



## PROPOSTA DE ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA A PARTIR DO VALOR DE CONSENSO

Filipe de Medeiros Albano<sup>1</sup>, Marília Rodrigues da Silva<sup>2</sup>, Thais Medeiros Rodrigues<sup>3</sup> e Morgana Pizzolato<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Rede Metrológica RS, Porto Alegre, Brasil, qualidade@redemetrologica.com.br

<sup>2</sup> Rede Metrológica RS, Porto Alegre, Brasil, interlab@redemetrologica.com.br

<sup>3</sup> Rede Metrológica RS, Porto Alegre, Brasil, qualidade@redemetrologica.com.br

<sup>4</sup> Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, Brasil, morganapizzolato@ufsm.br

**Resumo:** Este trabalho apresenta uma proposta de cálculo de incerteza de medição com base no valor de consenso de ensaios de proficiência. A aplicação prática considera conceitos das normas ISO 13528 e dos guias ISO GUM e ISO GUIDE 35. A estimativa da incerteza foi calculada utilizando os dados de um ensaio de proficiência na área de alimentos promovido pela Rede Metrológica RS.

**Palavras chave:** Ensaio de Proficiência, incerteza de medição, valor de consenso.

### 1. INTRODUÇÃO

Os laboratórios de ensaios e calibração necessitam de controles de qualidade que possam garantir a confiabilidade nos resultados das medições executadas. Existem diversos fatores que podem interferir na variabilidade nos resultados das medições. Estas variações podem ser identificadas através de participações em ensaios de proficiência, com o objetivo fornecer a garantia da qualidade e a confiabilidade das medições.

Os programas de comparação interlaboratorial/ensaios de proficiência são ferramentas importantes para a garantia da qualidade de ensaios e calibrações. Os objetivos destes programas são: determinar o desempenho individual de laboratórios para os ensaios propostos, monitorar continuamente a qualidade, propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas, identificar diferenças interlaboratoriais e fornecer confiança adicional aos clientes dos laboratórios [1].

A incerteza de medição é um parâmetro que deve ser considerado em um ensaio de proficiência [4]. Para este cálculo pode-se utilizar a norma ISO 13528, que demonstra a possibilidade de obter a incerteza em programas que trabalham com valor de consenso (determinado por um grupo de laboratórios), utilizando a estatística robusta. Esta norma propõe o uso do desvio padrão e da média robusta, que são utilizados para avaliar o desempenho dos laboratórios participantes de ensaio de proficiência através do *z-score* [4].

Na estimativa da incerteza de medição do ensaio de proficiência, a proposta da ISO 13528 não considera preceitos relacionados ao uso de graus de liberdade de cada variável e não considera a lógica formal de cálculo proposta pelo ISO GUM [2]. Já, o ISO GUIDE 35, que trata da

certificação de materiais de referência, considera a aplicação de fontes de incerteza como homogeneidade e estabilidade [3], entretanto, também não trabalha com a mesma lógica do ISO GUM, que propõe a combinação de todos os fatores, considerando seus diferentes graus de liberdade e contribuições de incerteza com diferentes distribuições de probabilidade. Ainda, destaca-se que, quando se prepara um material de referência certificado, deve-se identificar as potenciais fontes de incerteza de medição que podem influenciar a caracterização do mesmo [5].

Alguns estudos também propõem a aplicação de simulação através do método de Monte Carlo para avaliar dados de ensaio de proficiência e designar valores de referência [6]. Ainda, outros estudos demonstram que a montagem do lote de amostras utilizado para o ensaio de proficiência e os cuidados relativos ao processo de amostragem devem ser considerados no processo de estimativa da incerteza de medição [7].

O número de participantes em ensaios de proficiência também é um dado relevante, principalmente para utilização de valor de consenso através de médias e desvios robustos. A norma ISO 13528 recomenda um mínimo de 10 participantes para se aplicar o valor de consenso [4]. Existem estudos que possuem recomendações mais conservadoras, como um número mínimo entre 20 e 30 participantes. Quando não for possível obter um número mínimo de participantes, recomenda-se trabalhar com Material de Referência Certificado utilizando a incerteza de medição do mesmo como medida de variabilidade para avaliação de desempenho em um ensaio de proficiência [8].

Um resultado de medição sem a sua incerteza não é completo [9], desta forma, os ensaios de proficiência devem ser criteriosos ao estipular este parâmetro. Ainda, os resultados apresentados devem estar alinhados com as recomendações do ISO GUM e do Vocabulário Internacional da Metrologia [9; 10].

