

GT PRECISÃO

Atuação e resultados

Ana Cristina Oliveira – PUC-Rio (DMAT)

Normas



- ISO 4259 – NBR ISO 4259
- NBR 14597
- ISO 5725 - NBR ISO 5725

O Início - ISO 4259

- TC 28 - Petroleum products and lubricants
 - ISO 4259 - Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test
- ABNT/ONS-34 -PROJETO ABNT 34:000.02-031 – publicação: 24 de outubro de 2008 - Produtos de petróleo -Determinação e aplicação de dados de precisão aos métodos de ensaio
- CE-34:000.02 - Comissão de Combustíveis e Produtos Especiais do ABNT/ONS-34 - Organismo de Normalização Setorial de Petróleo

NBR ISO 4259

- Etapas do planejamento de um programa interlaboratorial para determinação da precisão de um método de ensaio
 - ▣ Preparação de um método de ensaio experimental
 - ▣ Planejamento de um programa piloto com no mínimo dois laboratórios
 - ▣ Planejamento do programa interlaboratorial
 - ▣ Execução do programa interlaboratorial
- Inspeção dos resultados interlaboratoriais quanto à uniformidade e dados aberrantes
 - ▣ Transformação de dados
 - ▣ Testes para os dados aberrantes
 - ▣ Rejeição completa dos dados de uma amostra
 - ▣ Estimativa dos valores rejeitados ou inexistentes
 - ▣ Testes de rejeição para laboratórios discrepantes
 - ▣ Confirmação da transformação escolhida

NBR ISO 4259

- Análise da variância, cálculo e expressão das estimativas da precisão
- Significados da repetitividade (r) e reprodutibilidade (R)
- Especificações
 - Determinação dos limites da especificação em relação à precisão
- Controle da qualidade versus especificações
 - Verificando as margens no fornecedor
 - Verificando as margens no cliente
- Procedimentos em caso de disputa

Revisão: NBR 14597

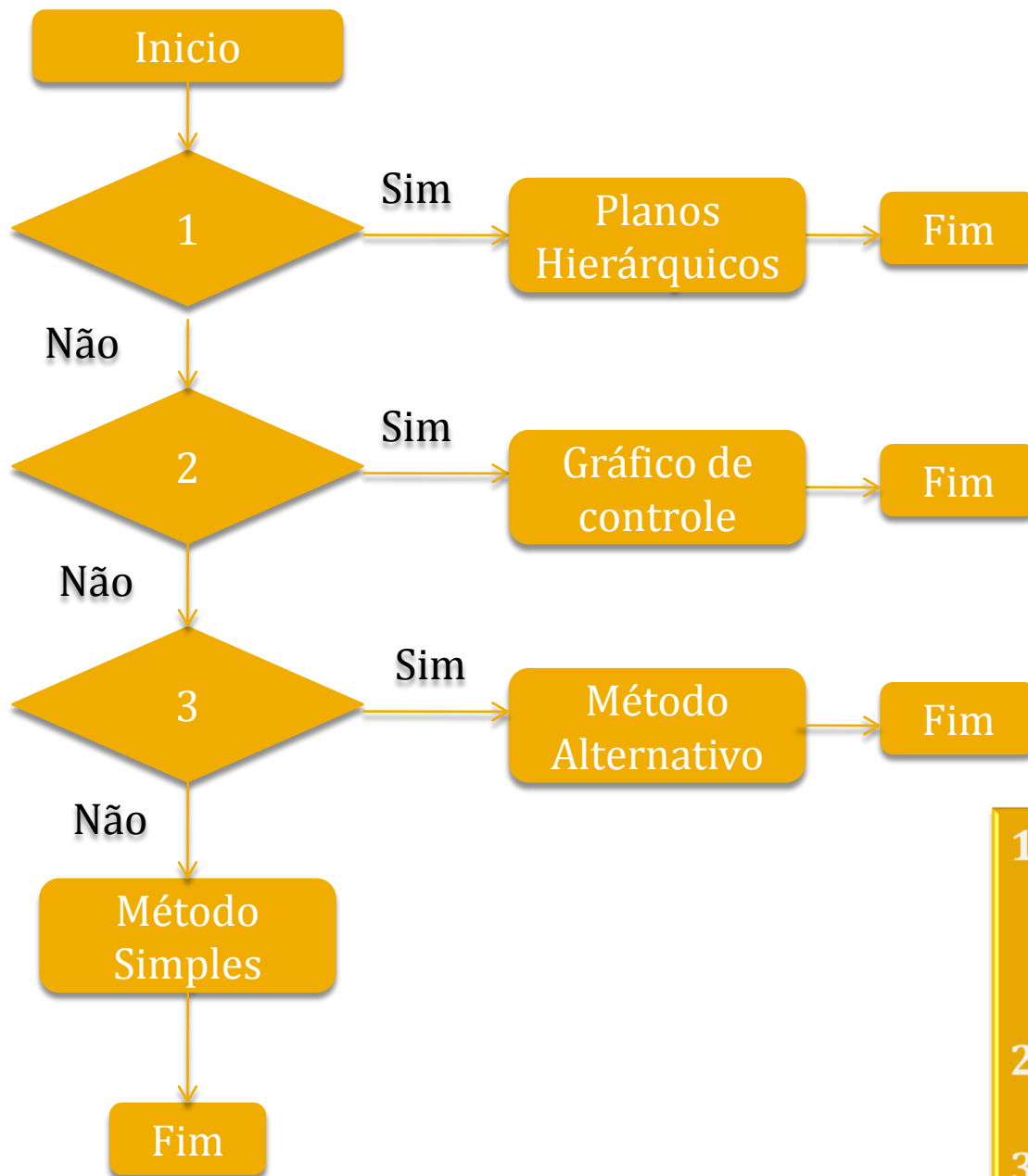
- NBR 14597
- Programa intralaboratorial de métodos analíticos - Determinação da repetitividade e precisão intermediária
- Este 1º Projeto de Revisão foi elaborado pela CEE 83 – Aplicações de Métodos Estatísticos - do ABNT/ONS-34 - Organismo de Normalização Setorial de Petróleo

