(1306,7 ± 378,1)	28,9	(1306,3 ± 25,4)	1,9

Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Tabela 14. Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up B, das amostras PP-100.

Módulo de Elasticidade		1 a 4	970,6	MPa									
Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza					Fatores de conversão			Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: u(y;xi)		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão u(xi) ²	Coef. Sens. (ci) ²	u(xi) ² (ci) ²
Inclinação	b _{wF}	0,002138	0,00	MN	-	-	MN						
Precisão intermediária	u _b	0,0	2,376E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	5,644E-10	2,061E+11	116,3
Diâmetro externo	D _e	5,592	0,00	mm	E-3	5,592E-03	m						
Precisão intermediária	U _{De}	0,00	0,4174	mm	E-3	4,174E-04	m	A	Normal	1	1,743E-07	1,579E-07	2,752E-14
Espessura da parede	e _p	0,1265	0,00	mm	E-3	1,265E-04	m						
Precisão intermediária	U _{ep}	0,00	0,02961	mm	E-3	2,961E-05	m	A	Normal	1	8,766E-10	2,81E-04	2,466E-13
Correção de resolução	C _{res-p}	0,000	0,05	mm	E-3	5,000E-05	m	B	Retangular	1,732050808	8,333E-10	2,95E-04	2,457E-13
Área	A	2,203	0,00	mm ²	E-6	2,203E-06	m ²						
Incerteza Combinada	u _A	0,00	7,210E-07	m ²	-	-	m ²	A	Normal	1	5,198E-13	1,942E+17	1,01E+05

Incerteza Combinada	U _E	317,9
Incerteza Combinada	U _E	32,7%

Módulo de Elasticidade		1 a 2	784,4	MPa									
Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza					Fatores de conversão			Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: u(y;xi)		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão u(xi) ²	Coef. Sens. (ci) ²	u(xi) ² (ci) ²
Inclinação	b _{wF}	0,002201	0,00	MN	-	-	MN						
Precisão intermediária	u _b	0,0	2,824E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	7,973E-10	1,270E+11	101,3
Diâmetro externo	D _e	5,992	0,00	mm	E-3	5,992E-03	m						
Precisão intermediária	U _{De}	0,00	0,0666	mm	E-3	6,663E-05	m	A	Normal	1	4,440E-09	2,310E-07	1,026E-15
Espessura da parede	e _p	0,1530	0,00	mm	E-3	1,530E-04	m						
Precisão intermediária	U _{ep}	0,00	0,01703	mm	E-3	1,703E-05	m	A	Normal	1	2,900E-10	3,191E-04	9,254E-14
Correção de resolução	C _{res-p}	0,000	0,05	mm	E-3	5,000E-05	m	B	Retangular	1,73205	8,333E-10	3,365E-04	2,804E-13
Área	A	2,806	0,00	mm ²	E-6	2,806E-06	m ²						
Incerteza Combinada	u _A	0,00	6,115E-07	m ²	-	-	m ²	A	Normal	1	3,740E-13	7,814E+16	2,922E+04

Incerteza Combinada	U _E	171,2
Incerteza Combinada	U _E	21,8%

Tabela 14 (continuação). Resultados obtidos do módulo de Young e suas incertezas de medição associadas, pela abordagem bottom-up B, das amostras PP-100.

Módulo de Elasticidade 3 a 4 1306,70 MPa				Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza				Fatores de conversão		Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: $u(y;xi)$		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão $u(x_i)^2$	Coef. Sens. $(c_i)^2$	$u(x_i)^2(c_i)^2$		
Inclinação	b_{wf}	0,002090	0,00	MN	-	-	MN								
Precisão intermediária	u_b	0,0	1,954E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	3,817E-10	3,908E+11	149,2		
Diâmetro externo	D_e	5,192	0,00	mm	E-3	5,192E-03	m	A	Normal	1	7,528E-09	9,870E-08	7,430E-16		
Precisão intermediária	U_{De}	0,00	0,0868	mm	E-3	8,676E-05	m	A	Normal	1	0,000E+00	2,46E-04	0,000E+00		
Espessura da parede	e_p	0,1000	0,00	mm	E-3	1,000E-04	m								
Precisão intermediária	u_{ep}	0,00	0,000	mm	E-3	0,000E+00	m	A	Normal	1	0,000E+00	2,46E-04	0,000E+00		
Correção de resolução	C_{res-p}	0,000	0,05	mm	E-3	5,000E-05	m	B	Retangular	1,73205	8,333E-10	2,56E-04	2,132E-13		
Área	A	1,600	0,00	mm ²	E-6	1,600E-06	m ²								
Incerteza Combinada	u_A	0,00	4,626E-07	m ²	-	-	m ²	A	Normal	1	2,140E-13	6,673E+17	1,43E+05		

Incerteza Combinada	U_E	378,1
	U_E	28,9%

Os valores obtidos no procedimento B2 foram bem menores que os obtidos no B, justamente devido à adição de um maior número de fontes de incerteza ao cálculo dessa última estimativa. Aqui, vale lembrar o porquê, muitas vezes, a abordagem bottom-up é mais indicada, visto que acrescenta muito mais informações ao procedimento de medição, como em quais etapas pode ser melhorado ou modificado o procedimento. Podemos observar também que as medições pré-ensaio interferiram bastante para o resultado final. Outro comentário é que nem sempre a abordagem top-down irá superestimar os valores de incerteza, cada caso é um caso.

Baseados então em todos esses resultados e observações, decidiu-se utilizar o resultado final das bateladas 1-2 e a abordagem bottom-up B, sendo assim o módulo de Young da amostra PP-100 igual a $(784,4 \pm 171,2)$ MPa.

CAPÍTULO 7. DECISÕES, DECISÕES

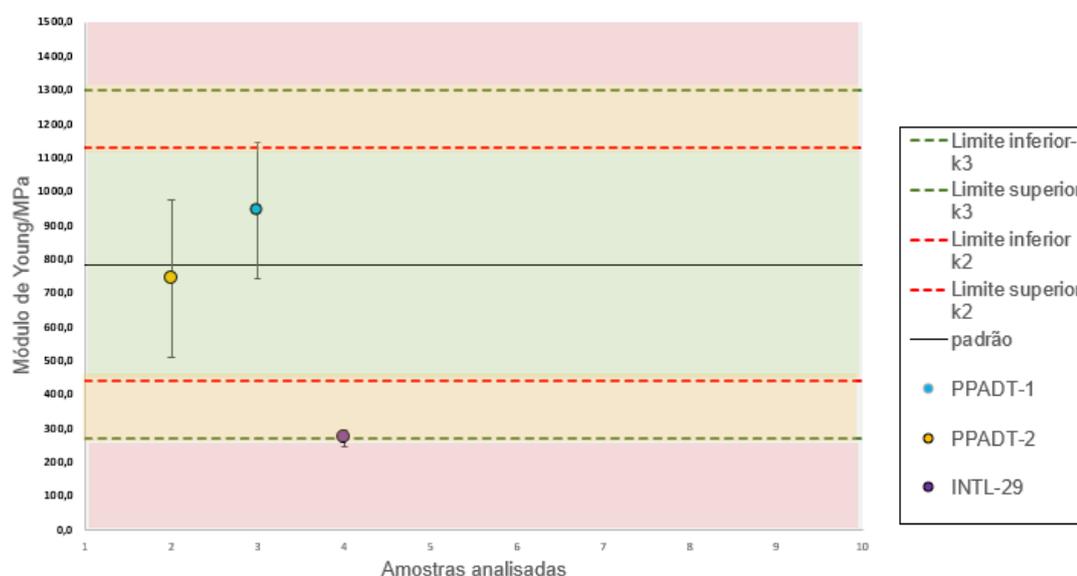
7.1 AVALIAÇÃO DA CONFORMIDADE

Após todas as considerações feitas nos capítulos anteriores, finalmente chegamos à um resultado que, acompanhado da sua incerteza de medição e com o conhecimento do risco associado a ele, melhor representa os dados coletados e, por consequência, as amostras analisadas. Entretanto, esse resultado geralmente só representa algo quando comparado à uma norma, ou limites impostos. Para esse estudo de caso, foi proposto a criação de uma carta controle, baseada nos resultados da amostra referência, a PP-100, pelo fato de ser o produto convencional com o qual queremos comparar as amostras do produto produzido pelo Intechlab. A carta controle também é útil para verificar se o processo está sob controle, possibilitando o monitoramento do mesmo. Isso seria extremamente útil para a decisão de quais canudos biodegradáveis poderiam passar dos testes em escala laboratorial para escala industrial. Além disso, em estudos futuros, a amostra controle pode ser alterada para melhor representar a realizada dos canudos produzidos.

Existem vários tipos de carta controle. Como já discutido na seção 2.4.2, os tipos mais comuns impõem os limites da carta usando o desvio-padrão da grandeza de saída a se medir como base, com a utilização de um fator de $k=3$ ou $k=2$ (105), sendo esse último muitas vezes utilizado como um limite de alerta. Não vamos entrar em detalhes sobre a construção da carta controle, visto que já é um assunto bastante abordado na literatura. O foco será em como essa ferramenta da qualidade pode ajudar a determinar a conformidade do produto, através do parâmetro de controle escolhido, nesse caso o módulo de Young, e do seu resultado de incerteza. A Figura 28 mostra a carta construída, baseada no valor escolhido do módulo de Young da amostra PP-100, e os valores encontrados para as amostras PP-ADT1, PPADT-2 e INTL-29.

Os valores limites chamados de k3 e k2 foram, respectivamente, o valor da incerteza expandida do padrão PP-100 com os fatores $k=3$ e $k=2$. As amostras PP-ADT1 e PP-ADT-2 ficaram dentro dos limites de k2, com valores de módulo de $(941,5 \pm 200,9)$ MPa, e $(742,9 \pm 232,2)$, respectivamente. A amostra INTL-29 com um valor de módulo igual a $(271,4 \pm 25,3)$ MPa também ficou dentro dos limites, porém já na zona de alerta. Essa amostra também apresentou a menor incerteza, porém é importante dizer que não foi avaliada em condições de precisão intermediária, e sim de repetibilidade, já que foi realizada somente uma batelada de ensaios.

