



Guilherme Lucarelli Orsay

**Avaliação da conformidade aplicada à transferência de
custódia na indústria de petróleo e gás**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial
para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de
Pós-Graduação em Metrologia da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Elcio Cruz de Oliveira

Rio de Janeiro
outubro de 2024



Guilherme Lucarelli Orsay

**Avaliação da conformidade aplicada à
transferência de custódia na indústria de
petróleo e gás**

Dissertação apresentada como requisito parcial para
obtenção do grau de mestre pelo Programa de Pós-
graduação em Metrologia da PUC-Rio. Aprovada pela
Comissão Examinadora abaixo.

Prof. Elcio Cruz de Oliveira

Orientador

Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PUC-Rio)

Prof. Carlos Roberto Hall Barbosa

Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PUC-Rio)

Prof. Alcir de Faro Orlando

Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PUC-Rio)

Prof. Felipe Rebello Lourenço

Faculdade de Ciências Farmacêuticas (USP)

Rio de Janeiro, 04 de outubro de 2024

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Guilherme Lucarelli Orsay

Formado em Engenharia de Petróleo pela Universidade Estácio de Sá em 2021. As áreas de atual interesse são Metrologia, Petróleo e gás, Avaliação da conformidade e Incerteza de medição. Atualmente mestrando do Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PósMQI) pela PUC-Rio.

Ficha Catalográfica

Orsay, Guilherme Lucarelli

Avaliação da conformidade aplicada à transferência de custódia na indústria de petróleo e gás / Guilherme Lucarelli Orsay ; orientador: Elcio Cruz de Oliveira. – 2024.

98 f. : il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado)—Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Centro Técnico Científico, Programa de Pós-Graduação em Metrologia, 2024.

Inclui bibliografia

1. Metrologia – Teses. 2. Metrologia para Qualidade e Inovação – Teses. 3. Bandas de guarda. 4. Avaliação da conformidade. 5. Transferência de custódia. 6. Incerteza de medição. 7. Minimização de riscos. I. Oliveira, Elcio Cruz de. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Centro Técnico Científico. Programa de Pós-Graduação em Metrologia. III. Título.

CDD: 389.1

Agradecimentos

Agradeço, primeiramente, aos meus pais, Patrícia Lucarelli Orsay e Ildemar Orsay, pelo apoio incondicional e por estarem presentes em todas as fases da minha vida, proporcionando a base necessária para que eu chegasse até aqui.

Ao meu irmão, Otávio, pela amizade e por estar sempre ao meu lado, oferecendo apoio e palavras de incentivo nos momentos mais desafiadores. Sua presença foi uma fonte constante de motivação.

À minha namorada, Ana Carolina, pela força, paciência e por acreditar nos meus sonhos, sendo meu alicerce nas dificuldades diárias.

Ao meu orientador, Elcio Cruz de Oliveira, sou profundamente grato pelo acompanhamento atento e pelas orientações sempre precisas. Sua experiência e disponibilidade foram essenciais para a condução e o sucesso deste trabalho, proporcionando a confiança necessária em cada etapa do processo.

A Khriissy Aracélly Reis Medeiros, por sua dedicação e contribuição decisiva para o sucesso desta jornada.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PósMQI), com destaque ao professor Alcir de Faro Orlando, pelos ensinamentos que enriqueceram minha formação.

Ao coordenador do programa PósMQI, professor Carlos Roberto Hall Barbosa, pelo constante apoio e orientação ao longo desta jornada.

Agradeço, também, aos funcionários da PósMQI e da PUC-Rio, pelo apoio prestado nos momentos em que mais precisei.

Aos colegas e amigos da PósMQI, especialmente Caio Félix e Lucas Aló, agradeço pelo convívio fraterno e pelas trocas de conhecimento que contribuíram para o crescimento mútuo.

Aos membros da banca examinadora, minha sincera gratidão pelas valiosas contribuições ao aprimoramento deste trabalho.

Por fim, agradeço à CAPES, FAPERJ e à PUC-Rio pelo suporte financeiro e institucional, que viabilizaram a realização deste projeto.

O presente trabalho foi realizado com apoio da CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (código de financiamento 001).

Resumo

Orsay, Guilherme Lucarelli; Cruz de Oliveira, Elcio (Orientador). **Avaliação da Conformidade Aplicada à Transferência de Custódia na Indústria de Petróleo e Gás**, 2024. 98p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A movimentação financeira na indústria de petróleo e gás é significativa, tornando essencial a confiabilidade das medições nas transferências de custódia. A conformidade entre produtores e consumidores precisa ser rigorosa para evitar disputas comerciais. Este trabalho tem como objetivo usar a metodologia de bandas de guarda para definir limites de aceitação em transferências de petróleo bruto, etanol anidro combustível (EAC), diesel S-500 e gás liquefeito de petróleo (GLP), visando reduzir riscos de decisões erradas na avaliação da conformidade. A metodologia tem como base a aplicação da incerteza de medição com bandas de guarda para definir limites de aceitação, garantindo assim um intervalo de confiança de 95 %. Esse método reduz o "risco de aceitação de um item não conforme", sendo prejudicial ao consumidor, e o "risco de rejeição de um item conforme", que afeta o produtor. Dessa forma, os intervalos de aceitação estabelecidos foram: petróleo bruto de -1,0824 a 0,6879; EAC de -0,6286 a 0,3324; diesel S-500 de -0,6423 a 0,5632; e GLP de -0,4355 a 0,0893, baseados nas diferenças percentuais entre medidas de produtores e consumidores. Cabe destacar que essa abordagem pode ser mais conservadora e restritiva em comparação aos métodos atuais, proporcionando maior confiança nas transações da indústria de petróleo e gás. Consequentemente, tanto produtores quanto consumidores se beneficiam da redução significativa dos riscos de avaliações incorretas da conformidade.

Palavras-chave

Metrologia; Bandas de guarda; Avaliação da conformidade; Transferência de custódia; Incerteza de medição; Minimização de riscos.

Abstract

Orsay, Guilherme Lucarelli; Cruz de Oliveira, Elcio (Orientador). **Conformity Assessment Applied to Custody Transfer in the Oil and Gas Industry**, 2024. 98p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Metrologia. Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The financial turnover in the oil and gas industry is significant, making the reliability of measurements in custody transfers essential. Compliance between producers and consumers needs to be strict to avoid commercial disputes. This work aims to use the guard band methodology to define acceptance limits in transfers of crude oil, anhydrous ethanol fuel (AEF), diesel S-500 and liquefied petroleum gas (LPG), to reduce the risk of wrong decisions when assessing compliance. The methodology is based on the application of measurement uncertainty with guard bands to define acceptance limits, thus guaranteeing a 95 % confidence interval. This method reduces the “risk of accepting a non-conforming item”, which is detrimental to the consumer, and the “risk of rejecting a conforming item”, which affects the producer. Thus, the acceptance intervals established were: crude oil from -1.0824 to 0.6879; AEF from -0.6286 to 0.3324; diesel S-500 from -0.6423 to 0.5632; and LPG from -0.4355 to 0.0893, based on the percentage differences between producer and consumer measurements. It should be noted that this approach can be more conservative and restrictive compared to current methods, providing greater confidence in oil and gas industry transactions. Consequently, both producers and consumers benefit from a significant reduction in the risks of incorrect compliance assessments.

Keywords

Metrology; Guard bands; Conformity assessment; Custody transfer; Measurement uncertainty; Risk minimization.

Sumário

Sumário	8
Lista de siglas e abreviaturas	11
Lista de figuras	12
Lista de tabelas	14
1 Introdução	15
1.1. Contextualização	16
1.2. Motivação	17
1.3. Objetivos: Geral e específicos	18
1.4. Estrutura da dissertação	19
2 Revisão Bibliográfica	20
2.1. Legislação e Regulamentações - Arcabouço legal	20
2.2. Transferência de custódia	22
2.3. Petróleo e derivados	23
2.3.1. Petróleo bruto	24
2.3.2. Óleo diesel	25
2.3.3. Gás liquefeito de petróleo (GLP)	26
2.3.4. Etanol anidro combustível (EAC)	27
2.4. Medição estática de petróleo e derivados	28
2.5. Medição dinâmica de petróleo e derivados	32
2.5.1. Medidor de vazão do tipo deslocamento positivo	33
2.5.2. Medidor de vazão do tipo turbina	34

2.5.3. Medidor de vazão do tipo <i>Coriolis</i>	35
2.5.4. Medidor de vazão do tipo ultrassônico	37
2.6. Classes de exatidão	38
2.7. Incerteza de Medição	40
2.8. Avaliação da Conformidade	41
2.9. Uso da incerteza de medição na avaliação da conformidade (risco do produtor e consumidor).....	42
 3 Proposição de limites de aceitação na avaliação da conformidade.....	 45
3.1. Testes para avaliação da normalidade dos dados	45
3.2. Métodos robustos para tratamento de <i>outliers</i>	47
3.3. Estimativa da incerteza de medição	50
3.4. Bandas de guarda	51
3.5. Proposição dos limites de aceitação	54
 4 Resultados e Discussões	 56
4.1. Resultados do teste de normalidade e tratamento de <i>outliers</i>	 57
4.1.1. Teste K-S e tratamento de <i>outliers</i> para petróleo bruto.....	57
4.1.2. Teste K-S e tratamento de <i>outliers</i> para diesel S-500	59
4.1.3. Teste K-S e tratamento de <i>outliers</i> para EAC	61
4.1.4. Teste K-S e tratamento de <i>outliers</i> para GLP.....	63
4.2. Resultados da estimativa da incerteza de medição	65
4.3. Determinação das bandas de guarda e incerteza-padrão.....	65
4.4. Limites de aceitação.....	66
4.5. Validação da metodologia	69

5 Conclusões e Recomendações futuras	71
Referências bibliográficas	73
Apêndice A	78
Apêndice B	79
Apêndice C	80
Apêndice D	81
Anexo A – Industry News publicado – CPA 2023.....	82
.....	82
Anexo B – Artigo publicado – CBM – Metrologia 2023.....	86

Lista de siglas e abreviaturas

ANP	Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis
BEN	Balanço Energético Nacional
EAC	Etanol Anidro Combustível
EMED	Estação de medição
FDP	Função Densidade de Probabilidade
FPSO	<i>Floating Production Storage and Offloading</i>
GLP	Gás Liquefeito de Petróleo
GUM	<i>Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement</i>
IBP	Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
IQR	Intervalo Interquartilico
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
K-S	<i>Kolmogorov-Smirnov</i>
LPU	Lei de Propagação de Incertezas
MAD	Desvio Absoluto Médio
MME	Ministério de Minas e Energia
OIML	Organização Internacional de Metrologia Legal
RTM	Regulamento Técnico de Medição de Petróleo e Gás Natural
SMC	Simulação de Monte Carlo
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

Lista de figuras

Figura 1 – Previsão de produção diária de petróleo nacional (MME/EPE, 2017).	15
Figura 2 – Exemplo de transferência de custódia entre duas partes.	16
Figura 3 – Linha do tempo com os marcos importantes da legislação da indústria de petróleo.	21
Figura 4 - Estrutura do consumo no setor de transportes (MME/EPE, 2023).	26
Figura 5 – Equipamentos de medição manual para tanques de armazenamento (SGS, 2018).	29
Figura 6 – Métodos de medição estática direta e indireta para leitura de nível em tanques (SGS, 2018).	30
Figura 7 – Exemplo medição automática do tipo radar (SGS, 2018).	31
Figura 8 – Medidor tipo servo-operado, medidor de nível modelo 954 Honeywell ENRAF (KAJIMOTO, 2021).	32
Figura 9 – Princípio de funcionamento medidor de engrenagens oval (BAKER, 2016).	34
Figura 10 – Típico medidor do tipo turbina (UPP, LANASA, 2002).	34
Figura 11 – Típico medidor de vazão mássico Coriolis (BAKER, 2016).	36
Figura 12 – Princípio de funcionamento dos transdutores do tipo ultrassônico (MILLER, R. W., 1983).	37
Figura 13 – Riscos do produtor e consumidor associados a falsa aceitação ou falsa rejeição (ORSAY, MEDEIROS, et al., 2023, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).	42

Figura 14 - Avaliação da conformidade usando informações sobre a incerteza da medição (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).	43
Figura 15 - Testes para tratamentos de outliers paramétricos e não paramétricos.	47
Figura 16 - Fluxograma para tratamento e comportamento das distribuições e tomadas de decisão.	50
Figura 17 – Fluxograma com os próximos passos da metodologia a partir do tratamento dos dados.	50
Figura 18 - Zonas de aceitação e rejeição para limites superior e inferior (adaptado de JCGM, 2012, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).	52
Figura 19 – Metodologia para proposição dos limites de aceitação.	55
Figura 20 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de petróleo bruto.	59
Figura 21 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de diesel S-500.	61
Figura 22 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de EAC.	63
Figura 23 - histograma e curva de distribuição normal dos dados de GLP.	64
Figura 24 - Representação do intervalo de aceitação para petróleo bruto.	67
Figura 25 - Representação do intervalo de aceitação para diesel S-500.	67
Figura 26 - Representação do intervalo de aceitação para etanol anidro combustível.	68
Figura 27 - Representação do intervalo de aceitação para GLP.	68

Lista de tabelas

Tabela 1 – Análise elementar do óleo cru típico.....	24
Tabela 2 - Demonstração da composição do Gás Liquefeito de Petróleo (GLP).	27
Tabela 3 - Características do álcool anidro.	28
Tabela 4 - Erros máximos admissíveis por classes de exatidão.	39
Tabela 5 – Cálculo para os valores tabelados de níveis de significâncias.....	46
Tabela 6 – Análise inicial do valor máximo calculado e valor tabelado para α do teste K-S da amostra de petróleo bruto.....	58
Tabela 7 – Segunda análise do valor máximo calculado e valor tabelado para α do teste K-S da amostra de petróleo bruto.....	58
Tabela 8 – Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de diesel S-500.	60
Tabela 9 – Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de diesel S-500.	60
Tabela 10 – Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de EAC.....	62
Tabela 11 – Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de EAC.	62
Tabela 12 - Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de GLP.	63
Tabela 13 - Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de GLP.	64
Tabela 14 – Incerteza expandida e incerteza-padrão.	65
Tabela 15 – Valores das bandas de guarda em conjunto com a incerteza-padrão dos produtos.....	66
Tabela 16 - limite inferior e superior para os intervalos de aceitação.....	69
Tabela 17 – Quantitativo de valores fora dos limites propostos pelo estudo.....	70

1

Introdução

A indústria de petróleo e gás natural corresponde a uma faixa muito expressiva da economia global. O desenvolvimento deste setor é irrefutável, considerando-se as informações e dados apresentados pelo Ministério de Minas e Energia (MME) (MME/EPE, 2017), que, conforme a Figura 1, expõe a perspectiva de produção de petróleo no Brasil até 2027.

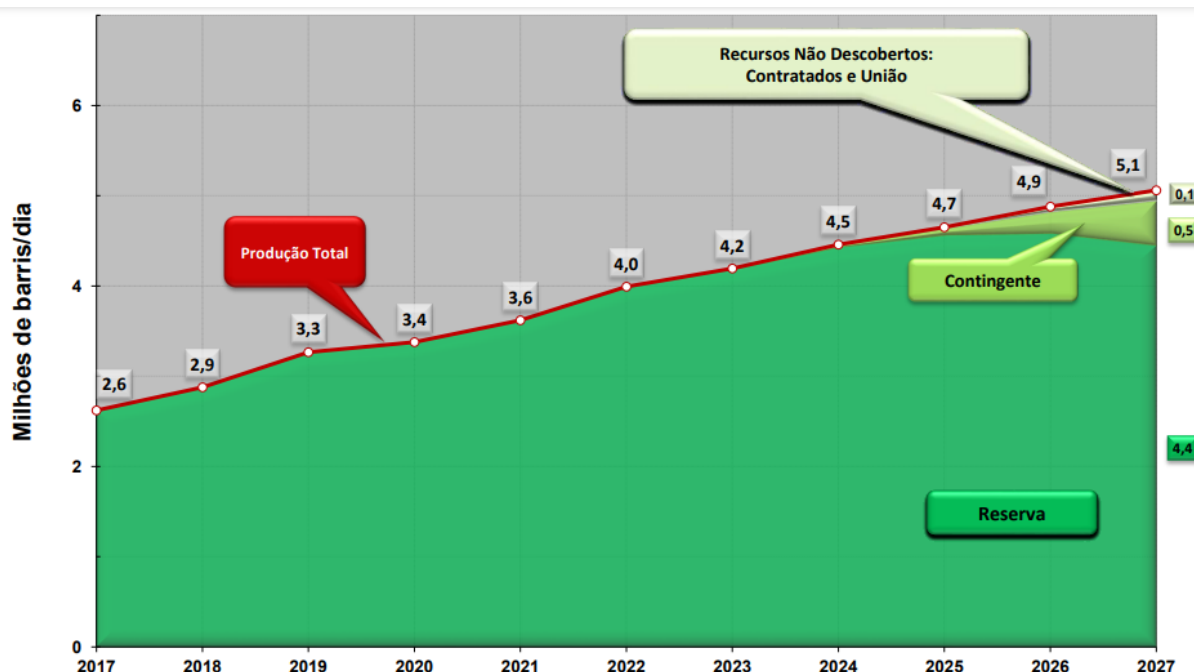


Figura 1 – Previsão de produção diária de petróleo nacional (MME/EPE, 2017).

Por esta razão, faz-se necessário uma política acentuada de regulação e controle neste campo. Torna-se fundamental a medição correta dos volumes de petróleo, gás natural e derivados produzidos pelas companhias do setor, tendo em vista que eles são utilizados em todos os regimes de produção, nos cálculos das participações governamentais, para medições fiscais e transferências de custódia.

A medição dos volumes de petróleo e gás natural deve atender aos requisitos impostos pelo Regulamento Técnico de Medição (RTM) (ANP/INMETRO, 2013), visando possibilitar um maior controle da produção por parte das empresas que exploram este setor, assegurar o aprimoramento da produção, minimizar perdas e proporcionar uma gestão mais eficaz sobre os problemas e tomadas de decisão.

A primeira versão do RTM foi apresentada em 19 de junho de 2000, por meio da portaria conjunta ANP/INMETRO nº 01 (ANP/INMETRO, 2000), estabelecida pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) em conjunto com o INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia), que são os órgãos reguladores das atividades do setor. Por meio desse documento, foi possível padronizar as metodologias de medição da produção de petróleo e gás natural, sendo firmados os requisitos mínimos e as condições de medição para as transferências de custódia, com a finalidade de assegurar confiabilidade aos resultados (ANP/INMETRO, 2013).

Por outro lado, as condições mínimas para sistemas de medição dinâmica de quantidades de derivados líquidos são reguladas pela Portaria nº 291, de 07 de julho de 2021 (INMETRO, 2021).

1.1.

Contextualização

A transferência de custódia acontece quando a propriedade de um fluido, seja petróleo, gás natural ou derivados, passa de um proprietário para outro, conforme ilustrado na Figura 2. Normalmente, o pagamento é realizado em função da quantidade de fluido entregue, sendo assim primordial a confiabilidade das medições. Independentemente do produto a ser transferido, mesmo havendo um erro percentual muito pequeno na medição de vazão, volume ou massa, quando observado em grande quantidade, este tem potencial de gerar um enorme prejuízo para uma empresa ou um comprador (DUPUIS, 2014, DUPUIS, HWANG, 2010) .

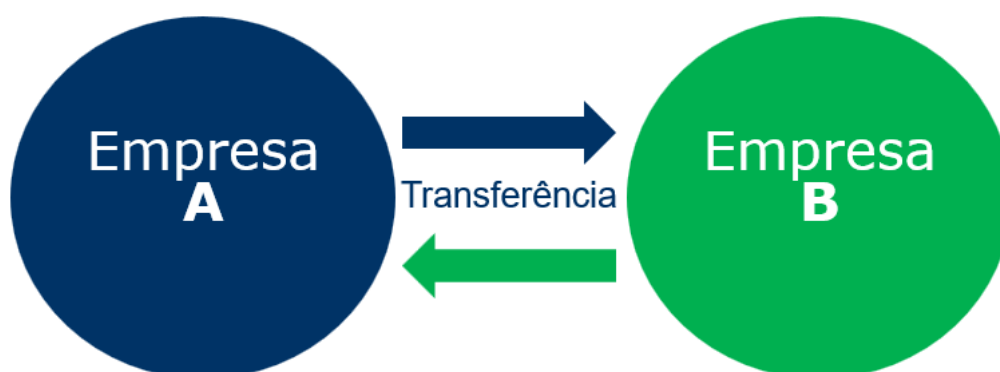


Figura 2 – Exemplo de transferência de custódia entre duas partes.

Os impactos econômicos procedentes de medições imprecisas, juntamente com as normas do RTM para transferência de custódia e medição fiscal, vêm despertando as empresas para uma melhoria contínua de seus sistemas de medição, certificando

conformidade aos requisitos contratuais e atendendo às expectativas de ambas as partes (OLIVEIRA, 2021).

Além da melhoria dos sistemas de medição, a classe de exatidão de um determinado produto é destacada no RTM como um fator importante, ao qual toda transferência de custódia precisa se ater. Dessa forma, a classe de exatidão de um sistema de medição, para alguns produtos e campos de aplicação, é baseada na recomendação internacional da OIML (Organização Internacional de Metrologia Legal) (OIML, 2007). Deste modo, para as operações de transferência de custódia nos sistemas de medição em linha, a incerteza de medição máxima admissível é de 0,3 %, com exceção do gás liquefeito de petróleo (GLP) que é de 1,0 %. Em contrapartida, nos sistemas de medição estática não existe uma incerteza fixa, e esses valores dependem diretamente das tabelas de capacidade (arqueação) do tanque, do volume transferido, além da massa específica e temperatura do fluido no momento das medições (DE OLIVEIRA, QUEIROZ, 2005).

1.2.

Motivação

Cabe ressaltar que, por dia, em média, um sistema de transferência de custódia de alta capacidade chega a medir US\$ 6.000.000, totalizando em um ano cerca de US\$ 2,2 bilhões. Se for apresentada uma hipótese de que a medição realizada tem um erro de 0,25 %, uma das partes pode ganhar ou perder por dia cerca de US\$ 15.000 ou até mesmo US\$ 5,5 milhões por ano (DUPUIS, HWANG, 2010).

Para que o petróleo e seus derivados cheguem até o consumidor, várias etapas devem ser cumpridas, de modo que os produtos possam ser transferidos sob custódia por uma empresa que, em seguida, o transfere para a próxima empresa responsável, sendo nomeados estes processos de transferências de custódia. Sendo assim, a cada fase, são realizadas as medições de volume ou massa (dependendo do sistema de medição) por parte dos produtores e dos consumidores.

Com base nessa premissa, por envolverem grandes transferências financeiras neste setor, os resultados de medição precisam ser os mais confiáveis possíveis, considerando que a avaliação da conformidade deve ser feita entre produtores e consumidores para estas operações, com o intuito de minimizar embates e discordâncias nas relações.

Como mencionado anteriormente, esses conflitos podem ser maiores quando os resultados das medições se encontram próximos dos limites apresentados, gerando assim a possibilidade de falso risco de aceitação ou rejeição.

Por essa razão, os resultados obtidos precisam estar estatisticamente dentro de uma determinada faixa de aceitação para serem compatíveis (OLIVEIRA, 2021).

Assim, a ferramenta de bandas de guarda, se aplicada à proposição de limites de aceitação nas transferências de custódia de petróleo e seus derivados, pode ser um bom método para evitar que haja *"risco de aceitação de um item não-conforme"*, gerando um prejuízo ao consumidor e *"risco de rejeição de um item conforme"*, afetando somente o produtor (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

Diante disso, esta abordagem, que se baseia no uso da incerteza de medição, tem sido utilizada para avaliar a conformidade das medições para diversos casos, tendo se mostrado relevante nas tomadas de decisão quanto à falsa avaliação da conformidade, além de permitir avaliar a compatibilidade dos resultados (OLIVEIRA, 2021).

Neste sentido, entende-se que esta pesquisa poderá contribuir sobremaneira com o propósito de minimizar os riscos de avaliação de falsa conformidade nas operações de transferência de custódia de petróleo e derivados, aplicando uma ferramenta que ajuda a avaliar a compatibilidade das medições, além de auxiliar as tomadas de decisão, evitando assim conflitos entre as partes envolvidas (aqui produtor e consumidor).

1.3.

Objetivos: Geral e específicos

A pesquisa tem como objetivo geral a aplicação da metodologia de bandas de guarda para proposição de limites de aceitação em operações de transferência de custódia de petróleo e seus derivados entre produtores e consumidores, minimizando os riscos de falsas decisões quanto à avaliação da conformidade.

Para alcançar este objetivo geral, definem-se os seguintes objetivos específicos, devidamente justificados:

- Levantar as bases normativas e regulatórias aplicáveis, identificando os requisitos mínimos necessários para a medição de petróleo e derivados nas transferências de custódia;
- Selecionar os métodos e ferramentas que podem ser adotadas para avaliar os riscos de avaliação de falsa conformidade no contexto de transferência de custódia de petróleo e derivados;
- Propor os limites de bandas de guarda para os volumes medidos em operações de transferência de custódia de petróleo e derivados entre produtores e consumidores, assegurando que não haja riscos de decisões falsas quanto à avaliação de conformidade; e

- Validar a aplicabilidade da ferramenta de bandas de guarda para proposição de limites de aceitação, com o propósito de minimizar os riscos de falsa conformidade em transferências de custódia na indústria de petróleo e gás.

1.4.

Estrutura da dissertação

Esta dissertação está estruturada em seis capítulos, incluindo esta introdução.

O segundo capítulo apresenta todo o arcabouço legal e os tipos de sistemas de medição existentes e aplicáveis às operações de transferência de custódia de petróleo e seus derivados, além das técnicas de medição de vazão, apresentando também brevemente os conceitos de incerteza de medição e avaliação da conformidade.

No Capítulo 3, é abordada toda a seleção dos métodos e ferramentas para avaliação de riscos de falsa conformidade, detalhando o uso da incerteza de medição e as regras de decisão para avaliação da conformidade.

Em seguida, no Capítulo 4, são propostos os limites de aceitação para as operações de transferência de custódia dos produtos escolhidos, são discutidos os resultados obtidos, as ferramentas, e o método é validado, além da avaliação de riscos de falsa conformidade nas tomadas de decisão.

E por fim, no Capítulo 5 são apresentadas as conclusões deste trabalho, as suas principais contribuições e limitações, bem como propostas para trabalhos futuros.

2

Revisão Bibliográfica

2.1.

Legislação e Regulamentações - Arcabouço legal

Historicamente, a gênese do arcabouço legal da indústria do petróleo no Brasil foi a "Lei do Petróleo", promulgada em 3 de outubro de 1953. Esta lei foi um marco importante na história do setor de petróleo no Brasil, pois definiu as bases para a criação da Petrobras (Petróleo Brasileiro S.A.), uma empresa estatal de exploração, produção, refino e distribuição de petróleo, gás natural e seus derivados (MME - MINISTERIO DAS MINAS E ENERGIA, 1953).

A lei supracitada estabeleceu o monopólio estatal sobre as atividades relacionadas ao petróleo no Brasil. Isto significa que apenas a Petrobras e o governo tinham autorização para realizar atividades de exploração, produção, refino, importação e exportação de petróleo, gás natural e seus derivados. O objetivo dessa legislação era garantir o controle nacional sobre os recursos petrolíferos do país.

Em 1957, como uma resposta direta ao decreto que estabeleceu a Petrobras quatro anos antes, surgiu o Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás (IBP). Seu principal propósito era a difusão do conhecimento técnico na incipiente indústria petrolífera nacional. Naquela época, a Petrobras detinha o monopólio absoluto na exploração de petróleo, com uma produção diária de apenas 27 mil barris. O IBP, então, reunia em seu seio vinte associados, unidos pelo objetivo de impulsionar e aprimorar a indústria petrolífera brasileira (IBP, [S.d.]).

Por gerações, o monopólio do Estado sobre a exploração e produção de petróleo e gás natural era exercido pela Petrobras, sendo a mesma o agente responsável por medir, arrecadar e repartir os tributos provenientes destes recursos. Com a criação da ANP (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis), por meio da Lei nº 9.478/97, e sua implantação com o Decreto nº 2.455/98, fez-se necessária a criação de um documento que padronizasse os sistemas de medição para que a ANP pudesse exercer sua função de agência reguladora de maneira mais efetiva, conforme mostra a linha do tempo na Figura 3.

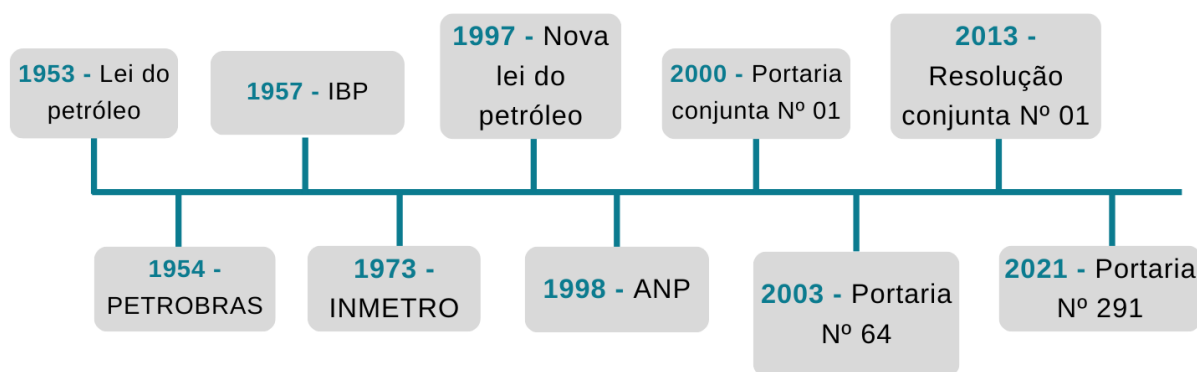


Figura 3 – Linha do tempo com os marcos importantes da legislação da indústria de petróleo.