Revisão: NBR 14597

- Termos e definições
- Considerações preliminares
- Análise de valores extremos
- Planejamento do estudo intralaboratorial
- Expressão, apresentação, aplicação e interpretação dos resultados

A decorative header consisting of a solid blue rectangle on the left and a solid orange rectangle on the right, both spanning the width of the slide.

Planejamentos Propostos



1. Existe interesse em conhecer os diversos fatores que contribuem para a variação?
2. Dispõe-se de gráfico de controle?
3. Deseja-se analisar diferentes amostras?

Método	Objetivo	Aplicação	Vantagens	Desvantagens
<p>Gráfico de controle</p>	<p>Estimar a precisão intermediária</p> <p>Amostra única, com várias determinações ao longo do tempo (exemplo: padrão ou uma amostra com estabilidade e homogeneidade garantidas segundo ISO GUIDE Série 30)</p>	<p>Usado em controle estatístico de processos onde medidas de uma amostra são dispostas em um gráfico em relação ao tempo, acumulando informação suficiente para estimar a variabilidade do sistema.</p>	<p>Conhecimento do controle do processo (inclusive analítico)</p> <p>Não necessita de novo planejamento para obtenção de resultados para estimativa da precisão, quando já implantado</p>	<p>Não mede a contribuição individual dos fatores de variação.</p>

Método	Objetivo	Aplicação	Vantagens	Desvantagens
Método simples	<p>Estimar a precisão intermediária incluindo fatores de variação de forma não balanceada.</p> <p>Amostra única, com várias repetições</p>	<p>Situação em que as medições são obtidas variando-se diversos fatores que podem afetar a precisão</p>	<p>Método rápido e econômico</p> <p>Vários fatores podem ser incluídos no mesmo estudo</p>	<p>Não mede a contribuição individual dos fatores de variação</p>

Método	Objetivo	Aplicação	Vantagens	Desvantagens
Método Alternativo	<p>Estimar a precisão intermediária variando-se as amostras, sendo que em cada uma delas são efetuadas várias medições</p> <p>Várias amostras, com poucas determinações.</p>	<p>Situação em que as medições são obtidas por divisão em subgrupos segundo algum fator de variação</p>	<p>Pode ser utilizado em situações em que não possam ser realizadas muitas análises na mesma amostra por problemas de instabilidade, heterogeneidade, etc.</p> <p>Podem ser usadas amostras de processos produtivos</p>	<p>Não mede a contribuição individual dos fatores de variação</p>