Figura 28. Carta controle para avaliação da conformidade das amostras analisadas.



Fonte: autoria própria (Excel©2016)

Podemos interpretar que a amostra INTL-29 tem menor módulo por ser mais elástica, visto que, quanto menor o módulo, maior a deformação sofrida ou suportada pelo material antes do rompimento. Isso pode ser um bom indicador, no caso dos canudos, já que ter um menor módulo pode ser vantagem em relação ao produto convencional, já que ele deforma, mas não se rompe. Por outro lado, por se deformar mais, pode perder a característica de formato imposta pelo produto convencional. Já as amostras PP-ADT1 e PP-ADT2, ambas biodegradáveis e comerciais, apresentaram módulos bem similares ao produto convencional. Isso era esperado, visto a composição ser bastante similar ao produto padrão, o que não acontece com a amostra INTL-29. Entretanto, para

uma interpretação mais completa com relação às propriedades mecânicas do material, inclusive para tomadas de decisão referente à produção e controle de qualidade, provavelmente seria necessário o levantamento de outras propriedades, também obtidas no ensaio de tração, como resistência a tração, ponto de escoamento, etc.

Através da carta, podemos observar como a escolha do método de cálculo da incerteza de medição pode afetar nas decisões. Um menor valor de incerteza do padrão diminuiria os limites da carta. Da mesma forma, a incerteza associada as amostras podem determinar a sua aceitação ou reprovação, de acordo com os limites. A escolha da melhor abordagem, entretanto, não pode ser fixada. Ela deve ser orientada de acordo com o propósito da medição e os riscos que podem acompanhar os resultados obtidos.

7.2 CONCLUSÕES FINAIS

O ponto principal desse trabalho foi trazer os conceitos chave tanto em metrologia quanto em qualidade. Seja em um laboratório industrial, ou de pesquisa, mesmo não havendo a intenção de acreditar um ensaio, mostrar como dar os primeiros passos para que, a partir dele, sejam obtidos resultados válidos.

O estudo de caso discutido aqui é um exemplo de adaptação de procedimento de medição, visto que há uma norma para o ensaio de tração e que, nessa referência, são usados corpos de prova com tamanhos bem especificados, diferentes dos utilizados no nosso estudo. A própria 17025 prevê a utilização de métodos e procedimentos adaptados, desde que sejam validados. Nesse ponto, trago aqui os conceitos de método e procedimento de medição, definidos no VIM, em que o método de medição é a “descrição genérica duma organização lógica de operações utilizadas na realização duma medição”, e procedimento é a “descrição detalhada duma medição de acordo com um ou mais princípios de medição e com um dado método de medição, baseado num modelo de medição [...]” (1).

Interpretando baseado nessas definições, a norma de referência ASTM D638-10 pode ser considerada um procedimento de medição, enquanto que o POP utilizado no estudo de caso é uma adaptação desse procedimento, ou um novo procedimento baseado no método de medição original, definido no item 5.3.

Qualquer que seja a interpretação, se será acreditado ou não, é necessário que o pesquisador ou gestor sempre tenha em mente o ciclo da qualidade, ou pelo menos a tríade da qualidade. A tríade, mostrada no ponto nº 3 do ciclo, na Figura 1, é formada pela validação de procedimentos, controle de qualidade e a estimação da incerteza de medição. Esses três pilares são as bases para qualquer laboratório, seja ele um laboratório de pesquisa, prestação de serviço ou de um processo produtivo em larga escala. Sem eles, não pode haver decisão, e sem decisão não há como haver desenvolvimento, já que o propósito de uso não pode ser atingido com eficiência.

Dito isso, alguns pontos foram levantados durante o estudo de caso na determinação do Módulo de Young, e que podem trazer melhorias para o laboratório INTECHLAB e para o alcance da tríade:

- a. Utilização de um paquímetro digital, com uma boa resolução, aumentaria a precisão nos resultados da medição das dimensões dos corpos de prova, conseqüentemente da área da seção transversal do corpo de prova; diminuiria também a incerteza de medição à essas medições;
- b. A calibração do sistema de medição é altamente recomendada; por mais que a contribuição de uma incerteza de calibração possa ser pequena, é interessante atentar para a possível *correção* que a calibração pode trazer, visto que atingirá variáveis importantes: como força, área e a deformação.
- c. Adoção de um padrão de referência para controle do ensaio. A calibração dos equipamentos é parte importante nesse controle, porém a utilização de uma amostra padrão ou referência gera dados importantes para estimação da incerteza de medição e construção da carta controle;
- d. Participação pelo menos em ensaios interlaboratoriais. Apesar do ensaio abordado ser uma adaptação para teste do produto acabado, é interessante participar utilizando corpos de prova normalizados. Isso aumentaria muito o conhecimento do laboratório no ensaio, além de permitir a comparação dos resultados com outros laboratórios especializados.
- e. Adoção da utilização dos softwares como o Excel© e a inserção do R© para análise estatística dos dados, o que amplia muito a chance de

identificar problemas nos dados obtidos durante os ensaios, além de acelerar esse processo do tratamento estatístico, que é o mais exaustivo.

Por fim, um dos principais objetivos das normas de qualidade atuais é que a ideia de *melhoria contínua* aconteça não só no papel, mas que seja colocada em prática nos laboratórios. Isso só ocorre quando abandonamos velhos dogmas, que já funcionaram no passado, mas que precisam ser substituídos por novas soluções.

Nesse trabalho, apesar de ser abordado um ensaio rotineiro, a intenção foi explorar e mostrar todo o potencial escondido em qualquer análise, seja ela química ou mecânica, simples ou complexa, e toda a informação que pode ser retirada desses resultados. Foi também mostrar que as ferramentas da qualidade, como as cartas controle, materiais de referência, diagrama de Ishikawa, até mesmo a norma ISO 17025, entre muitas outras que poderiam ser exploradas aqui, e que são utilizadas em grande escala na indústria, poderiam ser incluídas com facilidade e com grandes ganhos na pesquisa acadêmica. Mostrar também que o rigor da academia pode ser inserido na indústria, de acordo com o propósito, e que essa troca só pode trazer benefícios para a sociedade. Muitas dificuldades vividas por ambas as partes poderiam ser sanadas com uma maior atenção e dedicação à análise de dados, metrologia, qualidade e utilização dos softwares adequados.

CAPÍTULO 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. INMETRO. Vocabulário Internacional de Metrologia [Internet]. Inmetro. 2012. 30. Available from: http://www.inmetro.gov.br/inovacao/publicacoes/vim_2012.pdfhttps://www.cambridge.org/core/product/identifier/CBO9781107415324A009/type/book_part
2. Couto PRG, Oliveira J da S, Cinelli LR. Algumas Considerações sobre as Metodologias de Cálculo da Estimativa da Incerteza de Medição Citadas no ISO GUM 95. 2002;
3. Miguel ALR, Moreira RPL, de Oliveira AF. ISO/IEC 17025: History and introduction of concepts. *Quim Nova*. 2021;44(6):792–6.
4. Governo Federal do Brasil - Ministério das Relações Exteriores. Barreiras Técnicas ao Comércio [Internet]. 2017 [cited 2022 Nov 16]. Available from: <https://www.gov.br/mre/pt-br/assuntos/politica-externa-comercial-e-economica/barreiras-ao-comercio/barreiras-tecnicas-ao-comercio#:~:text=As%20barreiras%20t%C3%A9cnicas%20ao%20com%C3%A9rcio,comerciais%20entre%20importadores%20e%20exportadores>.
5. ISO/IEC. ABNT NBR ISO/IEC 17025 Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 3ª EDIÇÃO. Rio de Janeiro; 2017. 32 p.
6. ISO/IEC. ISO/IEC 17025:2005/COR 1:2006 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories — Technical Corrigendum 1. 2006.
7. International Organization for Standardization (ISO) [Internet]. 2022 [cited 2022 Apr 8]. Available from: <https://www.iso.org/home.html>
8. MacKenzie D, Stigler SM. The History of Statistics: The Measurement of Uncertainty before 1900. Vol. 29, Technology and Culture. 1988. 299 p.
9. Piovani JI. De Objeto a Método: Notas Históricas Sobre Estatística E Pesquisa Social. *Sociologia & Antropologia*. 2013;3(5):245–70.
10. Moivre A de. The Doctrine of Chances Or, a Method of Calculating the Probability of Events in Play. 2ª. Cambridge University Press; 1738.
11. Galton F. Natural inheritance. Londres: Macmillan; 1889.

12. Jr AAG, Sousa AR de. Fundamentos da Metrologia científica e industrial. 1ª. Barueri: Manole; 2008.
13. Amado B, Filho R, Soratto AN. Metrologia legal no Brasil e consolidação da RBMLQ-I como modelo para o controle metrológico legal. In: 7th Brazilian Congress on Metrology [Internet]. Ouro Preto; 2013. Available from: <https://www.researchgate.net/publication/286456848>
14. Smeaton WA. The Foundation of the Metric System in France in the 1790s the importance of etienne lenoir's platinum measuring instruments. *Platinum Metals Rev.* 2000;44(3):125–34.
15. Dias JL de M. Medida, Normalização e Qualidade: Aspectos da História da Metrologia no Brasil. Rio de Janeiro: INMETRO; 1998. 253.
16. BIPM. The international system of units (SI). In: *SI Brochure*. 2019. p. 117–215.
17. Mattos RADE, Montevechi AB, Noronha L. Incerteza da Medição : As Dificuldades da disseminação. 1997;(012).
18. Giacomo P. News from the BIPM. *Metrologia*. 1979;15(1):51–4.
19. ISO/IEC. ISO/IEC GUIDE 25:1990 - General requirements for the competence of calibration and testing laboratories. 1990.
20. Eurachem/CITAC. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements*. 2012.
21. ABNT NBR ISO. ISO 31000 - Gestão de riscos - Princípios e diretrizes. 2009.
22. INMETRO. GUM 2008 - Guia para a expressão de incerteza de medição. Avaliação de dados de medição. 2012. 141 p.
23. JCGM. Evaluation of measurement data-Guide to the expression of uncertainty in measurement [Internet]. 2008. Available from: www.bipm.org
24. Wübbeler G, Krystek M, Elster C. Evaluation of measurement uncertainty and its numerical calculation by a Monte Carlo method. *Meas Sci Technol*. 2008;19(8).
25. JCGM. Guide to the expression of uncertainty in measurement - Part 6: Developing and using measurement models. the BIPM's website (www.bipm.org). 2020;
26. EURACHEM. Utilização de informação da incerteza na avaliação de conformidade. 2019.