Consolidou-se, então, em 19 de junho de 2000, por meio da Portaria Conjunta ANP/INMETRO nº 01 (ANP/INMETRO, 2000), o Regulamento Técnico de Medição de Petróleo e Gás Natural (RTM) que firmou as condições e exigências que os sistemas de medição necessitam possuir com o objetivo de alcançar resultados que garantam e certifiquem a confiabilidade. Após a publicação, foi estipulado que as empresas precisariam adaptar seus sistemas de medição às diretrizes da portaria em até no máximo vinte e quatro meses, sendo prorrogado até o dia 31 de dezembro de 2003, por meio da Portaria Conjunta ANP/INMETRO nº 02 de 2 de dezembro de 2002 (ANP/INMETRO, 2002).

Em seguida, a portaria conjunta nº1 foi substituída em 2013 pela resolução conjunta nº1, permanecendo em vigor até os dias atuais (ANP/INMETRO, 2013). Da mesma forma, a portaria INMETRO nº 64 de 11 de abril de 2003 que aprova o RTM que estabelece os requisitos para sistemas de medição de petróleo, álcool, e derivados líquidos, foi substituída e atualizada posteriormente, em julho de 2021, pela portaria nº 291, que foi ratificada para a consolidação do Regulamento Técnico Metrológico destinado a sistemas de medição dinâmica que possuam dispositivos de medição para avaliar volumes de líquidos (INMETRO, 2021).

Dessa forma, conclui-se todo o arcabouço legal, que tem como propósito fundamental estabelecer as condições e requisitos mínimos que os sistemas de medição de petróleo, gás natural e derivados devem cumprir, visando assegurar a obtenção de resultados mais precisos e fazendo com que as transferências de custódia desses produtos possam ser mais seguras e com alta confiabilidade.

2.2.

Transferência de custódia

De modo geral, no que diz respeito ao petróleo, gás e derivados, existem quatro modalidades de medições: (i) a medição fiscal, (ii) a medição para apropriação, (iii) a medição operacional e; (iv) a medição para transferência e custódia (ANP/INMETRO, 2013).

De acordo com a resolução conjunta ANP/INMETRO nº 01 (ANP/INMETRO, 2013), a medição fiscal é a medição do volume de produção fiscalizada aplicada a um ponto de medição da produção referente ao inciso IV do art. 3º do Decreto nº 2.705, de 3 de agosto de 1998. Este é o tipo de medição aplicado para a determinação das participações governamentais.

Em contrapartida, a medição para apropriação é usada para definir os volumes de produção pertinentes a cada poço em um mesmo campo ou em um conjunto de campos com medição fiscal compartilhada.

Por outro lado, a medição operacional é utilizada no controle da produção, onde podem ser realizadas medições de petróleo e gás natural, tanto para consumo, como combustível, quanto para qualquer outra finalidade dentro do campo.

No que se refere à medição para transferência de custódia - de maior interesse para este trabalho - a portaria supracitada estabelece como sendo a medição a partir do ponto em que a propriedade do óleo ou gás é transferida do vendedor para o comprador de acordo com as obrigações acertadas em contrato como, principalmente, seguir os requisitos fiscais. Desta forma, o pagamento baseia-se na quantidade dos fluidos transferidos e, portanto, trata-se de uma operação em que a exatidão se mostra fundamental, dado que um mínimo erro na medição, por se tratar de transferências com grandes volumes, pode levar rapidamente a uma prejudicial exposição financeira nas transações.

A critério de exemplificação, pode-se citar o caso de uma estação de bombeamento 2 do oleoduto do Alasca, projetada para bombear 60 000 galões por minuto (227 metros cúbicos por minuto) de óleo. Um pequeno erro de 0,1 % equivale a um prejuízo de 2 057 barris de petróleo por dia. Levando-se em conta que o preço à vista é de US\$ 105 por barril, esse erro de 0,1 % custaria US\$ 216.000 por dia. No decorrer de um ano, o erro de 0,1 % equivaleria a uma diferença de US\$ 78,8 milhões (DUPUIS, 2014). Por consequência, este prejuízo pode afetar o comprador, beneficiando o vendedor, ou o inverso.

Neste sentido, nota-se que os erros de medição podem sair muito caros e, por isso, a transferência de custódia e a medição fiscal são devidamente regulamentadas na maioria dos países, estando sujeitas à tributação governamental e a acordos contratuais entre as partes.

Segundo Shunashu e Casmir (SHUNASHU, CASMIR, 2020), a seleção do método de transferência com alta confiabilidade é, consideravelmente, primordial para evitar perdas

econômicas. Com isso, vale salientar que a medição de transferência de custódia fornece informações quantitativas e qualitativas que são passadas para a documentação física e fiscal de uma mudança de propriedade de petróleo e gás.

Em suma, a medição precisa e confiável da transferência de petróleo e gás natural sob custódia é um fator chave para o desenvolvimento econômico, proteção ao consumidor e comércio justo (GUPTA, 2017). Para que essa medição seja eficiente, diversos aspectos são levados em consideração, tais como: exatidão, repetibilidade, faixa de medição (*rangeabilidade*), disponibilidade em tamanhos de linha maiores, entre outros.

De fato, a transferência de custódia é um processo complexo, que exige cuidados específicos dependendo não só dos fatores supracitados, mas também das características de cada produto. Dentre eles, produtos líquidos, como petróleo e etanol, podem ser mais facilmente transferidos, enquanto produtos gasosos demandam equipamentos e procedimentos especiais para garantir precisão e segurança. Por conseguinte, a transferência de custódia desses produtos deve ser abordada com atenção aos detalhes e conformidade com as melhores práticas e regulamentações aplicáveis.

2.3.

Petróleo e derivados

A transferência de custódia de produtos relacionados ao petróleo e seus derivados desempenha um papel crucial na cadeia de suprimentos da indústria petrolífera, conforme mencionado anteriormente (DUPUIS, HWANG, 2010, SALUNKE, 2017). Dentre os diversos tipos de produtos que podem ser transferidos nesse contexto, destacam-se o petróleo bruto, gasolina, GLP, óleo diesel, querosene, óleo lubrificante e asfalto, além de uma gama diversificada de produtos químicos e petroquímicos (DUPUIS, 2014).

Os produtos da indústria de petróleo e derivados desempenham um papel vital na sociedade atual, com um valor econômico e estratégico incalculável. O petróleo bruto e seus derivados, como gasolina, etanol e diesel, são os combustíveis que alimentam a maioria dos meios de transporte, garantindo a mobilidade de pessoas e mercadorias em escala global. Além disso, os produtos petroquímicos desempenham um papel central na fabricação de uma ampla gama de produtos, desde plásticos e produtos farmacêuticos até fertilizantes e produtos químicos industriais. Portanto, a importância desses produtos não pode ser subestimada, uma vez que sustentam a economia mundial, além do estilo de vida moderno (GUPTA, 2017, OLIVEIRA, 2021, SALUNKE, 2017).

Dentre os diversos produtos derivados do petróleo, esta dissertação aborda os casos de transferência de custódia do GLP, óleo diesel S500 e do petróleo bruto propriamente dito. Além desses três produtos, será abordado também um caso de etanol anidro combustível

(EAC), que não é um derivado do petróleo, mas é comumente utilizado como um aditivo na gasolina.

2.3.1.

Petróleo bruto

O petróleo é uma substância de valor inestimável que desempenha um papel indispensável na vida cotidiana e economia do mundo todo. Originado da transformação lenta de matéria orgânica ao longo de milhões de anos, o petróleo é extraído de reservatórios subterrâneos por meio de exploração geológica avançada (LUCCHESI, 1998, THOMAS, 2004).

A composição do petróleo é notavelmente complexa e diversificada, consistindo principalmente em hidrocarbonetos, que variam em tamanho e estrutura molecular. Desde hidrocarbonetos simples, como metano e etano, até moléculas extremamente complexas com centenas de átomos de carbono, o petróleo abriga uma ampla gama de compostos. Inclusive, impurezas como enxofre e nitrogênio podem estar presentes (MARTINS, AZEVEDO, *et al.*, 2015).

Além disso, os óleos provenientes de diferentes reservatórios de petróleo apresentam variações em suas propriedades. Alguns são de tonalidade escura, têm alta massa específica e viscosidade, liberando escasso ou nenhum gás, enquanto outros são de tonalidade mais clara, com baixa viscosidade e massa específica. Em geral, todos eles fornecem análises elementares que se assemelham às apresentadas na tabela 1 (THOMAS, 2004).

Tabela 1 – Análise elementar do óleo cru típico (THOMAS, 2004).

Elemento	% em massa
Hidrogênio	11 – 14
Carbono	83 – 87
Enxofre	0,06 – 8
Nitrogênio	0,11 – 1,7
Oxigênio	0,1 – 2
Metais	até 0,3

Com uma composição diversificada, o petróleo bruto pode ser submetido a um processo de refino em refinarias, onde é separado em vários produtos cruciais, incluindo gasolina, diesel, querosene, etanol, GLP e lubrificantes. Esses produtos refinados impulsionam a indústria de transporte, fornecem energia e são a base para a produção de inúmeros bens químicos e plásticos (MARTINS, AZEVEDO, *et al.*, 2015).

2.3.2.

Óleo diesel

O óleo diesel, um derivado do petróleo com uma faixa de destilação típica entre 220 °C e 380 °C, desempenha um papel essencial como combustível em motores de combustão interna por compressão, especialmente em um cenário de crescente uso de tais motores na indústria automobilística. Essa preferência se deve à sua eficiência, durabilidade e flexibilidade. Motores a diesel oferecem maior eficiência na queima de combustível e uma densidade energética superior em comparação com a gasolina, resultando em maior economia de combustível e menores emissões de dióxido de carbono (CO₂) (FARAH, M. A., 2003).

Tipicamente, o óleo diesel é obtido por meio de destilação fracionada do petróleo e consiste principalmente de átomos de carbono e hidrogênio, com traços de enxofre, nitrogênio e oxigênio. Este combustível é utilizado em uma ampla variedade de veículos e aplicações, incluindo automóveis, ônibus, caminhões, máquinas pesadas, locomotivas, navios e geradores elétricos (SZKLO, ULLER, *et al.*, 2012).

A Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) regula a qualidade do óleo diesel por meio da resolução ANP Nº 50, que estabelece diferentes classificações, como diesel A (sem biodiesel) e diesel B (com 7 % de biodiesel), bem como níveis de enxofre, como S10 e S500 (ANP, 2013). Tais regulamentações garantem que o óleo diesel atenda a padrões de qualidade rigorosos para uso rodoviário, assegurando que as empresas que comercializam esse produto cumpram as especificações estabelecidas (FARAH, M. A., 2003). Portanto, o óleo diesel desempenha um papel fundamental na mobilidade e no fornecimento de energia, impulsionando diversos setores, enquanto os avanços regulatórios visam reduzir impactos ambientais por meio de combustíveis mais limpos e eficientes (SZKLO, ULLER, *et al.*, 2012).

De acordo com o mais recente balanço energético nacional – BEN (MME/EPE, 2023), o óleo diesel foi apontado como a fonte de energia mais consumida durante o ano (2023) no setor de transportes, com 39 909 x 10³ toneladas equivalentes de petróleo (tep). Ainda segundo o BEN 2023 (MME/EPE, 2023), o consumo de diesel representou 44,6 % do total consumido no setor de transportes, como pode-se observar na Figura 4.

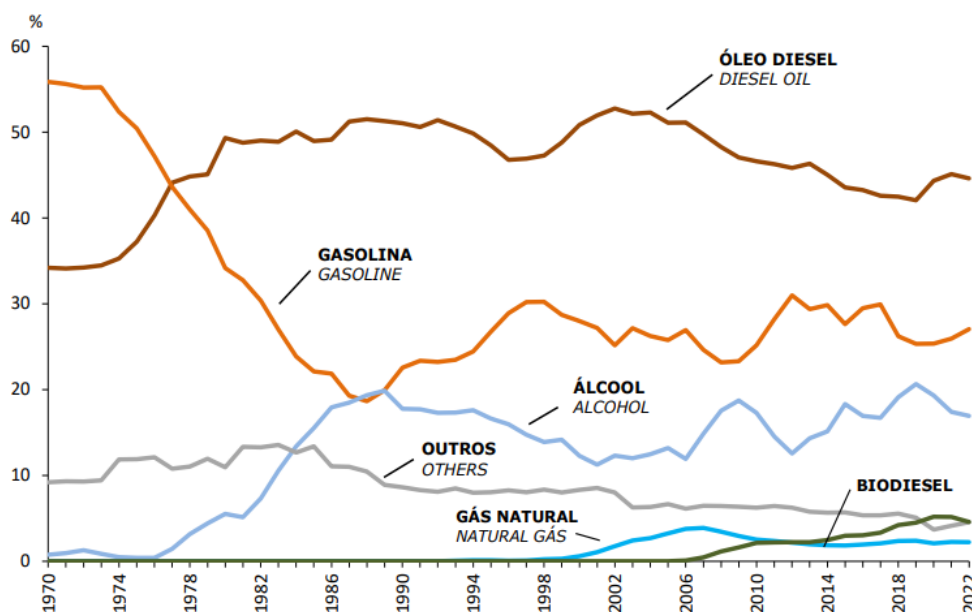


Figura 4 - Estrutura do consumo no setor de transportes (MME/EPE, 2023).

2.3.3.

Gás liquefeito de petróleo (GLP)

Popularmente conhecido como gás de cozinha, o GLP é uma mistura composta principalmente por hidrocarbonetos com três ou quatro átomos de carbono. Embora estes hidrocarbonetos se apresentem na forma gasosa nas condições ambientais normais, este combustível pode ser transformado em estado líquido por meio de pressurização. Quando liquefeito, o GLP ocupa apenas 0,4 % do volume que ocuparia em seu estado gasoso (BIERNAT, 2016).

A principal aplicação do GLP é no preparo de alimentos, o que representa aproximadamente 90 % da demanda no Brasil. Além disso, este derivado encontra uso como matéria-prima na indústria petroquímica, contribuindo para a fabricação de borracha, polímeros e éteres, bem como tem sido empregado como combustível em setores industriais especializados, na produção de vidro, cerâmica e alimentos. Inclui ainda aplicações como fonte de energia em máquinas empilhadeiras operando em ambientes fechados. Adicionalmente, este recurso desempenha um papel essencial como combustível para processos de tratamento térmico e na galvanização de materiais (TOTTEN, WESTBROOK, *et al.*, 2003).

Os principais componentes parafínicos do GLP incluem o propano (C_3H_8) e os butanos (C_4H_{10}), que são compostos tanto de forma normal quanto isomérica (BIERNAT, 2016, TOTTEN, WESTBROOK, *et al.*, 2003). Além desses hidrocarbonetos, o GLP pode conter pequenas quantidades de etano e pentanos, como apresentado na Tabela 2. Embora o GLP seja incolor e, em geral, inodoro, são adicionados compostos odorizantes à base de enxofre

para tornar os vazamentos de GLP facilmente identificáveis por meio de um odor característico, perceptível pelo olfato humano (SYNÁK, ČULÍK, *et al.*, 2019).

Tabela 2 - Demonstração da composição do Gás Liquefeito de Petróleo (GLP) (FARAH, Marco Antonio, 2012).

<i>Hidrocarboneto</i>	<i>Valor médio % em volume</i>
Etano	1,3
Propano	22,5
Propeno	16,1
n-Butano	12,6
Isobutano	14,7
Buteno-1	8,2
Cisbuteno-2	6,4
Transbuteno-2	8,1
Isobuteno	9,6
Pentanos e mais pesados	0,6

Uma das características distintivas do GLP é sua capacidade de liquefação em comparação com outros combustíveis gasosos. Esta propriedade torna o GLP adequado para distribuição em botijões, facilitando o fornecimento deste recurso aos consumidores (RYSKAMP, 2017). As especificações que regem o GLP são estabelecidas pela Agência Nacional do Petróleo (ANP), de acordo com a Resolução nº 825, conforme publicação no Diário Oficial da União de 28/08/2015 (ANP, 2020).

2.3.4.

Etanol anidro combustível (EAC)

Devido aos constantes aumentos do preço internacional do petróleo e o lançamento dos carros flex em 2003, cuja produção tem crescido muito no Brasil, o interesse pelo etanol como biocombustível tem despertado muito interesse (MARCOCCIA, 2007).

Este biocombustível líquido, que vem principalmente de fontes renováveis de biomassa, apresenta diferenças importantes em relação aos combustíveis oriundos do petróleo. A mais relevante é o alto conteúdo de oxigênio, que representa cerca de 35 % da massa do etanol. As propriedades do etanol permitem uma queima mais limpa e um melhor rendimento dos motores, funcionando como um aditivo que melhora a qualidade da gasolina contra a detonação (maior octanagem) e diminui as emissões de poluentes, substituindo aditivos que aumentam a octanagem e que têm restrição ambiental, como o chumbo tetraetila e o metil tert-butil éter – MTBE, que estão sendo proibidos em muitos países (BNDES, 2008).

Neste contexto, é importante destacar que existem dois tipos de etanol combustível: (i) o hidratado, que é o etanol comum vendido nos postos, consumido em motores

desenvolvidos para este fim; e (ii) o anidro, que tem alta pureza alcoólica e é misturado à gasolina, sem prejuízo para os motores, em proporções variáveis (MARCOCCIA, 2007).

O etanol anidro e o hidratado são dois tipos de etanol com diferenças na concentração alcoólica. O álcool hidratado tem uma concentração próxima, mas inferior ao ponto azeotrópico, enquanto o álcool anidro tem uma concentração superior a esse ponto, geralmente acima de 99 %. O ponto azeotrópico é o ponto em que a mistura de água e etanol tem a menor pressão de vapor e, portanto, a maior estabilidade. O álcool anidro é frequentemente chamado de “etanol puro” ou “etanol absoluto”, pois tem uma pureza quase total (LOPES, GABRIEL, *et al.*, 2011). A Tabela 3 apresenta algumas das principais características do etanol anidro.

Tabela 3 - Características do álcool anidro (ANP, 2023).

Parâmetros	Especificações etanol anidro	Unidades
Massa específica	Máx. 791,5	(20 °C) kg/m ³
Teor alcoólico	Mín. 99,3	% massa (° INPM)
Grau alcoólico	Mín. 99,6	% volume (v/v 20 °C)
Acidez total	Máx. 30,0	mg/L (como ácido acético)
pH	6,0 a 8,0	
Condutividade elétrica	Máx. 500	µS/m
Aspecto	Límpido e isento de impurezas em suspensão	*

Neste sentido, nota-se que o etanol tem diversas aplicações, como combustível, como aditivo para gasolina, como solvente (com vários usos na indústria) e como desinfetante natural na composição de produtos de limpeza.

Além das características dos produtos supracitados, faz-se necessário avaliar alguns sistemas de medição que são usados para quantificar os mesmos dentro da indústria de petróleo e gás, com o intuito de entender melhor como esses sistemas atendem às normas e às operações de transferência de propriedade para comprador.

Assim, na próxima seção serão apresentados os sistemas de medição utilizados para tais procedimentos e seus respectivos funcionamentos, bem como alguns dos principais medidores empregados nestes sistemas.

2.4.

Medição estática de petróleo e derivados

Por via de regra, a medição de petróleo e derivados pode ser feita por meio de tanques, sendo medido o volume diretamente ou por meio de medidores de vazão em linha, onde o

volume é obtido por meio da integração ao longo do tempo da vazão medida (ANP/INMETRO, 2013).

De forma geral, para medição estática, o tanque precisa ser arqueado com o propósito de obter uma tabela volumétrica, em outros termos, uma tabela onde determina-se o volume que cada anel ou nível do tanque comporta. Dessa maneira, de acordo com a ISO 75731-1, norma esta utilizada pela Resolução conjunta ANP/Inmetro nº 1 (ANP/INMETRO, 2013) para obtenção das medições das alturas e dos perímetros, a arqueação é estabelecida como “a determinação da capacidade volumétrica de reservatórios (tanques e embarcações) utilizados para armazenamento de produtos a granel”.

Além da tabela mencionada no parágrafo anterior, para apresentar os valores do nível final de líquido, o RTM exprime que deve ser ajustado o fator de correção da dilatação térmica entre a temperatura medida e a temperatura de referência de 20 °C, de modo a corrigir o volume final medido (MATA, FILHO, 2002).

De acordo com o RTM, a variável mais importante na medição estática é o nível do tanque e este, por sua vez, deve ser determinado por meio de trena manual ou com sistemas automáticos de medição de nível (MATA, FILHO, 2002).

Baseando-se nisso, a Figura 5 ilustra um exemplo de trena manual, a qual corresponde a uma fita metálica que possui acoplado um mecanismo de enrolamento. Vale ressaltar que, após o manuseio, faz-se necessária a limpeza da mesma.

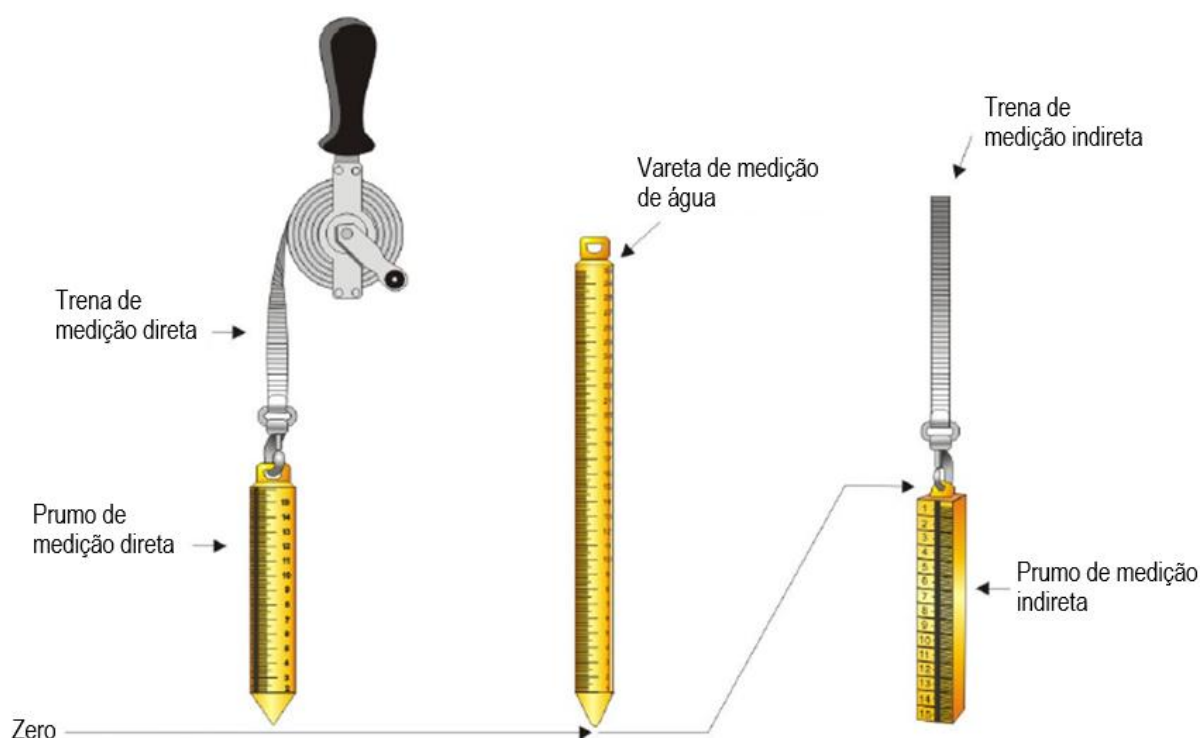


Figura 5 – Equipamentos de medição manual para tanques de armazenamento (SGS, 2018).

As medições em tanques de petróleo e derivados juntamente com as tabelas de capacidade servem para quantificar o volume total observado do fluido em questão contido em um tanque ou reservatório. Com isso, para leitura de nível, podem ser aplicados dois diferentes métodos: (i) sistema de medição direta e; (ii) sistema de medição indireta (*innage* e *outage* ou *dip* e *ullage*, respectivamente), conforme apresentado na Figura 6. A medição direta pode ser definida como uma medida linear vertical entre a superfície do fluido a ser quantificado até a mesa de medição ou fundo do tanque, ao passo que a indireta pode ser determinada pela distância entre a superfície do fluido e o ponto de referência de medição do tanque (SGS, 2018).

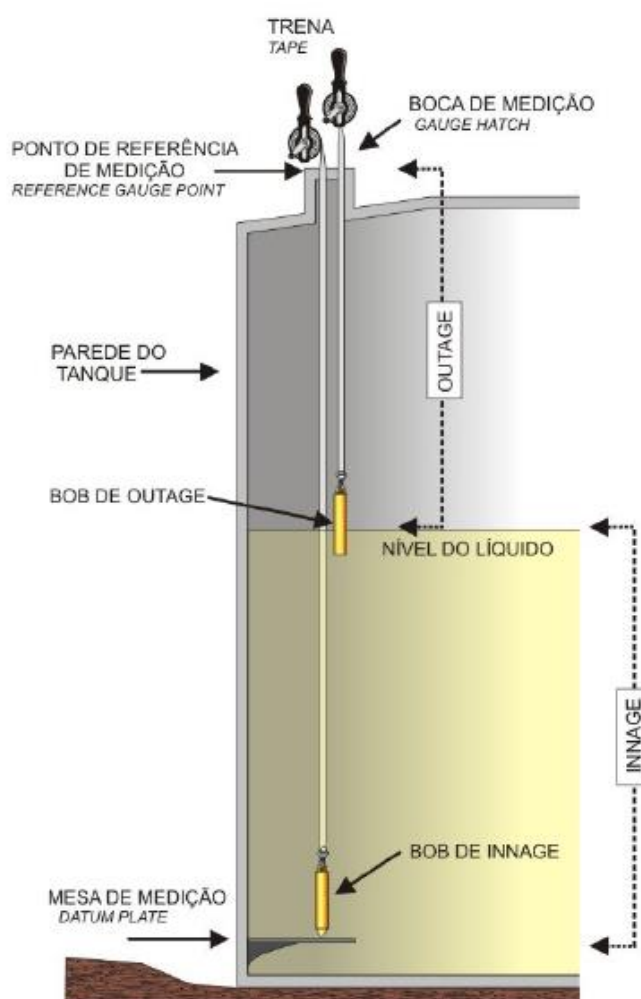


Figura 6 – Métodos de medição estática direta e indireta para leitura de nível em tanques (SGS, 2018).

Por outro lado, as tecnologias do tipo radar, servo-operado, pressão diferencial, ultrassônico, capacitivo, radiofrequência, entre outras, são os principais sistemas de medição automática de nível. A Figura 7 mostra um exemplo do tipo de medição por radar, onde pode-se observar que o método utilizado é por espaço vazio (SGS, 2018).

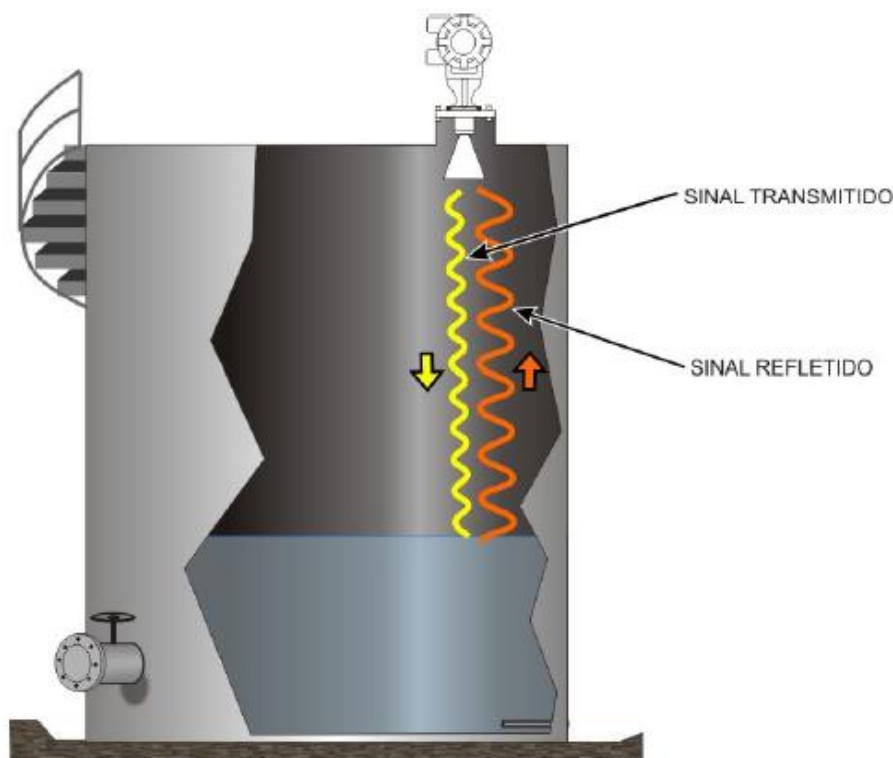


Figura 7 – Exemplo medição automática do tipo radar (SGS, 2018).

Basicamente, este sistema constitui-se de uma antena que propaga ondas eletromagnéticas de baixa potência, tipicamente menores que $0,015 \text{ mW/cm}^2$, em direção à face superior do líquido armazenado. Por meio do sensor, pode-se detectar o tempo de trânsito para reflexão dos pulsos emitidos. Desta maneira, o nível ou a distância são diretamente proporcionais ao tempo de reflexão (MATA, FILHO, 2002, RIBEIRO, Marco Antonio, 2003).