Método	Objetivo	Aplicação	Vantagens	Desvantagens
<p>Plano hierárquico</p>	<p>Estimar a repetitividade e precisão intermediária, medindo-se a contribuição individual dos fatores para a variação total</p> <p>Amostra única</p>	<p>Situação em que se planeja a influência de cada fator de interesse para o estudo da precisão</p>	<p>Isola e mede as contribuições de cada fator para a estimativa da precisão</p>	<p>Dificuldade para administrar o plano</p>

Testes para dados aberrantes

Método estatístico	Avaliação de valores extremos
Gráfico de Controle	Através de critérios para estudos de causas especiais
Método simples	Grubbs
Método alternativo	Grubbs e Cochran
Plano hierárquico	Grubbs e Cochran



EXEMPLO

	Dia	Analista	Resultado mg/kg
1	D1	A	0,3322
2	D2	A	0,3590
3	D3	A	0,3505
4	D4	A	0,3602
5	D5	A	0,3346
6	D6	A	0,3357
7	D1	B	0,3574
8	D2	B	0,3501
9	D3	B	0,3492
10	D4	B	0,3547
11	D5	B	0,3565
12	D6	B	0,3507
13	D1	C	0,3515
14	D2	C	0,3366
15	D3	C	0,3457
16	D4	C	0,3469
17	D5	C	0,3606
18	D6	C	0,3250
19	D1	D	0,3718
20	D2	D	0,3542
21	D3	D	0,3506
22	D4	D	0,3424
23	D5	D	0,3405
24	D6	D	0,3508
	Média		0,3486
	Desvio		0,01065