O objetivo geral deste trabalho é apresentar uma proposta de método para cálculo da incerteza de medição através do valor de consenso de um grupo de laboratórios em um ensaio de proficiência. Como objetivo específico destaca-se a comparação da zona de resultados satisfatórios do ensaio de proficiência com o valor designado e sua incerteza de medição, calculada pelo método proposto neste

artigo. O método proposto foi aplicado em um programa de ensaios de proficiência da Rede Metrológica RS (RMRS), que é provedora de programas de comparação interlaboratorial nas áreas de calibração e ensaios. Como delimitação deste trabalho, destaca-se que o método proposto pode ser aplicado somente se forem realizados testes de homogeneidade e estabilidade no parâmetro de interesse do ensaio de proficiência.

## 2. MÉTODO

O método para estimativa da incerteza de medição em ensaios de proficiência através de valor de consenso está embasado em quatro macro etapas: realização do ensaio de proficiência (i), cálculo da incerteza de medição do grupo de laboratórios (ii), identificação da variabilidade devida a homogeneidade e estabilidade (iii) e estimativa da incerteza de medição do ensaio de proficiência (iv). Estas etapas estão descritas nas próximas subseções.

### 2.1. Realização do ensaio de proficiência

Esta etapa engloba desde o planejamento até a realização do ensaio de proficiência. Neste momento deve-se definir o mensurando analisado, quantos laboratórios irão participar da comparação, datas de envio e análise, entre outros fatores relevantes. Destaca-se que para utilizar o valor de consenso é importante ter pelo menos 10 laboratórios participando da comparação [4]. Ainda, nesta etapa, deve-se designar o laboratório que será responsável por analisar a homogeneidade e estabilidade das amostras. Este laboratório deve ter a sua competência técnica reconhecida de acordo com a norma ISO/IEC 17025:2005.

### 2.2. Cálculo da incerteza de medição do grupo de laboratórios no ensaio de proficiência

A incerteza de medição do grupo pode ser estimada com base na proposta da norma ISO 13528. Esta abordagem considera o desvio padrão do grupo de laboratórios como a fonte de incerteza e multiplica este valor por uma constante de valor 1,25, dividindo este resultado pela raiz do número de laboratórios participantes na rodada do ensaio de proficiência [4]. Este valor é a incerteza padrão proveniente do grupo de laboratórios.

### 2.3. Testes de Homogeneidade e estabilidade

Os testes de homogeneidade podem ser realizados antes ou durante o ensaio de proficiência [4]. Eles visam garantir que as diferenças detectadas não possuem influência significativa advinda da heterogeneidade das amostras distribuídas aos laboratórios participantes. A ISO 13528 recomenda que sejam coletadas e analisadas em duplicata 10 amostras ao longo do lote preparado. O desvio padrão das médias das amostras deve ser comparado com o desvio padrão robusto obtido através do grupo de laboratórios participantes. A variação da homogeneidade deve ser menor do que 0,3 vezes o desvio padrão do ensaio de proficiência. Esta situação demonstra homogeneidade satisfatória das amostras.

A avaliação da estabilidade deve considerar o período em que os laboratórios estão de posse das amostras e que irão realizar os ensaios. No final da rodada, deve-se escolher aleatoriamente três amostras utilizadas nos testes de homogeneidade e repetir os ensaios em duplicata (ao final do programa), com o objetivo de avaliar a estabilidade. Posteriormente deve-se fazer a amplitude entre a média do teste de homogeneidade e a média do teste de estabilidade. O resultado deve ser inferior a 0,3 vezes o desvio padrão do ensaio de proficiência. Esta situação demonstra uma estabilidade satisfatória [4].

Caso estes critérios não sejam atendidos, deve-se incluir esta variação no desvio padrão do ensaio de proficiência [4]. Esta situação deve ser analisada tecnicamente pelos organizadores do programa, para não prejudicar ou invalidar a rodada de comparação.

### 2.4. Estimativa da incerteza de medição do ensaio de proficiência

A última etapa do método consiste no cálculo da incerteza de medição, combinando a variação devida à estabilidade, homogeneidade e variação do grupo de laboratórios. Nesta etapa são combinados conceitos do ISO GUM [2], do ISO GUIDE 35[3] e da ISO 13528[4] para obter-se a estimativa da incerteza de medição do ensaio de proficiência.