De acordo com Ribeiro (RIBEIRO, Marco Antonio, 2003), este sistema apresenta algumas vantagens, tais como: realiza medições sem que haja contato; não se faz necessária a recalibração quando as condições de processo são alteradas, visto que a mudança do líquido não influencia na velocidade, frequência e processamento do sinal. Em contrapartida, não pode ser utilizado com sólidos devido ao fraco sinal de reflexão, sendo somente aplicado em processos com o fluido limpo, além de ser considerado uma técnica de medição de nível mais cara.

Outro importante tipo de medição utilizado amplamente no mercado é a tecnologia de medidores de nível servo-operado. Utilizando-se de um deslocador móvel que se assemelha a uma boia, é capaz de acompanhar a superfície livre do líquido, garantindo medições altamente confiáveis. O diferencial desse sistema reside em seu mecanismo de servomecanismo, que impulsiona o deslocador. Quando o fio que aciona o deslocador se parte, ele afunda até o fundo do recipiente, conforme apresentado na Figura 8, pois sua massa

específica é significativamente maior do que a do líquido. Essa tecnologia foi pioneiramente desenvolvida pela empresa Honeywell ENRAF e tem revolucionado a medição de nível em diversos setores industriais (GRANADOS, 2007).



Figura 8 – Medidor tipo servo-operado, medidor de nível modelo 954 Honeywell ENRAF (KAJIMOTO, 2021).

Além disso, em condições de equilíbrio, o deslocador permanece parcialmente submerso no líquido, permitindo sua aplicação em situações desafiadoras, como líquidos com turbulência na superfície e variações de densidade do produto. Esta característica torna possível a operação precisa em tanques equipados com agitadores e em sistemas com altas vazões de bombeamento (CARDOSO, 2012).

Particularmente, a implementação do princípio de servomecanismo elimina os efeitos de atrito mecânico, garantindo sensibilidade e precisão excepcionais ao sistema de medição de nível (GRANADOS, 2007). Esta inovação representa um avanço significativo na tecnologia de medição de nível, oferecendo soluções confiáveis e eficazes para os desafios enfrentados pela indústria.

Diante disso, vale destacar que todas as tecnologias de medição têm seus prós e contras e, por esse motivo, cada sistema de medição pode ser aplicado de acordo com as peculiaridades do projeto juntamente com suas condições de operação, como visto no parágrafo anterior e nos itens seguintes, em particular na próxima seção, onde a medição dinâmica de petróleo e derivados será abordada.

2.5.

Medição dinâmica de petróleo e derivados

O regulamento técnico para medição de petróleo e gás natural é explicitado por meio da Resolução conjunta ANP/Inmetro nº 1, atualizada em 10 de junho de 2013

(ANP/INMETRO, 2013). De acordo com o Art. 1º, a portaria estabelece as mínimas condições metrológicas e exigências técnicas a que os sistemas de medição de petróleo e gás natural devem se atentar, com o objetivo de assegurar a confiabilidade das medições.

Aprovou-se, no dia 07 de julho de 2021 a Portaria nº 291 (INMETRO, 2021), que reconhece o RTM consistente para sistemas de medição dinâmica equipados com medidores para quantidades de líquidos, incluindo juntamente a medição em transferência de custódia de petróleo, seus derivados líquidos, álcool anidro e álcool hidratado carburante.

De acordo com Dupuis (DUPUIS, 2014), apesar de existirem diversos tipos de medidores de vazão para uso industrial, muitos deles não são adequados e reconhecidos pela ANP para transferência de custódia.

Comumente, quatro tecnologias são mais usadas quanto à medição de hidrocarbonetos líquidos a temperatura ambiente: (i) medidores do tipo deslocamento positivo; (ii) medidores do tipo turbina; (iii) medidores do tipo Coriolis; e, (iv) medidores do tipo ultrassônicos.

Sendo assim, estes instrumentos podem ser classificados de acordo com as suas especificações, tornando suas condições de serviço extremamente diversificadas, dado que os fluidos medidos possuem características viscosas, abrasivas, corrosivas ou carregadas de impurezas, fazendo-se necessário um tipo de medidor para cada situação.

2.5.1.

Medidor de vazão do tipo deslocamento positivo

Os medidores de deslocamento positivo têm potencial de operar com líquidos e gases, ainda que em projetos e aplicações diferentes. Geralmente, estes medidores, em razão de suas particularidades mecânicas, são afetados pelo atrito (MILLER, R. W., 1983).

Em caráter especial, quando se trata de líquidos, o desempenho do medidor é impactado diretamente pela viscosidade, enquanto para os gases a pressão corresponde ao fator que mais influencia nas oscilações da efetividade do medidor (SERFATY, 1996).

De modo geral, podem-se destacar 3 essenciais componentes de trabalho deste medidor: (i) uma câmara de trabalho (onde situa-se o fluido); (ii) um instrumento de deslocamento (sendo deslocado pelo trabalho do próprio fluido) e; (iii) um dispositivo transdutor (faz a leitura de quantas vezes o volume da câmara é conduzido, caracterizado pelos pulsos) (MATA, FILHO, 2002).

Neste contexto, de acordo com Mata e Filho (MATA, FILHO, 2002), existem três tipos de projetos de medidores que são mais empregados na medição de fluidos por deslocamento positivo:

- Medidor de pistão: comumente usado em bombas de gasolina nos postos de abastecimento.
- Medidor de palhetas: normalmente usado em bases de carregamento de caminhões-tanques.

Medidor de engrenagens do tipo oval: os mais utilizados são os do tipo helicoidal e de lóbulos rotativos ou oval, no entanto este último é o mais aplicado (Figura 9), devido à variedade de desenhos de medidores. Cabe ressaltar que a capacidade de medir fluidos que ainda contenham algumas impurezas torna-os apropriados para medição de óleo cru.

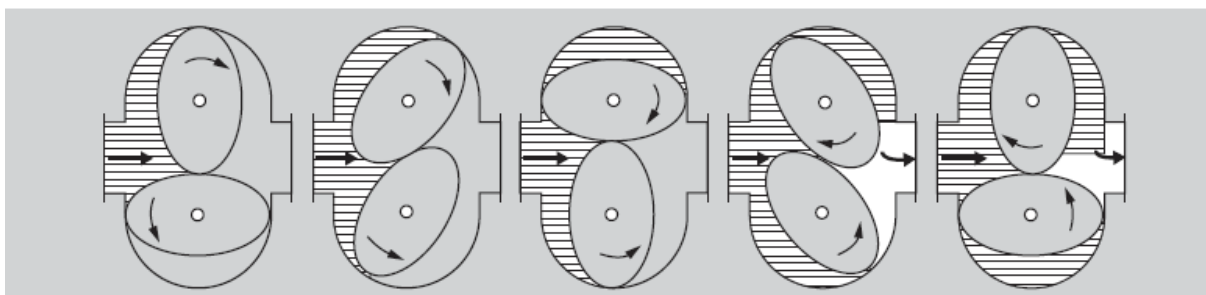


Figura 9 – Princípio de funcionamento medidor de engrenagens oval (BAKER, 2016).

2.5.2.

Medidor de vazão do tipo turbina

Fundamentalmente, o princípio básico de funcionamento de um medidor do tipo turbina, conforme ilustrado na Figura 10, resume-se da seguinte maneira: a vazão do fluido impulsiona o rotor da turbina fazendo-o girar em uma velocidade angular definida. Por consequência, a rotação das pás da turbina é diretamente proporcional à vazão do fluido. Sendo assim, haverá a geração de pulsos com frequência proporcional à velocidade do fluido e à vazão. Desta forma, pode-se inferir o valor da vazão por meio da detecção mecânica ou eletrônica do fluido ao passar pelas lâminas do rotor da turbina (BAKER, 2016).

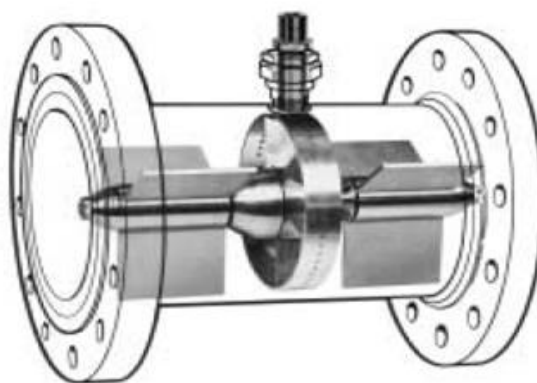


Figura 10 – Típico medidor do tipo turbina (UPP, LANASA, 2002).

De acordo com Sptizer e Basu (BASU, 2019, SPITZER, 2005), à medida que as viscosidades aumentam, o fator de medição de um medidor de turbina pode se tornar consideravelmente não linear, fazendo com que a queda de pressão e o desgaste do medidor aumentem expressivamente.

De outro modo, estes autores ressaltam que a precisão dos medidores de vazão de turbina, quando expostos a regimes de escoamento turbulento, mostra-se bem superior quando comparada com outras tecnologias.

Em contrapartida, quando opera em baixas vazões, esse medidor passa pela mesma dificuldade que os medidores de deslocamento positivo, onde a resistência à rotação do rotor é alta, quando comparada à força disponível que move o fluido.

Diante do exposto, considera-se este medidor como um dos mais versáteis, em virtude de sua alta *rangeabilidade*, sendo muito destacado por apresentar confiabilidade nas medições quando contraposto aos demais medidores à disposição (MATA, FILHO, 2002).

2.5.3.

Medidor de vazão do tipo *Coriolis*

Por muitos anos não fora observada na indústria nenhuma metodologia prática que realizasse a medição dinâmica de massa. Geralmente, a obtenção desta propriedade costuma ser obtida por meio do volume. Portanto, os medidores de vazão volumétrica em geral não determinam a grandeza massa, mas sim o espaço que ela ocupa, sendo necessária a dedução da massa e o cálculo dos impactos da temperatura e pressão sobre a massa específica (SERFATY, 1996).

Em consequência da versatilidade deste medidor e das vantagens da medição de vazão mássica, por várias vezes tenta-se empregar esta tecnologia em diversas aplicações, porém o alto custo desse sistema de medição pode influenciar na sua aplicabilidade. Apesar disso, este custo pode ser aceitável quando os medidores são empregados em projetos piloto e expostos a fluidos diferentes, sendo reutilizados em plantas futuras (SPITZER, 2005).

Tipicamente, os medidores do tipo *Coriolis*, devido a sua flexibilidade, podem ser utilizados em sistemas com operação tanto de fluidos incompressíveis quanto compressíveis. Sendo assim, eles medem diretamente a massa do fluido, todavia, se o volume for a medida esperada, devem ser adotadas algumas correções para a densidade nas condições operacionais. Em razão disso, as medições de fluxo de massa são sempre priorizadas quando estimado o balanço de materiais e os custos operacionais, considerando que a massa é uma grandeza inerente e independente da massa específica, que por sua vez está relacionada à temperatura e pressão (BASU, 2019).

Neste contexto, observa-se que, nestes medidores de vazão, o fluido escoar por vários tubos, sendo ajustados para vibrar em frequência natural com o intuito de reduzir a demanda de energia. Assim, ao passar pela tubulação, gera-se uma força que deforma o tubo de medição, sendo essa força chamada de efeito Coriolis [20, 21].

Conceitualmente, o efeito Coriolis refere-se a um fluido que, ao percorrer uma tubulação que vibra a uma frequência estabelecida, estará sujeito a uma aceleração ou desaceleração ao passar pelo ponto inicial e final da amplitude da oscilação. Com isso, por meio do efeito desta força, o medidor destina-se a medir a vazão mássica, servindo inclusive como um sensor de massa específica (MATA, FILHO, 2002).

De acordo com Mata e Filho (MATA, FILHO, 2002), de modo geral, os fabricantes preferem utilizar o medidor de dois tubos análogos realizando a mesma função, conforme ilustrado na Figura 11, mas aplicado em movimento oscilatório em sentido contrário, expandindo a área de abrangência da oscilação. Basu (BASU, 2019) ressalta que um tubo único dará o mesmo efeito, entretanto são usados dois tubos para favorecer a medição, bem como aumentar a sensibilidade.

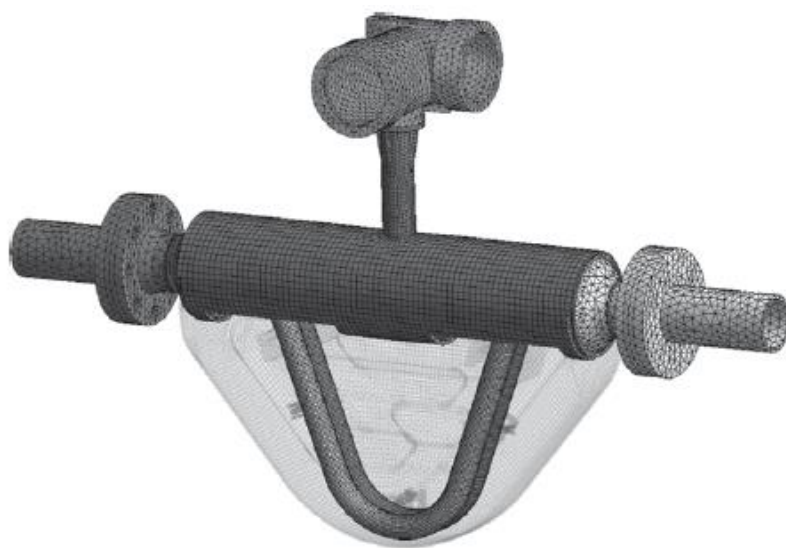


Figura 11 – Típico medidor de vazão mássico Coriolis (BAKER, 2016).

Na maioria dos casos, os medidores tipo Coriolis, como mencionado anteriormente, têm a capacidade de medir a quantidade de massa, juntamente com a densidade relativa do fluido, apresentando baixas incertezas de medição, na ordem de 0,05 % para massa e 0,05 kg/m³ para densidade, quando aplicados a hidrocarbonetos leves (MILLS, 2019).

2.5.4.

Medidor de vazão do tipo ultrassônico

O princípio básico de funcionamento de todos os medidores do tipo ultrassônico pode ser descrito da seguinte maneira: por meio de energia elétrica excita-se um cristal piezoelétrico em sua frequência de ressonância, que gera um sinal ultrassônico que é propagado no formato de onda no fluido e no material com o qual o cristal está em contato (RIBEIRO, Marco Antônio, 2003).

Assim, o medidor fundamenta-se na emissão de ondas de ultrassom, com frequências no intervalo de 150 kHz a 4 MHz, sendo essencial no mínimo um par de transdutores, conforme ilustrado na Figura 12. Neste contexto, existem dois métodos que são comercialmente mais utilizados, o efeito Doppler e o de tempo de trânsito. Usualmente, os medidores do tipo tempo de trânsito são os mais aplicados na indústria do petróleo e gás (MATA, FILHO, 2002).

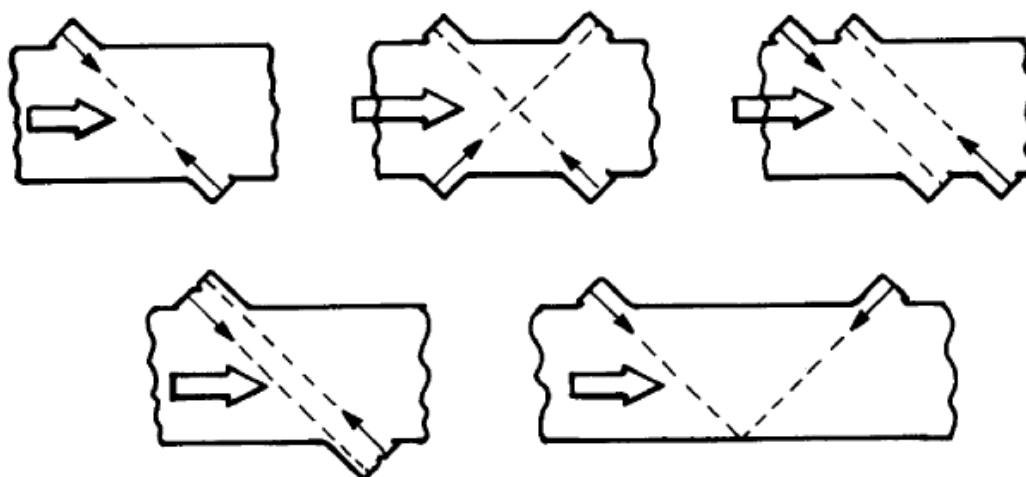


Figura 12 – Princípio de funcionamento dos transdutores do tipo ultrassônico (MILLER, R. W., 1983).

De modo geral, os medidores do tipo ultrassônico por tempo de trânsito são mais empregados devido a sua robustez e precisão comparados ao do tipo Doppler, estando disponíveis como um carretel (intrusivo) ou braçadeiras (não intrusivos) para líquidos e gases (BAKER, 2016), podendo ser utilizados na transferência de custódia, uma vez que estão de acordo com a condição de erro máximo admissível de 0,2 % da OIML R-117 (OIML, 2007) para medir a vazão de líquidos, e de 0,5 % da OIML R-137 (OIML, 2006) para medição de vazão de gás natural. A incerteza de medição para medidores de carretel está na faixa de 1 % e pode aumentar até a ordem de 5 % para *clamp-on* (braçadeiras) (BAKER, 2016).

A principal característica de um medidor tipo carretel é a presença de um carretel rotativo dentro do duto. O carretel é projetado de forma a permitir que o fluido escoe ao seu

redor enquanto gira (SPITZER, 2005). A rotação do carretel está diretamente relacionada à vazão do fluido. À medida que o fluido flui através do medidor, ele exerce uma força no carretel, fazendo-o girar a uma velocidade proporcional à vazão (BAKER, 2016).

Cabe ressaltar que esses medidores tipo carretel são frequentemente usados em aplicações industriais onde é necessária uma medição direta e precisa da vazão de líquidos. Eles são especialmente úteis em líquidos viscosos ou com partículas sólidas, onde outros tipos de medidores podem ser menos adequados. No entanto, eles têm a desvantagem de serem intrusivos, o que significa que podem afetar o fluxo normal do fluido e exigir considerações adicionais de instalação e manutenção (BAKER, 2016). Ao passo que, nos do tipo braçadeira ou não intrusivos, a reflexão do feixe na parede do tubo pode ser um problema. Geralmente, recomenda-se que o fluido em questão esteja limpo, visto que a presença de elementos sólidos prejudica o seu funcionamento, uma vez que pode deslocar o feixe de ultrassom, atrapalhando assim a leitura do instrumento (SPITZER, 2005).

Em suma, a precisão dos medidores do tipo ultrassônico descreve o potencial do sistema de traduzir a velocidade por toda extensão do medidor (UPP, LANASA, 2002).

Desta maneira, pode-se observar que os medidores de vazão desempenham um papel fundamental na medição confiável de fluidos independente da sua aplicação. Assim, a eficácia desses instrumentos pode ser avaliada por meio de especificações de desempenho. Portanto, no próximo item, as classes de exatidão, juntamente com o erro máximo admissível, se destacam como métricas cruciais nesse contexto.

2.6.

Classes de exatidão

Segundo o RTM (ANP/INMETRO, 2000) e a OIML (OIML, 2007), os dispositivos de medição destinados a avaliar as propriedades químicas, físicas e físico-químicas do petróleo e seus derivados devem ser concebidos, instalados e ajustados de modo a operar dentro das classes de exatidão estabelecidas pelas normas metrológicas em vigor.

Neste contexto, as classes de exatidão asseguram que os sistemas de medição estejam calibrados e operem de acordo com os padrões necessários para garantir a qualidade do produto final. Portanto, desempenham um papel importante na garantia da integridade das medições na indústria de petróleo, contribuindo para operações eficientes, conformidade regulatória e transações comerciais justas e transparentes (OIML, 2007).

Em particular, no item 6.3.4 (c) do RTM (ANP/INMETRO, 2000) pode-se verificar que: “para os sistemas de medição para transferência de custódia para viscosidade dinâmica até 1000 mPa.s a classe de exatidão deve ser 0,3”; com relação à portaria do INMETRO Nº 291

(INMETRO, 2021), os sistemas de medição em um duto e o sistema de medição fiscal de petróleo em linha, também devem respeitar a classe de exatidão 0,3.

Além deste conceito de classe de exatidão, o erro máximo admissível representa a tolerância aceitável para a diferença entre o resultado da medição realizada e o valor verdadeiro, sendo expresso como uma porcentagem ou uma unidade específica (OIML, 2007).

Seguindo esta definição, a relação entre classes de exatidão e erro máximo admissível é direta, conforme pode-se visualizar na Tabela 4: classes mais altas geralmente implicam em menor erro máximo admissível, indicando maior exatidão do instrumento (ANP/INMETRO, 2000).

Tabela 4 - Erros máximos admissíveis por classes de exatidão (INMETRO, 2021).

Classes de exatidão	A (%)	B (%)
0,3	0,3	0,2
0,5	0,5	0,3
1,0	1,0	0,6
1,5	1,5	1,0

Na indústria de petróleo e gás, onde medições extremamente confiáveis são cruciais para transações comerciais, controle de processos e garantia da qualidade, a seleção cuidadosa das classes de exatidão e a definição do erro máximo admissível são fundamentais. Isso garante que os sistemas de medição atendam aos requisitos regulatórios, evitem perdas financeiras decorrentes de medições imprecisas e contribuam para a eficiência operacional (ANP/INMETRO, 2000, OIML, 2007).

Nesse contexto, de acordo com a Tabela 4, a faixa A (%) é atribuída ao sistema de medição como um todo, abrangendo todos os elementos integrados do processo, as EMED's. Em contrapartida, a faixa B (%) refere-se especificamente a um medidor individual dentro do sistema, avaliando o erro máximo e o desempenho desse componente isoladamente, sem incluir o sistema completo.

Em muitos casos, para garantir a confiabilidade das medições, o erro máximo admissível pode ser considerado como um componente da incerteza de medição. Contudo, a incerteza total pode ser composta por diferentes fontes de erro, incluindo o erro sistemático (como o representado pelo erro máximo admissível) e o erro aleatório, conforme será abordado na próxima seção.

2.7.

Incerteza de Medição

Metrologicamente, em qualquer medição, existem várias fontes de incerteza que podem afetar a precisão e a confiabilidade do resultado. Essas fontes podem incluir variações nos instrumentos de medição, condições ambientais, procedimentos de medição, entre outros fatores (DIECK, 2007).

Contudo, a avaliação da incerteza de medição é crucial em contextos científicos, industriais e de laboratório, onde a precisão das medições é essencial. Tal avaliação envolve a identificação e a quantificação das fontes de incerteza associadas a uma medição específica. Estas fontes podem ser classificadas como incertezas aleatórias (associadas à variabilidade) e incertezas sistemáticas (associadas a erros sistemáticos) (EURACHEM/CITAC, 2019, HUGHES, 2007).

Dessa forma, os resultados das medições são frequentemente apresentados com um valor central e um intervalo de incerteza para indicar a confiabilidade da medida. A expressão da incerteza geralmente segue diretrizes e padrões internacionais para garantir uma abordagem consistente e comparável em diferentes contextos de medição. A avaliação e a comunicação adequadas da incerteza de medição são essenciais para interpretar corretamente os resultados experimentais e tê-los como base para tomada de decisões (DIECK, 2007).

Sendo assim, a análise de incerteza de medição tem como propósito realizar uma modelagem estatística do sistema ou procedimento de medição, incorporando a quantificação das variáveis de entrada e a caracterização de suas incertezas aleatórias. Um requisito fundamental consiste em associar à grandeza medida um intervalo de confiança que englobe o resultado da medição, representando a melhor estimativa numérica obtida. Este intervalo é esperado para abranger uma proporção específica, geralmente 95 %, da distribuição dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos à grandeza mensurada (HUGHES, 2007).

Na análise de incertezas de medição, o método tradicional da Lei de Propagação de Incertezas (LPU) utiliza uma abordagem descrita no Guia para a Expressão da Incerteza de Medição da ISO (*International Organization for Standardization*), conhecido como GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*) (ISO, 2008) e em outros documentos similares baseados no mesmo. Essa técnica fundamenta-se na representação das variáveis de entrada do modelo em termos de valores estimados e suas incertezas padrão associadas, que indicam a dispersão desses valores. Esses valores e incertezas correspondentes são então "propagados" através de uma versão linearizada do modelo (uma aproximação de uma série de Taylor ao modelo de medição) para oferecer uma estimativa da variável de saída e sua respectiva incerteza (ISO, 2008).

Por outro lado, a grande flexibilidade do método SMC (Simulação de Monte Carlo) para avaliação de incerteza permite sua aplicação na estimativa da incerteza expandida, mesmo em situações em que a distribuição que descreve os possíveis valores da grandeza medida não segue uma distribuição normal (HARRIS, COX, 2014). Nessas circunstâncias, a abordagem de simplesmente multiplicar o desvio-padrão estimado por um fator de abrangência específico deixa de ser apropriada, pois pode resultar em incertezas pouco realistas (KALOS, WHITLOCK, 2009).

Portanto, a quantificação adequada da incerteza de medição contribui para uma avaliação mais confiável e realista da conformidade do mensurando em relação a especificações e normas reguladoras, ao se considerar as variações e incertezas inerentes ao processo de medição.

2.8.

Avaliação da Conformidade

De acordo com o VIM (INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, 2012) a avaliação da conformidade é o processo utilizado para demonstrar que determinados requisitos foram atendidos. Ela envolve atividades como ensaios, medições, inspeções, certificações e outros métodos para verificar se um produto, processo ou serviço está em conformidade com as normas ou regulamentos aplicáveis.

No âmbito comercial, é crucial garantir que os resultados das medições sejam altamente confiáveis, uma vez que produtores e consumidores precisam avaliar a conformidade dessas operações para reduzir conflitos e mal-entendidos, especialmente considerando os valores substanciais envolvidos (GUPTA, 2017).

Para os sistemas de medição, são estabelecidas diversas classes de exatidão com base nas recomendações internacionais da OIML, como a incerteza máxima permitida de 0,3 % em operações de transferência de custódia em sistemas de medição de linha (OIML, 2007). No caso de sistemas de medição estática, a incerteza não é fixa e depende de fatores como tabelas de arqueação do tanque, volume transferido, densidade do fluido e temperatura durante as medições (DE OLIVEIRA, QUEIROZ, 2005).

Assim, em cada fase, produtores e consumidores realizam medições de volume ou massa, calculando as respectivas incertezas com base nos sistemas de medição empregados. Conflitos nas transferências entre produtores e consumidores podem surgir, especialmente quando os resultados das medições estão próximos dos limites especificados, gerando falsas suposições ou riscos de aceitação e rejeição equivocadas (DE OLIVEIRA, LOURENÇO, 2021). Por esse motivo, é essencial que os resultados estejam estatisticamente

dentro de um intervalo de aceitação definido, a fim de garantir compatibilidade (OLIVEIRA, 2021).

Desta forma, a próxima seção apresenta a aplicação do uso da incerteza de medição para tomadas de decisões na avaliação da conformidade, podendo ser uma possível alternativa essencial para assegurar a qualidade, confiabilidade e comparabilidade dos resultados de medição, contribuindo para a credibilidade global dos processos de avaliação da conformidade.

2.9.

Uso da incerteza de medição na avaliação da conformidade (risco do produtor e consumidor)

Ao longo dos processos de produção, os conceitos de risco do produtor e do consumidor são cruciais, pois desempenham um papel essencial na avaliação da qualidade e conformidade dos produtos. Como demonstrado na Figura 13, o "risco do produtor" diz respeito à possibilidade de rejeitar erroneamente produtos aceitáveis, o que resultaria em custos desnecessários para o produtor. Por outro lado, o "risco do consumidor" representa a chance de aceitar produtos não conformes de maneira incorreta, aumentando, assim, a probabilidade de haver prejuízo ao consumidor (JCGM, 2012).