n = 24 **SHAPIRO WILK**

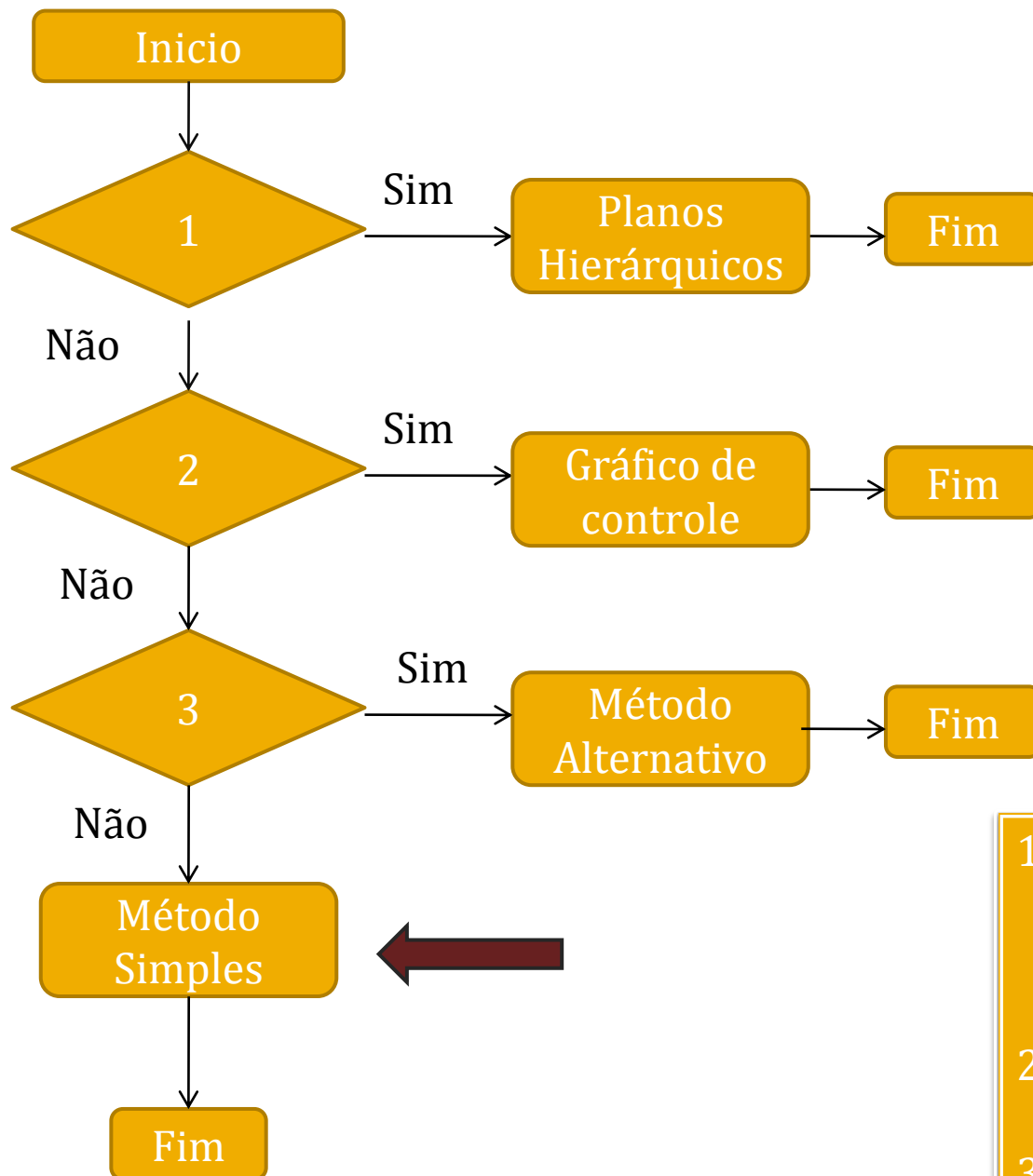
W 0,9727

Threshold (p=0.01) = 0.8840 -->
HO accepted