As fontes serão combinadas considerando suas diferentes distribuições de probabilidade, seus graus de liberdade e seus valores obtidos. Ainda, será identificada a probabilidade de abrangência, fator  $k$ , que deve ser considerada para apresentar a incerteza expandida do ensaio de proficiência.

## 3. RESULTADOS

Os resultados apresentados referem-se a um ensaio de proficiência na área de ensaios físico-químicos em alimentos, realizado pela Rede Metrológica RS, que está cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) e possui seu sistema de gestão da qualidade certificado com base nos requisitos da norma ABNT NBR ISO 9001:2008 para o escopo provisão de ensaios de proficiência e certificação de materiais de referência. A seguir são apresentados os resultados da aplicação do método proposto.

### 3.2.1 Resultados relativos à rodada do ensaio de proficiência

O mensurando definido para a aplicação deste método foi a determinação de umidade em g/100g % na matriz patê de frango embutido. As amostras foram preparadas em uma fábrica de embutidos, a partir da produção de uma batelada de patê de frango. A rodada de comparação contou com a participação de 20 laboratórios, que realizaram as análises em duplicata. O laboratório utilizado para realização dos testes de homogeneidade e estabilidade era acreditado pela Cgcre/Inmetro de acordo com a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005.

O valor de consenso e o desvio robusto foram calculados com base nos procedimentos do Anexo A da norma ISO 13528, o que propõe o uso de um algoritmo que não sofre influência de *outliers*. Esta etapa também prevê a avaliação de desempenho dos laboratórios utilizando o *z-score*, seguindo as recomendações da norma ISO 17043. Para o cálculo do *z-score* os valores considerados como referências foram a média e o desvio padrão robusto do grupo de laboratórios. Os dados obtidos no ensaio de proficiência e os valores de consenso encontram-se nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

Tabela 1. Dados do ensaio de proficiência

Código do Laboratório	1ª via (g/100g %)	2ª via (g/100g %)	Média das vias (g/100g %)	CV da média	Escore Z da média
ALIM 1	31,56	31,62	31,59	0,13%	-168,33
ALIM 2	68,71	68,66	68,69	0,05%	0,28
ALIM 3	68,66	68,63	68,65	0,03%	0,10
ALIM 4	68,24	68,25	68,25	0,01%	-1,72
ALIM 5	68,54	68,56	68,55	0,02%	-0,33
ALIM 6	68,91	68,90	68,91	0,01%	1,28
ALIM 7	68,53	68,60	68,57	0,07%	-0,26
ALIM 8	69,12	68,94	69,03	0,18%	1,85
ALIM 9	68,79	68,73	68,76	0,06%	0,63
ALIM 10	64,92	65,02	64,97	0,11%	-16,60
ALIM 11	68,81	68,80	68,81	0,01%	0,83
ALIM 12	68,82	68,77	68,80	0,05%	0,78
ALIM 13	68,77	68,68	68,73	0,09%	0,47
ALIM 14	68,74	68,75	68,75	0,01%	0,56
ALIM 15	68,79	68,71	68,75	0,08%	0,58
ALIM 16	68,67	68,70	68,69	0,03%	0,28
ALIM 17	68,55	68,49	68,52	0,06%	-0,47
ALIM 18	68,65	68,40	68,53	0,26%	-0,44
ALIM 19	66,37	66,42	66,40	0,05%	-10,12
ALIM 20	67,55	67,88	67,72	0,34%	-4,12

\*\* resultados questionáveis      \*\* resultados insatisfatórios

Tabela 2. Parâmetros estatísticos calculados

Parâmetro Estatístico Calculado	
Média Robusta	68,62
Desvio Robusto	0,22
n° de resultados enviados	20

Para estimativa da incerteza de medição do grupo de participantes, seguiu-se a lógica apresentada na próxima subseção.

### 3.2.2 Resultados relativos ao cálculo de incerteza de medição do grupo de laboratórios no ensaio de proficiência

O cálculo de incerteza de medição padrão seguiu a proposta da norma ISO 13528. A Equação 1 foi utilizada para estimar a incerteza proveniente dos dados do ensaio de proficiência.

$$u(g/100g\%) = 1,25 \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = 1,25 \times \frac{0,22}{\sqrt{20}} = 0,06 \quad (1)$$

Onde:

$\sigma$  = desvio padrão robusto do ensaio de proficiência

N = número de laboratórios

Aplicando-se a Equação 1 aos dados da comparação interlaboratorial, obteve-se uma incerteza padrão 0,06 g/100g%. Este valor foi utilizado para o cálculo da incerteza do valor de consenso, sendo combinada, posteriormente,

com a variabilidade dos testes de homogeneidade e estabilidade.