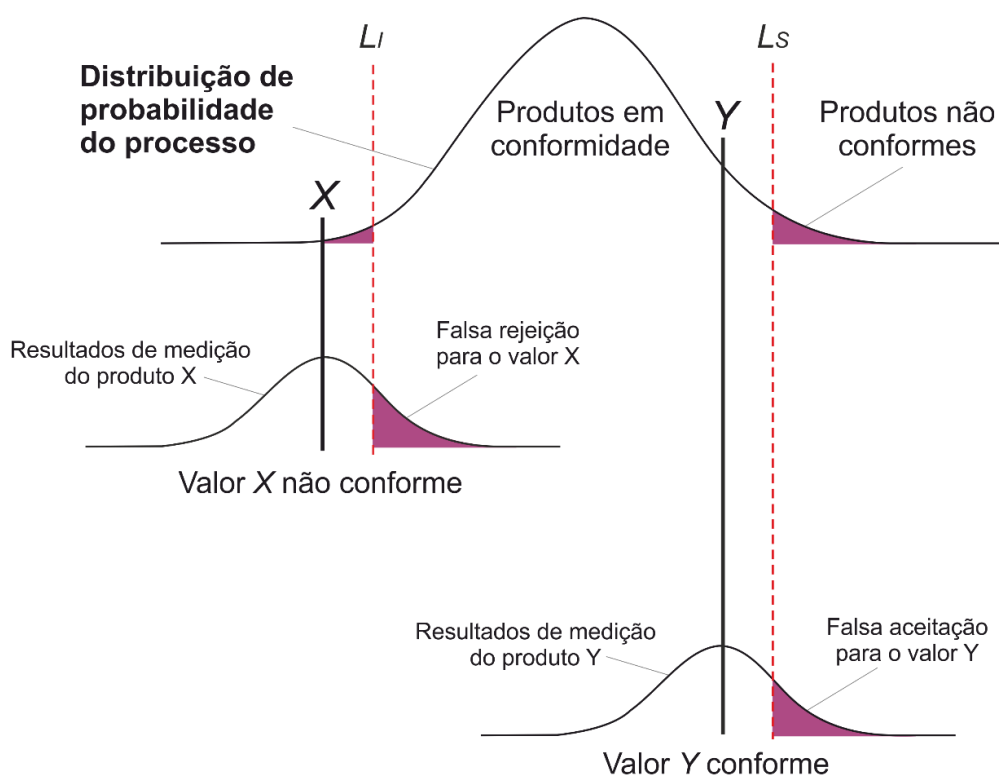


Figura 13 – Riscos do produtor e consumidor associados a falsa aceitação ou falsa rejeição (ORSAY, MEDEIROS, *et al.*, 2023, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

Conforme apresentado na Figura 13, L_i e L_s denotam os limites inferior e superior estipulados para uma característica mensurável. Nesse contexto, presume-se que esses limites sirvam também como os limites de aceitação, sem incorporar qualquer margem de segurança adicional. Um produto que se encontra entre L_i e L_s é considerado em conformidade, ao passo que um produto que ultrapassa esses limites é classificado como não conforme. O ponto X na figura indica a não conformidade, enquanto o ponto Y representa a conformidade (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

A faixa (sombreada) dos resultados que permanece dentro dos limites de aceitação pode ser designada como a faixa de aceitação falsa para um produto em X . Enquanto isso, a parte da distribuição de Y que se situa fora dos limites de aceitação representa o risco do produtor pois, embora o valor Y esteja dentro dos limites permitidos, existe a probabilidade de ocorrerem resultados de medição que, devido à incerteza de medição inerente a todo processo de medição, se desviem dos limites de aceitação (JCGM, 2012, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

De modo geral, quando se aceita um resultado visando estabelecer a conformidade ou não com uma especificação, faz-se necessário levar em consideração a incerteza associada à medição. De forma ilustrativa, a Figura 14 apresenta algumas situações que ocorrem conforme os valores medidos são levados em consideração na avaliação da conformidade com um limite superior de especificação. Observa-se, neste caso, onde as linhas verticais fazem referência à incerteza expandida de medição (U) e a curva relacionada aponta a função de densidade de probabilidade (FDP) do mensurando, que há uma probabilidade maior do valor do mensurando se encontrar mais próximo do centro do intervalo da incerteza expandida do que dos extremos (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

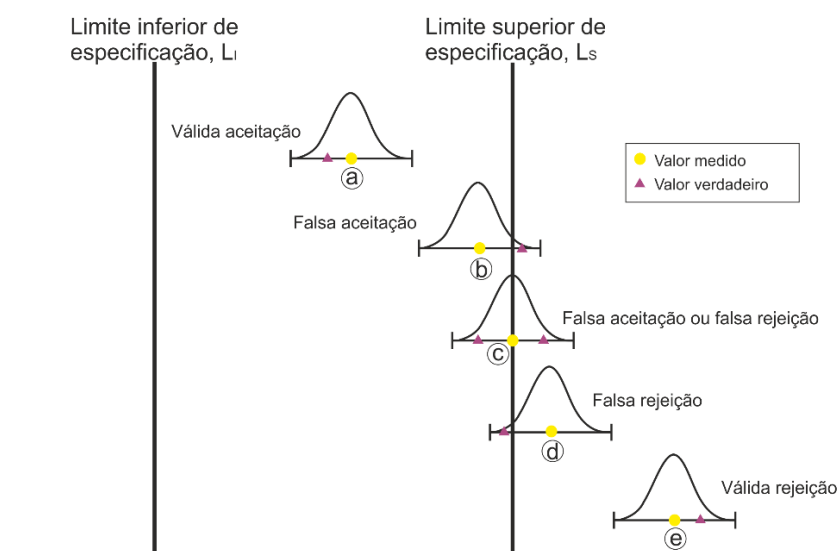


Figura 14 - Avaliação da conformidade usando informações sobre a incerteza da medição (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

De acordo com a Figura 14, nos eventos (a) e (e), a avaliação da conformidade é de fácil entendimento, visto que os resultados de medição se encontram claramente, e respectivamente, abaixo ou acima do valor limite estipulado. Por outro lado, com relação aos eventos (b), (c) e (d), a interpretação não pode ser instantânea, especialmente no caso (c), onde a probabilidade de uma falsa decisão é de 50 % e, portanto, para evitar uma tomada de decisão errada, não se podem utilizar os resultados que estão nestas faixas, uma vez que os intervalos de incerteza que compõem os resultados de medição tangem a linha do limite estabelecido.

Para estes casos (b), (c) e (d), o guia Eurachem/CITAC (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021) apresenta algumas soluções, sendo uma delas a regra de decisão de não conformidade ou rejeição com baixa probabilidade de falsa rejeição (alta confiança na correta rejeição). Com base nesta regra de decisão, uma região de rejeição pode ser estabelecida, onde seu início se encontra no limite de especificação (L) mais um valor (g), que é denominado de banda de guarda.

A aplicação da incerteza de medição na avaliação da conformidade tem se destacado como uma ferramenta essencial para a redução dos riscos tanto para o produtor quanto para o consumidor. Esse método permite decisões mais fundamentadas, minimizando o risco de falsas avaliações de conformidade, o que pode resultar em prejuízos operacionais e comerciais. No Anexo A, é apresentado um artigo publicado na *Current Pharmaceutical Analysis*, que explora detalhadamente essa temática. O estudo evidencia a relevância da incorporação da incerteza de medição em processos decisórios, demonstrando sua eficácia em cenários onde o risco de decisões incorretas sobre a conformidade é elevado. Esse enfoque reforça a importância de uma abordagem mais rigorosa e estatisticamente robusta na avaliação de produtos e serviços.

Dada a dificuldade de interpretar certos resultados, como nos eventos (b), (c) e (d), é importante adotar medidas que evitem decisões equivocadas. A utilização de bandas de guarda, conforme orientado pelo guia Eurachem/CITAC, pode proporcionar o aumento da confiança na rejeição de resultados não conformes. Assim, na sequência será apresentada a metodologia para a proposição de limites de aceitação na avaliação da conformidade, facilitando a correta aplicação dos critérios definidos.

Proposição de limites de aceitação na avaliação da conformidade

Descreve-se neste Capítulo a proposição de limites de aceitação na avaliação da conformidade, com o objetivo de estabelecer critérios claros e robustos para decidir sobre a conformidade de produtos e processos, considerando a incerteza de medição e as especificações técnicas aplicáveis. A abordagem apresentada visa minimizar o risco de decisões incorretas, particularmente as que resultariam em uma falsa conformidade, utilizando métodos e ferramentas que reforcem a confiabilidade das análises realizadas.

A princípio, cabe ressaltar que é crucial avaliar o comportamento dos dados por meio de testes de normalidade. Essa avaliação inicial permite entender a distribuição dos dados e identificar quaisquer desvios significativos da normalidade. Em seguida, é necessário tratar os outliers, para garantir que eles não influenciem indevidamente os resultados das análises.

3.1.

Testes para avaliação da normalidade dos dados

De forma abrangente, a avaliação da normalidade dos dados desempenha um papel crucial em análises estatísticas, fornecendo *insights* fundamentais sobre a adequação de pressupostos essenciais para muitos métodos estatísticos paramétricos. Estes testes de normalidade, baseados em testes de hipótese, são empregados para determinar se uma amostra de dados segue ou se aproxima de uma distribuição normal.

Para o estudo em questão, o teste de Kolmogorov-Smirnov (K-S) é uma ferramenta estatística valiosa empregada nas análises de dados para avaliar a semelhança entre a distribuição dos dados observados e uma distribuição teórica. Em linhas gerais, o teste K-S calcula a maior discrepância entre a distribuição acumulada empírica dos dados e a distribuição acumulada teórica, fornecendo uma estatística de teste e um valor p para a tomada de decisões estatísticas. O teste em questão, além de ser amplamente utilizado para comparar distribuições observadas com distribuições teóricas em geral, é mais adequado para amostras grandes ($n > 50$), sendo menos sensível a desvios em caudas da distribuição e sensível a desvios em qualquer ponto da distribuição, tornando-se eficaz na detecção de divergências em diferentes regiões do conjunto de dados.

A interpretação do teste de Kolmogorov-Smirnov geralmente envolve a comparação do valor máximo da estatística do teste associado com o valor calculado para um nível de significância predefinido. Se o valor máximo da estatística do teste for menor que o valor calculado para o nível de significância escolhido, não há evidências suficientes para rejeitar a hipótese nula, indicando que os dados podem ser consistentes com a distribuição teórica (neste caso, distribuição normal). No entanto, se o valor máximo da estatística do teste for maior que o nível de significância, rejeita-se a hipótese nula, sugerindo que há diferenças significativas entre a distribuição observada e a distribuição teórica proposta.

O nível de significância, neste caso representado pela letra grega α , é um parâmetro que define a probabilidade de rejeitar uma hipótese nula verdadeira. Os níveis de significância mais comuns são 0,05 (5 %), 0,01 (1 %) e 0,10 (10 %). A escolha de α depende da natureza do estudo, das implicações práticas e do rigor estatístico desejado.

De acordo com Tabela 5, são descritas as fórmulas utilizadas nos cálculos em que foram obtidos os valores tabelados para os respectivos níveis de significância.

Tabela 5 – Cálculo para os valores tabelados de níveis de significâncias.

α	K-S tabelado
1,0 %	$\frac{1,22}{\sqrt{N}}$
5,0 %	$\frac{1,36}{\sqrt{N}}$
10,0 %	$\frac{1,63}{\sqrt{N}}$

Portanto, a escolha do nível de significância é uma decisão importante no *design* do estudo e na interpretação dos resultados. Desta forma, é frequentemente usado $\alpha = 0,05$ significando que há uma probabilidade de 5 % de risco de rejeitar a hipótese nula quando ela é verdadeira e $\alpha = 0,01$ representa um nível de significância mais rigoroso de 1 %, pode ser adotado quando se deseja reduzir a probabilidade de cometer um erro.

3.2.

Métodos robustos para tratamento de *outliers*

Os métodos estatísticos robustos são úteis para lidar com valores discrepantes (também conhecidos como aberrantes) em conjuntos de dados. Enquanto medidas tradicionais podem ser influenciadas por valores extremos, métodos robustos são menos sensíveis a essas observações atípicas (ROUSSEEUW, HUBERT, 2011). Este recurso metodológico ajuda a garantir que a análise estatística seja mais resistente a distorções causadas por valores discrepantes, proporcionando uma visão mais confiável da distribuição dos dados e a identificação de padrões significativos (BURKE, 2001).

A diferença nos testes de tratamento de *outliers* entre dados paramétricos e não paramétricos é significativa, devido às diferentes suposições sobre a distribuição dos dados. Para dados paramétricos, que se aproximam da normalidade, métodos como o teste de Dixon, Grubbs, Chauvenet e Pierce são frequentemente utilizados para identificar *outliers*, pois esses métodos assumem uma distribuição normal. Por outro lado, quando os dados não se aproximam da normalidade, métodos não paramétricos, como o Desvio Absoluto Médio (MAD) e o Intervalo Interquartil (IQR), são mais apropriados, conforme apresenta a Figura 15.

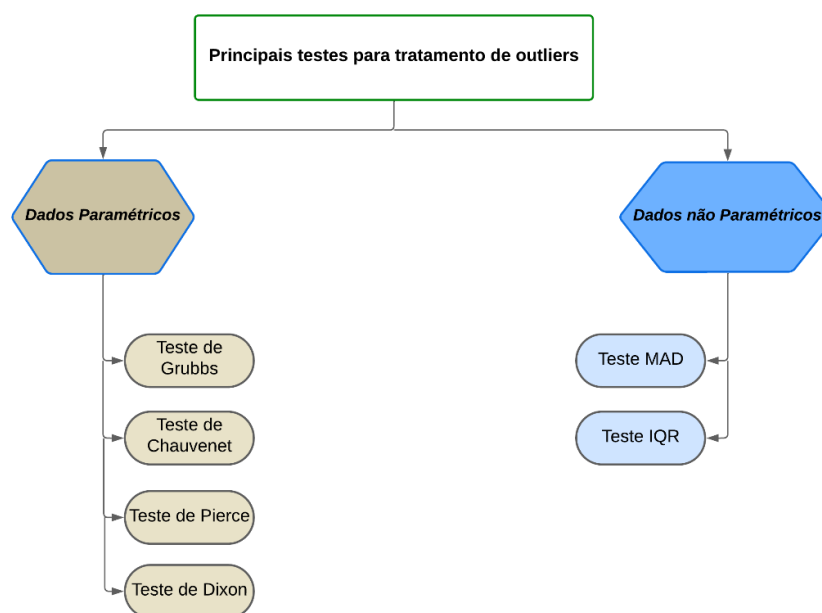


Figura 15 - Testes para tratamentos de outliers paramétricos e não paramétricos.

Em um conjunto de dados cuja distribuição se aproxima da normalidade, o critério de Chauvenet é uma técnica estatística utilizada para identificar e remover *outliers* em um

conjunto de dados. Para utilizar este critério na eliminação de valores discrepantes, é necessário seguir os seguintes passos:

- Primeiramente, deve-se calcular a média aritmética e o desvio-padrão do conjunto de dados;
- Deve-se calcular a diferença entre cada valor extremo e a média aritmética de acordo com a Eq. (1);

$$|di| = |(x_i - \bar{X})| \quad (1)$$

- É necessário calcular o valor da Equação 2, considerando $\bar{X}$ como a média aritmética e $s(X)$ como o desvio-padrão;

$$r = \frac{|x_i - \bar{X}|}{s(X)} \quad (2)$$

- Estabelecer qual é o valor tabelado para os graus de liberdade correspondentes;
- Este critério determina que uma medida x_i deve ser descartada se o valor de r , calculado pela Equação (6), exceder o valor crítico para os graus de liberdade correspondentes;
- Se a probabilidade de um dado estar no intervalo for menor que $1/2n$, onde n é o número de observações, o dado é considerado um *outlier* e pode ser excluído do conjunto.

Esse procedimento deve ser repetido até que todos os valores discrepantes sejam eliminados.

Em contrapartida, quando a distribuição dos dados não é normal, o método do Desvio Absoluto Médio (MAD) pode ser considerado uma medida estatística robusta amplamente utilizada na análise de dados, pois não depende da suposição de normalidade e é mais robusta em relação a distribuições assimétricas ou com caudas pesadas. Ele oferece uma detecção de *outliers* mais precisa e menos suscetível às distorções causadas por distribuições não normais.

Este método pode ser usado especialmente quando a presença de *outliers* pode afetar significativamente outras medidas de dispersão, como o desvio-padrão. Sua robustez advém da consideração apenas das distâncias absolutas entre os pontos de dados e a mediana, tornando-o menos sensível a valores extremos (MILLER, James N, MILLER, 2010).

A escolha do valor mediano, em vez da média, para o cálculo do MAD, decorre do fato de que esse valor divide igualmente o conjunto de dados, a população ou a distribuição de

probabilidade, garantindo que metade dos valores seja maior e a outra metade seja menor (MILLER, James N, MILLER, 2010).

De outro modo, dentre as diversas técnicas disponíveis, o Intervalo Interquartilico (IQR) destaca-se como uma ferramenta eficaz e robusta para identificar valores extremos em conjuntos de dados (PRICE, SEIER, *et al.*, 2005, WAN, WANG, *et al.*, 2014).

De modo particular, é importante notar que a escolha entre MAD e IQR pode depender do contexto específico e dos objetivos da análise. Em alguns casos, pode ser útil usar ambas as medidas para obter uma compreensão mais abrangente da distribuição e da presença de *outliers* nos dados (WAN, WANG, *et al.*, 2014).

Portanto, com o propósito de lidar com a detecção e tratamento de *outliers* de forma robusta e eficaz, foi proposto nesta dissertação a utilização do MAD. Este método se destaca por sua resistência a valores extremos e sua capacidade de identificar e tratar *outliers* de forma mais precisa e confiável do que abordagens tradicionais, como o uso da média e do desvio-padrão.

Para calcular o MAD, primeiro, calcula-se a mediana dos dados. Em seguida, para cada ponto de dados, encontra-se a diferença absoluta entre esse ponto e a mediana, sendo portanto, a média dessas diferenças absolutas (MILLER, James N, MILLER, 2010). De acordo com a Equação (3), pode ser expresso matematicamente como:

$$MAD = mediana|x_i - mediana(x_i)| \quad (3)$$

Para o resultado duvidoso (menor ou maior valor de um conjunto de dados), x_0 , se

$$\frac{|x_0 - mediana(x_i)|}{MAD}$$

proporciona resultados superiores a 5, fica rejeitada a hipótese de nulidade, sendo este valor suspeito considerado como um *outlier*.

Dessa maneira, antes de estarem prontos para as análises, os dados devem passar pelas etapas mostradas na Figura 16. Inicialmente, é importante atentar para o quantitativo de valores a serem analisados, para assim selecionar o teste mais adequado para verificar a distribuição inicial dos dados. Com base na distribuição identificada, procede-se ao tratamento dos valores discrepantes utilizando o teste apropriado. Em seguida, deve-se repetir o teste para avaliar o comportamento dos dados após a exclusão dos *outliers*. Caso o resultado apresente diferenças em relação ao anterior, é necessário realizar um novo tratamento. Esse processo deve ser repetido até que a distribuição dos dados se estabilize, preparando-os para as etapas subsequentes.

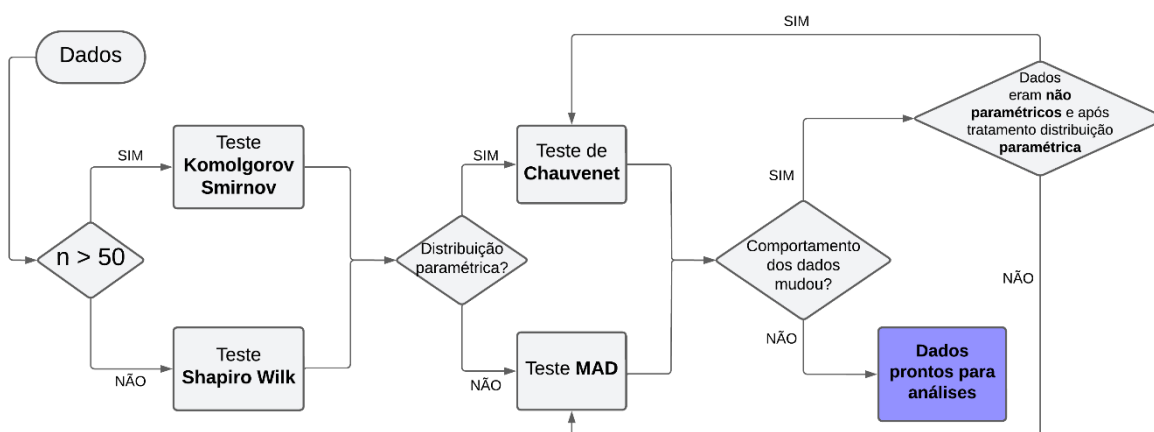


Figura 16 - Fluxograma para tratamento e comportamento das distribuições e tomadas de decisão.

Vale ressaltar que o processo de tratamento dos dados é essencial para garantir a confiabilidade dos resultados nas etapas subsequentes. Ao assegurar que a distribuição dos dados está devidamente ajustada, pode-se proceder com confiança para as análises seguintes.

3.3.

Estimativa da incerteza de medição

A seção a seguir inicia a estimativa da incerteza de medição, um componente essencial para garantir confiabilidade dos resultados, em seguida, serão aplicadas ferramentas específicas, como as bandas de guarda, que auxiliam na delimitação de margens seguras para tomada de decisão e por fim, será realizada a proposição dos limites de aceitação, consolidando os parâmetros necessários e garantindo menores riscos a avaliação da conformidade. Para melhor compreensão, a Figura 17, apresenta um fluxograma que detalha a sequência metodológica a partir do tratamento e distribuição dos dados, orientando as etapas subsequentes e a integração de cada componente na metodologia geral.

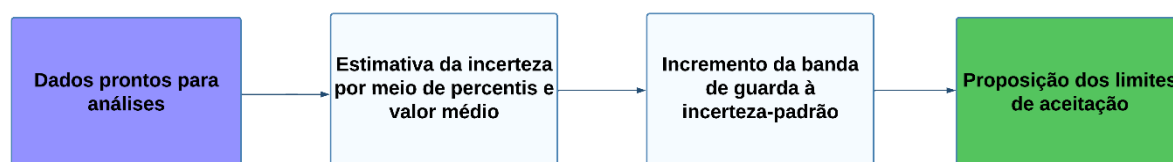


Figura 17 – Fluxograma com os próximos passos da metodologia a partir do tratamento dos dados.

Nesse contexto, cabe ressaltar que tanto o método de Monte Carlo quanto a lei de propagação de incertezas são importantes técnicas utilizadas para lidar com incertezas em modelos, e a escolha entre estas ferramentas metodológicas depende da natureza das incertezas e da complexidade do problema em questão.

Como discutido anteriormente, ao descrever o cálculo da estimativa de incerteza de medição para os conjuntos de dados que são tratados neste estudo, foi utilizado com inspiração o método de Monte Carlo, que se mostra como uma abordagem estatística avançada e eficiente.

Portanto, para definir a incerteza expandida dos conjuntos de dados, construiu-se um intervalo de confiança de 95 %, onde as estimativas obtidas são ordenadas e os percentis 0,025 e 0,975 foram utilizados como limites inferior e superior, respectivamente. Esse intervalo reflete a incerteza associada à estimativa, indicando que, em 95 % das repetições do experimento, o verdadeiro valor do parâmetro estará contido nesse intervalo.

Logo após os valores da incerteza expandida serem delimitados, adotou-se para o cálculo da incerteza-padrão do conjunto de dados dos produtos, a Eq. (4):

$$u = \frac{U}{k} \quad (4)$$

onde k é o fator de abrangência associado ao nível de confiança 95 % para uma distribuição normal (valor de 1,96) e U é a incerteza expandida.

3.4.

Bandas de guarda

Com o objetivo de analisar se os resultados dos eventos (b), (c) e (d) da Figura 14 estão em conformidade com o valor limite, faz-se necessária uma regra de decisão, levando em consideração os riscos relacionados a uma tomada de decisão equivocada.

Desse modo, calcula-se assim uma banda de guarda, g , conforme mostra a **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, onde são estabelecidas uma região de aceitação e uma região de rejeição.

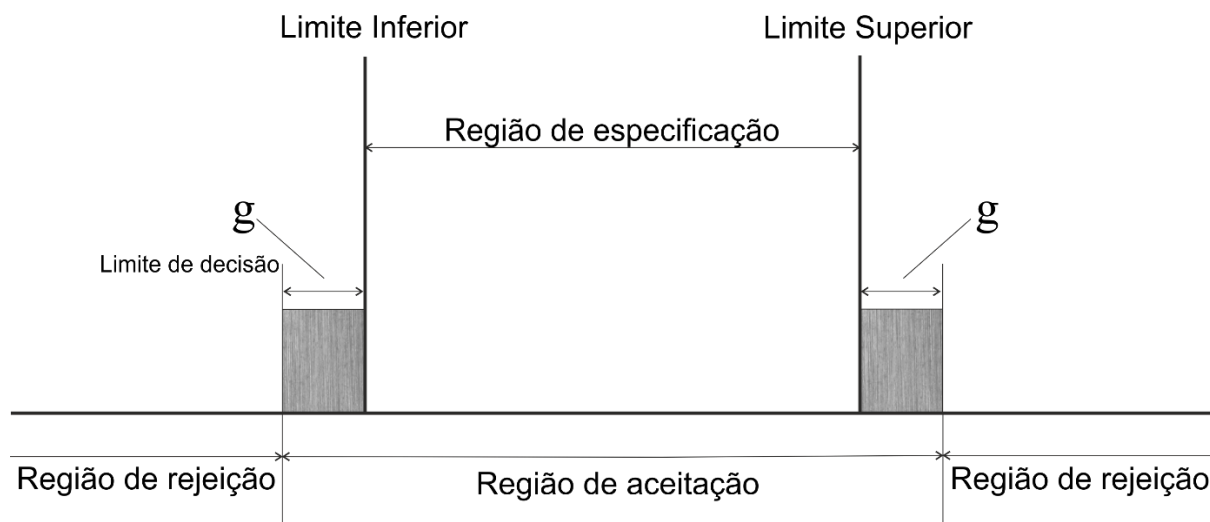


Figura 18 - Zonas de aceitação e rejeição para limites superior e inferior (adaptado de JCGM, 2012, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

Pode-se notar que, caso o resultado de medição se encontre inserido na região de aceitação, as especificações anteriormente estabelecidas serão atendidas e a conformidade é validada (ILAC, 2019). De outra maneira, caso o resultado de medição permaneça na região de rejeição, a não conformidade é validada. Além disso, o encontro destas duas regiões caracteriza-se por ‘limite de decisão’ (ASME, 2002).

Portanto, a banda de guarda é definida para que, havendo uma medição na região de aceitação, a probabilidade de falsa aceitação ou rejeição seja menor ou igual a um valor de confiança α estabelecido (JCGM, 2012).

A proporção das amostras que é julgada incorretamente depende do valor da incerteza de medição. Dessa forma, quanto maior for o valor de u , maior o tamanho das amostras incoerentes. Pode-se afirmar, também, que quanto menor for o valor de u maior o custo da análise. Sendo assim, a incerteza-padrão deve ser definida de modo que reduza o custo da análise e o gasto resultante de decisões equivocadas (ASME, 2002).

Entretanto, é viável gerenciar essas probabilidades e diminuí-las ao utilizar a região de aceitação que se difere das regiões de especificação ou tolerância (ILAC, 2019). Ao posicionar o intervalo de aceitação dentro do intervalo de especificação (conforme ilustrado na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**), a probabilidade de aceitar incorretamente é reduzida, resultando, consequentemente, na minimização do risco associado ao consumidor (ELLISON, WILLIAMS, 2009).

Dessa forma, a diminuição dessas probabilidades está intimamente relacionada à largura da banda de guarda, representada por " g ". No entanto, é crucial destacar que, ao reduzir o risco para o produtor, há um consequente aumento no risco para o consumidor, e vice-versa. Assim, ao estabelecer as regras de decisão, é essencial levar em consideração

os riscos associados à tomada de uma decisão equivocada (ELLISON, WILLIAMS, 2009, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

Com o objetivo de aprofundar e expandir o conhecimento sobre o uso da incerteza de medição na avaliação da conformidade, bem como aprimorar a estrutura metodológica deste estudo, o Anexo B apresenta um artigo publicado no Congresso Brasileiro de Metrologia de 2023. Esse artigo, que aborda a parte inicial desta dissertação, oferece uma revisão abrangente da literatura sobre a avaliação da conformidade aplicada à transferência de custódia na indústria de petróleo e gás. A revisão traz à tona as principais abordagens e desafios enfrentados nesse setor, destacando a importância de uma análise rigorosa da incerteza de medição para garantir a confiabilidade dos processos de transferência, contribuindo para a mitigação de riscos e a tomada de decisões mais informadas.

Assim sendo, a metodologia da banda de guarda pode ser empregada para reduzir a chance de tomar uma decisão incorreta sobre a conformidade e garantir um nível específico de segurança para os intervalos definidos (LEAL, FERREIRA, *et al.*, 2024). Basicamente, é um mecanismo de proteção integrado ao processo de tomada de decisão relacionada à medição, incluindo uma margem adicional de segurança ao limite aceitável. Isso assegura uma menor probabilidade de uma avaliação equivocada da conformidade para todas as partes interessadas (VOLODARSKYI, KOSHEVA, *et al.*, 2023).

Pode-se aplicar um nível de confiança de 95 % para a determinação das bandas de guarda, o que implica na aceitação de um risco de 5 % de falsa conformidade.

Deste modo, a incerteza-padrão dos conjuntos de dados foi então acrescida ao valor da banda de guarda estabelecido. Conforme especificado no guia Eurachem (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021), um valor de $1,64u$ é definido para um nível de significância de 5 %.

Após a definição das bandas de guarda e dos limites de decisão, é preciso estabelecer regras de decisões bem definidas para que a avaliação da conformidade possa ser proposta para o caso.

Com o propósito de determinar se um produto analisado se encontra conforme ou não perante os estudos realizados, baseando-se no valor medido e em sua incerteza de medição, de acordo com o Guia Eurachem/CITAC (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021), é necessário considerar os seguintes itens:

- I. uma especificação com os limites superior e/ou inferior admissíveis para os aspectos, propriedades e particularidades dos produtos em questão;
- II. uma regra de decisão que especifique como foi levada em consideração a incerteza da medição garantindo a aceitação ou rejeição de um produto, conforme as suas especificações e o resultado da medição.

De acordo com este Guia (WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021), uma regra de decisão precisa ser um método bem fundamentado, evitando erros e equívocos, a posição das regiões

de aceitação e de rejeição, considerando a probabilidade mínima admissível do mensurando situar-se dentro dos limites da especificação. O Guia considera ainda que deve ser apresentada juntamente a metodologia do controle de medições, replicatas e valores discrepantes (*outliers*).

Uma regra de decisão abrange a definição do tamanho das regiões de aceitação ou rejeição valendo-se das bandas de guarda apropriadas. A extensão da banda de guarda é obtida a partir do valor da incerteza de medição e da probabilidade mínima considerável do mensurando estar dentro dos limites de especificação (ILAC, 2019, WILLIAMS, MAGNUSSON, 2021).

3.5.

Proposição dos limites de aceitação

Independentemente do comportamento dos dados, por se tratar de um conjunto de dados com um quantitativo razoável, de acordo com o teorema do limite central, pode-se utilizar os estimadores de média aritmética ou mediana e percentis no cálculo da incerteza de medição. Essa abordagem estatística avançada permite uma análise mais aprofundada da variabilidade das medições, proporcionando uma base sólida para a determinação dos intervalos de aceitação.

Para aprimorar ainda mais a confiabilidade do intervalo a ser tratado, a ferramenta de bandas de guarda vem sendo usada no estado da arte da Metrologia; visto que adiciona uma camada de segurança, mitigando possíveis conflitos futuros, e pode garantir uma margem adicional de certeza nas decisões relacionadas à aceitação dos conjuntos de dados.

