

## Uso da incerteza na avaliação da conformidade

Neste folheto, apresentamos o guia Eurachem / CITAC sobre como avaliar a conformidade com uma especificação ou um regulamento

### Introdução

Quando os resultados de ensaio são usados para avaliar a conformidade, i.e. para decidir se as especificações ou regulamentos são satisfeitos, a incerteza de medição dos resultados de ensaio tem de ser tida em conta. Para os casos *i* e *iv* da Figura 1, a avaliação da conformidade é clara - os resultados de medição que incluem o intervalo de incerteza estão nitidamente abaixo ou acima do valor limite. Para os casos *ii* e *iii*, a decisão não é imediata, porque os intervalos de incerteza incluem-se o valor limite. O guia Eurachem/CITAC [1] dá orientações para os casos *ii* e *iii*.

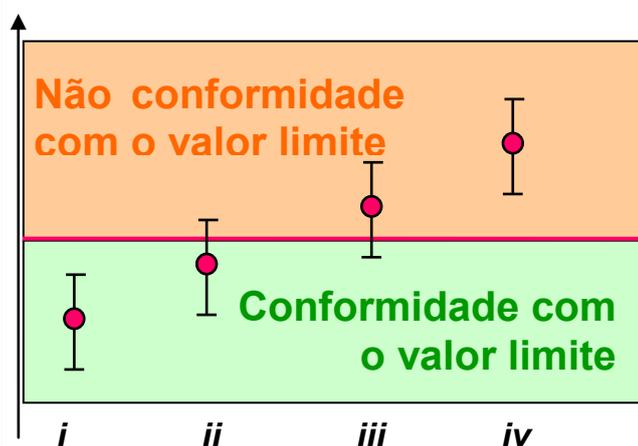


Fig 1- Resultados de ensaios com a incerteza expandida posicionados relativamente a um limite superior.

### Precisamos de zonas de aceitação & rejeição

A fim de avaliar se os resultados dos casos *ii* e *iii* estão conformes com o valor limite, precisamos de uma *regra de decisão* baseada nos riscos associados a uma tomada de decisão errada. Esta *regra de decisão* permite calcular uma *banda de guarda*, *g*, (ver Figura 2), que define uma *zona de aceitação* e uma *zona de rejeição*. Se o resultado de medição estiver dentro da *zona de aceitação*, as especificações são satisfeitas e a *conformidade* é evidenciada. Se o resultado de medição estiver na *zona de rejeição*, a *não conformidade* é evidenciada. A interseção destas duas zonas designa-se por *limite de decisão* (ver Figura 2). Seleciona-se a *banda de guarda* de modo que, para uma medição na zona de aceitação, a probabilidade de falsa aceitação / rejeição seja menor ou igual a um valor de confiança definido,  $\alpha$ .

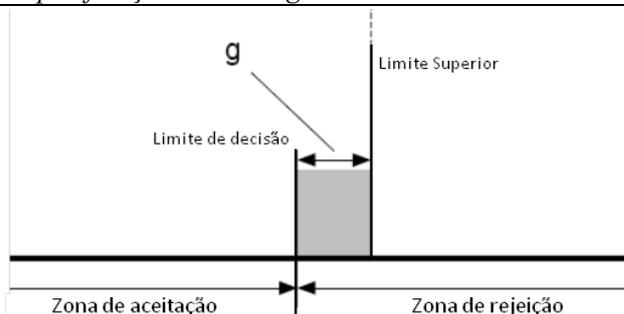


Fig 2 - Banda de guarda (*g*), limite de decisão, zona de aceitação e zona de rejeição baseados numa especificação com limite superior e numa regra de decisão estabelecendo uma elevada confiança na aceitação correta.

### Informações necessárias para a tomada de decisão

As seguintes informações são necessárias para chegar a uma decisão:

- Uma mensuranda claramente especificada;
- Um resultado analítico;
- Uma incerteza - Para uma incerteza expandida, o fator  $k$  e o correspondente nível de confiança devem ser apresentados, e.g.  $k = 2$  para 95 % de confiança;
- Uma especificação que estabelece o/os limites superior e/ou inferior;
- Uma *regra de decisão*.

Calcula-se a *banda de guarda* com base na incerteza e na regra de decisão. O limite de decisão e as *zonas de aceitação e rejeição* são calculados com base na especificação e na *regra de decisão* - ver Figura 2.

### Três exemplos

**Exemplo 1 – caso *ii* da Figura 1, com um limite superior e uma regra de decisão focando numa aceitação correta**

As lamas das estações de tratamento de água podem ser usadas como fertilizantes de solos. O cádmio é um dos metais tóxicos mais problemáticos no ambiente e o respetivo limite superior nas lamas está fixado em  $2 \text{ mg kg}^{-1}$ .

- Mensuranda - fração mássica de cádmio, Cd, num lote entregue a um cliente;
- Resultado analítico – fração mássica de cádmio igual a  $1,82 \text{ mg kg}^{-1}$ ;
- Incerteza –  $U = 0,20 \text{ mg kg}^{-1}$ ,  $k = 2$  (95 %). Incerteza-padrão,  $u = 0,10 \text{ mg kg}^{-1}$ . Esta incerteza inclui a componente da amostragem e a analítica;
- Especificação – Limite superior permitido  $2,0 \text{ mg kg}^{-1}$ .