Threshold (p=0.05) = 0.9160-->
HO accepted

Threshold (p=0.10) = 0.9300 -->
HO accepted

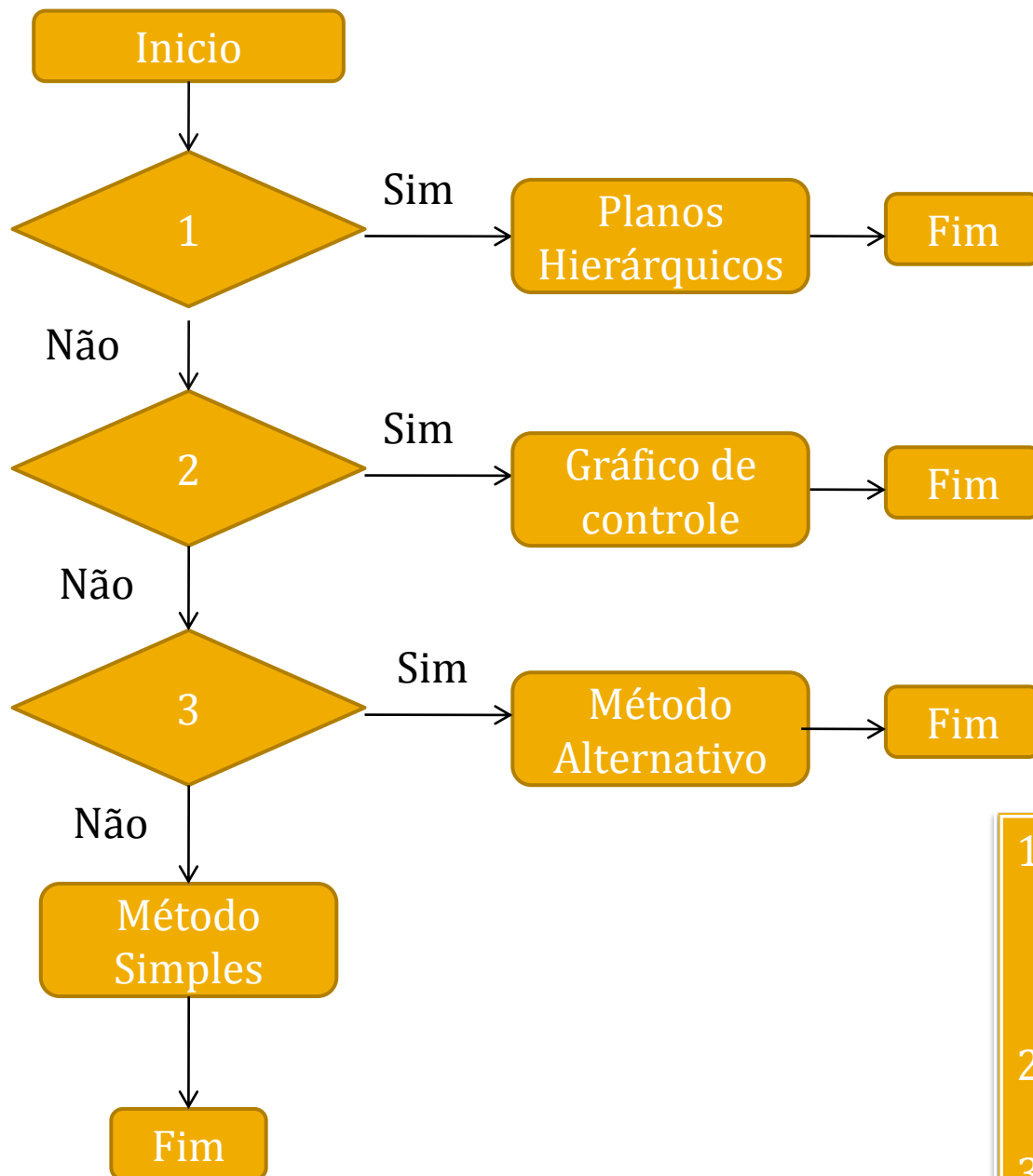
Grubs ok!