Desta forma, a Figura 19 foi elaborada como uma representação gráfica do processo metodológico proposto por esta dissertação de mestrado em Metrologia. Essa visualização proporciona uma compreensão mais clara e abrangente dos limites de aceitação estabelecidos, oferecendo uma ferramenta visual valiosa para as partes envolvidas nos processos de medição. Essa abordagem robusta e estatisticamente fundamentada visa promover uma gestão mais eficaz e confiável nos processos de medição em diversas cadeias produtivas na indústria.

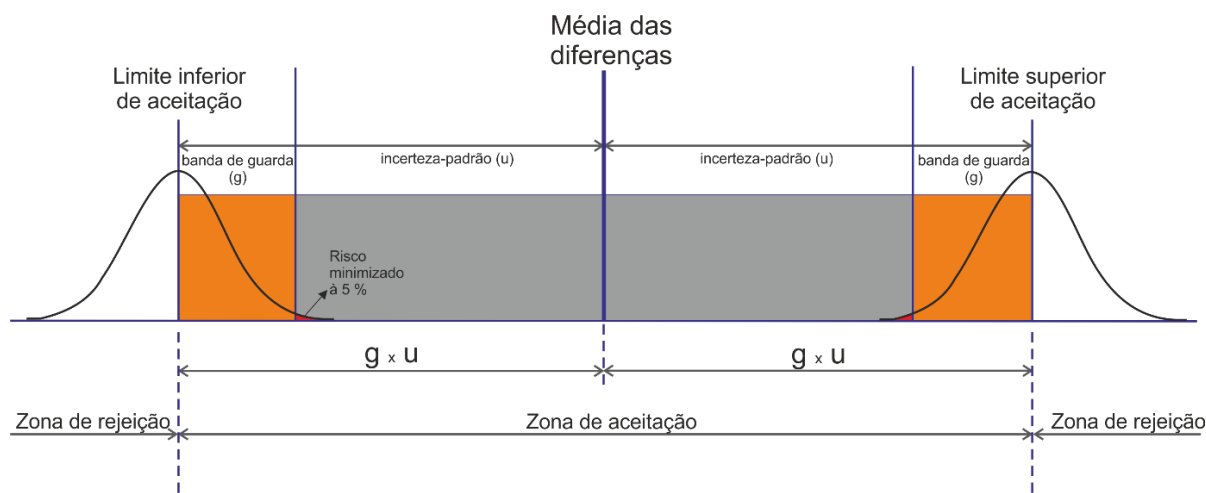


Figura 19 – Metodologia para proposição dos limites de aceitação.

De acordo com a metodologia, as bandas de guarda foram estabelecidas para fora do intervalo de incerteza padrão, proporcionando assim maior segurança ao produtor, reduzindo os riscos de uma rejeição incorreta e garantindo maior confiabilidade no processo de avaliação, permitindo uma tomada de decisão mais segura.

Cabe ressaltar que a Figura 19 não apenas ilustra a metodologia proposta, mas também pode ser utilizada como referência para a definição de limites em relação a qualquer outro produto que apresente uma distribuição de dados aproximadamente normal.

Resultados e Discussões

Ao longo desta dissertação, o enfoque primordial foi a aplicação da metodologia de bandas de guarda com o propósito de estabelecer limites de aceitação nas operações de transferência de custódia de petróleo e seus derivados entre produtores e consumidores. O principal objetivo consistiu em mitigar os riscos associados à tomada de decisões equivocadas durante a avaliação da conformidade nesse contexto específico.

A aplicação da metodologia de bandas de guarda tem o propósito nesta pesquisa de auxiliar a estabelecer limites de aceitação em operações de transferência de custódia de petróleo e seus derivados entre produtores e consumidores.

Como não há uma norma que defina valores mínimos e máximos para essas medições, não existe uma especificação clara. Dessa forma, a grandeza de interesse neste estudo foi determinada a partir das diferenças percentuais entre as medições realizadas pelo produtor e pelo consumidor.

Primeiramente, para análise dos dados, foi obtido um valor único por meio das diferenças relativas (x) entre os dados medidos pelos produtores ($M_{PRODUTORES}$) e por Clientes ($M_{CLIENTES}$), que foram calculados conforme apresentado na Eq. (5):

$$x(\%) = \frac{M_{CLIENTES} - M_{PRODUTORES}}{M_{PRODUTORES}} \times 100 \quad (5)$$

Para aplicação desta metodologia, analisaram-se diversos resultados referente às medições dos seguintes produtos: (i) volume de petróleo bruto; (ii) volume de óleo diesel S-500; (iii) volume de etanol anidro combustível (EAC) e; (iv) massa de gás liquefeito de petróleo (GLP), entre os valores fornecidos por uma indústria brasileira que atua no ramo de óleo e gás (atuando como produtor), e os registrados pelos clientes (os consumidores).

Vale destacar que, para avaliar as discrepâncias nos volumes de petróleo bruto entre clientes e produtores, a quantificação por parte dos clientes foi realizada por meio de tanques aliviadores. Esses tanques, destinados a medir a temperatura e a interface óleo-água em navios-tanque, empregam uma sonda de sensor fixada a uma fita de medição. Por sua vez, o produtor adotou um medidor de vazão ultrassônico em um FPSO (*Floating, Production, Storage and Offloading*) para realizar as medições correspondentes.

Neste contexto, para o cálculo das diferenças em volume de Diesel S-500 e GLP, os valores dos clientes foram mensurados por meio de tanques e o produtor com auxílio das estações de medição (EMED). Para o volume de EAC, as medições, tanto dos consumidores quanto dos produtores, foram realizadas utilizando tanques.

Dos dados coletados de petróleo bruto, diesel S-500, EAC e GLP, aproximadamente 70 % desses valores foram destinados à proposição dos limites de aceitação, e o restante dos dados (cerca de 30 %) foi reservado para validar a metodologia proposta, garantindo a robustez e confiabilidade no processo de avaliação da conformidade.

A seguir, são apresentados todos os resultados obtidos durante a pesquisa, destacando a importância de cada etapa no desenvolvimento das faixas de aceitação para os produtos analisados.

4.1.

Resultados do teste de normalidade e tratamento de *outliers*

A presente seção aborda os resultados obtidos a partir da aplicação do teste de normalidade e do tratamento de *outliers* aos dados coletados para a avaliação de conformidade. O teste de normalidade foi essencial para verificar se a distribuição dos dados segue um comportamento estatisticamente esperado, o que influencia diretamente a escolha de metodologias de análise subsequente. Com isso, foi possível determinar se os métodos paramétricos poderiam ser aplicados ou se seria necessário recorrer a abordagens não paramétricas.

Ademais, foi realizada a identificação e tratamento de *outliers*, visando garantir que as medidas reflitam com maior fidelidade o comportamento do sistema em estudo, eliminando possíveis interferências que poderiam comprometer a validação da metodologia proposta.

4.1.1.

Teste K-S e tratamento de *outliers* para petróleo bruto

Em primeiro momento, dos 246 valores que foram coletados para petróleo bruto, 70 % dos dados foram reservados para análise e proposição dos limites de aceitação, conforme apresentado no APÊNDICE A.

Após a divisão, essa amostra de 172 valores de diferenças percentuais entre produtor e consumidor foi submetida ao teste K-S para determinar se a distribuição do conjunto se aproxima da normalidade, dado que a amostra possui um conjunto maior que 50 dados.

Em seguida, foi calculado o valor máximo da estatística do método e comparado com o valor tabelado de acordo com os respectivos valores de α , conforme apresentado na Tabela 6.

Tabela 6 – Análise inicial do valor máximo calculado e valor tabelado para α do teste K-S da amostra de petróleo bruto.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,1974		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,124	Rejeitado
5,0 %	0,104	Rejeitado
10,0 %	0,093	Rejeitado

Sendo assim, como o valor máximo calculado no teste foi maior que os valores tabelados para todos os níveis de significância, a hipótese nula foi rejeitada, constatando que a amostra inicial analisada não se aproxima de uma distribuição normal.

Em virtude disso, os dados foram submetidos ao teste MAD para tratamento de valores discrepantes, especialmente em casos em que a distribuição não é normal. Após a remoção dos *outliers*, a nova amostra foi reduzida para 163 valores.

Dessa forma, o teste K-S foi novamente aplicado ao conjunto de dados para verificar se, após a exclusão dos valores extremos, a amostra se aproxima da normalidade. Na Tabela 7, são apresentados o valor máximo da estatística do teste e os valores tabelados correspondentes aos diferentes níveis de significância (α), permitindo uma avaliação mais adequada da distribuição dos dados após o tratamento.

Tabela 7 – Segunda análise do valor máximo calculado e valor tabelado para α do teste K-S da amostra de petróleo bruto.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,0761		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,128	Aceita
5,0 %	0,107	Aceita
10,0 %	0,096	Aceita

Assim, para a tomada de decisão do teste de hipótese, logo após a comparação dos valores, a alternativa da hipótese nula não pode ser rejeitada, considerando para os níveis de significância de 1 %, 5 % e 10 % que a curva de distribuição dos valores de petróleo bruto se aproxima da normalidade.

Para fins de efeitos visuais, a Figura 20 apresenta o histograma dos dados finais para petróleo bruto, juntamente com a curva de distribuição normal.

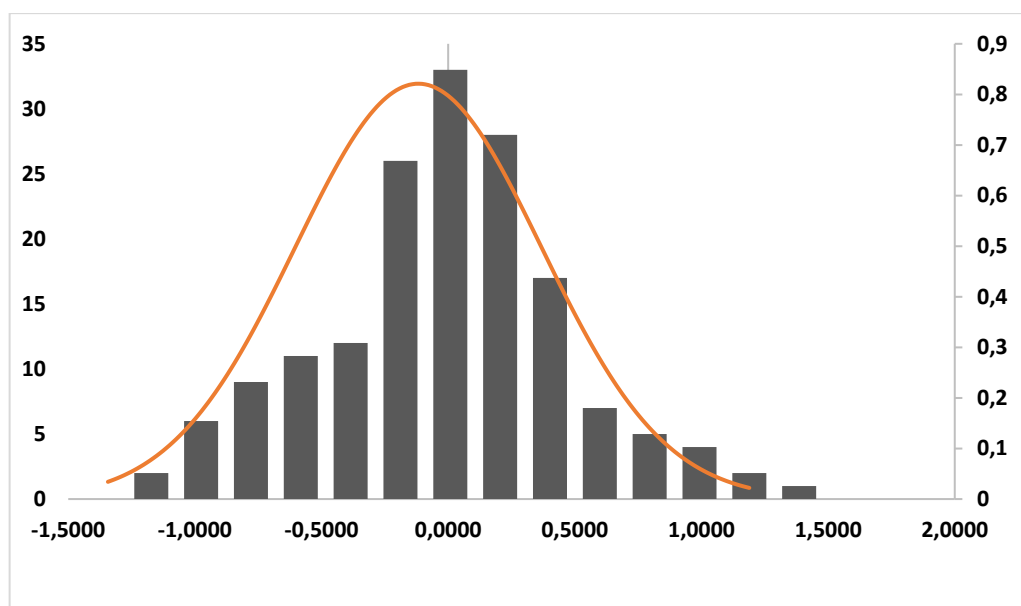


Figura 20 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de petróleo bruto.

Como os dados agora apresentam uma distribuição normal, foi aplicado o critério de Chauvenet para verificar a presença de possíveis *outliers* remanescentes na amostra. Após a realização do teste, constatou-se que nenhum valor adicional precisava ser removido, deixando os dados preparados para a próxima etapa da metodologia.

4.1.2.

Teste K-S e tratamento de *outliers* para diesel S-500

Inicialmente, dos 237 valores obtidos para o diesel S-500, 70 % dos dados foram selecionados para análise e definição dos limites de aceitação, seguindo o mesmo procedimento descrito na seção anterior, conforme detalhado no APÊNDICE B.

Após a separação, a amostra composta por 166 valores, representando as diferenças percentuais entre produtor e consumidor, foi submetida ao teste K-S para verificar a proximidade da distribuição em relação à normalidade.

Na sequência, o teste foi aplicado para calcular o valor máximo da estatística, que, em seguida, foi comparado com o valor tabelado correspondente aos diferentes níveis de significância (α), conforme mostrado na Tabela 8.

Tabela 8 – Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de diesel S-500.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,1167		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,106	Rejeitado
5,0 %	0,088	Rejeitado
10,0 %	0,079	Rejeitado

A hipótese nula foi rejeitada, pois o valor máximo obtido no teste superou os valores tabelados em todos os níveis de significância. Isso confirma que a amostra inicial de Diesel S-500 analisada não segue uma distribuição normal.

Para lidar com valores discrepantes, especialmente em distribuições não normais, foi aplicado o teste MAD. Após a remoção dos *outliers*, a amostra foi reduzida para 156 valores. Em seguida, o teste K-S foi aplicado novamente para avaliar a proximidade da distribuição da amostra em relação à normalidade. A Tabela 9 apresenta o valor máximo da estatística do teste e os valores tabelados para diversos níveis de significância (α), facilitando a análise da distribuição dos dados após o tratamento.

Tabela 9 – Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de diesel S-500.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,0741		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,131	Aceita
5,0 %	0,109	Aceita
10,0 %	0,098	Aceita

Considerando, portanto, os níveis de significância de 1 %, 5 % e 10 %, pode-se concluir que, após a comparação dos valores no teste, a hipótese nula não deve ser rejeitada. Isto sugere que a curva de distribuição dos valores das diferenças percentuais de volume de óleo diesel se aproxima de uma distribuição Gaussiana.

Para fins de efeitos visuais, a Figura 21 exhibe o histograma dos dados finais referentes a óleo diesel, junto com a curva de distribuição de probabilidade normal.

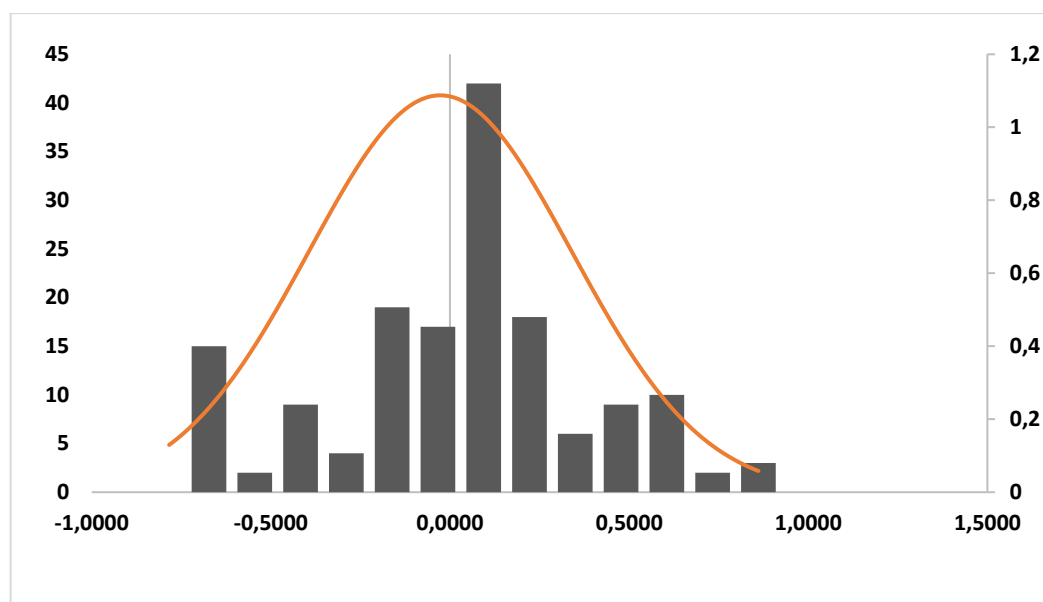


Figura 21 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de diesel S-500.

Com a amostra agora apresentando distribuição normal, foi utilizado o teste de Chauvenet para detectar eventuais *outliers* ainda presentes. O resultado do teste indicou que não havia necessidade de remover mais valores, deixando os dados prontos para prosseguir para a etapa seguinte.

4.1.3.

Teste K-S e tratamento de *outliers* para EAC

Os dados utilizados estão disponíveis no APÊNDICE C e o método utilizado seguiu o descrito na seção anterior. Para o etanol anidro combustível, dos 123 valores coletados, 70 % foram escolhidos para a análise e definição dos limites de aceitação.

A nova amostra, agora composta por 82 valores que representam as diferenças percentuais entre produtor e consumidor, foi analisada com o teste K-S. Esse teste foi realizado para avaliar quão próxima a distribuição está de uma normalidade, após a separação inicial dos dados.

Assim, por meio da realização do teste, obtiveram-se os valores estabelecidos para os níveis de significância apropriados, acompanhado do valor máximo da estatística do método, conforme destacado na

Tabela 10.

Tabela 10 – Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de EAC.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,0914		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,180	Aceita
5,0 %	0,150	Aceita
10,0 %	0,135	Aceita

Diferentemente dos produtos anteriores avaliados, a comparação dos valores no teste permite concluir que, considerando os mesmos níveis de significância, admitindo-se um risco de 1 %, 5 % e 10 %, a hipótese nula não deve ser rejeitada. Portanto, com esta constatação, admite-se que a curva de distribuição dos valores de EAC se aproxima de uma distribuição normal.

Como resultado, os dados foram analisados utilizando o critério de Chauvenet para identificar e tratar valores discrepantes, dado que a distribuição era normal. Após a exclusão dos *outliers*, a amostra foi reduzida para 81 valores. Com a remoção dos *outliers*, o teste K-S foi reaplicado ao conjunto de dados para verificar se a amostra mantinha o mesmo comportamento. Na Tabela 11, são exibidos o valor máximo da estatística do teste e os valores tabelados para os diferentes níveis de significância (α), o que possibilita uma avaliação mais precisa da distribuição dos dados após o tratamento.

Tabela 11 – Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de EAC.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,0843		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,181	Aceita
5,0 %	0,150	Aceita
10,0 %	0,136	Aceita

Deste modo, a Figura 22 exibe o histograma dos dados finais referentes a EAC, juntamente com a curva de distribuição Gaussiana.

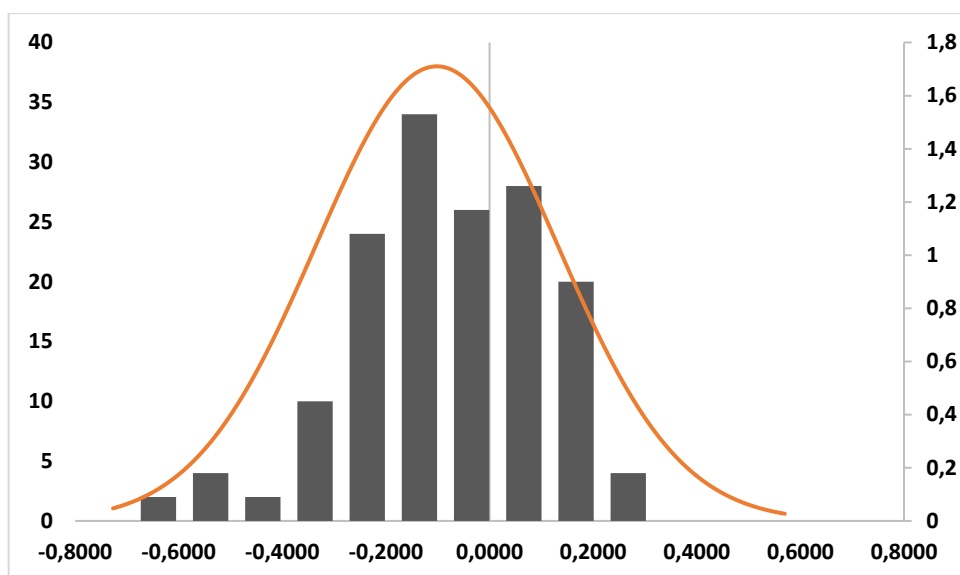


Figura 22 - Histograma e curva de distribuição normal dos dados de EAC.

Observa-se que, após o tratamento dos *outliers*, a amostra não apresentou alterações significativas que indicassem uma resposta diferente da obtida anteriormente. Assim, os valores estão prontos para avançar para as próximas etapas do estudo.

4.1.4.

Teste K-S e tratamento de *outliers* para GLP

Dos 460 valores coletados para GLP, 70 % foram primeiramente selecionados para a análise e definição dos limites de aceitação, conforme indicado no APÊNDICE D.

Essa amostra, composta por 322 valores que representam as diferenças percentuais entre produtor e consumidor, foi inicialmente analisada com o teste K-S para verificar a proximidade da distribuição em relação à normalidade.

Posteriormente, o teste foi utilizado para calcular o valor máximo da estatística do método, que foi então comparado com os valores tabelados para os respectivos níveis de significância (α), conforme mostrado na Tabela 12.

Tabela 12 - Análise inicial do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de GLP.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,1288		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,091	Rejeitado
5,0 %	0,076	Rejeitado
10,0 %	0,068	Rejeitado

Conclui-se, em princípio, que a hipótese nula apresenta motivos para ser rejeitada, tendo em vista que o valor máximo obtido no teste superou os valores tabelados em todos os níveis de significância. Isso confirmou que a amostra inicial analisada não segue uma distribuição normal.

Devido a essa situação, assim como em alguns casos já vistos nas seções anteriores, os dados passaram pelo teste MAD para lidar com valores discrepantes. Após a exclusão dos *outliers*, a amostra foi reduzida para 302 valores.

Em seguida, o teste K-S foi reaplicado ao conjunto de dados para avaliar se, após a remoção dos valores discrepantes, a amostra está mais próxima de uma distribuição normal. Os resultados da distribuição dos dados após o tratamento estão exibidos na Tabela 13.

Tabela 13 - Segunda análise do valor máximo calculado e valores tabelados para α do teste K-S da amostra de GLP.

Valor máximo (K-S calculado)		
0,0645		
α	K-S tabelado	Alternativa
1,0 %	0,094	Aceita
5,0 %	0,078	Aceita
10,0 %	0,070	Aceita

Ao analisar os resultados do teste para o gás liquefeito de petróleo, pode-se inferir que, para os níveis de significância de 1 %, 5 % e 10 %, não existem evidências suficientes para rejeitar a hipótese nula. Por isso, pode-se concluir que a distribuição dos valores de GLP se aproxima da normalidade com o novo conjunto de dados.

A seguir, a Figura 23 apresenta o histograma dos dados finais de GLP e a curva de distribuição normal.

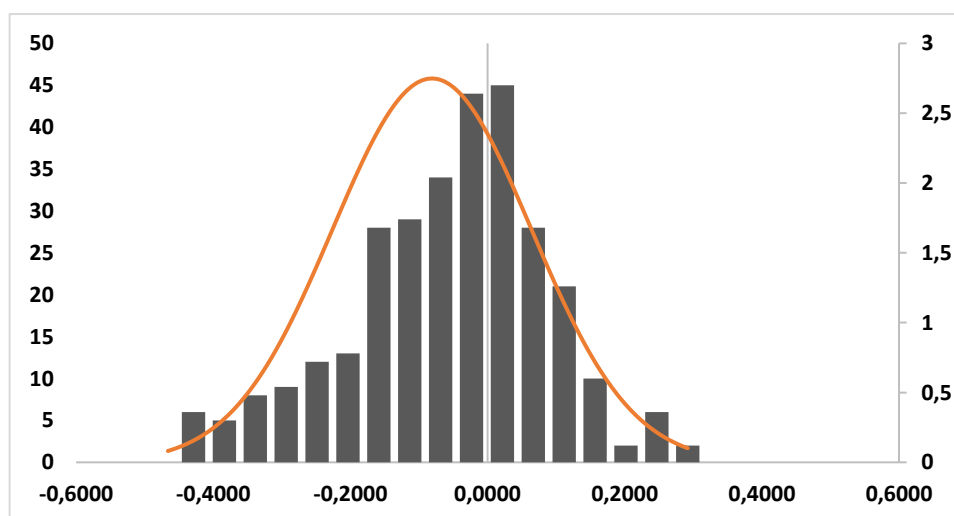


Figura 23 - histograma e curva de distribuição normal dos dados de GLP.

Agora que os dados exibem uma distribuição normal, o teste de Chauvenet foi utilizado para identificar possíveis *outliers* restantes na amostra. O teste revelou que não havia necessidade de excluir mais nenhum valor, o que preparou os dados para a próxima fase da metodologia, onde serão estimados os valores da incerteza de medição para cada produto.

4.2.

Resultados da estimativa da incerteza de medição

Na presente seção, são apresentados os resultados da estimativa da incerteza de medição, onde a abordagem probabilística proporcionada pelo método oferece uma avaliação robusta da incerteza. Dessa forma, os resultados encontrados serviram de base para a análise das incertezas em cada produto estudado.

Para a estimativa da incerteza de medição dos dados de petróleo bruto, óleo diesel, EAC e GLP, onde analisa-se o intervalo de confiança de 95 % com os percentis 0,025 e 0,975, definindo então os valores da incerteza expandida (U) conforme a metodologia já estabelecida. Após determinar a incerteza expandida por meio deste método, a incerteza-padrão (u) pode ser calculada para um nível de significância de 0,05, utilizando $k = 1,96$. Os resultados completos desses cálculos podem ser encontrados na Tabela 14.

Tabela 14 – Incerteza expandida e incerteza-padrão.

	$U_{0,025}$	$U_{0,975}$	u (incerteza-padrão)	
<i>Petróleo bruto</i>	-1,1528	0,9629	-0,5882	0,4913
<i>Diesel S-500</i>	-0,7354	0,7054	-0,3752	0,3599
<i>EAC</i>	-0,6295	0,5190	-0,3212	0,2648
<i>GLP</i>	-0,4236	0,2037	-0,2161	0,1039

Agora, com a incerteza-padrão determinada, é preciso relacioná-la à banda de guarda para aumentar a segurança do produtor nos limites que serão propostos. A próxima seção abordará detalhadamente como esses resultados foram utilizados, proporcionando uma melhor compreensão da metodologia desenvolvida.

4.3.

Determinação das bandas de guarda e incerteza-padrão

Nesta seção, os resultados mostram que as bandas de guarda foram acrescidas diretamente ao valor da incerteza-padrão determinado na seção anterior. Esse acréscimo visa ampliar a margem de segurança do produtor ao redor dos limites de aceitação, considerando

as incertezas inerentes ao processo de medição. Assim, com os valores da seção anterior referente à incerteza-padrão, as bandas de guarda foram adicionadas. Estes resultados podem ser observados na Tabela 15.

Tabela 15 – valores das bandas de guarda em conjunto com a incerteza-padrão dos produtos.

Produtos	banda de guarda: 1,64 u (95 % confiança)	
	<i>Inferior</i>	<i>superior</i>
<i>Petróleo bruto</i>	-0,9646	0,8057
<i>Diesel S-500</i>	-0,6153	0,5902
<i>EAC</i>	-0,5267	0,4343
<i>GLP</i>	-0,3544	0,1704

Portanto, ao empregar as bandas de guarda no processo, buscou-se ativamente minimizar os riscos associados, tendo em vista que estas bandas desempenham um papel crucial na mitigação de potenciais desvios ou inconformidades nos dados, proporcionando uma camada adicional de segurança e confiabilidade nas análises. A definição criteriosa das bandas, aliada ao nível de confiança de 95 %, visa reduzir a probabilidade de falsa conformidade a um nível de significância de 5 %.

Portanto, ao somar as bandas de guarda à incerteza-padrão, assegura-se que as decisões de conformidade levem em conta não apenas os valores medidos, mas também a variabilidade e possíveis desvios presentes nas medições. Esse ajuste reforça a confiabilidade dos critérios de aceitação e minimiza o risco de não conformidade devido a variações normais do sistema.

4.4.

Limites de aceitação

A princípio, a proposta das faixas de aceitação, nas quais as medições do produtor e do consumidor são consideradas em um nível de risco aceitável para as transferências de custódia, baseou-se em uma abordagem centrada na média das diferenças entre as partes envolvidas, visando proporcionar uma avaliação mais robusta e equitativa.

Assim, uma vez determinados os valores para as bandas de guarda, juntamente com suas respectivas incertezas, os limites inferior e superior para os produtos em análise foram estabelecidos.

De forma ilustrativa, a Figura 24 representa a faixa de aceitação proposta para o petróleo bruto. Essa faixa é centrada no valor da média das diferenças percentuais entre o

produtor e o consumidor. Nas extremidades, estão definidos os limites superior $(-0,1178 + 0,8057)$ e inferior $(-0,1178 + (-0,9646))$, os quais são sugeridos de acordo com a banda de guarda estabelecida.



Figura 24 - Representação do intervalo de aceitação para petróleo bruto.

O mesmo método foi aplicado à amostra de diesel S-500, onde a Figura 25 representa a faixa de aceitação proposta, centrada no valor da média das diferenças percentuais entre produtor e consumidor, com os limites superior $(-0,0270 + 0,5902)$ e inferior $(-0,0270 + (-0,6153))$ sugeridos nas extremidades, de acordo com a banda de guarda estabelecida.



Figura 25 - Representação do intervalo de aceitação para diesel S-500.

Como parte do mesmo método aplicado, centrada no valor da média das diferenças percentuais entre produtor e consumidor, a faixa de aceitação proposta para a amostra de Etanol anidro combustível foi representada pela Figura 26. Nesse contexto, os limites superior $(-0,1018 + 0,4343)$ e inferior $(-0,1018 + (-0,5267))$ são sugeridos nas extremidades.



Figura 26 - Representação do intervalo de aceitação para etanol anidro combustível.

Por fim, a Figura 27 ilustra a faixa de aceitação proposta para a amostra de GLP, sendo o valor central referente à média das diferenças percentuais entre produtor e consumidor. Nas extremidades dessa faixa, os limites superior ($-0,0811 + 0,1704$) e inferior ($-0,0811 + (-0,3544)$) são sugeridos de acordo com a banda de guarda estabelecida, proporcionando uma abordagem consistente e confiável para a gestão dos dados relacionados ao GLP.