27. BIPM. Evaluation of Measurement Data: The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment. Chemistry International -- Newsmagazine for IUPAC. 2012;35(2).
28. UNIDO. Metrology: a key enabler for realizing the Sustainable Development Goals [Internet]. [cited 2022 Apr 30]. Available from: <https://www.unido.org/news/metrology-key-enabler-realizing-sustainable-development-goals>
29. UNIDO. The role of metrology in the context of the 2030 sustainable development goals. 2018.
30. World Health Organization (WHO). quality assurance in laboratory practices (Working Paper for the Technical Discussions). 1996.
31. RELACRE; Eurolab-PT; Eurachem-PT. Uso da incerteza na avaliação da conformidade – Folheto Promocional de Guia Eurachem//CITAC. A focus for analytical chemistry in Europe. 2016;
32. Eurachem/CITAC. Guide to quality in analytical chemistry - An aid to accreditation [Internet]. Eurachem. 2016. 1–55 p. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/25174426>
33. EURACHEM/CITAC. Use of Uncertainty Information in Compliance Assessment [Internet]. Williams A, Magnusson B, editors. 2021. Available from: www.eurachem.org.
34. Magnusson B, Örnemark U. The fitness for purpose of analytical methods - a laboratory guide to method validation and related topics [Internet]. 2nd ed. Eurachem Method Validation Group, editor. Eurachem. 2014 [cited 2022 Mar 5]. 62 p. Available from: www.eurachem.org
35. Com dado do 1º tri, Brasil fica em 9º lugar em crescimento do PIB em ranking com 32 países. CNN [Internet]. 2022 [cited 2022 Aug 10]; Available from: <https://www.cnnbrasil.com.br/business/com-dado-do-1o-tri-brasil-fica-em-9o-lugar-em-crescimento-do-pib-em-ranking-com-32-paises/>
36. Controladoria Geral da União - Governo Federal Brasileiro. Portal da Transparência [Internet]. [cited 2022 Aug 10]. Available from: <https://www.portaltransparencia.gov.br/orgaos/30203?ano=2019>
37. Mendonça H. Economia brasileira encolhe 3,6% em 2016 com aperto do cinto das famílias. El País. 2017 Mar 7;

38. The World Bank [Internet]. [cited 2022 Aug 10]. Available from: <https://datatopics.worldbank.org/world-development-indicators/themes/economy.html>
39. US government. National Institute of Standards and Technology - Congressional and legislative affairs [Internet]. [cited 2022 Aug 10]. Available from: <https://www.nist.gov/director/congressional-and-legislative-affairs/nist-appropriations-summary-fy-2017-fy-2019-0>
40. Jarvis D. The European Partnership on Metrology - EURAMET [Internet]. 2020. Available from: https://www.era-learn.eu/documents/final_report_ms_partnerships.pdf
41. Bell S. Good Practice Guide No. 11 - The Beginner's Guide to Guide to Uncertainty of Measurement. National Physical Laboratory. 2001;(2):41.
42. Cunha F. Metrologia e incerteza em sua essência: tudo o que nunca te contaram sobre incerteza de medição. 1st ed. Ponta Grossa: Editora Atena; 2022. 137 p.
43. Best M, Neuhauser D. Kaoru Ishikawa: from fishbones to world peace. Qual Saf Health Care. 2008;17(2):150–2.
44. Eurolab. No. 1/2007 -Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation. Technical Report [Internet]. 2007;(1):1–62. Available from: http://www.eurolab.org/docs/technical_report/Technical_Report_Measurement_Uncertainty_2007.pdf
45. Magnusson B, Näykki T, Hovind H, Krysell M, Sahlin E. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories, Nordtest Report TR 537. Nordtest. 2017;51.
46. Leito I, Jalukse L, Helm I. Estimation of measurement uncertainty in chemical analysis MOO Course. University of Tartu. 2020;
47. Donatelli GD, Konrath AC. Simulação de Monte Carlo na Avaliação de Incertezas de Medição. Revista de Ciência & Tecnologia. 2005;13(25/26):5–15.
48. Couto PRG. A Estimativa da Incerteza de Medição Pelos Métodos do ISO GUM 95 e de Simulação de Monte Carlo. Iso. 2008;34.
49. Meyer VR. Measurement uncertainty. J Chromatogr A. 2007;1158(1–2):15–24.

50. Wikipedia. Continuous uniform distribution [Internet]. [cited 2023 Jul 11]. Available from: https://en.wikipedia.org/wiki/Continuous_uniform_distribution
51. NORDTEST. Report TR 569 Internal Quality Control - Handbook for Chemical Laboratories (Edição 5.1). 2018.
52. Eurachem/CITAC. Treatment of an observed bias. Leaflet. 2017;2.
53. EURACHEM/CITAC. Definindo e Utilizando a Incerteza alvo em Medições Químicas. 2020.
54. Horwitz W. INTERNATIONAL UNION OF PURE COMMISSION ON ANALYTICAL NOMENCLATURE * nomenclature for sampling Prepared for publication by. Pure and Applied Chemistry [Internet]. 1990;62(6):1193–208. Available from: <http://publications.iupac.org/pac/1990/pdf/6206x1193.pdf>
55. Hibbert DB, Gooding JJ. Data analysis for chemistry: an introductory guide for students and laboratory scientists. New York: Oxford University Press; 2006.
56. Thompson M, Fearn T. What exactly is fitness for purpose in analytical measurement? *Analyst*. 1996;121(3):275–8.
57. Wong S kay. Risk-based thinking for chemical testing. *Accreditation and Quality Assurance*. 2017;22(2):103–8.
58. Freitas MA de S. análise de risco e incerteza na tomada de decisão na gestão hidroambiental Marcos. 2003.
59. Aven T. The risk concept-historical and recent development trends. *Reliab Eng Syst Saf* [Internet]. 2012;99(0951):33–44. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ress.2011.11.006>
60. Fearn T, Fisher SA, Thompson M, Ellison SLR. A decision theory approach to fitness for purpose in analytical measurement. *Analyst*. 2002;127(6):818–24.
61. Salsbury J. Uncertainty Management *versus* Risk Management in Calibration. *NCSLI Measure*. 2010;5(3):60–7.
62. https://en.wikipedia.org/wiki/Floyd_Landis_doping_case.
https://en.wikipedia.org/wiki/Floyd_Landis_doping_case.
63. Graves SB, Murphy DC, Ringuest JL. Reevaluating producer's and consumer's risks in acceptance sampling. *Computers ind engng*. 1996;30(2):171–84.

64. Lehmann EL. The fisher, Neyman–Pearson theories of testing hypotheses: One theory or two? *J Am Stat Assoc.* 1993;88(424):1242–9.
65. Turner DP, Deng H, Houle TT. *Statistical Hypothesis Testing: Overview and Application.* Headache. 2020;60(2):302–8.
66. Danzer K. *Theoretical and Metrological Fundamentals* [Internet]. New York. 2007. 316 p. Available from: <http://www.springer.com/gp/book/9783540359883>
67. Montgomery DC, Runger GC. *Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros.* 2012. 523 p.
68. Frost J. Types I & Type II Errors in Hypothesis Testing [Internet]. [cited 2023 Jul 12]. Available from: <https://statisticsbyjim.com/hypothesis-testing/types-errors-hypothesis-testing/>
69. Kyriazis G, Aibe VY, Alves JAP, Teixeira RN, FilhoSanto DMES. nota técnica do comitê de avaliação da incerteza de medição título: Uso do termo probabilidade de abrangência. 2004;1.
70. da Silva RB, Dadamos TR de L, Lourenço FR, Mosca A, Oliveira EC, Raposo F, et al. Planilha para avaliação automática da conformidade [Internet]. *FORMEq*; 2020 [cited 2022 Aug 25]. Available from: <https://formeq.org/avaliacao-automatica-de-conformidade/>
71. EURACHEM/CITAC. *Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement* [Internet]. 1ª. da Silva RB, Williams A, editors. 2015. Available from: www.eurachem.org.
72. Fried JR. *Polymer science & Technology.* 3ª. Prentice Hall; 2014. 1–664 p.
73. Falcone DMB, Agnelli JAM, de Faria LIL. Panorama Setorial e Perspectivas na Área de Polímeros Biodegradáveis. *Polímeros: Ciência e Tecnologia.* 2007;17(1):5–9.
74. Jr WDC, Rethwisch DG. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.* 8ª. LTC; 2012.
75. Saldivar-Guerra Enrique, Vivaldo-Lima Eduardo. *Handbook of Polymer Synthesis, Characterization, and Processing.* Wiley; 2013. 658 p.
76. Fridman M. The universality of a universal testing machine. *Quality.* 2017;34–6.
77. Instron. *Manual do equipamento - máquina universal de ensaios Instron modelo EMIC - 23-20.*