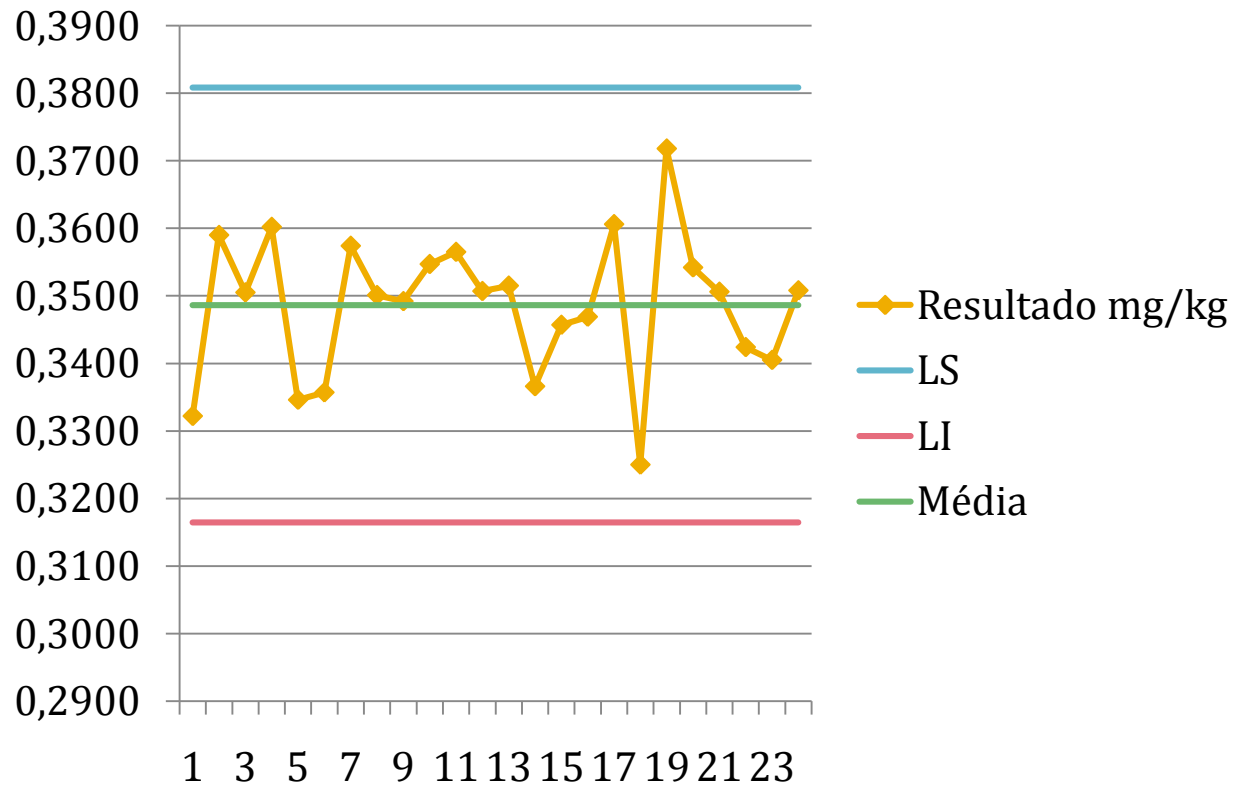
1. Existe interesse em conhecer os diversos fatores que contribuem para a variação?
2. Dispõe-se de gráfico de controle?
3. Deseja-se analisar diferentes amostras?