### Exemplo 1 cont.

- Regra de decisão - *O limite de decisão é a fração mássica a partir da qual se pode decidir, com um nível de confiança de aproximadamente 95 % ( $\alpha = 0,05$ ), que o lote tem uma fração mássica menor que o limite superior;*
- A largura da banda de guarda é calculada por  $1,65 u = 0,165 \text{ mg kg}^{-1}$  - (caso 1 no guia [1] com  $k = 1,65$  que corresponde a um valor de  $t$  unicaudal para um nível de confiança de 95 %) resultando num limite de decisão de  $(2 - 0,165) \text{ mg kg}^{-1} = 1,84 \text{ mg kg}^{-1}$ . Todos os valores medidos menores que o limite de decisão estão na zona de aceitação e os maiores ou iguais na zona de rejeição – ver Figura 2. A amostra de lamas está em conformidade com os requisitos.

### Exemplo 2 – caso iii da Figura 1 – um limite superior e uma regra de decisão focando numa rejeição correta

O limite de decisão pode ser estabelecido para reduzir o risco de se punir um inocente na Justiça. Um exemplo é a medição de álcool (EtOH) no sangue numa amostra retirada a um motorista, na Suécia, que acusou positivo num ensaio de despiste.

- Mensuranda – Fração mássica de EtOH total numa amostra de sangue entregue no laboratório;
- Resultado analítico – fração mássica de EtOH igual a  $0,221 \text{ mg g}^{-1}$ ;
- Incerteza –  $U = 0,013 \text{ mg g}^{-1}$ ,  $k = 2$  (95 %). Incerteza-padrão,  $u = 0,0065 \text{ mg g}^{-1}$ , que inclui a componente da amostragem e a analítica;
- Regulamento – Limite superior permitido de  $0,200 \text{ mg g}^{-1}$ ;
- Regra de decisão – *O limite de decisão é a fração mássica acima da qual se pode decidir, com um nível de confiança de aproximadamente 99,9 % ( $\alpha = 0,001$ ), que o limite permitido foi efetivamente excedido.*
- A largura da banda de guarda é calculada por  $3,10 u = 0,020 \text{ mg g}^{-1}$  - (caso 1 no guia [1] com  $k = 3,10$  que corresponde a um valor de  $t$  unicaudal com um nível de confiança 99,9 %), resultando num limite de decisão de  $(0,200 + 0,020) \text{ mg g}^{-1} = 0,220 \text{ mg g}^{-1}$ . Todos os valores menores que estão na zona de aceitação (i.e. é aceite que não se justifica uma acusação). Todos os valores iguais ou maiores estão na zona de rejeição – ver Figura 3.

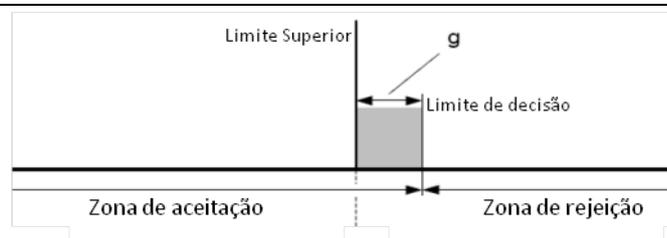


Fig 3 - Banda de guarda ( $g$ ), limite de decisão, zona de aceitação e zona de rejeição baseados numa especificação com limite superior e numa regra de decisão estabelecendo uma elevada confiança na rejeição correta.

### Exemplo 3 - caso ii da Figura 1 - com um limite inferior, um limite superior e uma regra de decisão focando numa aceitação correta

Na produção de aço, o teor de níquel para um tipo de aço inoxidável deve ser entre  $16,0 \text{ cg g}^{-1}$  e  $18,0 \text{ cg g}^{-1}$ .

- Mensuranda – fração mássica de níquel, Ni, num lote de aço entregue a um cliente;
- Resultado analítico – fração mássica de Ni igual a  $16,1 \text{ cg g}^{-1}$ ;
- Incerteza –  $U = 0,2 \text{ cg g}^{-1}$ ,  $k = 2$  (95 %). Incerteza-padrão,  $u = 0,1 \text{ cg g}^{-1}$ , que inclui a componente da amostragem e a analítica;
- Especificação – Limite inferior permitido  $16,0 \text{ cg g}^{-1}$  e limite superior permitido  $18,0 \text{ cg g}^{-1}$ ;
- Regra de decisão – *O limite de decisão é a fração mássica a partir da qual pode ser decidido, com um nível de confiança de aproximadamente 95 % ( $\alpha = 0,05$ ), que o lote tem uma fração mássica entre o limite inferior e o limite superior;*
- Cada largura de banda de guarda é calculada por  $1,65 u = 0,17 \text{ cg g}^{-1}$  (caso 1b no guia [1] com  $k = 1,65$  que corresponde a um valor de  $t$  unicaudal com um nível de confiança de 95 %), resultando nos limites de decisão de  $16,17 \text{ cg g}^{-1}$  e  $17,83 \text{ cg g}^{-1}$ . Todos os valores medidos entre estes limites estão na zona de aceitação – ver Figura 4. O lote de aço entregue não está em conformidade com os requisitos.

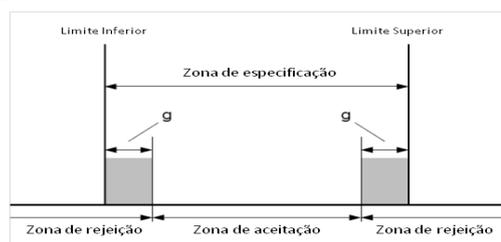


Fig 4 - Bandas de guarda ( $g$ ), limites de decisão, uma zona de aceitação e duas zonas de rejeição estimadas a partir de uma especificação com limite inferior e limite superior e uma regra de decisão estabelecendo uma elevada confiança na aceitação correta.

[1] Eurachem/CITAC Guide Use of uncertainty information in compliance assessment, 2007 [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).

2016-10-27