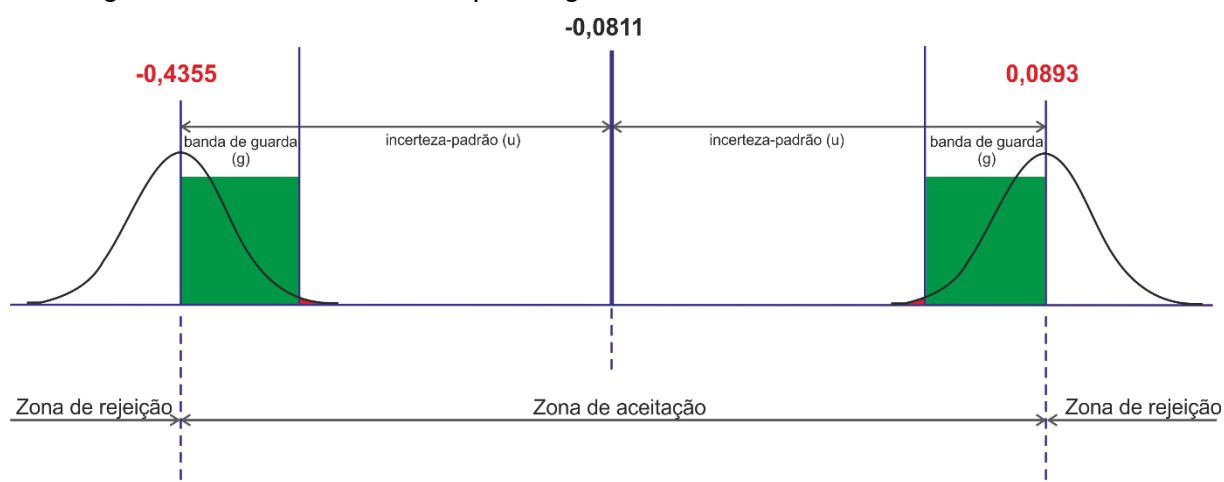


Figura 27 - Representação do intervalo de aceitação para GLP.

Em resumo, os valores propostos para petróleo, diesel S-500, EAC e GLP estão detalhadamente apresentados na Tabela 16, fornecendo uma visão abrangente das medições e dos limites de aceitação estabelecidos.

Tabela 16 - limite inferior e superior para os intervalos de aceitação.

Produtos	Intervalo de aceitação proposto			
<i>Petróleo</i>	-1,0824	≤	diferença % entre produtor e consumidor	≤ 0,6879
<i>Diesel S-500</i>	-0,6423	≤	diferença % entre produtor e consumidor	≤ 0,5632
<i>EAC</i>	-0,6286	≤	diferença % entre produtor e consumidor	≤ 0,3324
<i>GLP</i>	-0,4355	≤	diferença % entre produtor e consumidor	≤ 0,0893

Portanto, essa abordagem não só valida a proposta metodológica para o estudo, mas também sugere sua aplicabilidade em diferentes contextos, proporcionando uma ferramenta versátil e eficaz para a determinação de limites aceitáveis nas transações comerciais de petróleo, gás e derivados.

À medida que a metodologia se mostra eficaz em diversos contextos, torna-se ainda mais relevante discutir a maneira como essas práticas são atualmente empregados e vigentes dentro da indústria de óleo e gás.

Contudo, os limites atualmente adotados na indústria de petróleo e gás, assim como a metodologia detalhada utilizada para realizar os cálculos correspondentes, são considerados informações sigilosas. Devido à natureza confidencial desses dados, eles não são divulgados ao público, preservando assim a competitividade e segurança das operações no setor.

4.5.

Validação da metodologia

Quando uma nova metodologia é desenvolvida, validar sua eficácia e aplicabilidade é fundamental. Esse processo assegura que a metodologia seja apropriada para a proposição de novos parâmetros em situações reais, permitindo assim, a identificação e correção de possíveis falhas. Além de reforçar a confiança na metodologia, a validação proporciona uma base sólida para sua adoção prática, aumentando sua credibilidade.

Para realizar a validação, 30 % dos dados iniciais de cada produto analisado foram separados. Esses dados foram submetidos aos mesmos procedimentos aplicados aos 70 % utilizados na formulação da metodologia e na definição dos novos limites apresentados. Os valores discrepantes passaram por análises com os testes apropriados, e a distribuição dos dados foi verificada, atestando aproximação da normalidade ao final do processo.

Para petróleo bruto ficaram 70 valores, diesel S-500 restaram 67, etanol anidro combustível 40 e GLP 127 dados. Com esses resultados, foi possível avaliar a porcentagem

de dados que estava dentro e fora do intervalo estabelecido, de acordo com a Tabela 17, possibilitando avaliar a conformidade e variabilidade dos dados.

Tabela 17 – Quantitativo de valores fora dos limites propostos pelo estudo.

Produto	Total de dados	Dados fora da especificação	% Fora da especificação
Petróleo bruto	70	3	4,29 %
Diesel s-500	67	3	4,48 %
EAC	40	2	5,00 %
GLP	127	4	3,15 %

Com base nos resultados obtidos, todos os produtos analisados apresentaram um intervalo de confiança superior a 95 %, demonstrando a robustez da metodologia proposta. Os valores que se situaram fora dos limites estabelecidos não excederam o nível de significância de 5 %, o que reforça a confiabilidade e a segurança dos procedimentos adotados. Esse fator de segurança foi consistentemente utilizado no desenvolvimento da metodologia, garantindo que os resultados propostos sejam confiáveis e aplicáveis a situações práticas, além de corroborar a efetividade dos parâmetros definidos ao longo do estudo.

Conclusões e Recomendações futuras

Na condução desta pesquisa de mestrado em Metrologia, os objetivos delineados foram integralmente cumpridos, contribuindo significativamente para o avanço do entendimento e práticas relacionadas às transferências de custódia de petróleo e seus derivados.

O primeiro objetivo específico foi atendido pelo levantamento detalhado das bases normativas e regulatórias aplicáveis, proporcionando uma compreensão abrangente dos requisitos mínimos necessários para a medição desses recursos durante as transferências de custódia. Esse processo permitiu uma sólida fundamentação teórica e regulatória para as etapas subsequentes da pesquisa.

Em seguida, a seleção criteriosa de métodos e ferramentas para avaliar os riscos de falsa conformidade revelou-se crucial. A análise minuciosa dessas abordagens possibilitou identificar as mais adequadas para mitigar os riscos associados às decisões equivocadas na avaliação da conformidade, atendendo ao segundo objetivo proposto.

O terceiro objetivo específico foi atendido pela proposição de limites utilizando a ferramenta de bandas de guarda para os valores medidos nas operações de transferência de custódia, realizada de forma a garantir a segurança e confiabilidade das transações, evitando potenciais erros na avaliação da conformidade. Os valores apresentados puderam estabelecer uma faixa de aceitação para que produtores e consumidores tenham uma base nas transações destes produtos, sempre admitindo um risco máximo de 5 % de um valor não conforme.

Portanto, as bandas de guarda neste contexto podem ser consideradas uma prática que reforça a robustez do sistema, garantindo uma abordagem abrangente para lidar com variações e imprecisões nos dados. Ao adotar essas medidas, as partes envolvidas buscam cumprir padrões e gerenciar os riscos do sistema de forma eficaz, resultando em uma gestão mais confiável e consistente.

A validação da aplicabilidade da ferramenta de bandas de guarda para proposição de limites de aceitação foi conduzida com êxito, sendo este o último objetivo específico. Os resultados obtidos corroboraram a eficácia dessa abordagem na minimização dos riscos de falsa conformidade em transferências de custódia na indústria de petróleo e gás, fornecendo uma base sólida para futuras implementações e aprimoramentos nas práticas de medição e

avaliação nesse setor. Essa validação reforça a importância e a relevância da metodologia adotada para garantir a integridade e a segurança das operações nesse setor fundamental da economia.

Dessa forma, os objetivos propostos foram plenamente atingidos, proporcionando avanços significativos no campo da avaliação de conformidade em transferências de custódia na indústria de petróleo e gás, e estabelecendo bases sólidas para futuras investigações e aplicações práticas.

Embora os objetivos tenham sido alcançados, as limitações metodológicas representam um desafio significativo. Uma dessas limitações reside no número quantitativo de dados das amostras, cuja escassez pode restringir a análise e as conclusões. Com um número maior de dados nas amostras, as faixas de aceitação poderiam ser mais refinadas, possibilitando uma compreensão mais abrangente e com maior confiabilidade do fenômeno em estudo. Além disso, a aplicação de métodos alternativos para o cálculo da incerteza de medição pode ser crucial, visto que diferentes abordagens podem levar a resultados variados e influenciar diretamente nas conclusões obtidas. Da mesma forma, a consideração de outros tipos de distribuições de dados para propor os intervalos de aceitação é essencial.

Portanto, como recomendações futuras este trabalho sugere-se:

- expandir o conjunto de dados para incluir informações mais abrangentes, com um aumento quantitativo significativo de dados disponíveis.
- desenvolver uma metodologia para análise em outros tipos de distribuições de dados que não estão previamente estabelecidas no guia Eurachem.
- desenvolver uma planilha em Excel para automatizar os cálculos, facilitando a aplicação prática e a replicabilidade dos métodos propostos;
- avaliar os tratamentos de outliers não apenas com um único teste, mas comparando diferentes testes, a fim de observar a influência no resultado final e assegurar uma abordagem mais robusta para o tratamento desses valores extremos.

Referências bibliográficas

ALBERTAZZI, A., SOUSA, A. R. de. **Fundamentos de metrologia científica e industrial**. Barueri, [s.n.], 2008.

ANP/INMETRO. **Portaria conjunta Nº 02, Regulamento técnico de medição de petróleo e gás natural**. . [S.l: s.n.]. , 2002

ANP/INMETRO. "Portaria conjunta Nº 01 - Regulamento Técnico de Medição de Petróleo e Gás Natural". , 2000.

ANP/INMETRO. **Resolução conjunta ANP/INMETRO Nº 1 - Regulamento Técnico de Medição de Petróleo e Gás Natural**. 2013.

ANP, "Anuário Estatístico Brasileiro do petróleo, gás natural e biocombustíveis". [S.l: s.n.], 2023. .

ANP. "Resolução Nº 50". , 2013.

ANP. "Resolução Nº 825". , 2020. Disponível em: <https://atosoficiais.com.br/anp/resolucao-n-825-2020-dispoe-sobre-a-especificacao-e-o-controle-da-qualidade-dos-gases-liquefeitos-de-petroleo-glp-comercializados-pelos-agentes-economicos-no-territorio-nacional?origin=instituicao>.

ASME. "B89.7.3.1. Guideline for Decision Rules: Considering Measurement Uncertainty in Determining Conform to Specifications", p. 24, 2002. Disponível em: <https://www.asme.org/products/codes-standards/b89731-2002-guideline-decision-rules-considering>.

BAKER, R. C. **Flow Measurement Handbook: Industrial Designs, Operating Principles, Performance, and Applications**. 2ª ed ed. New York, Cambridge University Press, 2016. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/269107473_What_is_governance/link/548173090cf22525dcb61443/download%0Ahttp://www.econ.upf.edu/~reynal/Civilwars_12December2010.pdf%0Ahttps://think-asia.org/handle/11540/8282%0Ahttps://www.jstor.org/stable/41857625.

BASU, S. **Plant flow measurement and control handbook: Fluid, Solid, Slurry And Multiphase Flow**. [S.l.], Academic Press, Elsevier, 2019.

BIERNAT, K. **Alternative fuels: technical and environmental conditions**. [S.l: s.n.], 2016.

BNDES, "Etanol, álcoolquímica e biorrefinarias". [S.l: s.n.], 2008. .

BURKE, S. "Missing Values, Outliers, Robust Statistics & Non-parametric Methods", **Statistics & Data Analysis**, v. 19, p. 22–27, 2001. .

CARDOSO, R. da C. **Estudo Sobre a Exportação Marítima De Petróleo – Aspecto Metrológico**. 2012. PUC-Rio, 2012.

DE OLIVEIRA, E. C., LOURENÇO, F. R. "Risk of false conformity assessment applied to automotive fuel analysis: A multiparameter approach", **Chemosphere**, v. 263, p. 128265, 2021. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2020.128265. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.128265>.

DE OLIVEIRA, E. C., QUEIROZ, C. W. T. "Metrological compatibility between dynamic and static measurement of oil, its liquid derivatives and alcohol", **Rio Pipeline Conference & Exposition**, p. 6, 2005. .

DÉSENFANT, M., PRIEL, M. "Road map for measurement uncertainty evaluation", **Measurement: Journal of the International Measurement Confederation**, v. 39, n. 9, p. 841–848, 2006. DOI: 10.1016/j.measurement.2006.04.008. .

DIECK, R. H. **Measurement uncertainty: methods and applications**. ISA, [s.n.], 2007.

DUPUIS, E. "Oil and Gas Custody Transfer: When money changes hands, flow measurement accuracy matters.", **Petroleum Africa Magazine, Inc.**, n. May, p. 24–29, 2014. Disponível em: <http://www.petroleumafrika.com/magazine/>.

DUPUIS, E., HWANG, G. "Custody Transfer: Flowmeter as Cash Register", **Control Engineering**, v. 57, n. 9, p. 4, 2010. .

ELLISON, S. L. R., WILLIAMS, A. "Response to "About acceptance and rejection zones"", **Accreditation and Quality Assurance**, v. 15, n. 1, p. 49–51, 2009. DOI: 10.1007/s00769-009-0603-y. .

EURACHEM/CITAC. "Measurement uncertainty arising from sampling.", **EURACHEM / CITAC Guide**, p. 102, 2019. Disponível em: http://www.eurachem.org/guides/pdf/UfS_2007.pdf.

FARAH, M. A. **Caracterização do Petróleo e seus produtos**. 2ª Revisão ed. [S.l.], Curso de Formação de Engenheiros de Processamento, 2003.

FARAH, Marco Antonio. **Petróleo e seus derivados**. 1ª Ed ed. [S.l.], LTC, 2012.

GRANADOS, I. M. R. C. **Estudio de mediciones en tanques de almacenamiento de hidrocarburos**. 2007. Universidad de San Carlos de Guatemala Facultad de Ingeniería, 2007.

GUPTA, P. "Improving Measurement Uncertainty Transfer Measurement", 2017. .

HARRIS, P. M., COX, M. G. "On a Monte Carlo method for measurement uncertainty evaluation and its implementation", **Metrologia**, v. 51, n. 4, 2014. DOI: 10.1088/0026-1394/51/4/S176. .

HUGHES, T. A. **Measurement and control basics**. [S.l: s.n.], 2007.

IBP. **O IBP na Vanguarda da História**. [S.d.]. Disponível em: <https://www.ibp.org.br/quem-somos/historia/>.

ILAC. "Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity. International Laboratory Accreditation Cooperation. ILAC-G24 OIML D 10", v. 2019, 2019. .

INMETRO. **Portaria Nº 291, Regulamento Técnico Metrológico consolidado para sistemas de medição dinâmica equipados com medidores para quantidades de líquidos**. 2021.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, Q. e T. **Vocabulário Internacional de Metrologia**. [S.l.: s.n.], 2012. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/inovacao/publicacoes/vim_2012.pdf%0Ahttps://www.cambridge.org/core/product/identifier/CBO9781107415324A009/type/book_part.

ISO. **Guide to the expression of uncertainty in measurment**. [S.l.: s.n.], 2008.

JCGM. "Evaluation of Measurement Data: The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment". , 2012.

JCGM. "Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method". , 2008.

KAJIMOTO, N. **Sistema de medição de nível para a UPGN do Comperj**. 2021. Disponível em: <https://fluxo.si/newsletter/42/sistema-de-medicao-de-nivel-para-a-upgn-do-comperj/>.

KALOS, M. H., WHITLOCK, P. A. **Monte carlo methods**. [S.l.: s.n.], 2009.

LEAL, F. G., FERREIRA, A. D. A., SILVA, G. M., *et al.* "Measurement Uncertainty and Risk of False Compliance Assessment Applied to Carbon Isotopic Analyses in Natural Gas Exploratory Evaluation", p. 1–20, 2024. .

LOPES, C. H., GABRIEL, A. V. M. D., BORGES, M. T. M. R. **Produção de etanol a partir da cana de açúcar**. 2011. UFSCAR, 2011.

LUCCHESI, C. F. "Petróleo", **Estudos Avançados**, v. 12, n. 33, p. 17–40, 1998. DOI: 10.1590/s0103-40141998000200003. .

MARCOCCIA, R. **A participação do etanol em uma nova perspectiva na matriz energética mundial**. 2007. Universidade de São Paulo, 2007.

MARTINS, S. S. da S., AZEVEDO, M. O. de, SILVA, M. P. da, *et al.* "Produção De Petróleo E Impactos Ambientais: Algumas Considerações", **Holos**, v. 6, p. 54, 2015. DOI: 10.15628/holos.2015.2201. .

MATA, J. D., FILHO, J. A. P. S. **Noções de medição de fluidos**. Rio de Janeiro - RJ, Petrobras, 2002.

MILLER, J. N., MILLER, J. C. **Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry**. Sixth Edit ed. [S.l.], Pearson, 2010. Disponível em: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1198/tech.2004.s248>.

MILLER, R. W. **Flow Measurement Engineering Handbook**. 3ª Ed. ed. [S.l.: s.n.], 1983.

MILLS, C. "Calibrating and operating Coriolis flow meters with respect to process effects", **Flow Measurement and Instrumentation**, p. 14, 2019. DOI: 10.1016/j.flowmeasinst.2019.101649. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2019.101649>.

MME/EPE. "Balanço energético nacional", 2023. .

MME/EPE. **Plano Decenal de Expansão de Energia 2026**. Brasília - DF, [s.n.], 2017.

MME - MINISTERIO DAS MINAS E ENERGIA. "LEI Nº 2.004". , 1953. Disponível em: https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/L2004.htmimpressao.htm.

OIML. "International Recommendation OIML R117-1: Dynamic measuring systems for liquids other than water", p. 1–127, 2007. Disponível em: https://www.oiml.org/en/files/pdf_r/r117-1-e07.pdf.

OIML. "International Recommendation OIML R137-1: Gas meters", p. 1–127, 2006. .

OLIVEIRA, E. C. "Use of Measurement Uncertainty in Compliance Assessment in Custody Transfer Operations", **Petroleum & Petrochemical Engineering Journal**, v. 5, n. 4, p. 1–2, 2021. DOI: 10.23880/ppej-16000278. .

ORSAY, G. L., MEDEIROS, K. A. R., DE OLIVEIRA, E. C. "Use of Uncertainty Information in Conformity Assessment in the Pharmaceutical Industry", **Current Pharmaceutical Analysis**, v. 19, n. 9, p. 673–676, 2023. DOI: 10.2174/0115734129262343231020105935. .

POSSOLO, A., IYER, H. K. "Invited Article: Concepts and tools for the evaluation of measurement uncertainty", **Review of Scientific Instruments**, v. 88, n. 1, 2017. DOI: 10.1063/1.4974274. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4974274>.

PRICE, R., SEIER, E., GARDNER, R. **The Interquartile Range: Theory and Estimation**. 2005. 89 f. East Tennessee State University, 2005. Disponível em: <http://www.nber.org/papers/w16019>.

RIBEIRO, Marco Antonio. **Medição de Petróleo e Gás Natural**. 3ª ed ed. Salvador - BA, [s.n.], 2003.

RIBEIRO, Marco Antônio. **Medição de Vazão: Fundamentos e aplicações**. 5ª ed. ed. Salvador - BA, Tek Treinamento & Consultoria Ltda, 2003.

ROUSSEUW, P. J., HUBERT, M. "Robust statistics for outlier detection", **Wiley Interdisciplinary Reviews: Data Mining and Knowledge Discovery**, v. 1, n. 1, p. 73–79, 2011. DOI: 10.1002/widm.2. .

RYSKAMP, R. "Emissions and Performance of Liquefied Petroleum Gas as a Transportation Fuel: A Review", p. 36, 2017. Disponível em: <https://auto-gas.net/wp-content/uploads/2019/11/2017-WLPGA-Literature-Review.pdf>.

SALUNKE, P. "Custody Transfer Metering", **Innovative Solutions in Flow Measurement and Control - Oil, Water and Gas**, 2017. .

SERFATY, R. "Medição de vazão", v. 01, 1996. .

SGS. "Operação de Petróleo e Derivados", **Oil, gas and chemicals services**, p. 34, 2018. .

SHUNASHU, I. L., CASMIR, R. "Assessing the impact of measurement uncertainty in Custody Transfer", **Business Education Journal**, v. IV, n. I, p. 16, 2020. .

SOBOL, I. M. **A Primer for the Monte Carlo Method**. 1st Editio ed. Boca Raton, [s.n.], 1994.

SPITZER, D. W. **Industrial Flow Measurement Practice**. 3ª ed. ed. United States of America, The Instrumentation, Systems, and Automation Society, 2005. Disponível em: https://www.idc-online.com/technical_references/pdfs/instrumentation/INDUSTRIAL_FLOW_MEASUREMENT.pdf.

SYNÁK, F., ČULÍK, K., RIEVAJ, V., *et al.* "Liquefied petroleum gas as an alternative fuel", **Transportation Research Procedia**, v. 40, p. 527–534, 2019. DOI: 10.1016/j.trpro.2019.07.076. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2019.07.076>.

SZKLO, A. S., ULLER, V. C., BONFÁ, M. H. P. **Fundamentos do Refino de Petróleo - tecnologia e economia**. 3ª Ed. ed. Rio de Janeiro - RJ, [s.n.], 2012.

THOMAS, J. E. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2ª edição ed. [S.l: s.n.], 2004.

TOTTEN, G. E., WESTBROOK, S. R., SHAH, R. J. **Fuels and lubricants handbook**. [S.l: s.n.], 2003.

UPP, E. L., LANASA, P. J. **Fluid Flow Measurement: A Practical Guide to Accurate Flow Measurement**. 2ª Ed. ed. United States of America, Gulf Professional Publishing, 2002.

VOLODARSKYI, Y., KOSHEVA, L., KOZYR, O. "Reducing the Impact of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment", **33rd International Scientific Symposium Metrology and Metrology Assurance, MMA 2023**, p. 1–4, 2023. DOI: 10.1109/MMA59144.2023.10317925. .

WAN, X., WANG, W., LIU, J., *et al.* "Estimating the sample mean and standard deviation from the sample size, median, range and/or interquartile range", **BMC Medical Research Methodology**, v. 14, n. 1, p. 1–13, 2014. DOI: 10.1186/1471-2288-14-135. .

WILLIAMS, A., MAGNUSSON, B. **Eurachem/CITAC Guide: Use of uncertainty information in compliance assessment**. 2ª ed ed. [S.l.], Eurachem/CITAC, 2021.

Apêndice A

Diferenças % em volume de petróleo bruto entre cliente (tanque aliviador) e fornecedor (FPSO).

2,001	0,410	0,166	0,019	-0,091	-0,235	-0,393	-0,756	-1,925
1,771	0,401	0,165	0,018	-0,094	-0,235	-0,394	-0,761	-2,044
1,678	0,398	0,161	0,013	-0,099	-0,240	-0,397	-0,777	-2,856
1,267	0,376	0,158	0,012	-0,100	-0,243	-0,439	-0,796	-2,918
1,189	0,335	0,154	0,011	-0,105	-0,261	-0,443	-0,799	-8,500
1,189	0,331	0,125	0,005	-0,110	-0,266	-0,454	-0,814	-11,928
1,173	0,317	0,111	0,002	-0,114	-0,267	-0,464	-0,819	
1,134	0,317	0,111	-0,001	-0,122	-0,267	-0,469	-0,820	
0,967	0,315	0,099	-0,003	-0,123	-0,268	-0,482	-0,865	
0,926	0,293	0,098	-0,007	-0,130	-0,270	-0,485	-0,865	
0,824	0,289	0,093	-0,008	-0,133	-0,271	-0,487	-0,869	
0,823	0,275	0,080	-0,011	-0,135	-0,271	-0,489	-0,878	
0,722	0,274	0,078	-0,013	-0,137	-0,281	-0,490	-0,886	
0,716	0,271	0,077	-0,018	-0,146	-0,283	-0,490	-0,888	
0,688	0,251	0,075	-0,030	-0,146	-0,284	-0,494	-0,952	
0,683	0,240	0,074	-0,032	-0,156	-0,285	-0,521	-0,963	
0,632	0,237	0,071	-0,033	-0,158	-0,285	-0,548	-0,969	
0,626	0,236	0,058	-0,034	-0,169	-0,291	-0,593	-0,999	
0,618	0,232	0,049	-0,039	-0,173	-0,302	-0,596	-1,058	
0,554	0,223	0,047	-0,052	-0,178	-0,304	-0,608	-1,071	
0,551	0,219	0,043	-0,052	-0,183	-0,305	-0,620	-1,092	
0,505	0,214	0,038	-0,055	-0,184	-0,308	-0,622	-1,151	
0,503	0,213	0,033	-0,062	-0,184	-0,310	-0,630	-1,153	
0,486	0,206	0,033	-0,064	-0,193	-0,312	-0,655	-1,156	
0,484	0,206	0,031	-0,067	-0,193	-0,319	-0,657	-1,336	
0,442	0,188	0,027	-0,072	-0,205	-0,331	-0,672	-1,362	
0,440	0,185	0,024	-0,074	-0,206	-0,334	-0,674	-1,369	
0,427	0,184	0,023	-0,076	-0,209	-0,335	-0,695	-1,536	
0,412	0,182	0,020	-0,077	-0,221	-0,335	-0,708	-1,612	
0,411	0,172	0,020	-0,080	-0,222	-0,343	-0,755	-1,782	

A base de dados foi formada pela diferença percentual em volume das movimentações de petróleo com dados de movimentações marítimas, durante o ano de 2022.

Apêndice B

Diferenças % em volume de Diesel S-500 entre cliente (tanque) e fornecedor (EMED)

0,9914	0,4322	0,1738	0,0568	-0,0036	-0,1011	-0,2231	-0,4810
0,9914	0,4307	0,1730	0,0566	-0,0040	-0,1048	-0,2258	-0,5552
0,9904	0,4197	0,1730	0,0460	-0,0044	-0,1091	-0,2272	-0,6126
0,9895	0,4195	0,1634	0,0460	-0,0053	-0,1162	-0,2310	-0,6377
0,9892	0,4015	0,1458	0,0455	-0,0060	-0,1235	-0,2334	-0,6758
0,9891	0,3687	0,1383	0,0452	-0,0067	-0,1276	-0,2426	-0,6967
0,9889	0,3508	0,1357	0,0451	-0,0070	-0,1326	-0,2471	-0,7088
0,9888	0,3290	0,1342	0,0450	-0,0075	-0,1327	-0,2513	-0,7098
0,8610	0,3256	0,1319	0,0450	-0,0094	-0,1355	-0,2693	-0,7344
0,7612	0,3238	0,1309	0,0450	-0,0104	-0,1546	-0,2806	-0,7348
0,7611	0,2987	0,1249	0,0449	-0,0126	-0,1596	-0,2824	-0,7348
0,7008	0,2885	0,1237	0,0448	-0,0192	-0,1598	-0,2955	-0,7349
0,6345	0,2859	0,1033	0,0410	-0,0193	-0,1633	-0,3002	-0,7349
0,5948	0,2661	0,1008	0,0410	-0,0195	-0,1720	-0,3062	-0,7349
0,5942	0,2375	0,0933	0,0348	-0,0257	-0,1721	-0,4082	-0,7351
0,5936	0,2250	0,0874	0,0297	-0,0286	-0,1725	-0,4085	-0,7354
0,5936	0,2169	0,0874	0,0268	-0,0424	-0,1725	-0,4159	-0,7354
0,5936	0,2027	0,0850	0,0260	-0,0435	-0,1726	-0,4191	-0,7354
0,5935	0,1977	0,0850	0,0226	-0,0441	-0,1734	-0,4191	-0,7354
0,5928	0,1974	0,0838	0,0216	-0,0479	-0,1734	-0,4217	-0,7666
0,5928	0,1964	0,0826	0,0196	-0,0483	-0,1741	-0,4371	-0,8003
0,5472	0,1929	0,0815	0,0171	-0,0598	-0,1797	-0,4393	-1,0086
0,4920	0,1914	0,0788	0,0169	-0,0639	-0,1828	-0,4397	-1,0720
0,4847	0,1800	0,0766	0,0167	-0,0639	-0,1874	-0,4537	-1,1158
0,4504	0,1752	0,0752	0,0090	-0,0788	-0,1932	-0,4604	-1,4795
0,4496	0,1751	0,0751	0,0060	-0,0831	-0,1934	-0,4604	-2,2953
0,4455	0,1749	0,0745	0,0000	-0,0855	-0,1988	-0,4605	-2,7472
0,4450	0,1747	0,0708	0,0000	-0,0943	-0,1991	-0,4606	
0,4449	0,1747	0,0688	-0,0003	-0,0947	-0,2125	-0,4606	
0,4429	0,1746	0,0595	-0,0020	-0,1006	-0,2174	-0,4638	

A base de dados foi formada pela diferença percentual em volume das movimentações de Diesel S-500 com dados mensais de refinarias, durante os anos de 2021 a 2022.

Apêndice C

Diferenças % em volume de Etanol Anidro Combustível (EAC) entre cliente (tanque) e fornecedor (tanque).

