



UTILIZAÇÃO DOS RESULTADOS DAS COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS PELOS LABORATÓRIOS: **Parte A**

USE OF INTERLABORATORY COMPARISON DATA BY LABORATORIES: **Part A**

Importância das comparações interlaboratoriais

As comparações interlaboratoriais são utilizadas por várias razões [1], por exemplo, para:

- validar os procedimentos de ensaio;
- certificar materiais de referência;
- avaliar a competência dos laboratórios (ensaio de aptidão);
- ou usualmente, para investigar o grau de comparabilidade entre laboratórios.

Independentemente do(s) objetivo(s) específico(s) de uma comparação interlaboratorial, os resultados podem ser utilizados pelo laboratório participante para:

- verificar o desempenho dos seus procedimentos de ensaio e/ou seus colaboradores;
- demonstrar a sua competência a clientes e a organismos de acreditação,
- obter informações úteis para a avaliação de sua incerteza de medição.

A avaliação dos resultados das comparações interlaboratoriais

Os organizadores de Ensaio de Aptidão avaliam frequentemente o valor do parâmetro “score” como uma medida quantitativa do desempenho do laboratório. Existem diferentes parâmetros, sendo os dois mais utilizados [2]:

z-score:

$$z = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{s}$$

zeta score:

$$zeta = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sqrt{u_{ass}^2 + u_{lab}^2}}$$

(com x_{lab} , o resultado do laboratório, x_{ass} , valor convencional, s , o desvio-padrão da avaliação de desempenho, u_{ass} , a incerteza-padrão do valor convencional, u_{lab} , a incerteza-padrão associada ao resultado do laboratório).

O numerador de ambos os parâmetros (scores) indicam a diferença (absoluta) entre o resultado do laboratório e o valor convencional, o qual pode ser estabelecido por um ou mais laboratórios de referência ou ser obtido como um valor consensual a partir do grupo de laboratórios participantes. O desvio-padrão, s , do denominador do avaliador z-score é uma medida da variabilidade real ou aceite dos resultados. O denominador do avaliador zeta-score representa a incerteza-padrão combinada da diferença no numerador. Assim, ambos os parâmetros (score) têm em comum que a diferença real entre o resultado laboratorial e o valor convencional é avaliado em relação a uma estimativa da dispersão (esperada ou aceitável) dos resultados. A diferença entre os dois parâmetros consiste em que o z-score avalia todos os laboratórios em relação ao mesmo valor numérico, enquanto que o zeta-score permite que a exatidão individual declarada por cada laboratório seja tida em consideração¹.



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 4

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

As Entidades organizadoras de Ensaios de Aptidão utilizam geralmente a seguinte avaliação do resultado de um laboratório participante:

- z, zeta \leq 2: resultado satisfatório,
- 2 < z, zeta < 3: resultado questionável,
- z, zeta \geq 3: resultado insatisfatório

¹Outro parâmetro (score) frequentemente utilizado no domínio da calibração, semelhante ao zeta-score, é o E_n , designado por *Erro Normalizado* e definido por:

$$E_n = \frac{|x_{lab} - x_{ass}|}{\sqrt{U_{ass}^2 + U_{lab}^2}}$$

Neste caso o denominador é a incerteza expandida, U ($k=2$), em vez da incerteza-padrão combinada, u ($k=1$) e, conseqüentemente, $E_n \leq 1$ é o critério para um resultado satisfatório e $E_n > 1$ é considerado um resultado insatisfatório.

A análise dos resultados de uma comparação interlaboratorial pelo laboratório

Para utilizar o resultado de uma comparação interlaboratorial para os fins mencionados no início deste documento, o laboratório, após a participação numa comparação interlaboratorial, deve analisar cuidadosamente o resultado, tendo em consideração a informação existente, por exemplo:

- informação sobre a incerteza do procedimento do ensaio utilizado em normas, literatura, etc;
- a sua própria avaliação dessa incerteza;
- o desvio-padrão dos resultados de todos os laboratórios que participam dessa comparação interlaboratorial;
- a incerteza aceitável para o laboratório e para os seus clientes.