### 3.2.3 Resultados dos Testes de Homogeneidade e estabilidade

Os testes de homogeneidade foram realizados no dia do envio das amostras do ensaio de proficiência, onde foram ensaiadas 10 amostras em duplicata por um laboratório acreditado pela Cgcre-Inmetro. Os testes de estabilidade foram realizados 14 dias após o envio, quando o prazo para os laboratórios reportarem os resultados terminava. Neste teste, três amostras analisadas no teste de estabilidade foram escolhidas aleatoriamente entre as 10 testadas para homogeneidade e foram ensaiadas novamente. Os resultados dos testes de homogeneidade estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Dados do teste de homogeneidade

Amostras	Via 1	Via 2	Média	Amplitude
1	68,64	68,61	68,63	0,03
2	68,53	68,45	68,49	0,08
3	68,57	68,57	68,57	0,00
4	68,54	68,49	68,52	0,05
5	68,56	68,66	68,61	0,10
6	68,56	68,48	68,52	0,08
7	68,52	68,46	68,49	0,06
8	68,52	68,42	68,47	0,10
9	68,53	68,56	68,55	0,03
10	68,29	68,21	68,25	0,08
Média Geral do teste de hom.				68,51
Desvio das médias (s <sub>x</sub> )				0,10
Desvio dentro das amostras (s <sub>w</sub> )				0,05
Desvio entre as amostras (s <sub>s</sub> )				0,10
Desvio robusto (do grupo de laborat. do EP)				0,22
0,3 * Desvio Robusto				0,06

O teste de homogeneidade compara o desvio entre as amostras (s<sub>x</sub>) com 0,3 vezes o desvio robusto. Como o valor de s<sub>x</sub> foi maior do que 30% do desvio do grupo, a variabilidade da homogeneidade deve ser considerada na avaliação de desempenho e o desvio entre as amostras deve compor a incerteza de medição do valor designado. O teste de estabilidade está apresentado na Tabela 4.

Tabela 4. Dados do teste de estabilidade

Amostra	Via 1	Via 2	Média	
A	68,15	68,20	68,18	
B	68,16	68,36	68,26	
C	68,22	68,34	68,28	
Média das médias do teste de estabilidade (y)				68,24
Média das médias do teste de homogeneidade (x)				68,51

O teste de estabilidade compara o a amplitude entre a média das medidas do teste de homogeneidade e estabilidade com 0,3 vezes o desvio robusto. Como o valor desta amplitude foi maior do que 30% do desvio do grupo, a variabilidade da estabilidade deve ser considerada na avaliação de desempenho e este valor deve compor a incerteza de medição do valor designado.

### 3.2.4 Resultados da estimativa da incerteza de medição do ensaio de proficiência

A incerteza de medição do valor designado deve ser calculada considerando as contribuições do grupo de laboratórios participantes e dos testes de homogeneidade e estabilidade. Cabe destacar que a norma relacionada à avaliação de desempenho, não considera a incerteza de medição para avaliar a *performance* dos laboratórios e este valor é apenas informativo [4].

Para combinar estas fontes, seguiu-se a lógica do ISO GUM, conforme dados apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. Cálculo de incerteza do valor designado no EP

Fontes	Valor de Entrada	Distribuição	Divisor	Incerteza pad. / Contr. da Incerteza	Graus de Liberdade	Graus efetivos de lib.	k
Desvio do grupo	0,22	t-student	1,00	0,22	19	51	2,05
Desvio Homogeneidade	0,10	t-student	1,00	0,10	9		
Amplitude Estabilidade	0,27	retângular	1,73	0,16	100000		
Incerteza Combinada (u)				0,29			
Incerteza Expandida (U)				0,59			

A incerteza padrão foi obtida dividindo-se cada valor de entrada pelo divisor de sua respectiva distribuição de probabilidade. Na tabela não são apresentados os valores dos coeficientes de sensibilidade (iguais a 1), pois as grandezas dos valores de entrada eram a mesma da grandeza de saída. Os graus de liberdade foram calculados como sendo  $n-1$  para distribuição *t-student* e foram considerados como infinitos para a distribuição retangular. A incerteza combinada foi obtida através da raiz da soma quadrática da contribuição das fontes de incerteza. Os graus efetivos de liberdade foram calculados com base na equação de *welch-satterwite* (Equação 2).