Método Simples

- período considerado: seis dias;
- fatores que foram variados: técnico;
- número de resultados = 24 (23 graus de liberdade);
- média = 0,348 6 mg/kg;
- desvio-padrão da precisão intermediária = $S_I = 0,010\ 65$ mg/kg;
- limite de precisão intermediária = $I = 0,029\ 5$ mg/kg.
- Interpretação do resultado: Nos casos em que a diferença entre dois resultados, de uma mesma amostra for maior que o limite de precisão intermediária (0,029 5 mg/kg) tem-se a indicação de um desvio no processo de medição, para o nível de concentração estudado.



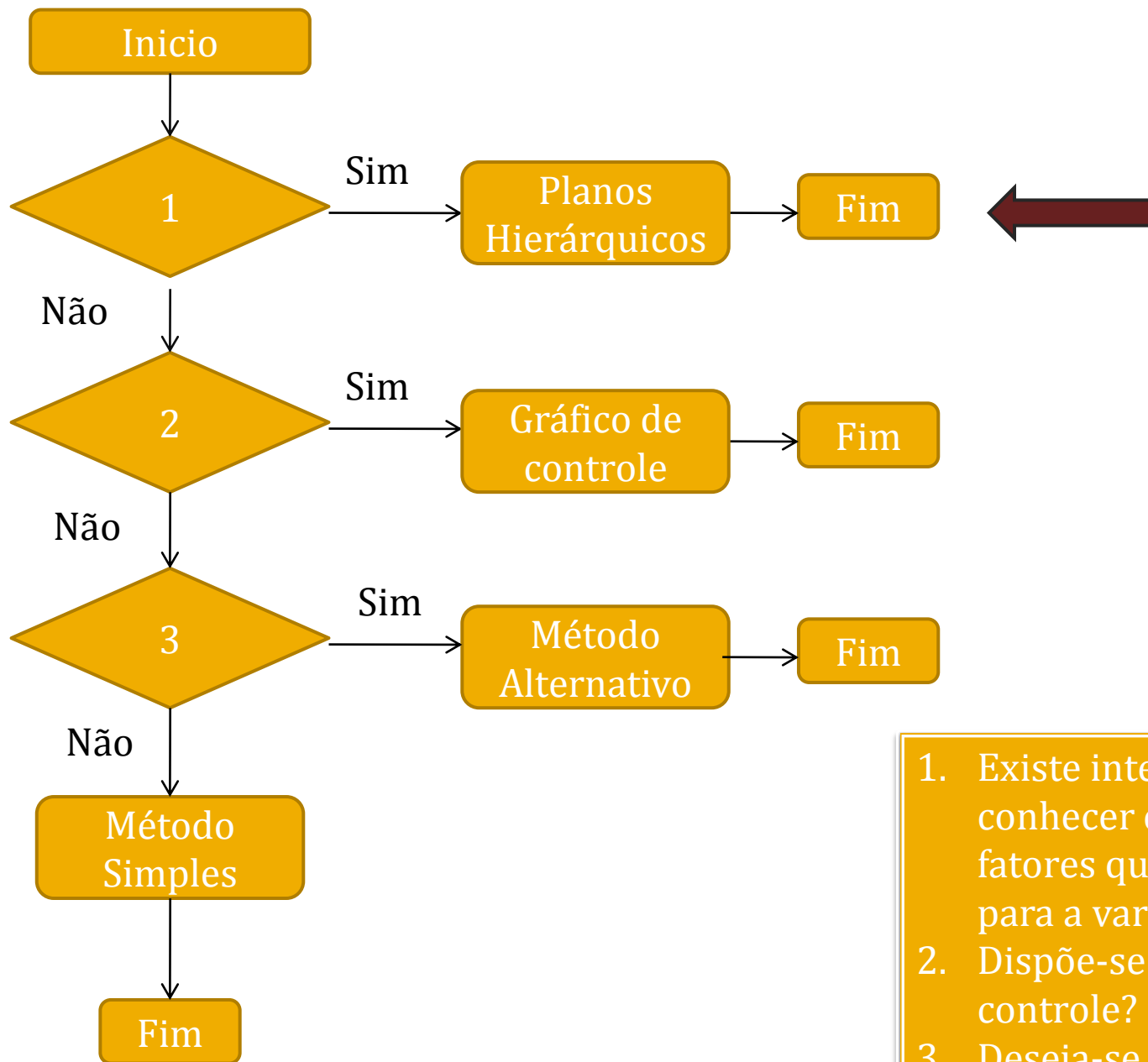
1. Existe interesse em conhecer os diversos fatores que contribuem para a variação?
2. Dispõe-se de gráfico de controle?
3. Deseja-se analisar diferentes amostras?