Mesmo que o organizador de uma comparação interlaboratorial forneça uma avaliação do resultado como satisfatória ou insatisfatória, o laboratório não deve confiar simplesmente nessa decisão. Se, por exemplo, para o z-score, o desvio-padrão usado pelo organizador não é adequado para o laboratório, este pode calcular um z-score modificado usando um s adequado de acordo com as suas próprias necessidades ou dos seus clientes [3].

No caso de uma avaliação do resultado insatisfatório, o laboratório deve realizar uma análise de causas e, com base no resultado, deve tomar medidas corretivas. Nalgumas situações, o organizador da comparação interlaboratorial pode dar recomendações. Após a implementação das ações corretivas, o laboratório deve provar a sua eficácia, por exemplo:

- pelo uso de um material de referência adequado;
- pela participação noutra comparação interlaboratorial.

Os resultados das comparações interlaboratoriais são ainda uma ferramenta importante para verificar a avaliação da incerteza de medição dos procedimentos de ensaio utilizados [4, 5, 6]. Se o laboratório estimar a incerteza e esta se revelar demasiada conservativa ou muito otimista, o laboratório deve adaptá-la em conformidade.

Conclusões

Independentemente de uma eventual avaliação dos resultados da comparação interlaboratorial como satisfatória ou insatisfatória pelo organizador de uma comparação interlaboratorial, o laboratório participante deve analisar cuidadosamente os seus resultados com base nos seus próprios critérios. Se o resultado se revelar insatisfatório, o laboratório deve tomar as ações corretivas apropriadas e deve confirmar que essas ações foram efetivas.

Adicionalmente, os resultados de uma comparação interlaboratorial devem ser utilizados para verificar ou melhorar as estimativas de incerteza de medição dos procedimentos de ensaio utilizados.



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 4

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

Referências

- [1] ISO/IEC 17043, Conformity assessment – General requirements for proficiency testing, 2010
- [2] ISO 13528, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, 2005
- [3] IUPAC, The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, Pure Appl. Chem., 78 (2006), 145 - 196
- [4] NORDTEST Technical Report 537, Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories, 2003, www.nordicinnovation.net/nordtest.cfm
- [5] EUROLAB Technical Report 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Results, www.eurolab.org
- [6] EUROLAB Technical Report, Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation, to be published



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 4

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

USE OF INTERLABORATORY COMPARISON DATA BY LABORATORIES: Part A

Publicação EUROLAB, aisbl, 2017

Versão Portuguesa

UTILIZAÇÃO DOS RESULTADOS DAS COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS PELOS LABORATÓRIOS: Parte A

Publicação RELACRE (EUROLAB Portugal), 2018

Mensagem Editorial

A RELACRE, Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal é uma Associação criada em 1991, que tem como missão apoiar e promover a Comunidade Portuguesa de Laboratórios e de Entidades de Avaliação da Conformidade Acreditadas, contribuindo para o seu reconhecimento na sociedade e para o desenvolvimento e credibilização da sua atividade.

A sua ação visa estabelecer relações sólidas e de confiança com os Associados e com outras partes interessadas, desenvolvendo ações que visam consolidar e promover as redes de conhecimento e divulgar o potencial de atuação e as competências dos Laboratórios.

No contexto da missão da RELACRE, de valorizar a sua ligação aos seus Associados, ciente da importância do conhecimento técnico, e da sua dissiminação, promoveu a tradução dos Cookbooks da EUROLAB, no âmbito da interpretação associada aos diferentes requisitos da norma ISO/IEC 17025:2017, esperando que estes contribuam para fortalecer e consolidar a capacidade e a competitividade dos Laboratórios Acreditados de Portugal.

Autores:

Álvaro S. Ribeiro, António Vilhena, Ana Maria Duarte, Claudia Silva, João Alves e Sousa, Luis L. Martins, Noélia Duarte, Paulo Frias