78. Souza SA de. Ensaios mecânicos de materiais metálicos - fundamentos teóricos e práticos. 5ª edição. São Paulo: Edgard Blücher Ltda; 1982. 1–286 p.
79. INSTRON Brasil Equipamentos Científicos Ltda. Catálogo Série 23 EMIC.
80. Adamczak S, Bochnia J, Kundera C. Stress and strain measurements in static tensile tests. *Metrolog Meas Syst* [Internet]. 2012;XIX(3):531–40. Available from: www.metrology.pg.gda.pl
81. ISO. ISO 527-1 - International Standard - Plastics - Determination of tensile properties - part 1: general principles [Internet]. 2012. Available from: www.iso.org
82. Encyclopaedia Britannica. Hooke's law [Internet]. [cited 2023 Apr 1]. Available from: <https://www.britannica.com/science/Hookes-law>
83. Sperling LH (Leslie H. Introduction to physical polymer science. Wiley; 2006. 845 p.
84. Wikipédia. Reptation [Internet]. [cited 2023 Apr 2]. Available from: <https://en.wikipedia.org/wiki/Reptation>
85. Whiteman H. Uso de plástico bate recorde global, apesar de esforços contra poluição, diz estudo. CNN Austrália [Internet]. 2023 [cited 2023 Apr 3]; Available from: <https://www.cnnbrasil.com.br/economia/uso-de-plastico-bate-recorde-global-apesar-de-esforcos-contra-poluicao-diz-estudo/>
86. United Nations Environmental Programme. Com foco em soluções para a poluição plástica, Dia Mundial do Meio Ambiente 2023 será sediado pela República de Côte d' Ivoire [Internet]. [cited 2023 Apr 3]. Available from: <https://www.unep.org/pt-br/noticias-e-reportagens/comunicado-de-imprensa/com-foco-em-solucoes-para-poluicao-plastica-dia>
87. Viera JSC, Marques MRC, Nazareth MC, Jimenez PC, Castro ÍB. On replacing single-use plastic with so-called biodegradable ones: The case with straws. *Environ Sci Policy*. 2020 Apr 1;106:177–81.
88. ASTM INTERNACIONAL. D638-10 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics [Internet]. 2010. Available from: <http://www.ansi.org>.
89. Thompson M, Lowthian PJ. Notes on Statistics and data quality for analytical chemists. 1st ed. London: Imperial College Press; 2011. 1–260 p.
90. Helene O. Método dos Mínimos Quadrados com Formalismo Matricial - guia do usuário. 1º. São Paulo: Livraria da Física; 2006. 1–102 p.

91. Magalhães WF. Curva de calibração analítica. In: Professor convidado na disciplina Análise de dados e estimação de parâmetros da UFBA, prof Ricardo A Kalid [Internet]. 2020 [cited 2023 Jul 14]. Available from: https://www.researchgate.net/publication/346711328_Curva_de_Calibracao_Analitica_WeIMAG_Planilhas_Excel_Slides_das_aulas_de_27out21_-_01dez21
92. Gabauer W. Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials. 2000.
93. Bonamente M. Statistics and Analysis of Scientific Data [Internet]. Springer. 2017. 323 p. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/978-1-4939-6572-4>
94. Kalid R de A. Estatística para metrologia - parte 1. In: Aula da disciplina Avaliação de Incerteza de Informações do Programa de Pós-graduação em Engenharia Industrial da UFSB. 2022.
95. Maciel F. Assimetria e Curtose dos dados [Internet]. [cited 2023 Apr 14]. Available from: <https://blog.proffernandamaciel.com.br/assimetria-e-curtose-dos-dados/#:~:text=Para%20encontrar%20a%20assimetria%20no,do%20suplemento%20An%C3%A1lise%20de%20Dados.>
96. Wikipedia. Delta de Dirac [Internet]. [cited 2023 Jul 17]. Available from: https://pt.wikipedia.org/wiki/Delta_de_Dirac#Aplica%C3%A7%C3%A3o_em_Estat%C3%ADstica
97. Rollins D. Delta Functions. In 2006 [cited 2023 Jul 17]. Available from: http://www.cchem.berkeley.edu/chem120a/extra/delta_functions.pdf
98. Schwaab M, Pinto JC. Análise de dados experimentais I - fundamentos de estatística e estimação de parâmetros. 1ª edição. Rio de Janeiro: e-papers serviços editoriais/COPPE UFRJ; 2007. 462 p.
99. Mukaka MM. Statistics Corner: A guide to appropriate use of Correlation coefficient in medical research [Internet]. Vol. 24, Malawi Medical Journal. 2012. Available from: www.mmj.medcol.mw
100. Shapiro SS, Wilk ; M B. An Analysis of Variance Test for Normality (Complete Samples). Vol. 52, Biometrika. 1965.
101. Cantelli A. Teste de Shapiro-Wilk [Internet]. [cited 2022 Jun 17]. Available from: <https://andersonmdcanteli.github.io/Shapiro-Wilk/>

102. Dekking FM, Kraaikamp C, Lopuhaa HP, Meester LE. A modern introduction to probability and statistics - understanding why and how -Springer Texts in Statistics. London: Springer; 2005.
103. de Freitas IWS. Um estudo comparativo de técnicas de detecção de outliers no contexto de classificação de dados. Mossoró; 2019.
104. Kumar V, Tan PN, Steinbach M. Introdução ao data mining: mineração de dados. Ciência Moderna; 2009.
105. NIST. Engineering statistics handbook -exploratory Data Analysis [Internet]. Available from: <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/eda/eda.htm>[6/27/2012]
106. Ishiyama C, Higo Y. Effects of humidity on Young's modulus in poly(methyl methacrylate). J Polym Sci B Polym Phys. 2002 Mar 1;40(5):460–5.
107. Georgopoulos ST, Tarantili PA, Avgerinos E, Andreopoulos AG, Koukios EG. Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. In: Polymer Degradation and Stability. Elsevier Ltd; 2005. p. 303–12.
108. Coleman JN, Cadek M, Ryan KP, Fonseca A, Nagy JB, Blau WJ, et al. Reinforcement of polymers with carbon nanotubes. The role of an ordered polymer interfacial region. Experiment and modeling. Polymer (Guildf). 2006 Dec 8;47(26):8556–61.
109. Bruggeman JP, de Bruin BJ, Bettinger CJ, Langer R. Biodegradable poly(polyol sebacate) polymers. Biomaterials. 2008 Dec;29(36):4726–35.

CAPÍTULO 9. ANEXOS

Anexo 1. Comparações entre as abordagens de estimação de incerteza de medição.....	124
Anexo 2. MMQUP para os dados agrupados da amostra PP-100.....	125
Anexo 3. MMQUO para os dados agrupados da amostra PP-100 (para dos dados de tensão x deformação)	126
Anexo 4. MMQUP para os dados 1-2 da amostra PP-100 (para os dados de tensão x deformação).	127
Anexo 5. MMQUP para os dados 3-4 da amostra PP-100 (para os dados de tensão x deformação).	128
Anexo 6. MMQUP para os dados 1-2 da amostra PP-100 (para os dados de força x deformação).	129
Anexo 7. MMQUP para os dados da amostra INTL-29 (para os dados de força x deformação)	130
Anexo 8. MMQUP para os dados da amostra PPADT-1 (para os dados de força x deformação).	131
Anexo 9. MMQUP para os dados da amostra PPADT-2 (para os dados de força x deformação).	132
Anexo 10. Resultados do teste de Shapiro-Wilk para as amostras PP-100, bateladas 1-2 e 3-4.....	133
Anexo 11. Testes F realizados para comparação entre os métodos de cálculo de incerteza top-down.....	134
Anexo 12. Resultados da incerteza de medição pelo procedimento B2 para as amostras PP-100.....	135

Anexo 1. Comparações entre as abordagens de estimação de incerteza de medição.

Problema/Metodologia/ Mensurando/Matriz	Referências	Abordagens	Incerteza-padrão obtida	Conclusões
Estimação da incerteza de medição na determinação de cobre em tecido biológico; os laboratórios participantes usaram técnicas variadas como ICP-MS, TIMS, AAS e Voltametria	Feinberg M. et al., Accred. Qual. Assurance (2002), 7, 403 – 408	Modelo matemático	0,033 mg/Kg (absoluta) 1,7% (relativa)	As diferenças entre as abordagens se devem principalmente às diferentes metodologias utilizadas na validação interlaboratorial.
		Validação interlaboratorial	0,087 mg/kg (absoluta) 4,4% (relativa)	
Estimação da incerteza na determinação do índice de descamação de agregados de concreto através dos métodos de massa e geométrico.	EN 933-3:1997/2003, Test for geometrical properties of aggregates – Part 3: Determination of particle shape – Flakiness index Hinrichs, W. (January 2003), Example for estimating the measurement uncertainty in building materials testing	Modelo matemático	2,6%	A amostragem e homogeneidade da amostra na estimação com abordagem matemática se mostraram mais "reais" do que as que foram usadas no modelo de validação interlaboratorial, que apresentou, por isso, menor desvio.
		Validação interlaboratorial	1,8%	
Estimação da incerteza na determinação de amônia em água, através da técnica fotométrica com iodofenol.	ISO 11732:2005, Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric determination	Validação intralaboratorial	3,2%	Através do controle interno ou uma subestimação da incerteza, enquanto o resultado do ensaio de proficiência considera o "piores cenário". Já os dados obtidos com o método top-down durante a validação intralab podem ser considerados adequados, por utilizar-se das duas informações, tanto do PT quanto do controle interno.
		Ensaio de proficiência	4,5%	
		Controle de qualidade interno	1,5%	
Estimação da incerteza de medição na análise do teor de zinco em ligas metálicas e em materiais de referência certificados, utilizando espectrometria de emissão ótica	Maroto, A., Boqué, R., Riu, J, F.X. Rius (1999), Evaluating uncertainty in routine analysis, Trends Anal Chem 18, (9-10), 577-584.	Validação intralaboratorial	0,30%	As duas abordagens estimaram valores similares de incerteza-padrão. Nesse caso, o fato dos ensaios interlaboratoriais utilizarem a mesma técnica, além da amostra utilizada ser muito similar às amostras de material de referência certificado utilizados durante a rotina pode ter colaborado para esse resultado.
		Validação interlaboratorial	0,31%	
Estimação da incerteza de medição com foco na amostragem na determinação de cádmio e fósforo em solo de agricultura, utilizando as técnicas de espectrometria de absorção atômica para o cádmio e fotometria para o fósforo.	Estimation of measurement uncertainty arising from sampling (example A6), Eurachem/Eurolab/CITAC/Nordtest Guide (publication expected 2007) Kurfürst, U. (Ed.), Solid Sample Analysis – Direct and Slurry Sampling using GF-AAS and ETV-ICP, Springer Verlag Heidelberg, New York 1998	Modelo matemático	Cd: 9,1% (relativa) P: 11% (relativa)	As duas abordagens geraram estimativas similares, porém a abordagem do modelo matemático permite identificar pontos de melhoria, como por exemplo no ensaio do fósforo, cujas contribuições do procedimento analítico foram mais pronunciadas do que àquelas associadas à amostragem.
		Validação intralaboratorial	Cd: 7,7 % (relativa) P: 12 % (relativa)	

Fonte: Adaptado de (44).