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (2)$$

Onde:

$v_{eff}$  = graus efetivos de liberdade

$u_c$  = incerteza combinada

$u_i$  = incerteza padrão

$v_i$  = graus de liberdade

O fator de abrangência  $k$  foi estimado com probabilidade de 95,45%, obtendo-se um valor de 2,05 para 51 graus efetivos de liberdade. Por fim, a incerteza expandida foi obtida através da multiplicação da incerteza combinada pelo fator  $k$ , obtendo-se um valor de 0,59g/100g %. Desta forma, o valor de consenso do ensaio de proficiência seria de 68,62 ± 0,59g/100g %.

É importante destacar que o desvio padrão robusto deve ser corrigido considerando a variação da homogeneidade e estabilidade das amostras, conforme Equação (3):

$$\sigma_{corrigido} = \sqrt{\sigma_{grupo}^2 + s_{homog}^2 + (R_{est} / \sqrt{3})^2} \quad (3)$$

A variação da homogeneidade é acrescentada ao desvio padrão do grupo bem como a amplitude da estabilidade, que é dividido por raiz de três para ser transformada em desvio padrão antes de ser incorporada ao desvio corrigido. Aplicando a Equação 3 nos dados do EP, obtêm-se um desvio padrão robusto corrigido, no valor de 0,28. Desta forma, o valor do *z-score* na avaliação de desempenho foi recalculado. A Tabela 6 apresenta o resultado do *z-score* calculado com o desvio padrão robusto corrigido.

Tabela 6. Avaliação de Desempenho com o valor do z-score corrigido

Código do Laboratório	1ª via (g/100g %)	2ª via (g/100g %)	Média das vias (g/100g %)	CV da média	Escore Z da média
ALIM 1	31,56	31,62	31,59	0,13%	-130,25
ALIM 2	68,71	68,66	68,69	0,05%	0,22
ALIM 3	68,66	68,63	68,65	0,03%	0,08
ALIM 4	68,24	68,25	68,25	0,01%	-1,33
ALIM 5	68,54	68,56	68,55	0,02%	-0,25
ALIM 6	68,91	68,90	68,91	0,01%	0,99
ALIM 7	68,53	68,60	68,57	0,07%	-0,20
ALIM 8	68,12	68,94	69,03	0,18%	1,43
ALIM 9	68,79	68,73	68,76	0,06%	0,48
ALIM 10	64,92	65,02	64,97	0,11%	-12,95
ALIM 11	68,81	68,80	68,81	0,01%	0,64
ALIM 12	68,82	68,77	68,80	0,05%	0,61
ALIM 13	68,77	68,68	68,73	0,09%	0,36
ALIM 14	68,74	68,75	68,75	0,01%	0,43
ALIM 15	68,79	68,71	68,75	0,08%	0,45
ALIM 16	68,67	68,70	68,69	0,03%	0,22
ALIM 17	68,55	68,49	68,52	0,06%	-0,36
ALIM 18	68,65	68,40	68,53	0,26%	-0,34
ALIM 19	66,37	66,42	66,40	0,05%	-7,83
ALIM 20	67,55	67,88	67,72	0,34%	-3,19

\* resultados questionáveis \*\* resultados insatisfatórios

Percebe-se que os resultados do *z-score* mudaram depois de se utilizar o desvio padrão corrigido. Mesmo assim, para o grupo de laboratórios participantes, não houve modificação na classificação do desempenho no ensaio de proficiência (mudança entre satisfatório, questionável e insatisfatório).

### 3.2.4 Discussão de resultados

Após o cálculo da incerteza expandida, percebeu-se que o resultado do valor designado do EP juntamente com a incerteza era similar à zona de resultados satisfatórios dos laboratórios participantes do programa (com valor do *z-score* < |2|). A Tabela 6 apresenta estes dados.