Dados em seqüência, uma medição a cada 10 dias

Gráfico de Controle (Obs. Individ.)

- período considerado: 35 semanas;
- fatores que foram variados: tempo e técnico;
- número de resultados = 24 (23 graus de liberdade);
- média = 0,348 6 mg/kg;
- desvio-padrão da precisão intermediária = $S_I = 0,010\ 73$ mg/kg;
- limite de precisão intermediária = $I = 0,029\ 7$ mg/kg.
- Interpretação do resultado: Nos casos em que a diferença entre dois resultados, de uma mesma amostra for maior que o limite de precisão intermediária (0,029 7 mg/kg) tem-se a indicação de um desvio no processo de medição, para o nível de concentração estudado.



1. Existe interesse em conhecer os diversos fatores que contribuem para a variação?
2. Dispõe-se de gráfico de controle?
3. Deseja-se analisar diferentes amostras?

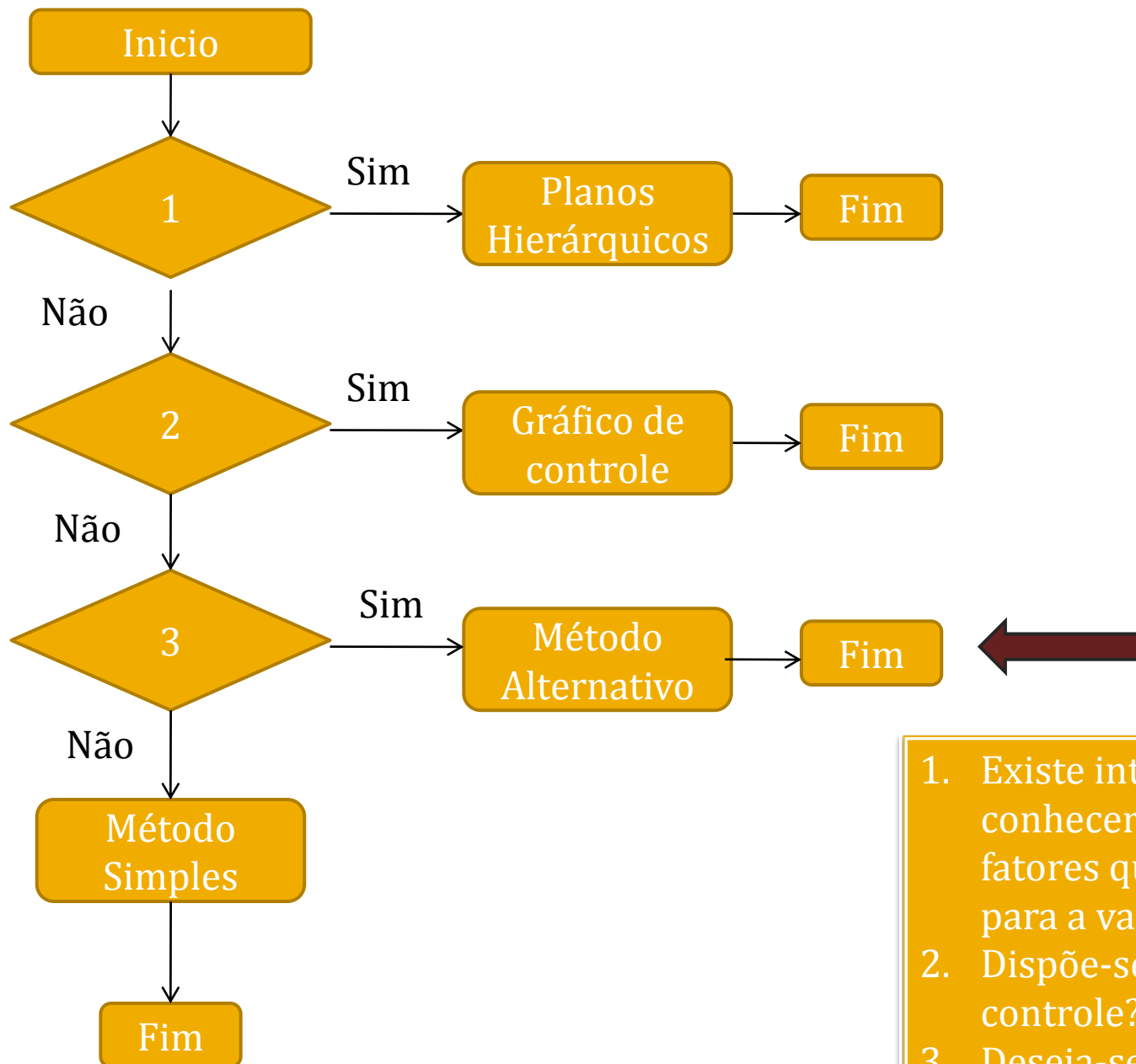
Planejamento com 1 fator

Analista 1	Analista 2	Analista 3	Analista 4
0,3322	0,3574	0,3515	0,3718
0,3590	0,3501	0,3366	0,3542
0,3505	0,3492	0,3457	0,3506
0,3602	0,3547	0,3469	0,3424
0,3346	0,3565	0,3606	0,3405
0,3357	0,3507	0,325	0,3508

Grubs e Cochran Ok!

desvio repe	0,010630
desvio analista	0,000001
desvio Prec. Int.	0,010630

ANOVA						
Fonte de Variação	SS	df	MS	F	F crit	
Analista	0,000349	3	0,000116	1,030	3,098	
Residual	0,00226	20	0,000113			
Total	0,002609	23				



1. Existe interesse em conhecer os diversos fatores que contribuem para a variação?
2. Dispõe-se de gráfico de controle?
3. Deseja-se analisar diferentes amostras?

Planejamento alternativo

	Analista 1	Analista 2	Analista 3	Analista 4
	0,3322	0,3574	0,3515	0,3718
	0,3590	0,3501	0,3366	0,3542
	0,3505	0,3492	0,3457	0,3506
	0,3602	0,3547	0,3469	0,3424
	0,3346	0,3565	0,3606	0,3405
	0,3357	0,3507	0,325	0,3508
Var	0,0001630	0,00001252	0,0001516	0,0001248

Grubs e cochran Ok!

S_I^2	0,0001130
S_I	0,0106296
I	0,02944

Comparando

Método	S_I
Método Simples	0,010 65
Gráfico de Controle	0,010 73
Método Hierárquico	0,0106296
Método alternativo	0,0106296

Agora: ISO 5725 → NBR ISO

- TC-69 - **Applications of statistical methods**
- SC 6 – Measurement methods and results
- ISO 5725 - Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
 - Parte 1: General principles and definitions
 - Parte 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

Agora – ISO 5725 – NBR ISO

- ▣ Parte 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
- ▣ Parte 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method
- ▣ Parte 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method
- ▣ Parte 6: Use in practice of accuracy values

Obrigada!