Anexo 2. MMQUP para os dados agrupados da amostra PP-100 (para os dados de tensão x deformação).

n	xi	ym	s(yi)
5	0,001714	1,190	0,3659
6	0,002304	1,834	0,5665
7	0,002871	2,471	0,7660
8	0,003416	3,058	0,9504
9	0,003946	3,619	1,141
10	0,004464	4,154	1,320
11	0,004974	4,645	1,474
12	0,005479	5,138	1,639
13	0,005980	5,640	1,822
14	0,006480	6,094	1,997
15	0,006978	6,533	2,136
16	0,007475	7,014	2,278
17	0,007972	7,471	2,428

SOMA
MÉDIA

Variância	Peso			Estimação dos parâmetros							Resíduos				
	s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²)m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xwm)	(yi-ywm)	wi*(xi-xwm)^2	wi*(yi-ywm)^2	wi*(xi-xwm)*(yi-ywm)	Ycalculado	yi-Ycalculado	wi(yi-Ycalculado) ²	residuo normalizado
0,1339	7,470	97,11	5,813	0,009964	6,920	-0,001059	-1,126	6,519E-06	7,370	6,932E-03	1,220	-0,02977	0,005153	-0,2224	
0,3209	3,116	40,51	2,425	0,005587	4,449	-0,0004694	-0,4820	5,343E-07	0,5634	5,487E-04	1,831	0,00385	0,000036	0,01199	
0,5868	1,704	22,15	1,326	0,003807	3,277	0,00009768	0,1546	1,265E-08	0,0317	2,003E-05	2,418	0,05349	0,003794	0,09115	
0,9032	1,107	14,39	0,8616	0,002944	2,635	0,0006433	0,7418	3,566E-07	0,4742	4,112E-04	2,982	0,07594	0,004969	0,08408	
1,301	0,7685	9,991	0,5981	0,002360	2,164	0,001172	1,302	8,222E-07	1,014	9,131E-04	3,530	0,08856	0,004691	0,06806	
1,744	0,5735	7,456	0,4463	0,001992	1,854	0,001690	1,838	1,275E-06	1,508	1,387E-03	4,066	0,08826	0,003477	0,05062	
2,174	0,4600	5,980	0,3580	0,001780	1,663	0,002200	2,329	1,733E-06	1,942	1,834E-03	4,594	0,05119	0,000938	0,02355	
2,687	0,3721	4,838	0,2896	0,001587	1,488	0,002706	2,822	2,120E-06	2,306	2,211E-03	5,117	0,02092	0,000127	0,00778	
3,318	0,3014	3,918	0,2345	0,001403	1,323	0,003207	3,324	2,412E-06	2,591	2,500E-03	5,636	0,00417	0,000004	0,00126	
3,988	0,2508	3,260	0,1951	0,001264	1,189	0,003707	3,777	2,681E-06	2,784	2,732E-03	6,153	-0,05979	0,000698	-0,01499	
4,564	0,2191	2,848	0,1705	0,001190	1,114	0,004205	4,216	3,015E-06	3,031	3,023E-03	6,669	-0,13633	0,003169	-0,02987	
5,192	0,1926	2,504	0,1499	0,001121	1,051	0,004702	4,697	3,314E-06	3,308	3,311E-03	7,184	-0,16993	0,004329	-0,03273	
5,894	0,1697	2,206	0,1320	0,001053	0,9864	0,005199	5,154	3,568E-06	3,508	3,538E-03	7,698	-0,22685	0,006794	-0,03849	
32,81	16,71	217,2	13,00	0,036051	30,11	0,0280	28,75	2,8365E-05	30,43	0,02936			0,03818		
2,524				0,002773	2,316										

RESULTADO	SOMA	2,802E-05			desvio padrão residual (sx/y)	0,05891	t(0,05)	±
	N	13	INCLINAÇÃO	1,035 ±24	desvio padrão de a	0,05856	2,201	0,1289
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO	-0,5542 ±0,1289	desvio padrão de b	11	2,201	24
					r	0,9987		

Anexo 3. MMQUO para os dados agrupados da amostra PP-100 (para dos dados de tensão x deformação).

n	xi	ym	s(yi)	Variância	Peso				Estimação dos parâmetros				Resíduos					
				s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²)m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xwm)	(yi-ywm)	wi*(xi-xwm) ²	wi*(yi-ywm) ²	wi*(xi-xwm)*(yi-ywm)	Ycalculado	yi-Ycalculado	wi(yi-Ycalculado) ²	resíduo normalizado
5	0,001714	1,190	0,3659	1,000	1,000	13,00	1,000	0,001714	1,190	-3,213E-03	-3,337	1,032E-05	11,14	1,072E-02	1,317	-0,1267	0,01606	-0,1267
6	0,002304	1,834	0,5665	1,000	1,000	13,00	1,000	0,002304	1,834	-2,623E-03	-2,693	6,882E-06	7,255	7,066E-03	1,906	-0,07198	0,00518	-0,07198
7	0,002871	2,471	0,7660	1,000	1,000	13,00	1,000	0,002871	2,471	-2,056E-03	-2,057	4,228E-06	4,231	4,229E-03	2,473	-0,00202	0,00000	-0,00202
8	0,003416	3,058	0,9504	1,000	1,000	13,00	1,000	0,003416	3,058	-1,511E-03	-1,470	2,282E-06	2,160	2,220E-03	3,018	0,03998	0,00160	0,03998
9	0,003946	3,619	1,141	1,000	1,000	13,00	1,000	0,003946	3,619	-9,815E-04	-0,909	9,633E-07	0,8267	8,924E-04	3,547	0,07157	0,00512	0,07157
10	0,004464	4,154	1,320	1,000	1,000	13,00	1,000	0,004464	4,154	-4,636E-04	-0,373	2,149E-07	0,1395	1,732E-04	4,065	0,08982	0,00807	0,08982
11	0,004974	4,645	1,474	1,000	1,000	13,00	1,000	0,004974	4,645	4,647E-05	0,117	2,160E-09	0,0138	5,459E-06	4,574	0,07103	0,00505	0,07103
12	0,005479	5,138	1,639	1,000	1,000	13,00	1,000	0,005479	5,138	5,518E-04	0,610	3,045E-07	0,3725	3,368E-04	5,079	0,05887	0,00347	0,05887
13	0,005980	5,640	1,822	1,000	1,000	13,00	1,000	0,005980	5,640	1,053E-03	1,113	1,109E-06	1,238	1,172E-03	5,580	0,06009	0,00361	0,06009
14	0,006480	6,094	1,997	1,000	1,000	13,00	1,000	0,006480	6,094	1,553E-03	1,566	2,411E-06	2,452	2,431E-03	6,080	0,01403	0,00020	0,01403
15	0,006978	6,533	2,136	1,000	1,000	13,00	1,000	0,006978	6,533	2,051E-03	2,005	4,206E-06	4,020	4,112E-03	6,577	-0,04465	0,00199	-0,04465
16	0,007475	7,014	2,278	1,000	1,000	13,00	1,000	0,007475	7,014	2,548E-03	2,486	6,493E-06	6,180	6,335E-03	7,074	-0,06044	0,00365	-0,06044
17	0,007972	7,471	2,428	1,000	1,000	13,00	1,000	0,007972	7,471	3,045E-03	2,943	9,270E-06	8,661	8,961E-03	7,570	-0,09957	0,00991	-0,09957
SOMA				13,00	13,00	169,0	13,00	0,06405	58,86	-5,204E-18	-5,329E-15	4,869E-05	48,69	4,866E-02			0,06392	
MÉDIA				1,000				0,004927	4,528									

RESULTADO	SOMA	2,802E-05	INCLINAÇÃO		999,3 ±24,04	desvio padrão residual (sx/y)		0,07623	t(0,05,5) ±		2,201	0,1273
	N	13	INTERCEPTO		-0,3958 ±0,1273	desvio padrão de a		0,05783			2,201	24,04
	GL(N-2)	11				desvio padrão de b		10,92				
							r		0,9987			

Anexo 4. MMQP para os dados 1-2 da amostra PP-100 (para os dados de tensão x deformação).

n	xi	ym	s(yi)
5	0,001689	0,8734	0,1014
6	0,002244	1,308	0,1527
7	0,002796	1,765	0,2158
8	0,003328	2,188	0,2836
9	0,003843	2,579	0,3589
10	0,004347	2,955	0,4380
11	0,004844	3,307	0,5125
12	0,005336	3,654	0,5913
13	0,005825	3,994	0,6748
14	0,006311	4,292	0,7619
15	0,006796	4,606	0,8326
16	0,007281	4,958	0,8896
17	0,007764	5,277	0,9357