-0,96	-0,24	-0,11	0,04
-0,74	-0,24	-0,10	0,05
-0,67	-0,23	-0,09	0,06
-0,63	-0,23	-0,09	0,06
-0,62	-0,22	-0,09	0,06
-0,48	-0,22	-0,08	0,06
-0,44	-0,22	-0,07	0,08
-0,43	-0,21	-0,07	0,08
-0,39	-0,21	-0,06	0,09
-0,39	-0,20	-0,06	0,10
-0,39	-0,20	-0,06	0,11
-0,36	-0,20	-0,05	0,11
-0,35	-0,20	-0,04	0,11
-0,34	-0,20	-0,04	0,11
-0,33	-0,19	-0,04	0,12
-0,33	-0,18	-0,03	0,12
-0,33	-0,17	-0,03	0,12
-0,32	-0,17	-0,03	0,12
-0,32	-0,16	-0,03	0,12
-0,32	-0,15	-0,02	0,14
-0,32	-0,15	-0,01	0,15
-0,30	-0,15	0,00	0,20
-0,30	-0,15	0,00	0,23
-0,29	-0,14	0,00	0,29
-0,29	-0,14	0,01	0,39
-0,28	-0,14	0,01	0,50
-0,27	-0,14	0,03	0,52
-0,27	-0,13	0,03	0,52
-0,27	-0,13	0,04	0,57
-0,25	-0,12	0,04	0,76
-0,24	-0,11	0,04	

A base de dados foi formada pela diferença percentual em massa das movimentações de EAC com dados mensais de refinarias, durante os anos de 2021 a 2022.

Apêndice D

Diferenças % em massa de GLP entre cliente (tanque) e fornecedor (EMED).

0,5390	0,0713	0,0235	-0,0073	-0,0371	-0,0706	-0,1125	-0,1619	-0,2191	-0,3574
0,4634	0,0694	0,0230	-0,0076	-0,0382	-0,0739	-0,1129	-0,1627	-0,2219	-0,3608
0,3745	0,0692	0,0220	-0,0096	-0,0388	-0,0747	-0,1147	-0,1666	-0,2265	-0,3696
0,3459	0,0688	0,0213	-0,0114	-0,0400	-0,0750	-0,1157	-0,1671	-0,2327	-0,3716
0,2919	0,0686	0,0209	-0,0119	-0,0400	-0,0779	-0,1157	-0,1697	-0,2331	-0,3733
0,2609	0,0677	0,0197	-0,0119	-0,0416	-0,0784	-0,1163	-0,1698	-0,2354	-0,3739
0,2458	0,0675	0,0194	-0,0120	-0,0420	-0,0786	-0,1167	-0,1716	-0,2357	-0,3836
0,2435	0,0670	0,0161	-0,0124	-0,0428	-0,0789	-0,1176	-0,1718	-0,2372	-0,3879
0,2229	0,0658	0,0131	-0,0126	-0,0435	-0,0812	-0,1190	-0,1721	-0,2380	-0,3930
0,2150	0,0656	0,0129	-0,0128	-0,0436	-0,0814	-0,1201	-0,1730	-0,2417	-0,3947
0,2127	0,0651	0,0122	-0,0129	-0,0447	-0,0824	-0,1214	-0,1748	-0,2418	-0,4057
0,2038	0,0619	0,0116	-0,0139	-0,0447	-0,0831	-0,1236	-0,1758	-0,2421	-0,4062
0,2036	0,0578	0,0116	-0,0146	-0,0449	-0,0833	-0,1238	-0,1760	-0,2517	-0,4202
0,1933	0,0562	0,0101	-0,0152	-0,0455	-0,0838	-0,1239	-0,1764	-0,2537	-0,4257
0,1778	0,0554	0,0094	-0,0160	-0,0461	-0,0844	-0,1261	-0,1769	-0,2563	-0,4282
0,1710	0,0553	0,0093	-0,0164	-0,0466	-0,0849	-0,1283	-0,1770	-0,2565	-0,4308
0,1521	0,0538	0,0079	-0,0175	-0,0473	-0,0859	-0,1290	-0,1772	-0,2600	-0,4579
0,1482	0,0522	0,0075	-0,0183	-0,0478	-0,0872	-0,1307	-0,1784	-0,2602	-0,4579
0,1453	0,0513	0,0067	-0,0191	-0,0506	-0,0880	-0,1315	-0,1810	-0,2609	-0,4608
0,1437	0,0504	0,0065	-0,0197	-0,0511	-0,0894	-0,1317	-0,1821	-0,2661	-0,4616
0,1421	0,0494	0,0051	-0,0197	-0,0515	-0,0895	-0,1333	-0,1827	-0,2674	-0,4714
0,1407	0,0491	0,0047	-0,0198	-0,0515	-0,0899	-0,1334	-0,1861	-0,2700	-0,4739
0,1397	0,0463	0,0047	-0,0210	-0,0526	-0,0902	-0,1339	-0,1870	-0,2728	-0,4795
0,1304	0,0462	0,0038	-0,0211	-0,0542	-0,0906	-0,1344	-0,1877	-0,2756	-0,4975
0,1273	0,0449	0,0033	-0,0240	-0,0557	-0,0926	-0,1353	-0,1890	-0,2781	-0,5239
0,1185	0,0420	0,0024	-0,0240	-0,0567	-0,0941	-0,1381	-0,1900	-0,2799	-0,5272
0,1175	0,0418	0,0013	-0,0240	-0,0567	-0,0944	-0,1384	-0,1909	-0,2805	-0,5537
0,1132	0,0414	0,0013	-0,0251	-0,0584	-0,0947	-0,1388	-0,1911	-0,2885	-0,5762
0,0992	0,0406	0,0004	-0,0261	-0,0604	-0,0964	-0,1409	-0,1912	-0,2892	-0,5870
0,0972	0,0397	0,0000	-0,0265	-0,0606	-0,0965	-0,1410	-0,1935	-0,2955	-0,6195
0,0970	0,0397	0,0000	-0,0284	-0,0616	-0,0966	-0,1417	-0,1939	-0,3031	-0,6244
0,0951	0,0390	0,0000	-0,0292	-0,0640	-0,0973	-0,1422	-0,1945	-0,3052	-0,6381
0,0931	0,0380	0,0000	-0,0304	-0,0642	-0,0975	-0,1423	-0,1949	-0,3120	-0,6481
0,0881	0,0351	0,0000	-0,0306	-0,0647	-0,0980	-0,1437	-0,1954	-0,3161	-0,6836
0,0828	0,0340	0,0000	-0,0310	-0,0647	-0,0986	-0,1449	-0,1956	-0,3232	-0,6843
0,0827	0,0318	0,0000	-0,0310	-0,0650	-0,1008	-0,1457	-0,1981	-0,3236	-0,6899
0,0825	0,0309	-0,0010	-0,0334	-0,0654	-0,1011	-0,1462	-0,1991	-0,3293	-0,7025
0,0825	0,0308	-0,0015	-0,0341	-0,0654	-0,1011	-0,1476	-0,2029	-0,3304	-0,7054
0,0818	0,0286	-0,0021	-0,0343	-0,0655	-0,1014	-0,1479	-0,2057	-0,3304	-0,7083
0,0764	0,0281	-0,0031	-0,0347	-0,0655	-0,1062	-0,1498	-0,2078	-0,3322	-0,7701
0,0748	0,0281	-0,0033	-0,0352	-0,0657	-0,1068	-0,1505	-0,2084	-0,3364	-0,8586
0,0741	0,0278	-0,0033	-0,0359	-0,0684	-0,1078	-0,1509	-0,2090	-0,3383	-0,8787
0,0727	0,0255	-0,0048	-0,0360	-0,0684	-0,1096	-0,1532	-0,2095	-0,3395	-0,9478
0,0726	0,0248	-0,0050	-0,0361	-0,0688	-0,1104	-0,1541	-0,2152	-0,3414	-1,0090
0,0723	0,0239	-0,0055	-0,0361	-0,0701	-0,1105	-0,1555	-0,2187	-0,3444	-1,1917
0,0721	0,0237	-0,0073	-0,0368	-0,0705	-0,1112	-0,1604	-0,2190	-0,3544	-1,3773

A base de dados foi formada pela diferença percentual em massa das movimentações de GLP com dados mensais de refinarias, durante os anos de 2021 a 2022.

INDUSTRY NEWS

Use of Uncertainty Information in Conformity Assessment in the Pharmaceutical Industry

Guilherme Lucarelli Orsay¹, Khrissy Aracélly Reis Medeiros² and Elcio Cruz de Oliveira^{1,3*}¹Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Postgraduate Program in Metrology, Rio de Janeiro, Brazil;²Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Mechanical Engineering Department, Optical Fiber Sensors Laboratory, Rio de Janeiro, Brazil; ³PETROBRAS S.A., Logistics, Operational Planning, and Control, Measurement, and Product Inventory Management, Rio de Janeiro 20231-030, Brazil

1. INTRODUCTION

ARTICLE HISTORY

Received: May 15, 2023
Revised: August 10, 2023
Accepted: September 07, 2023DOI:
10.2174/0115734129262343231020105935

In the pharmaceutical industry, analytical procedures are commonly used to evaluate the essential quality attributes of products and medicines. These procedures aim to determine whether the parameters follow the specifications to ensure safety and efficacy [1]. Thus, ensuring compliance is essential in the pharmaceutical industry to meet regulatory requirements, safety, and quality of products and processes [2]. In general, compliance refers to the verification that the standards established by regulatory bodies and the market are being met [3, 4].

Historically, in related literature, it is observed that the evaluation of analytical procedures used in the pharmaceutical industry has placed greater emphasis on the determination of measurement uncertainty [2, 5-7], recognising that there are intrinsic errors in analytical measurements and a certain level of uncertainty involved. Therefore, there is an inherent risk that a wrong decision may be made regarding the conformity of a specific batch, product, or medication [8], given that the determination of measurement uncertainty and, thus, the possibility of wrong decisions in evaluating conformity, are factors present in all quantitative analytical results [9]. Consequently, making inadequate decisions can lead to serious consequences, such as approving a batch of lower-quality medications or rejecting a batch of high-quality medications [10].

Hence, assuming that there is a possibility of incorrect decisions being made in a conformity assessment, there is a growing conscientisation of the importance of considering measurement uncertainty when making decisions [11]. Generally, information about measurement uncertainty results in two types of risk: (i) the consumer's risk, which is the chance of accepting a batch that should be rejected, and (ii) the producer's risk, which is the chance of rejecting a batch that should be accepted [12].

In other words, the consumer's risk consists of allowing the release of a non-conforming batch, which can have a negative impact on the effectiveness and safety of the pharmaceutical product. On the other hand, the producer's risk consists of rejecting a batch of good quality, which can increase the costs and losses for the producer [13].

In this context, to minimise the risks of false conformity for both the producer and the consumer, the methodological resource of guard bands using measurement uncertainty for conformity assessment can be an excellent strategy [12, 14]. In practice, it is necessary to establish a decision rule that considers the risks involved in making a wrong decision to analyze whether the results of events comply with the limit value. Thus, to establish acceptance zones with lower risk for the consumer, the guard band (g) is subtracted from the specification limits, as illustrated in Fig. (1) [3, 4].

On the other hand, the guard band (g) is added to the specification limits to establish rejection zones with reduced risk for the producer, as shown in Fig. (2).

Several studies [1, 6, 7, 9, 15-19] present and discuss the use of measurement uncertainty in conformity assessment as a fundamental tool to minimise risks and guarantee the safety and efficacy of pharmaceutical products. First, one can cite a study [15] in which a detailed analysis of measurement uncertainty and the risk of false conformity assessment in microbial enumeration tests was performed, using statistical tools and mathematical models to propose a method for evaluating the risk of false conformity. An additional study [16] investigated the use of multivariate guard bands as a simple solution to avoid non-conformity decisions with specific and overall risk reduction. Such an approach is of great interest to regulatory agencies and drug manufacturers. In the same scenario, research was conducted [17] aimed to establish univariate and multivariate guard bands to determine more stringent specification values to reduce the risk of false conformity decisions, as well as to improve the quality and safety of products.

*Address correspondence to this author at PETROBRAS S.A., Logistics, Operational Planning, and Control, Measurement, and Product Inventory Management, Rio de Janeiro 20231-030, Brazil; E-mail: elciooliveira@puc-rio.br

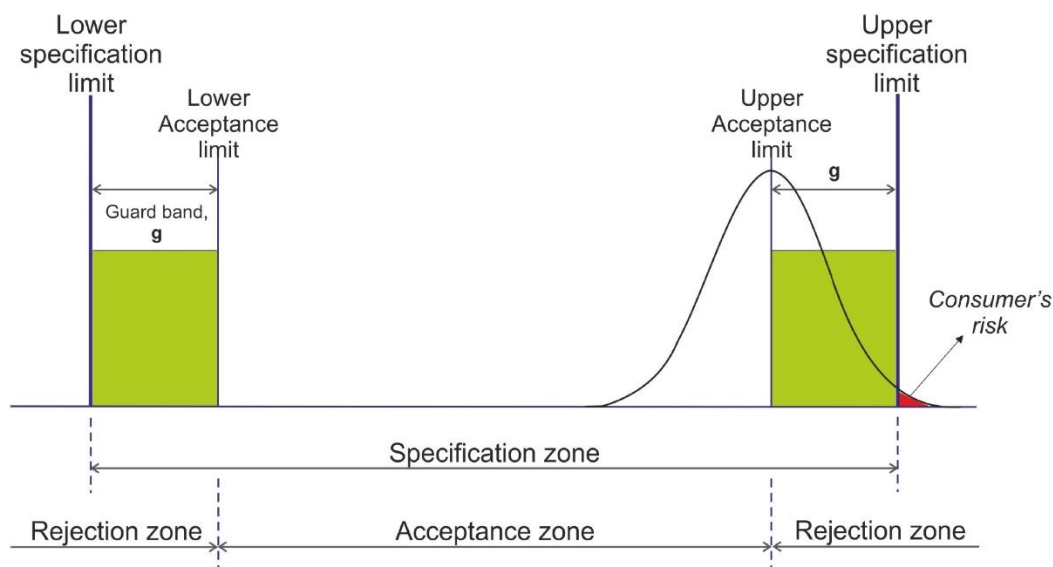


Fig. (1). Application of the guard band tool to minimise consumer's risk [4]. (A higher resolution / colour version of this figure is available in the electronic copy of the article).

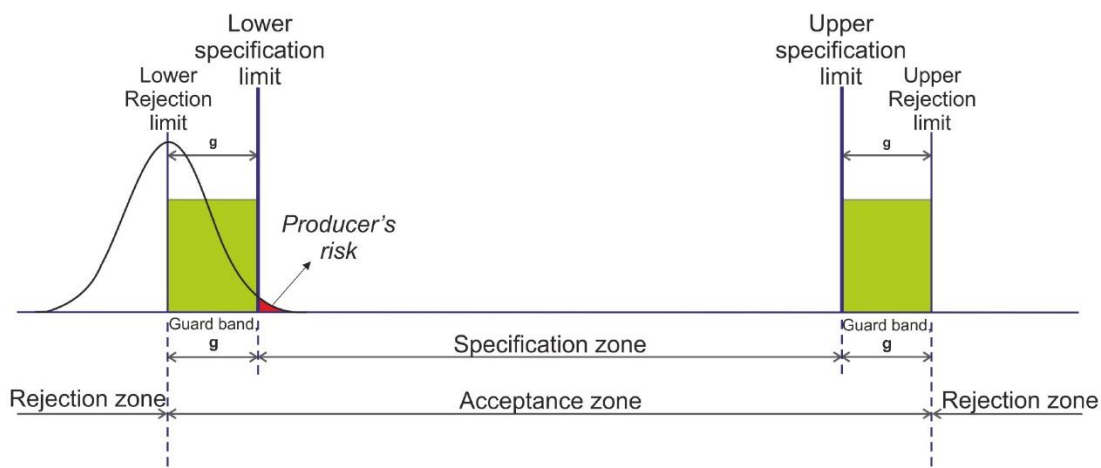


Fig. (2). Application of the guard band tool to minimise producer's risk [4]. (A higher resolution / colour version of this figure is available in the electronic copy of the article).

Additionally, the results obtained may be useful to support decision-making by regulatory agencies and drug manufacturers. In the scope of this same issue, Separovic and Lourenço [1] evaluated the measurement uncertainty and the risk of false conformity decisions in the performance appraisal of liquid chromatography analytical procedures. They used experimental data analysis and statistical tools to propose a method for evaluating measurement uncertainty in analytical procedures and the risk of false conformity decisions. In addition, these authors [9] developed a statistical model that considers the variability in the results obtained by analytical procedures and the measurement uncertainty associated with each of these results and estimated the risks of false decisions concerning predefined specification limits. Later, the same researchers [7] performed analytical experiments to determine the concentration of terbinafine hydrochloride in creams using a high-performance liquid chromatography (HPLC) analytical procedure; from the analysis of the results, they proposed strategies to optimise the analytical procedure using the Analytical Quality by Design (AQbD) approach. Another scientific approach [18] highlighted the importance of considering measurement uncertainty in the conformity assessment of pharmaceutical products, setting specification limits based on regulatory criteria or customer specifications. In another study [19], the authors used guard bands to de-

termine a risk-based specification, and the calculation and its application were employed to reduce the risk of false rejections or approvals of pharmaceutical product batches. Finally, there is a paper [6] in which the importance of determining measurement uncertainty for quality assurance of analytical results was discussed, as well as examples of practical applications of the evaluation of measurement uncertainty in pharmaceutical assays were provided.

CONCLUSION

Briefly, it was observed that the main purpose of most of the addressed studies is to verify if the results are according to the limits stipulated by standards or technical specifications and regulations. Thus, it can be concluded that when the results approach these limits, the decision-making becomes more challenging, demanding the application of specific guidelines. These guidelines, which need to be accepted by all parties involved, are based on an acceptable probability of committing a judgment error.

In this sense, this document presented a brief overview of current knowledge in the field of compliance assessment in the context of the pharmaceutical industry. In particular, the use of measurement uncertainty to evaluate compliance highlighted the application of guard band tools. Thus, it is expected that this resource can significantly reduce the risks related to mistakenly assessing compliance in various processes of the pharmaceutical industry, in addition to aiding in decision-making and preventing potential conflicts among the involved parties.

Therefore, the use of guard bands is strongly recommended in this context, given that the results obtained after applying guard bands can help improve the quality and safety of medicines, assist in decision-making regarding conformity assessment, and guide the development of more effective regulatory policies, ensuring that procedures and parameters can be safer and more effective for both producers and consumers in this huge industry.

CONSENT FOR PUBLICATION

Not applicable.

FUNDING

The author would like to thank Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES, Brazil) Finance code 001 and the scholarship from the Brazilian agency CNPq (305479/2021-0).

CONFLICT OF INTEREST

The authors declare no conflict of interest, financial or otherwise.

ACKNOWLEDGEMENTS

Declared none.

REFERENCES

- [1] Separovic, L.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty and risk of false conformity decision in the performance evaluation of liquid chromatography analytical procedures. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2019**, *171*, 73-80.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2019.04.005> PMID: 30974411
- [2] Weißensee, K.; Kühn, O.; Linß, G.; Sommer, K.D. Risk of erroneously deciding conformity of measuring instruments. *Accredit. Qual. Assur.*, **2008**, *13*(11), 663-669.
<http://dx.doi.org/10.1007/s00769-008-0422-6>
- [3] ILAC. *Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity*; International Laboratory Accreditation Cooperation: ILAC-G24 OIML D 10, **2019**.
- [4] Williams, A.; Magnusson, B. *Eurachem/CITAC Guide: Use of uncertainty information in compliance assessment*, 2a ed.; **2021**.
- [5] Romero, D.C.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty of dissolution test of acetaminophen immediate release tablets using Monte Carlo simulations. *Braz. J. Pharm. Sci.*, **2017**, *53*(3), 1-9.
<http://dx.doi.org/10.1590/s2175-97902017000300163>
- [6] Traple, M.A.L.; Saviano, A.M.; Francisco, F.L.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty in pharmaceutical analysis and its application. *J. Pharm. Anal.*, **2014**, *4*(1), 1-5.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2013.11.001> PMID: 29403863
- [7] Separovic, L.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty evaluation of an analytical procedure for determination of terbinafine hydrochloride in creams by HPLC and optimization strategies using Analytical Quality by Design. *Microchem. J.*, **2022**, *178*, 107386.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.microc.2022.107386>
- [8] Separovic, L.; Simabukuro, R.S.; Couto, A.R.; Bertanha, M.L.G.; Dias, F.R.S.; Sano, A.Y.; Caffaro, A.M.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty and conformity assessment applied to drug and medicine analyses – a review. *Crit. Rev. Anal. Chem.*, **2023**, *53*(1), 123-138.
<http://dx.doi.org/10.1080/10408347.2021.1940086> PMID: 34152871
- [9] Separovic, L.; Rebello Lourenço, F. Frequentist approach for estimation of false decision risks in conformity assessment based on measurement uncertainty of liquid chromatography analytical procedures. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2020**, *184*, 113203.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2020.113203> PMID: 32114160
- [10] Desimoni, E.; Brunetti, B. Uncertainty of measurement and conformity assessment: a review. *Anal. Bioanal. Chem.*, **2011**, *400*(6), 1729-1741.
<http://dx.doi.org/10.1007/s00216-011-4776-y> PMID: 21350814
- [11] Pendrill, L.R. Optimised measurement uncertainty and decision-making when sampling by variables or by attribute. *Measurement*, **2006**, *39*(9), 829-840.

- <http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2006.04.014>
- [12] Evaluation of measurement data: the role of measurement uncertainty in conformity assessment. *Journal Chemistry International -- Newsmagazine for IUPAC*, **2012**, 106
<http://dx.doi.org/10.1515/ci.2013.35.2.22>
- [13] Pendrill, L.R. Using measurement uncertainty in decision-making and conformity assessment. *Metrologia*, **2014**, 51(4), S206-S218.
<http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/51/4/S206>
- [14] ASME. B89.7.3.1. *Guideline for Decision Rules: Considering Measurement Uncertainty in Determining Conformity to Specifications*; , **2002**, 24, .
- [15] Dias, F.R.S.; Lourenço, F.R. Measurement uncertainty evaluation and risk of false conformity assessment for microbial enumeration tests. *J. Microbiol. Methods*, **2021**, 189, 106312.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.mimet.2021.106312> PMID: 34428497
- [16] da Silva, C.M.; Lourenço, F.R. Definition of multivariate acceptance limits (guard-bands) applied to pharmaceutical equivalence assessment. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2023**, 222, 115080.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jpba.2022.115080> PMID: 36191444
- [17] Lombardo, M.; da Silva, C.M.; Lourenço, F.R. Conformity assessment of medicines containing antibiotics – A multivariate assessment. *Regul. Toxicol. Pharmacol.*, **2022**, 136, 105279.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.yrtph.2022.105279> PMID: 36265715
- [18] Simabukuro, R.; Jeong, N.A.; Lourenço, F.R. Application of measurement uncertainty on conformity assessment in pharmaceutical drug products. *J. AOAC Int.*, **2021**, 104(3), 585-591.
<http://dx.doi.org/10.1093/jaoacint/qsaa151> PMID: 33156342
- [19] Burgess, C. Using the guard band to determine a risk-based specification: How to calculate and apply a guard band. *Pharm. Technol.*, **2014**, 38, 52-58.

DISCLAIMER: The above article has been published, as is, ahead-of-print, to provide early visibility but is not the final version. Major publication processes like copyediting, proofing, typesetting and further review are still to be done and may lead to changes in the final published version, if it is eventually published. All legal disclaimers that apply to the final published article also apply to this ahead-of-print version.

Anexo B – Artigo publicado – CBM – Metrologia 2023



Conformity assessment applied to custody transfer in the oil and gas industry: a brief review

G L Orsay ^{1*}, K A R Medeiros ² and E C de Oliveira ^{1,3}

¹ Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Postgraduate Program in Metrology, Rio de Janeiro, Brazil

² Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Mechanical Engineering Department, Optical Fiber Sensors Laboratory, Rio de Janeiro, Brazil

³ PETROBRAS S.A., Logistics, Operational Planning and Control, Measurement and Product Inventory Management, Rio de Janeiro 20231-030, Brazil

*guilhermeorsay@aluno.puc-rio.br

Abstract. In the oil and gas industry, measurements must be highly reliable to avoid unnecessary conflicts in business relationships that could result in significant financial losses for the parties involved. This article highlighted the importance of using the measurement uncertainty tool for conformity assessment purposes in the oil and gas industry. Some methodological approaches and considerations within the context of conformity assessment were presented, such as the global and specific risks, producer and consumer risks and the use of the guard band tool. Based on a literature review, it was observed that measurement uncertainty is widely applied in conformity assessment in various industries, such as pharmaceuticals, materials engineering, production, and quality engineering, as well as laboratory analysis. However, it was found that none of the reviewed studies proposed or used the measurement uncertainty tool to minimize the risk of false conformity assessments in the transfer of petroleum and its derivatives by producers and consumers. Therefore, it is considered that this tool can also be an excellent alternative to minimize the risks of inadequate compliance during custody transfer operations in the oil and gas industry. As a main contribution, we sought to highlight the relevance of the guard bands tool as a methodological resource in the treatment of data from oil and gas industry processes that require conformity assessment. Finally, it was concluded that the implementation of this approach can reduce risks and help in decision-making related to compliance assessments, ultimately avoiding significant losses for the parties involved.

1. Introduction

The oil and gas industry represents a significant portion of the global economy, and its development is substantial. Therefore, a policy of control and regulation in this sector is essential. Consequently, accurate measurements of the volumes of oil, natural gas, and derivatives produced by companies are crucial for result reliability and decision-making [1].

Oil and its derivatives can be transported under the control of another company at any point, from production to final consumption, through a process known as custody transfer [2]. The measurements carried out in this procedure are essential to assess the degree of compliance between producers and



consumers, to avoid unnecessary conflicts in commercial relationships that could lead to significant financial losses for the parties involved [3].

For these reasons, the Brazilian Technical Measurement Regulation was developed to enable greater control of production companies operating in this sector, ensuring improved production, minimizing losses, and providing more effective management and decision-making. Through this document, the Brazilian Agency of Petroleum, Natural Gas, and Biofuels (ANP) and the Brazilian Institute of Metrology, Quality, and Technology (INMETRO) jointly standardized the procedures for monitoring the production of oil and natural gas, presenting the minimum requirements and monitoring conditions for custody transfers, aiming to ensure better result reliability [4].

Typically, in these operations, large volumes are transported, with average daily transfers reaching around US\$ 6 million, generating an annual revenue of US\$ 2.2 billion. Assuming a hypothesis that there might be an error of 0.25 % in the measurements conducted, both the producer and the consumer could experience a profit or loss of approximately US\$ 15,000 per day or US\$ 5.5 million per year [5].

For that reason, the economic impacts resulting from these small measurement errors prompt companies in the sector to focus on continuous improvement of their measurement systems, prioritizing compliance with contractual requirements to meet the expectations of both parties involved [3,6].

Consequently, if the measurement results are close to the tolerance limits imposed by specifications, the conflict can be high, with the risks of false acceptance or rejection reaching up to 50 %, leading to significant disputes. Hence, the results obtained by both parties should fall within certain ranges of acceptance to be statistically compatible [3,7].

To guarantee that the results can be accepted or rejected within an appropriate level of confidence, guard bands are employed from measurement uncertainty [7,8]. These bands ensure that all relevant sources of uncertainty are considered in the evaluation of conformity, enabling the measurement results to be as reliable as possible. As a result, it becomes possible to make informed decisions based on the obtained results [9–11].

Accordingly, the guard bands tool, which uses measurement uncertainty for conformity assessment in proposing acceptance limits, presents itself as an excellent methodology for evaluating the "risk of accepting a non-conforming item", directly affecting the consumer, and the "risk of rejecting a conforming item", when the producer incurs the loss [7,10,12].

Objectively, this paper aimed to make a brief review, filling a gap in the literature, about the applicability of this approach in reducing risks and assisting in decision-making related to conformity assessment in a quantitative way in the oil and gas industry custody transfers, avoiding significant losses among the parties involved.

2. Methodology

2.1 Specific risks and Global risks of false conformity/non-conformity assessment

In the study conducted by Oliveira EC and Lourenço [13], the conformity assessment and false conformity risk were estimated by means of the Monte Carlo method (MCM), using a spreadsheet in MS-Excel, using 50 thousand simulated values for each parameter through a pseudorandom number generator. Then, the producer (R_p) and consumer (R_c) specific risks are calculated with the help of the lower limit (LI) and upper limit (LS), as exemplified in equations (2) and (3), respectively:



$$R_c = \frac{n^o y;]LI; LS[}{n^o total} \quad (2)$$

$$R_p = \frac{n^o y; [LI; LS]}{n^o total} \quad (3)$$

The study mentioned [13] also emphasized the importance of the overall consumer risk and the overall producer risk, when a measured value was within the acceptance range, but the value of Y was outside the tolerance range. The calculation of the overall risk consists of adding up all the specific risks at each possible value and multiplying them by their probability of occurrence. For continuous distributions, the probability of occurrence is replaced by the height of the curve describing the process distribution, and the sum becomes an integration over both process and measurement distributions, so the overall consumer risk can be calculated, Eq. (4):

$$R_c = \int_C \int_A g_o(\eta) h(\eta_m | \eta) d\eta_m d\eta \quad (4)$$

On the other hand, when a measurement outside the acceptance range occurs, but the value of Y is within the tolerance range, the overall risk of the producer can be calculated, Eq. (5):

$$R_p = \int_C \int_A g_o(\eta) h(\eta_m | \eta) d\eta_m d\eta \quad (5)$$

An important difference between specific and global risks is that global risk strongly depends on the process distribution, while specific risk does not.

In a further study [14], the Monte Carlo method was also employed to assess compliance in flow measurements in high-pressure gas systems, allowing a comparison between the legal tolerances and the acceptance criteria.

It was evaluated in the research that it is possible to directly apply Monte Carlo methods (MCM) to carry out conformity assessment. This is because the Monte Carlo process generates the cumulative distribution, which can be directly compared with the (legal) tolerances. The major advantage of using MCM is that it is not necessary to know the distribution type.