Tabela 6. Cálculo de incerteza do valor designado no EP

Avaliação via z-score	Valor Alvo	Mínimo (z= -2)	Máximo (z=2)
Considerando somente o desvio robusto	68,67	68,23	69,11
Considerando o desvio robusto corrigido	68,67	68,11	69,23
Avaliação via Incerteza Expandida	Valor Alvo	Alvo - 1M	Alvo + 1M
Considerando a incerteza de medição	68,67	68,08	69,26

Ainda, destaca-se a importância da consideração da variabilidade da homogeneidade e estabilidade das amostras, uma vez que sem estes dados, a zona de resultados satisfatórios fica mais restritiva (mais estreita), pois considera-se somente o desvio padrão robusto e não o desvio padrão corrigido. Outro ponto a ser destacado é a confirmação do uso do método robusto proposto pela norma ISO 13528 para avaliação de desempenho dos laboratórios, que foi adequado e não apresentou influência de *outliers*. Calculando-se o Coeficiente de Variação (CV) do grupo, tem-se um valor de 0,41% (considerando o desvio de 0,28 e o valor designado de 68,67), que é considerado um valor baixo para ensaios de proficiência [11]. Além disso, o CV

baixo indica que os participantes estão com um desempenho uniforme e que o ensaio de proficiência foi adequado.

A incerteza de medição do valor designado também poderia ser uma referência para comparação da estimativa de incerteza interna de laboratórios de ensaios de umidade em alimentos, uma vez que os métodos normalizados de ensaio de alimentos não apresentam a incerteza do ensaio. Cabe destacar que organismos técnicos e normalizadores têm como prática desenvolver ensaios de proficiência para verificar qual a estimativa de incerteza e coeficiente de variação de métodos normalizados. Estas comparações são chamadas de estudos colaborativos.

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considera-se que a proposta de método para cálculo da incerteza de medição através do valor de consenso de um grupo de laboratórios em um ensaio de proficiência apresentada foi adequada ao seu propósito. Ainda, os resultados foram aplicados em um programa de ensaios de proficiência da Rede Metrológica RS (RMRS) na área de alimentos e percebe-se que a faixa de resultados satisfatórios é similar a faixa coberta pela incerteza expandida aplicada no valor de consenso dos participantes.

Por fim, este trabalho apresenta a estimativa da incerteza de medição para o ensaio de umidade em alimentos, especificamente em patê de frango.

Como trabalhos futuros, sugere-se aplicação da mesma sistemática em outras matrizes, como farinha, ração, entre outras. Como sugestão, também destaca-se a possibilidade de trabalhar com esta mesma sistemática em diferentes ensaios, com diferentes métodos.

#### REFERÊNCIAS

- [1] ALBANO, Filipe de Medeiros; RAYA - RODRIGUEZ, Maria Teresa. **Validação e Garantia da Qualidade de Ensaios Laboratoriais**. Porto Alegre: Associação Rede de Metrologia e Ensaios do Rio Grande do Sul, 2009.
- [2] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT) e INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Guia para Expressão da Incerteza de Medição**. 3 ed. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003.
- [3] INTERNATIONAL ORGANIZATION STANDARTIZATION (ISO). **ISO GUIDE 35: Reference materials – General and statistical principles for certification**. Geneva, 2006.
- [4] INTERNATIONAL ORGANIZATION STANDARTIZATION (ISO). **ISO 13528: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratorial comparison**. Geneva, 2005.
- [5] INTERNATIONAL ORGANIZATION STANDARTIZATION (ISO). **General requirements for the competence of reference material producers**. Geneva, 2009.
- [6] VEENENDAAL, H. R.; VAN BERKEL, P. M.; JONG, G.; BAGGELAAR, P. K. A new approach in assessing microbiological results in water analysis proficiency testing. **In: Accreditation and Quality Assurance Journal**. 2007.
- [7] RAMSEY, M; THOMPSON, M. Uncertainty from sampling, in the context of fitness for purpose. **In: Accreditation and Quality Assurance Journal**. 2007.
- [8] BELLI, M; ELLISON, S; FAJGELJ, A; KUSELMAN, I; SANSONE, U; WEGSCHEIDER, W. Implementation of proficiency testing schemes for a limited number of participants. **In: Accreditation and Quality Assurance Journal**. 2007.
- [9] RICHTER, W. Recommendations on quantities, symbols and measurement units for publications in ACQUAL: reporting measurement uncertainty in chemical analysis. **In: Accreditation and Quality Assurance Journal**. 2008.
- [10] INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Vocabulário Internacional da Metrologia**. Rio de Janeiro, 2008.
- [11] ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL. **Relatório do Ensaio de Proficiência de Alimentos**. Porto Alegre: 2010.