Variância	Peso			Estimação dos parâmetros								Resíduos			
	s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²)m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xwm)	(yi-ywm)	wi*(xi-xwm)^2	wi*(yi-ywm)^2	wi*(xi-xwm)*(yi-ywm)	Ycalculado	yi-Ycalculado	wi(yi-Ycalculado) ²	resíduo normalizado
0,01029	97,22	1264	6,274	1,060E-02	5,480	-7,914E-04	-0,6144	3,929E-06	2,369	3,051E-03	0,8901	-0,01668	1,745E-03	-1,621	
0,02331	42,89	557,6	2,768	6,212E-03	3,621	-2,363E-04	-0,1800	1,546E-07	0,08970	1,178E-04	1,309	-0,001483	6,089E-06	-0,06361	
0,04658	21,47	279,1	1,386	3,875E-03	2,446	3,161E-04	0,2773	1,384E-07	0,1066	1,214E-04	1,727	0,03857	2,061E-03	0,8281	
0,08043	12,43	161,6	0,8024	2,670E-03	1,756	8,473E-04	0,7006	5,760E-07	0,3938	4,763E-04	2,128	0,06063	2,950E-03	0,7538	
0,1288	7,765	100,9	0,5011	1,926E-03	1,293	1,363E-03	1,091	9,305E-07	0,5969	7,453E-04	2,517	0,06209	1,932E-03	0,4821	
0,1918	5,214	67,78	0,3365	1,463E-03	0,9945	1,867E-03	1,468	1,173E-06	0,7248	9,221E-04	2,898	0,05728	1,104E-03	0,2987	
0,2627	3,807	49,49	0,2457	1,190E-03	0,8125	2,364E-03	1,819	1,373E-06	0,8131	1,057E-03	3,273	0,03369	2,788E-04	0,1282	
0,3497	2,860	37,18	0,1846	9,849E-04	0,6744	2,856E-03	2,166	1,505E-06	0,8661	1,142E-03	3,645	0,00909	1,525E-05	0,0260	
0,4554	2,196	28,55	0,1417	8,255E-04	0,5660	3,344E-03	2,506	1,585E-06	0,8899	1,188E-03	4,014	-0,02038	5,888E-05	-0,04476	
0,5805	1,723	22,40	0,1112	7,017E-04	0,4772	3,831E-03	2,804	1,632E-06	0,8741	1,194E-03	4,381	-0,08969	8,944E-04	-0,1545	
0,6932	1,442	18,75	0,09310	6,327E-04	0,4288	4,316E-03	3,118	1,734E-06	0,9051	1,253E-03	4,748	-0,1420	1,877E-03	-0,2048	
0,7914	1,264	16,43	0,08156	5,938E-04	0,4043	4,800E-03	3,470	1,879E-06	0,9820	1,359E-03	5,114	-0,1558	1,981E-03	-0,1969	
0,8756	1,142	14,85	0,07371	5,723E-04	0,3890	5,284E-03	3,789	2,058E-06	1,058	1,476E-03	5,479	-0,2021	3,011E-03	-0,2308	
4,490	201	2.619	13,00	3,224E-02	19,34	3,016E-02	22,41	1,867E-05	10,67	1,410E-02			0,01791		
0,3454				2,480E-03	1,488										

SOMA
MÉDIA

RESULTADO	SOMA	2,659E-05			desvio padrão residual (sx/y)	0,04036	t _(0,05;S)	±		
	N	13	INCLINAÇÃO		755,3	±20,6	desvio padrão de a	0,04816	2,201	0,1060
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO		-0,3856	±0,106	desvio padrão de b	9,3	2,201	20,6
							r	0,9983		

Anexo 5. MMQUP para os dados 3-4 da amostra PP-100 (para os dados de tensão x deformação).

n	xi	ym	s(yi)	Variância				Peso					estimação dos parâmetros						Resíduos			
				s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²)m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xwm)	(yi-ywm)	wi*(xi-xwm)^2	wi*(yi-ywm)^2	wi*(xi-xwm)*(yi-ywm)	Ycalculado	yi-Ycalculado	wi(yi-Ycalculado) ²	residuo normalizado				
5	0,001759	1,532	0,1114	0,01241	80,60	1047,8	7,168	1,261E-02	10,99	-8,189E-04	-1,095	4,808E-06	8,589	6,426E-03	1,557	-0,02472	4,380E-03	-1,992				
6	0,002364	2,361	0,1950	0,03801	26,31	342,0	2,340	5,531E-03	5,524	-2,139E-04	-0,2661	1,071E-07	0,1657	1,332E-04	2,348	0,01341	4,211E-04	0,3529				
7	0,002945	3,177	0,2916	0,08506	11,76	152,8	1,046	3,080E-03	3,322	3,678E-04	0,5498	1,414E-07	0,3161	2,114E-04	3,107	0,06938	5,033E-03	0,8157				
8	0,003505	3,928	0,3809	0,1451	6,892	89,59	0,6129	2,149E-03	2,408	9,278E-04	1,301	5,276E-07	1,037	7,398E-04	3,839	0,08891	4,845E-03	0,6128				
9	0,004048	4,658	0,4662	0,2173	4,602	59,82	0,4093	1,657E-03	1,906	1,471E-03	2,031	8,853E-07	1,688	1,223E-03	4,548	0,1096	4,914E-03	0,5042				
10	0,004580	5,353	0,5430	0,2948	3,392	44,10	0,3017	1,382E-03	1,615	2,002E-03	2,726	1,209E-06	2,242	1,647E-03	5,242	0,1108	3,704E-03	0,3759				
11	0,005103	5,984	0,5890	0,3469	2,882	37,47	0,2564	1,308E-03	1,534	2,525E-03	3,357	1,635E-06	2,888	2,173E-03	5,926	0,05720	8,388E-04	0,1649				
12	0,005622	6,622	0,6551	0,4291	2,330	30,29	0,2072	1,165E-03	1,372	3,044E-03	3,995	1,920E-06	3,308	2,520E-03	6,604	0,01818	6,851E-05	0,0424				
13	0,006136	7,287	0,7230	0,5227	1,913	24,87	0,1701	1,044E-03	1,240	3,559E-03	4,660	2,154E-06	3,695	2,822E-03	7,276	0,01128	2,164E-05	0,0216				
14	0,006649	7,896	0,7892	0,6228	1,606	20,87	0,1428	9,495E-04	1,127	4,071E-03	5,269	2,367E-06	3,964	3,063E-03	7,946	-0,05038	3,625E-04	-0,0809				
15	0,007160	8,460	0,8309	0,6903	1,449	18,83	0,1288	9,224E-04	1,090	4,582E-03	5,833	2,705E-06	4,383	3,443E-03	8,614	-0,1541	3,058E-03	-0,2232				
16	0,007670	9,070	0,8806	0,7755	1,290	16,76	0,1147	8,797E-04	1,040	5,092E-03	6,443	2,974E-06	4,760	3,763E-03	9,280	-0,2103	5,070E-03	-0,2711				
17	0,008180	9,665	0,9329	0,8702	1,149	14,94	0,1022	8,360E-04	0,9877	5,602E-03	7,038	3,207E-06	5,062	4,029E-03	9,946	-0,2809	8,061E-03	-0,3227				
SOMA				5,050	146,2	1900	13,00	3,351E-02	34,15	3,221E-02	41,84	2,464E-05	42,10	3,219E-02			4,078E-02					
MÉDIA				0,3885				2,578E-03	2,627													

RESULTADO	SOMA	2,950E-05			desvio padrão residual (sx/y)	0,06089	t _(0,05,5)	±		
	N	13	INCLINAÇÃO		1,306	±27	desvio padrão de a	0,06662	2,201	0,1466
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO		-0,7405	±0,1466	desvio padrão de b	12	2,201	27
							r	0,9990		

Anexo 7. MMQP para os dados da amostra INTL-29 (para os dados de força x deformação).

n	xi	y(força)	s(yi) força	Variância				Peso					Estimação dos parâmetros					Resíduos			
				s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²) _m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xw _m)	(yi-yw _m)	wi*(xi-xw _m) ²	wi*(yi-yw _m) ²	wi*(xi-xw _m)*(yi-yw _m)	Y _{calculado}	Yi-Y _{calculado}	wi*(Yi-Y _{calculado}) ²	resíduo normalizado			
5	0,001649	1,950E-06	2,775E-07	7,700E-14	1,299E+13	1,688E+14	6,453E+00	1,064E-02	1,258E-05	-9,499E-04	-1,448E-06	5,823E-06	1,353E-11	8,877E-09	2,003E-06	-5,325E-08	1,830E-14	-6,915E+05			
6	0,002218	2,820E-06	4,712E-07	2,220E-13	4,505E+12	5,856E+13	2,238E+00	4,964E-03	6,312E-06	-3,813E-04	-5,781E-07	3,254E-07	7,481E-13	4,934E-10	2,838E-06	-1,820E-08	7,418E-16	-8,200E+04			
7	0,002763	3,760E-06	6,731E-07	4,530E-13	2,208E+12	2,870E+13	1,097E+00	3,031E-03	4,124E-06	1,645E-04	3,619E-07	2,968E-08	1,436E-13	6,530E-11	3,640E-06	1,203E-07	1,588E-14	2,656E+05			
8	0,003290	4,620E-06	8,106E-07	6,570E-13	1,522E+12	1,979E+13	7,563E-01	2,488E-03	3,494E-06	6,907E-04	1,222E-06	3,608E-07	1,129E-12	6,383E-10	4,412E-06	2,076E-07	3,260E-14	3,160E+05			
9	0,003800	5,400E-06	9,192E-07	8,450E-13	1,183E+12	1,538E+13	5,881E-01	2,235E-03	3,176E-06	1,201E-03	2,002E-06	8,489E-07	2,357E-12	1,414E-09	5,162E-06	2,375E-07	3,318E-14	2,811E+05			
10	0,004299	6,120E-06	1,080E-06	1,167E-12	8,569E+11	1,114E+13	4,258E-01	1,831E-03	2,606E-06	1,700E-03	2,722E-06	1,231E-06	3,155E-12	1,971E-09	5,895E-06	2,251E-07	2,157E-14	1,929E+05			
11	0,004791	6,760E-06	1,230E-06	1,513E-12	6,609E+11	8,592E+12	3,284E-01	1,574E-03	2,220E-06	2,192E-03	3,362E-06	1,579E-06	3,712E-12	2,421E-09	6,618E-06	1,423E-07	6,652E-15	9,406E+04			
12	0,005279	7,440E-06	1,415E-06	2,003E-12	4,993E+11	6,490E+12	2,481E-01	1,310E-03	1,846E-06	2,680E-03	4,042E-06	1,781E-06	4,053E-12	2,687E-09	7,333E-06	1,069E-07	2,835E-15	5,337E+04			
13	0,005762	8,080E-06	1,502E-06	2,257E-12	4,431E+11	5,760E+12	2,202E-01	1,269E-03	1,779E-06	3,163E-03	4,682E-06	2,203E-06	4,826E-12	3,261E-09	8,043E-06	3,676E-08	2,974E-16	1,629E+04			
14	0,006244	8,600E-06	1,614E-06	2,605E-12	3,839E+11	4,990E+12	1,908E-01	1,191E-03	1,640E-06	3,645E-03	5,202E-06	2,534E-06	5,162E-12	3,617E-09	8,751E-06	-1,507E-07	4,334E-15	-5,787E+04			
15	0,006724	9,120E-06	1,721E-06	2,962E-12	3,376E+11	4,389E+12	1,678E-01	1,128E-03	1,530E-06	4,125E-03	5,722E-06	2,855E-06	5,493E-12	3,960E-09	9,456E-06	-3,362E-07	1,896E-14	-1,135E+05			
16	0,007204	9,760E-06	1,823E-06	3,323E-12	3,009E+11	3,912E+12	1,495E-01	1,077E-03	1,459E-06	4,605E-03	6,362E-06	3,171E-06	6,052E-12	4,381E-09	1,016E-05	-3,999E-07	2,391E-14	-1,203E+05			
17	0,007682	1,030E-05	1,909E-06	3,645E-12	2,743E+11	3,567E+12	1,363E-01	1,047E-03	1,404E-06	5,083E-03	6,902E-06	3,522E-06	6,494E-12	4,782E-09	1,086E-05	-5,618E-07	4,302E-14	-1,541E+05			
SOMA				2,173E-11	2,616E+13	3,401E+14	1,300E+01	3,379E-02	4,277E-05	2,792E-02	4,055E-05	2,626E-05	5,686E-11	3,857E-08			2,223E-13				
MÉDIA				1,671E-12				2,60E-03	3,40E-06												