2.2 Producer and consumer risk

Producer and consumer risk are terms used in studies [15,16] in production process management and are applicable to many compliance situations. As illustrated in Figure 1, "producer risk" refers to the probability of rejecting acceptable products incorrectly, resulting in unnecessary costs to the producer. On the other hand, "consumer risk" is the probability of accepting nonconforming products incorrectly, increasing the chance of the consumer being harmed.

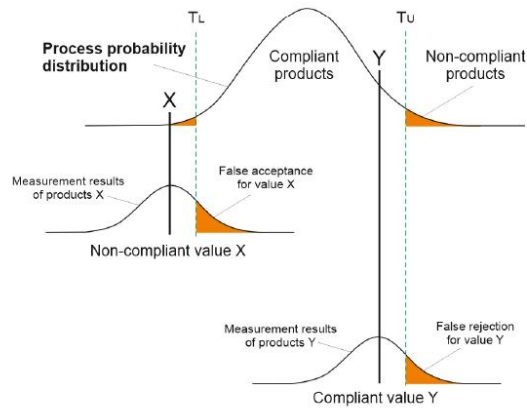


Figure 1. Producer and consumer risk of false conformity/non-conformity assessment [7].

According to Figure 1, T_L and T_U are the lower and upper allowable limits for a measured characteristic, respectively, where, it is assumed that these limits are also set as acceptance limits, without any safety margin. A product between T_L and T_U is conforming, while a product outside these limits is non-conforming. The value at X in the figure is nonconforming and at Y is conforming. The proportion (shaded) of these results that fall within the acceptance limits can be called the false acceptance rate for a product at X , while the part of Y that falls outside the acceptance limits represents the producer's risk, because the Y value is within the allowable limits, but there is a probability of results that fall outside the acceptance limits [7,8].

More clearly and objectively, Figure 2 showed all the possibilities of possible false acceptance and false rejection risks, with a greater emphasis on hypothesis (c) where the risk of a false acceptance/rejection has a probability of 50 % for both cases [7,9].

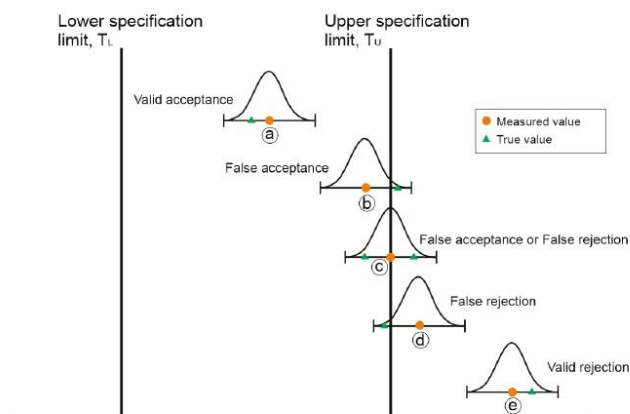


Figure 2. Conformity assessment using measurement uncertainty information [9,17].



Broadly speaking, this methodology plays an important role in the management of production and quality processes, because it helps in the analysis of the trade-offs between the costs of rejecting acceptable products and the risks involved in accepting nonconforming products, resulting in significant losses between the parties [7,15].

2.3 Guard Bands

In general, studies [15,16,18] employ the guard band methodology to mitigate the probability of making a wrong decision regarding compliance. In essence, it is a safety element incorporated into the measurement decision process by adding a safety margin to the acceptance limit above the limit set by the specification/tolerance, as illustrated in Figure 3, ensuring less risk of a false conformity assessment to the producer [19].

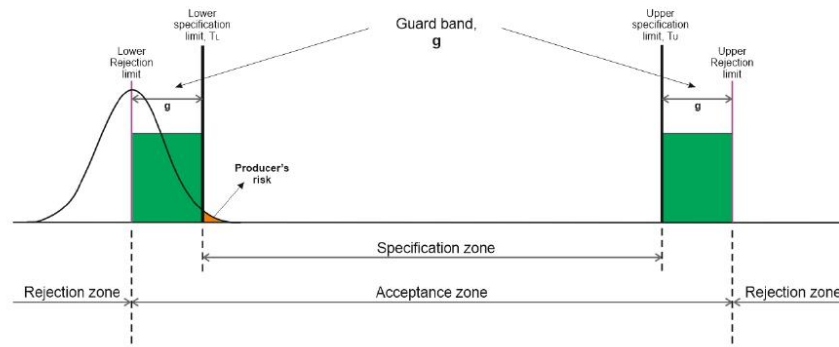


Figure 3. The use of guard bands minimizes the producer's risk, and high confidence in rejection [18,20].

Generally, the guard band parameter (g) is expressed as a multiple of the standard uncertainty (u). In the case where the distribution of the values of the measurand assumes an approximately normal form, a factor of $1.64u$ is related to a probability α of 5 %, while a factor of $2.33u$ is associated with an α of 1 % [7].

However, it is possible to exercise control over these probabilities and reduce them through the use of acceptance intervals that differ from tolerance intervals [8]. By establishing the acceptance interval within the tolerance interval (Figure 4), the probability of incorrect acceptance is reduced, which in turn minimizes the risk imposed on the consumer [7].

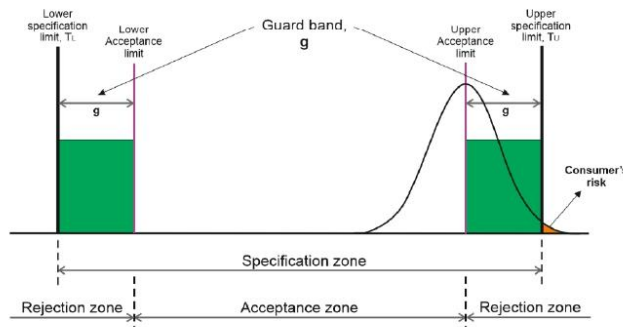


Figure 4. The use of guard bands to minimize consumer risk, and high confidence in acceptance [18,20].

Consequently, the reduction in these probabilities is directly linked to the width of the guard band, g . However, it is important to note that by reducing the risk to the producer, there is an increase in the risk to the consumer and vice versa. Therefore, when establishing decision rules, it is essential to consider the risks associated with making a wrong decision [7,9].

3. A brief literature review

3.1. Custody transfer in the oil and gas industry

Generally speaking, as far as oil, gas, and oil products are concerned, four different types of measurement are usually defined: fiscal measurement, appropriation measurement, operational measurement, and custody transfer measurement [4].

The Brazilian joint resolution ANP / INMETRO n° 01 [4], concerning measurement for custody transfer, establishes as being the measurement of the point at which the ownership of oil or gas is transferred from the seller to the buyer the following the obligations agreed upon in the contract, such as mainly following the tax requirements. Thus, payment is based on the number of fluids transferred, and therefore, it is an operation in which accuracy is fundamental, since a minimum error in the measurement, as these are transfers with large volumes, can quickly lead to harmful financial exposure in the transactions [3,4].

In this regard, it is emphasized that selecting the transfer method with high reliability is considered paramount to avoid economic losses. With this, it is worth noting, that custody transfer measurement provides quantitative and qualitative information that is passed to the physical and fiscal documentation of an oil and gas ownership change [21]. With this, it can be inferred that accurate and reliable measurement of oil and gas transfer in custody is a key factor for economic development, consumer protection, and fair trade [2].

In general, the custody transfer in the oil and gas area can be exemplified in different ways. This transfer usually occurs between different companies involved in the supply chain, such as refineries, distribution terminals, and carriers, among others [22].



Hence, custody transfer has been considered one of the most important processes in the oil and gas industry, as it allows different companies involved in the supply chain to transfer the physical and legal ownership of oil, natural gas, or derivative products, ensuring the safety and reliability of transactions [2,4,5].

3.2. Conformity assessment

Metrologically, the measurement results must be as reliable as possible since producers and consumers need to assess the conformity of these operations to minimize disputes and misunderstandings, considering that the values involved are very significant [2,5,23].

For these measurement systems, there are some accuracy classes according to products and fields of application that are based on the international recommendation of the International Organization of Legal Metrology (OIML); for example, the maximum allowable measurement uncertainty for operations involving custody transfer in line measurement systems is 0.3 % [24]. On the other hand, there is no fixed uncertainty in static measurement systems, and these values depend directly on the tank tonnage tables, the transferred volume, the fluid density, and the temperature at the time of the measurements [6].

Thus, at each stage, volume or mass measurements are taken by producers and consumers, and the respective uncertainties are calculated according to the measurement systems used.

As mentioned before, conflicts arising from transfers between producer and consumer can be significant when the measurement result is close to the specified limit, leading to false assumptions or risks of false acceptance and rejection [13,25].

For this reason, for the results to be compatible, they must be statistically within a certain acceptance range [3,26].

Therefore, the reliability of measurement results is essential for producers and consumers to assess the conformity of operations. As a result, determining measurement uncertainty and establishing appropriate acceptance intervals is critical to minimize the risks of false assumptions and ensure mutual trust [3,7].

3.3. Measurement uncertainty in conformity assessment

In general, in different sectors of society, measurement uncertainty is an important factor that should be considered when assessing the conformity of a product or service. This is because measurement uncertainty represents a confidence interval associated with measurements taken to determine whether a product or service conforms to established specifications. If measurement uncertainty is not taken into account, there can be a mistaken assessment of conformity, leading to false conclusions that a product or service meets requirements when in fact it does not. Therefore, proper consideration of measurement uncertainty is critical to ensure that conformity assessments are accurate and reliable [8,9].

Thus, this concept is fundamental in several areas of study, ensuring the reliability of the results obtained in measurement and testing processes. Its application is broad, covering sectors such as industry, research laboratories, chemical analysis, and others.

In particular, for the metrology branch, Williams [27] presented a review of the EURACHEM/CITAC guide and discussed the key principles and concepts presented in the guide. Examples and practical cases were presented to illustrate the application of the principles in conformity assessment. Additionally, one



could highlight a similar work [28] that also presented a review (of the literature) and demonstrated practical examples of the application of measurement uncertainty in conformity assessment in legal metrology and trade, proving that conformity assessment was a critical process to ensure the quality and reliability of marketed products and services.

For the laboratory analysis industry, Weitzel and Johnson [26] highlighted the importance of measurement uncertainty as a measure of suitability for measurement. They addressed how measurement uncertainty could be used to determine the suitability of a measurement result for a specific purpose, considering the tolerance requirements of the process. In addition, the paper discussed how measurement uncertainty could be used to set acceptance limits for measurement results in critical situations, ensuring the reliability and adequacy of measurement results. In another study [29], the concept of measurement uncertainty was used to assess risk in the analysis of water from a Brazilian river, using non-parametric tests and guard bands to attest to the compliance of some water properties with Brazilian environmental regulations.

Otherwise, in the field of earth and environmental sciences, another research [30] discussed the importance of uncertainty estimation in the field of conformity assessment. The authors explain the concept of measurement uncertainty and its calculation, as well as the role of uncertainty in conformity assessment; in addition to emphasizing the importance of uncertainty estimation in ensuring reliable and consistent results in conformity assessment.

Additionally, in the pharmaceutical industry, the measurement uncertainty approach for conformity assessment is also widespread, as products must meet quality requirements to ensure efficacy and safety. Different applied studies in the area have been identified in the literature, such as the evaluation of measurement uncertainty in microbial enumeration tests used in microbiological quality assessment of non-sterile pharmaceutical products [31] and another on the use of multivariate guard bands as a simple way to ensure false compliance decisions with reduction of specific and total risks, which was of great interest for regulatory agencies and drug manufacturers [32]. Within the same context, researchers used univariate and multivariate safety margins to define more restrictive specification values, reducing the risks of false compliance decisions, and contributing to improving product quality and safety and decision support [33]. Still in this scope, Separovic and Lourenço [34] found a method to evaluate the risks of false decisions in compliance testing based on the measurement uncertainty of liquid chromatography analytical procedures, aiming to estimate consumer and producer-specific risks to assess performance in compliance evaluation. Separovic and Lourenço [35] have also evaluated the performance of liquid chromatography analytical procedures based on measurement uncertainty and thereby estimates the risk of false compliance decisions. Simabukuro et al. [36] highlighted that the use of measurement uncertainty can be important concerning the evaluation of compliance or non-compliance of pharmaceutical products. Another very relevant contribution to the state of the art can be pointed out, in a study [37] that evaluated the measurement uncertainty of an analytical procedure for the determination of terbinafine hydrochloride in creams by HPLC and optimized the process using the Analytical Quality by Design (AQbD) methodology, showing that the evaluation of the measurement uncertainty was important to ensure the reliability and precision of the results obtained by an analytical procedure. Finally, Burgess [38] discussed the requirements for generating a scientifically sound reportable value, explores the use of the guard band technique to determine a risk-based specification for chemicals, as well as methods for calculating the associated measurement uncertainty.

In the context of production and quality engineering, a study [11] was identified that presented a method to design cost-effective inspection procedures using guard bands when measurement errors were present. The proposed method was based on an optimization model that considered the cost of inspection and the cost of making a wrong decision. Another study [39] evaluated the economic risk used to



determine an optimal acceptance criterion and can be applied to indicate processes that had a high potential return on investment by implementing improvements in production, acceptance sampling plan, and measurement of inspected items. Still, within the same theme, Koucha et al. [40] determined whether a product met specifications based on its shape error using a probabilistic model, using a Bayesian approach to assign a distribution to the shape error parameter and a methodology for conformity assessment and risk of incorrect decisions. Another approach identified [41], explored a methodology for optimizing the acceptance range in conformity assessments, considering the balance between the costs associated with rejecting good products and accepting bad products. These same authors subsequently proposed in a new study [42], the optimization of the acceptance interval in conformity assessment using the expression presented in part one of the previously published work. Finally, Pou and Leblond introduced an application in the area of risk management in production processes, especially in the evaluation of risks associated with suppliers and customers in supply chains, using guard bands as an approach to manage supplier and customer risks in measurement processes, considering measurement uncertainty [43].

Differently, in the field of materials engineering, a study [44] highlighted the need to establish clear rules for decision-making in situations of uncertainty and risk and presented examples of risk analysis tools, such as failure tree analysis and failure mode and effect analysis, as well as discussed the importance of considering uncertainty and variability in decision making. There is also a work [45] that presented the process of conformity assessment of the thickness of epoxy coating applied in water pipes made of gray cast iron, according to the specifications provided for this type of coating, showing how risk assessment can be used to identify the main sources of uncertainty and variation in the measurement process. Finally, it is also worth emphasizing the work of Kuselman et al. [25] which analyzed the total risk of a false decision on the conformity of a metallic alloy, considering the measurement uncertainty and the correlation of the test results, performing Monte Carlo simulations to evaluate the total risk of a false decision on the conformity of a metallic alloy.

Within the analytical chemistry segment, one has a relevant review that addressed the main techniques of measurement uncertainty and conformity assessment, including statistical methods and Monte Carlo simulation models. Furthermore, the article discussed the main international standards and regulations governing conformity assessment in chemical analysis [20]. In another article [46], the authors presented an overview of the process of conformity assessment of a substance or material, which was fundamental to ensuring the safety and quality of chemicals and materials used in various industries. Besides the aforementioned works, there was also a study of equal relevance in the literature that evaluated the specific risks of false decisions in the conformity assessment of potassium iodate with a mass balance constraint, considering that the conformity assessment of a substance or material was important to ensure safety and quality of products [47].

The application of this methodology of using measurement uncertainty in decision-making and compliance evaluation can be applied to several areas, such as food analysis and pollutant measurement [50]. Thus, aiming to evaluate the impact of the quality of measurement results in product conformity assessment for the effectiveness of quality control processes, the study by Runje et al. [48] used application examples in different areas, such as the food industry and the pharmaceutical industry.

In calibration laboratories, this methodological approach is also widely used, being noted in several scientific studies [10, 52-55]. According to Czaske [49], the investigation of the use of measurement uncertainty, by accredited calibration laboratories when declaring conformity, has become important to ensure the reliability of measurements and compliance with specifications. Dobbert emphasized the importance of a risk management strategy for false acceptance in measurement systems, based on guard bands which helped users to make more reliable decisions, thereby avoiding potential disruptions [50].



Within the same line of study [51], Runje et al. evaluated the consumer and producer risks in conformity assessment decisions aimed at improving the quality and safety of products on the market using data from different sources, such as laboratory test reports, manufacturer information, and others. Similarly, another related study [52] emphasized the importance of measurement uncertainty in the evaluation of measurement data and the assessment of conformity to measurement standards. Thus, it presented a review of the literature on the importance of measurement uncertainty in the evaluation of measurement data and the evaluation of compliance with measurement standards. Finally, to close this batch of outstanding works regarding calibration laboratories, Ellison and Williams [10] presented a literature review with criticism on the use of acceptance and rejection zones in quality control processes in laboratories, the lack of statistical basis in the use of these zones and points out possible errors in the interpretation of results obtained through them, besides discussing the possible limitations.

With specific regard to the products quality in oil and gas industry, some other studies [13-16, 18] presented the application of measurement uncertainty in conformity assessment. According to Oliveira and Lourenço [13], the evaluation of the quality of automotive fuels required a multi-parametric conformity evaluation, where multivariate acceptance limits guarantee a total reduction of the risk of false conformity. The same authors, in another work [15], highlighted the presence of discrepancies in measurement results in the conformity assessment of diesel and gasoline fuels, which could generate commercial conflicts between producers and consumers. In that study, the authors suggested that data reconciliation is a useful tool to improve the accuracy and reliability of the evaluation results. As another relevant contribution, Theodorou and Zannikos [18] evaluated the quality of automotive fuels by means of a multi-parametric conformity assessment, noting that the evaluation of measurement and data uncertainty can improve the reliability of the results of the conformity assessment of automotive fuel products. In another approach [14], the Monte Carlo method was directly used to perform the compliance assessment of a high-pressure gas meter calibration, without needing to know the type of distribution of the process. In this way, the difference between tolerances and acceptance criteria is slightly smaller compared to analytical methods. Recently, Matos and Oliveira [16] suggested a new methodology based on data reconciliation connected to the concept of guard bands to establish upper acceptance limits for producers, offering a comfortable margin to consumers and evaluating the risk associated with the presence of sulfur in fuels and optimize the concentration of this element in marketed products.

Accordingly, according to the review presented, it was observed in the aforementioned works that none has proposed or used the measurement uncertainty tool for conformity assessment to minimize the risks of false conformity assessment in oil and oil product transfer quantities in the oil and gas industry, that is, a gap in the literature.

Given this, this paper aims to highlight the importance of this approach in reducing risks and assisting in decision-making related to conformity assessment applied to custody transfer in the oil and gas industry, avoiding significant losses among the parties involved.

4. Conclusions

This study aimed to comprehensively examine current knowledge in the field of conformity assessment in the oil and gas industry through a review of the literature. This work, in particular using methodology of using measurement uncertainty for conformity assessment, with a special emphasis on the use of guard band tools, aimed to minimize the risks associated with false decisions in conformity assessment, both for producers and consumers.



The majority of the studies evaluated have the purpose of determining whether or not the result conforms to the limits established by regulations or specifications. One could conclude that when the result approaches the limit, the decision was not so simple, requiring the use of specific rules. These rules, which must be accepted by all parties involved, are based on the acceptable level of probability of making an incorrect decision.

In short, the use of the guard band tool is a highly effective approach to assist in decision-making related to conformity assessment, based on the methodology investigated. Although, it was concluded that none of the studies reviewed proposed or utilized the measurement uncertainty tool for conformity assessment to minimize the risks associated with false conformity assessments in custody transfers of oil and petroleum products in the oil and gas industry. With this, it can be observed the existence of a knowledge gap in this area and, therefore, the need for additional research and the consideration of the use of the measurement uncertainty tool as an integral part of the conformity assessment processes in these transactions is suggested as future work.

References

- [1] MME/EPE. Plano Decenal de Expansão de Energia 2026. Brasília - DF: 2017.
- [2] Dupuis E. Oil and Gas Custody Transfer: When money changes hands, flow measurement accuracy matters. *Pet Africa Mag Inc* 2014:24–9.
- [3] Oliveira EC. Use of Measurement Uncertainty in Compliance Assessment in Custody Transfer Operations. *Pet Petrochemical Eng J* 2021;5:1–2. <https://doi.org/10.23880/ppcj-16000278>.
- [4] Portaria Conjunta ANP/INMETRO n° 01. Regulamento técnico de medição de petróleo e gás natural 2013.
- [5] Dupuis E, Hwang G. Custody Transfer: Flowmeter as Cash Register. *Control Eng* 2010;57:4.
- [6] de Oliveira EC, Queiroz CWT. Metrological compatibility between dynamic and static measurement of oil, its liquid derivatives and alcohol. *Rio Pipeline Conf Expo* 2005:6.
- [7] Williams A, Magnusson B. Eurachem/CITAC Guide: Use of uncertainty information in compliance assessment. 2a ed. Eurachem/CITAC; 2021.
- [8] ASME. B89.7.3.1. Guideline for Decision Rules: Considering Measurement Uncertainty in Determining Conformity to Specifications 2002:24.
- [9] 106:2012 J. Evaluation of Measurement Data: The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment. 2012. <https://doi.org/10.1515/ci.2013.35.2.22>.
- [10] Ellison SLR, Williams A. Response to “About acceptance and rejection zones”. *Accredit Qual Assur* 2009;15:49–51. <https://doi.org/10.1007/s00769-009-0603-y>.
- [11] Kim YJ, Cho BR, Kim NK. Economic design of inspection procedures using guard band when measurement errors are present. *Appl Math Model* 2007;31:805–16. <https://doi.org/10.1016/j.apm.2005.12.008>.
- [12] Estler WT, Hibbert DB. A new guidance document on measurement uncertainty and conformity assessment 2013:2012–4.
- [13] de Oliveira EC, Lourenço FR. Risk of false conformity assessment applied to automotive fuel analysis: A multiparameter approach. *Chemosphere* 2021;263:128265. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.128265>.
- [14] Van Der Grinten JGM, Van Der Spek AM. Conformity assessment using monte carlo methods. 16th Int Flow Meas Conf 2013, FLOMEKO 2013 2013:167–72.
- [15] de Oliveira EC, Lourenço FR. Data reconciliation applied to the conformity assessment of fuel products. *Fuel* 2021;300:120936. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.120936>.
- [16] Carolina Hermógenes de Matos A, Cruz de Oliveira E. Risk assessment and optimisation of sulfur in marketing fuels. *Fuel* 2022;313. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2021.122705>.
- [17] Desimoni E, Brunetti B. About acceptance and rejection zones as defined in the EURACHEM/CITAC Guide (2007) “Use of uncertainty information in compliance assessment”.



- Accredit Qual Assur 2009;15:45–7. <https://doi.org/10.1007/s00769-009-0551-6>.
- [18] Theodorou D, Zannikos F. The use of measurement uncertainty and precision data in conformity assessment of automotive fuel products. *Meas J Int Meas Confed* 2014;50:141–51. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2013.12.029>.
- [19] ILAC. Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity. International Laboratory Accreditation Cooperation. ILAC-G24 OIML D 10 2019;2019.
- [20] Desimoni E, Brunetti B. Uncertainty of measurement and conformity assessment: A review. *Anal Bioanal Chem* 2011;400:1729–41. <https://doi.org/10.1007/s00216-011-4776-y>.
- [21] Shunashu IL, Casmir R. Assessing the impact of measurement uncertainty in Custody Transfer. *Bus Educ J* 2020;IV:16.
- [22] Salunke P. Custody Transfer Metering. *Innov Solut Flow Meas Control - Oil, Water Gas* 2017.
- [23] Gupta P. Improving Measurement Uncertainty Transfer Measurement 2017.
- [24] OIML. International Recommendation OIML R117-1: Dynamic measuring systems for liquids other than water 2007;1–127.
- [25] Kuselman I, Pennecchi FR, da Silva RJNB, Hibbert DB, Anchutina E. Total risk of a false decision on conformity of an alloy due to measurement uncertainty and correlation of test results. *Talanta* 2018;189:666–74. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2018.07.049>.
- [26] Weitzel MLJ, Johnson WM. Using target measurement uncertainty to determine fitness for purpose. *Accredit Qual Assur* 2012;17:491–5. <https://doi.org/10.1007/s00769-012-0899-x>.
- [27] Williams A. Principles of the EURACHEM/CITAC guide “use of uncertainty information in compliance assessment”. *Accredit Qual Assur* 2008;13:633–8. <https://doi.org/10.1007/s00769-008-0425-3>.
- [28] Källgren H, Lauwaars M, Magnusson B, Pendrill L, Taylor P. Role of measurement uncertainty in conformity assessment in legal metrology and trade. *Accredit Qual Assur* 2003;8:541–7. <https://doi.org/10.1007/s00769-003-0707-8>.
- [29] Brandão LP, Silva VF, Bassi M, de Oliveira EC. Risk Assessment in Monitoring of Water Analysis of a Brazilian River. *Molecules* 2022;27:1–16. <https://doi.org/10.3390/molecules27113628>.
- [30] Stajkovic S, Vasilev D, Dimitrijevic M, Karabasil N. Uncertainty of measurement and conformity assessment. *IOP Conf Ser Earth Environ Sci* 2021;854. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/854/1/012093>.
- [31] Dias FRS, Lourenço FR. Measurement uncertainty evaluation and risk of false conformity assessment for microbial enumeration tests. *J Microbiol Methods* 2021;189:106312. <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2021.106312>.
- [32] da Silva CM, Lourenço FR. Definition of multivariate acceptance limits (guard-bands) applied to pharmaceutical equivalence assessment. *J Pharm Biomed Anal* 2023;222:115080. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2022.115080>.
- [33] Lombardo M, da Silva CM, Lourenço FR. Conformity assessment of medicines containing antibiotics – A multivariate assessment. *Regul Toxicol Pharmacol* 2022;136:105279. <https://doi.org/10.1016/j.yrtph.2022.105279>.
- [34] Separovic L, Rebello Lourenço F. Frequentist approach for estimation of false decision risks in conformity assessment based on measurement uncertainty of liquid chromatography analytical procedures. *J Pharm Biomed Anal* 2020;184. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2020.113203>.
- [35] Separovic L, Lourenço FR. Measurement uncertainty and risk of false conformity decision in the performance evaluation of liquid chromatography analytical procedures. *J Pharm Biomed Anal* 2019;171:73–80. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2019.04.005>.
- [36] Simabukuro R, Jeong NA, Lourenço FR. Application of Measurement Uncertainty on Conformity Assessment in Pharmaceutical Drug Products. *J AOAC Int* 2021;104:585–91. <https://doi.org/10.1093/jaoacint/qsaa151>.
- [37] Separovic L, Lourenço FR. Measurement uncertainty evaluation of an analytical procedure for



- determination of terbinafine hydrochloride in creams by HPLC and optimization strategies using Analytical Quality by Design. *Microchem J* 2022;178:107386. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2022.107386>.
- [38] Burgess C. Using the guard band to determine a risk-based specification: How to calculate and apply a guard band. *Pharm Technol* 2014;38:52–8.
 - [39] Luís R. Análise de risco econômico para tomada de decisão em programas de avaliação da conformidade Economic risk analysis for decision making in conformity assessment programs [s.d.]:1–9.
 - [40] Koucha Y, Forbes A, Yang QP. A Bayesian conformity and risk assessment adapted to a form error model. *Meas Sensors* 2021;18. <https://doi.org/10.1016/j.measen.2021.100330>.
 - [41] Shirono K, Tanaka H, Koike M. Economic optimization of acceptance interval in conformity assessment: 1. Process with no systematic effect. *Metrologia* 2022;59. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ac6fa2>.
 - [42] Shirono K, Tanaka H, Koike M. Economic optimization of acceptance interval in conformity assessment: 2. Process with unknown systematic effect. *Metrologia* 2022;59. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ac6fa2>.
 - [43] Pou JM, Leblond L. Control of customer and supplier risks by the guardband method. *Int J Metrol Qual Eng* 2015;6. <https://doi.org/10.1051/ijmqe/2015012>.
 - [44] Krystek M. Decision rules and risk analysis. *Key Eng Mater* 2015;625:26–33. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.625.26>.
 - [45] Božić D, Samardžija M, Kurtela M, Keran Z, Runje B. Risk Evaluation for Coating Thickness Conformity Assessment. *Materials (Basel)* 2023;16. <https://doi.org/10.3390/ma16020758>.
 - [46] Kuselman I. Conformity Assessment of a Substance or Material. *Chem Int* 2023;45:18–9. <https://doi.org/10.1515/ci-2023-0105>.
 - [47] Pennecchi FR, Kuselman I, Di Rocco A, Brynn Hibbert D, Sobina A, Sobina E. Specific risks of false decisions in conformity assessment of a substance or material with a mass balance constraint – A case study of potassium iodate. *Meas J Int Meas Confed* 2021;173:108662. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108662>.
 - [48] Runje B, Horvatić Novak A, Keran Z. Impact of the quality of measurement results on conformity assessment. *Ann DAAAM Proc Int DAAAM Symp* 2018;29:0051–5. <https://doi.org/10.2507/29th.daaam.proceedings.007>.
 - [49] Czaske M. Usage of the uncertainty of measurement by accredited calibration laboratories when stating compliance. *Accredit Qual Assur* 2008;13:645–51. <https://doi.org/10.1007/s00769-008-0460-0>.
 - [50] Dobbert M, Dobbert M. A Guard-Band Strategy for Managing False-Accept Risk 2017;5775.
 - [51] Runje B, Novak AH, Razumić A, Piljek P, Štrbac B, Orošnjak M. Evaluation of consumer and producer risk in conformity assessment decisions. *Ann DAAAM Proc Int DAAAM Symp* 2019;30:54–8. <https://doi.org/10.2507/30th.daaam.proceedings.007>.
 - [52] HIBBERT DB. Evaluation of Measurement Data: The Role of Measurement Uncertainty in Conformity Assessment. *Chem Int* 2013;35:22–3.

Acknowledgments

The authors are grateful for the financial support of the development agencies CNPq, CAPES, FINEP, and FAPERJ. This work was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Finance Code 001.