RESULTADOS	SOMA	2,601E-05			desvio padrão residual (sx/y)	1,42156E-07	t _(0,05)	±		
	N	13	INCLINAÇÃO		0,001468	±0,000061	desvio padrão de a	1,41E-07	2,201	3,114E-07
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO		-4,182E-07	±0	desvio padrão de b	0,00002774	2,201	0,00006105
							r	0,9961		

Anexo 8. MMQP para os dados da amostra PPADT-1 (para os dados de força x deformação).

n	xi	y(força)	s(yi) força
5	0,001795	3,022E-06	4,881E-07
6	0,002444	4,840E-06	4,881E-07
7	0,003029	6,470E-06	4,923E-07
8	0,003593	7,960E-06	5,358E-07
9	0,004140	9,440E-06	5,873E-07
10	0,004676	1,085E-05	6,852E-07
11	0,005204	1,212E-05	7,871E-07
12	0,005728	1,338E-05	8,548E-07
13	0,006248	1,467E-05	9,166E-07
14	0,006766	1,583E-05	1,003E-06
15	0,007282	1,700E-05	1,101E-06
16	0,007797	1,818E-05	1,176E-06
17	0,008313	1,935E-05	1,269E-06

SOMA
MÉDIA

Variância	Peso				Estimação dos parâmetros							Resíduos			
	s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²) _i	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xw _m)	(yi-yw _m)	wi*(xi-xw _m) ²	wi*(yi-yw _m) ²	wi*(xi-xw _m)*(yi-yw _m)	Y _{calculado}	yi-Y _{calculado}	wi(yi-Y _{calculado}) ²	resíduo normalizado
2,382E-13	4,198E+12	5,457E+13	1,924E+00	3,453E-03	5,813E-06	-2,283E-03	-5,995E-06	1,003E-05	6,913E-11	2,633E-08	3,202E-06	-1,799E-07	6,227E-14	-7,553E+05	
2,382E-13	4,198E+12	5,457E+13	1,924E+00	4,701E-03	9,310E-06	-1,635E-03	-4,177E-06	5,140E-06	3,356E-11	1,313E-08	4,854E-06	-1,407E-08	3,809E-16	-5,907E+04	
2,423E-13	4,127E+12	5,365E+13	1,891E+00	5,727E-03	1,223E-05	-1,050E-03	-2,547E-06	2,083E-06	1,227E-11	5,056E-09	6,344E-06	1,259E-07	2,998E-14	5,196E+05	
2,871E-13	3,483E+12	4,528E+13	1,596E+00	5,734E-03	1,270E-05	-4,859E-04	-1,057E-06	3,767E-07	1,784E-12	8,197E-10	7,780E-06	1,801E-07	5,179E-14	6,274E+05	
3,449E-13	2,899E+12	3,769E+13	1,329E+00	5,500E-03	1,254E-05	6,104E-05	4,228E-07	4,950E-09	2,376E-13	3,429E-11	9,173E-06	2,674E-07	9,500E-14	7,753E+05	
4,694E-13	2,130E+12	2,769E+13	9,761E-01	4,564E-03	1,059E-05	5,969E-04	1,833E-06	3,478E-07	3,279E-12	1,068E-09	1,054E-05	3,127E-07	9,543E-14	6,661E+05	
6,196E-13	1,614E+12	2,098E+13	7,396E-01	3,849E-03	8,964E-06	1,126E-03	3,103E-06	9,369E-07	7,121E-12	2,583E-09	1,188E-05	2,365E-07	4,138E-14	3,818E+05	
7,307E-13	1,369E+12	1,779E+13	6,271E-01	3,592E-03	8,391E-06	1,649E-03	4,363E-06	1,705E-06	1,194E-11	4,512E-09	1,322E-05	1,637E-07	1,680E-14	2,240E+05	
8,401E-13	1,190E+12	1,547E+13	5,454E-01	3,408E-03	8,001E-06	2,169E-03	5,653E-06	2,566E-06	1,743E-11	6,688E-09	1,454E-05	1,292E-07	9,101E-15	1,538E+05	
1,007E-12	9,933E+11	1,291E+13	4,551E-01	3,079E-03	7,205E-06	2,687E-03	6,813E-06	3,286E-06	2,113E-11	8,332E-09	1,586E-05	-2,997E-08	4,087E-16	-2,976E+04	
1,211E-12	8,257E+11	1,073E+13	3,783E-01	2,755E-03	6,432E-06	3,203E-03	7,983E-06	3,882E-06	2,411E-11	9,674E-09	1,717E-05	-1,743E-07	1,149E-14	-1,439E+05	
1,384E-12	7,225E+11	9,393E+12	3,311E-01	2,582E-03	6,019E-06	3,719E-03	9,163E-06	4,579E-06	2,780E-11	1,128E-08	1,849E-05	-3,073E-07	3,126E-14	-2,220E+05	
1,609E-12	6,213E+11	8,077E+12	2,847E-01	2,367E-03	5,509E-06	4,234E-03	1,033E-05	5,104E-06	3,040E-11	1,246E-08	1,980E-05	-4,493E-07	5,747E-14	-2,792E+05	
9,222E-12	2,837E+13	3,688E+14	1,300E+01	5,131E-02	1,137E-04	1,399E-02	3,589E-05	4,004E-05	2,602E-10	1,020E-07			5,028E-13		
7,094E-13				4,079E-03	9,017E-06										

RESULTADOS	SOMA	3,061E-05			desvio padrão residual (sx/y)	2,138E-07	t _(0,05,9)	±		
	N	13	INCLINAÇÃO		0,002547	±0,0001	desvio padrão de a	0,0000001869	2,201	0,00000041
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO		-0,00000137	±0,00000041	desvio padrão de b	0,00003379	2,201	0,00007436
						r	0,9981			

Anexo 9. MMQP para os dados da amostra PPADT-2 (para os dados de força x deformação).

n	xi	y(força)	s(yi) força	Variância				Peso						Estimação dos parâmetros						Resíduos			
				s ² (yi)	1/s ²	n*(1/s ²)	wi= (n*(1/s ²))/(1/s ²) _m	(xi*wi)	(yi*wi)	(xi-xw _m)	(yi-yw _m)	wi*(xi-xw _m) ²	wi*(yi-yw _m) ²	wi*(xi-xw _m)*(yi-yw _m)	Y _{calculado}	yi-y _{calculado}	wi*(yi-y _{calculado}) ²	resíduo normalizado					
5	0,001710	1,440E-06	2,413E-07	5,822E-14	1,718E+13	2,233E+14	2,375E+00	4,059E-03	3,419E-06	-2,073E-03	-2,567E-06	1,020E-05	1,565E-11	1,264E-08	1,451E-06	-1,084E-08	2,788E-16	-1,861E+05					
6	0,002276	2,150E-06	2,593E-07	6,722E-14	1,488E+13	1,934E+14	2,057E+00	4,681E-03	4,422E-06	-1,506E-03	-1,857E-06	4,665E-06	7,095E-12	5,753E-09	2,150E-06	1,863E-10	7,139E-20	2,772E+03					
7	0,002821	2,850E-06	2,877E-07	8,278E-14	1,208E+13	1,570E+14	1,670E+00	4,711E-03	4,760E-06	-9,618E-04	-1,157E-06	1,545E-06	2,237E-12	1,859E-09	2,821E-06	2,896E-08	1,401E-15	3,499E+05					
8	0,003345	3,540E-06	3,502E-07	1,227E-13	8,152E+12	1,060E+14	1,127E+00	3,770E-03	3,990E-06	-4,374E-04	-4,674E-07	2,156E-07	2,462E-13	2,304E-10	3,468E-06	7,216E-08	5,868E-15	5,882E+05					
9	0,003854	4,190E-06	3,573E-07	1,277E-13	7,833E+12	1,018E+14	1,083E+00	4,173E-03	4,537E-06	7,117E-05	1,826E-07	5,486E-09	3,612E-14	1,408E-11	4,095E-06	9,484E-08	9,741E-15	7,429E+05					
10	0,004352	4,820E-06	3,645E-07	1,329E-13	7,525E+12	9,783E+13	1,040E+00	4,527E-03	5,014E-06	5,695E-04	8,126E-07	3,374E-07	6,870E-13	4,814E-10	4,710E-06	1,102E-07	1,264E-14	8,295E+05					
11	0,004844	5,410E-06	4,122E-07	1,699E-13	5,886E+12	7,652E+13	8,138E-01	3,942E-03	4,402E-06	1,061E-03	1,403E-06	9,167E-07	1,601E-12	1,211E-09	5,316E-06	9,351E-08	7,116E-15	5,504E+05					
12	0,005330	6,010E-06	4,533E-07	2,054E-13	4,867E+12	6,328E+13	6,729E-01	3,587E-03	4,044E-06	1,548E-03	2,003E-06	1,612E-06	2,699E-12	2,086E-09	5,916E-06	9,358E-08	5,893E-15	4,555E+05					
13	0,005814	6,600E-06	5,077E-07	2,578E-13	3,879E+12	5,043E+13	5,363E-01	3,118E-03	3,540E-06	2,031E-03	2,593E-06	2,213E-06	3,605E-12	2,824E-09	6,513E-06	8,722E-08	4,080E-15	3,384E+05					
14	0,006295	7,120E-06	5,287E-07	2,796E-13	3,577E+12	4,650E+13	4,945E-01	3,113E-03	3,521E-06	2,513E-03	3,113E-06	3,123E-06	4,791E-12	3,868E-09	7,107E-06	1,321E-08	8,626E-17	4,724E+04					
15	0,006776	7,630E-06	5,697E-07	3,246E-13	3,081E+12	4,005E+13	4,260E-01	2,886E-03	3,250E-06	2,993E-03	3,623E-06	3,816E-06	5,590E-12	4,619E-09	7,699E-06	-6,920E-08	2,040E-15	-2,132E+05					
16	0,007254	8,200E-06	5,963E-07	3,556E-13	2,813E+12	3,656E+13	3,888E-01	2,821E-03	3,188E-06	3,472E-03	4,193E-06	4,686E-06	6,835E-12	5,660E-09	8,289E-06	-8,939E-08	3,107E-15	-2,514E+05					
17	0,007732	8,780E-06	6,613E-07	4,373E-13	2,287E+12	2,973E+13	3,161E-01	2,444E-03	2,776E-06	3,950E-03	4,773E-06	4,932E-06	7,201E-12	5,959E-09	8,879E-06	-9,934E-08	3,119E-15	-2,271E+05					
SOMA				2,622E-12	9,403E+13	1,222E+15	1,300E+01	4,783E-02	5,086E-05	1,323E-02	1,664E-05	3,827E-05	5,827E-11	4,720E-08			5,537E-14						
MÉDIA				2,02E-13				3,78E-03	4,01E-06														

RESULTADOS	SOMA	2,651E-05			desvio padrão residual (sx/y)	7,095E-08	t _(0,05,5)	±		
	N	13	INCLINAÇÃO		0,001233	±0,000025	desvio padrão de a	0,00000059	2,201	0,00000013
	GL(N-2)	11	INTERCEPTO		-0,00000066	±0	desvio padrão de b	0,00001147	2,201	0,000025
							r	0,9990		

Anexo 10. Resultados do teste de Shapiro-Wilk para as amostras PP-100, bateladas 1-2 e 3-4.

Ponto da região linear	Média	b	$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$	Estatística D_{SW}	Hipótese nula	Ponto da região linear	Média	b	$\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$	Estatística D_{SW}	Hipótese nula
1-2						3-4					
5	0,8484	0,290	0,093	0,908	aceita	5	1,5324	0,313	0,112	0,879	aceita
6	1,3079	0,440	0,093	0,921	aceita	6	2,3610	0,553	0,112	0,895	aceita
7	1,7652	0,940	0,210	0,940	aceita	7	3,1769	0,905	0,342	0,905	aceita
8	2,1885	0,836	0,419	0,965	aceita	8	3,9280	1,084	0,765	0,900	aceita
9	2,5792	0,953	0,724	0,953	aceita	9	4,6581	0,917	1,306	0,917	aceita
10	2,9555	1,269	1,726	0,933	aceita	10	5,3533	1,564	2,653	0,922	aceita
11	3,6541	1,480	2,364	0,927	aceita	11	6,6222	1,695	3,122	0,920	aceita
12	3,6541	1,710	3,147	0,930	aceita	12	6,6222	1,881	3,862	0,916	aceita
13	3,9936	1,948	4,098	0,926	aceita	13	7,2874	2,086	4,705	0,925	aceita
14	4,2917	2,192	5,224	0,920	aceita	14	7,8956	2,280	5,605	0,928	aceita
15	4,6058	2,393	6,239	0,918	aceita	15	8,4597	2,403	6,213	0,929	aceita
16	4,9579	2,557	7,122	0,918	aceita	16	9,0698	2,548	6,979	0,930	aceita
17	5,27678	2,693	7,122	0,920	aceita	17	9,66494	2,700	6,979	0,931	aceita

Anexo 11. Testes F realizados para comparação entre os métodos de cálculo de incerteza top-down.

Teste-F: duas amostras para variâncias		E= $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$		Bluehill		Bluehill x delta	
		1 a 4	1 e 2	1 a 4	1 e 2	bluehill	delta
Média		1000,041667	720,0017	1007,93	740,11	1007,93	1000,041667
Variância		6010,133561	3855,1	90423,25905	12871,61	90423,25905	6010,133561
Observações		12	12	20	10	20	12
gl		11	11	19	9	19	11
F		1,559008606		7,025015506		15,04513305	
P(F<=f) uni-caudal		0,236689039		0,002550445		0,000026	
F crítico uni-caudal		2,81793047		2,947652047		2,658080103	
Hipótese nula:variâncias iguais	Aceitar			rejeitar		rejeitar	
Podemos considerar que as variâncias são	Estatisticamente iguais			estatisticamente diferentes		estatisticamente diferentes	

Teste-F: duas amostras para variâncias		E= $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$		Bluehill		Bluehill x delta	
		3 e 4	1 a 4	1 a 4	3 e 4	bluehill	delta
Média		1262,408333	1000,042	1007,93	1275,75	740,11	720,0016667
Variância		8717,157197	6010,134	90423,25905	18627,38	12871,60989	3855,09967
Observações		12	12	20	10	10	12
gl		11	11	19	9	9	11
F		1,450409897		4,854320786		3,338852686	
P(F<=f) uni-caudal		0,273880981		0,009844516		0,031809	
F crítico uni-caudal		2,81793047		2,947652047		2,896222761	
Hipótese nula:variâncias iguais	Aceitar			rejeitar		rejeitar	
Podemos considerar que as variâncias são	Estatisticamente iguais			estatisticamente diferentes		estatisticamente diferentes	

Teste-F: duas amostras para variâncias		E= $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$		Bluehill		Bluehill x delta	
		3 e 4	1 e 2	3 e 4	1 e 2	bluehill	delta
Média		1262,408333	720,0017	1275,75	740,11	1275,75	1262,408333
Variância		8717,157197	3855,1	18627,37611	12871,61	18627,37611	8717,157197
Observações		12	12	10	10	10	12
gl		11	11	9	9	9	11
F		2,261201511		1,447167547		2,136863623	
P(F<=f) uni-caudal		0,09588191		0,29536597		0,117507	
F crítico uni-caudal		2,81793047		3,178893104		2,896222761	
hipótese nula:variâncias iguais	aceitar			aceitar		aceitar	
Podemos considerar que as variâncias são	estatisticamente iguais			estatisticamente iguais		estatisticamente iguais	

Anexo 12. Resultados da incerteza de medição pelo procedimento B2 para as amostras PP-100.

Módulo de Elasticidade 1 a 4 970,6 MPa													
Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza					Fatores de conversão			Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: $u(y;xi)$		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão $u(x_i)^2$	Coef. Sens. $(ci)^2$	$u(xi)^2(ci)^2$
Inclinação	b_{wF}	0,002138	0,00	MN	-	-	MN						
Precisão intermediária	u_b	0,0	2,376E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	5,644E-10	2,061E+11	116,3
Área	A	2,203	0,00	mm ²	E-6	2,203E-06	m ²						
Precisão intermediária	u_A	0,00	0,6549	mm ²	E-6	6,549E-07	m ²	A	Normal	1	4,289E-13	1,942E+17	8,33E+04
												U_E	288,8
												U_E	29,8%

Módulo de Elasticidade 1 a 2 784,35 MPa													
Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza					Fatores de conversão			Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: $u(y;xi)$		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão $u(x_i)^2$	Coef. Sens. $(ci)^2$	$u(xi)^2(ci)^2$
Inclinação	b_{wF}	0,002201	0,00	MN	-	-	MN						
Precisão intermediária	u_b	0,0	2,824E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	7,973E-10	1,270E+11	101,3
Área	A	2,806	0,00	mm ²	E-6	2,806E-06	m ²						
Precisão intermediária	u_A	0,00	0,3101	mm ²	E-6	3,101E-07	m ²	A	Normal	1	9,614E-14	7,814E+16	7,51E+03
												U_E	87,3
												U_E	11,1%

Módulo de Elasticidade 3 a 4 1306,70 MPa													
Grandezas de entrada ou de influência - Fontes de incerteza					Fatores de conversão			Função Densidade de probabilidade			Contribuição de incerteza: $u(y;xi)$		
Descrição	Símbolo	Valor	Fonte	unidade	Fator	Valor	Unidade	Tipo	Nome	Divisor k	incerteza padrão $u(x_i)^2$	Coef. Sens. $(ci)^2$	$u(xi)^2(ci)^2$
Inclinação	b_{wF}	0,002090	0,00	MN	-	-	MN						
Precisão intermediária	u_b	0,0	1,954E-05	MN	-	-	MN	A	Normal	1	3,817E-10	3,908E+11	149,2
Área	A	1,600	0,00	mm ²	E-6	1,600E-06	m ²						
Precisão intermediária	u_A	0,00	0,0273	mm ²	E-6	2,726E-08	m ²	A	Normal	1	7,430E-16	6,673E+17	495,80
												U_E	25,4
												U_E	1,9%