

# A IMPORTÂNCIA DOS PROGRAMAS DE COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS

*Jozeti Gatti*

A rotina de trabalhos realizados em laboratórios tem mostrado que mesmo os ensaios conduzidos com materiais presumidamente idênticos, em circunstâncias também presumidamente idênticas, em geral, não fornecem resultados idênticos. Segundo a Norma ISO 5725 de 1986, este fato é atribuído a erros randômicos inevitáveis presentes em todos os procedimentos de ensaio, já que os fatores que podem influenciar os resultados de um ensaio não podem ser todos completamente controlados. Na interpretação prática dos resultados de um determinado ensaio, esta variabilidade tem que ser levada em consideração. Quando se detecta uma diferença entre um resultado de ensaio e algum valor especificado ("valor real"), ela pode estar dentro do escopo dos inevitáveis erros randômicos presentes em todo procedimento de ensaio, quando um desvio real de cada valor não tiver sido estabelecido.

Muitos fatores diferentes podem contribuir para a variabilidade de um procedimento de ensaio; entre eles o operador, o equipamento usado, a calibração do equipamento ou o meio ambiente (temperatura, umidade, poluição do ar, etc.).

O conceito de confiabilidade de uma medida está ligado aos conceitos de precisão e exatidão. O conceito de precisão refere-se à variabilidade dos resultados de uma série de medidas (uma série de medidas será tanto mais precisa quanto menor for a dispersão dos resultados), enquanto que o conceito de exatidão refere-se à distância entre os resultados obtidos em uma série de medidas e o "valor real", em geral desconhecido, da propriedade.

Os Programas de Comparações Interlaboratoriais ou Programas de Análises Interlaboratoriais foram criados com o objetivo de se aumentar a confiabilidade das determinações dos laboratórios participantes através da avaliação da exatidão dos resultados de cada laboratório em relação a um determinado ensaio.

Como o "valor real" da propriedade ensaiada é em geral desconhecido, os Programas de Comparações Interlaboratoriais procuram estimá-lo, determinando a média global dos resultados obtidos por todos os laboratórios participantes, podendo-se também determinar a reprodutibilidade e a repetibilidade do ensaio em questão. A exatidão de cada laboratório é avaliada em função da distância dos seus resultados (média dos resultados) e o "valor real estimado". Assim, quanto maior a distância entre as médias dos resultados e a estimativa dos "valores reais", menor a sua confiabilidade.

De uma forma mais ampla, por meio da condução de uma análise interlaboratorial objetiva-se:

- fornecer aos laboratórios participantes informações para que possam incrementar a confiabilidade;
- fornecer subsídios técnicos para que as Comissões de Normalização do país possam elaborar ou revisar métodos de ensaios;
- fornecer informações sobre a influência do equipamento utilizado sobre o resultado do ensaio.

Em termos práticos, para a realização de um Programa de Comparação Interlaboratorial é necessário que haja um Laboratório Coordenador que se responsabilize pela coleta e envio das amostras para todos os participantes, incluindo instruções sobre estocagem, manuseio, forma de preparação e envio de resultados e os métodos de análise. Após o recebimento de todos os resultados o Laboratório Coordenador deve enviar para cada participante, identificado por um código, um relatório contendo o estudo estatístico que determina a posição do seu Laboratório em relação aos demais participantes. O coordenador pode ainda, assistir o participante que apresentar um posicionamento significativamente afastado da média geral na identificação das possíveis fontes de erro.

Atualmente o CETEA está na fase conclusiva de uma comparação interlaboratorial do ensaio de determinação da camada de estanho em folha-de-flandres, na qual atuou como coordenador.

A idéia de se realizar tal estudo deveu-se às constantes reduções nas quantidades de estanho ocorridas nas folhas-de-flandres e à adesão das Empresas a Programas de Qualidade, havendo necessidade de que os resultados dos ensaios de determinação da camada sejam plenamente confiáveis, para que as decisões tomadas com base nos mesmos tenham maior probabilidade de acerto. Além disso, a participação de laboratórios em programas de comparações interlaboratoriais fornece evidências da correlação entre resultados de ensaio quando o conceito de rastreabilidade não é aplicável, podendo ser utilizada como requisito para o credenciamento do ensaio junto ao INMETRO.

Os métodos de ensaio recomendados foram o gravimétrico e o coulométrico através de equipamento do tipo potenciostato/galvanostato ou utilizando-se equipamento de leitura direta do tipo Stannomatic.

A análise estatística compreendeu a determinação da média geral, desvio-padrão, reprodutibilidade, repetibilidade e a construção da elipse de confiança.

A repetibilidade é definida como uma medida de precisão que descreve a variabilidade de um método de ensaio. Seu cálculo só é válido quando os ensaios forem conduzidos sob condições as mais constantes possíveis; curto intervalo de tempo entre as repetições, mesmo laboratório, único operador usando o mesmo equipamento. É o valor abaixo do qual a diferença absoluta entre dois resultados de um único ensaio, obtidos sob condições de repetibilidade, deve se situar, com uma probabilidade de 95%.

A reprodutibilidade também é uma medida de precisão, porém referente a ensaios desenvolvidos em condições altamente variadas, em diferentes laboratórios, com diferentes operadores e diferentes equipamentos. A reprodutibilidade é o valor abaixo do qual a diferença absoluta entre dois resultados de um único ensaio, obtidos sob condições de reprodutibilidade, deve se situar com uma probabilidade de 95%.

A elipse de confiança (Interpretation and generalization...,1974) é o gráfico que indica a posição de um laboratório em relação aos demais participantes. Para a representação

gráfica da elipse de confiança as análises devem ser conduzidas em duas amostras A e B, com propriedades diferentes, porém uniformes. O gráfico é obtido a partir dos resultados médios enviados pelos participantes, para cada par de amostras A e B. A escala do eixo X cobre a faixa de resultados referentes à amostra A e o eixo Y, de forma análoga cobre a faixa de resultados da amostra B. O par de valores correspondente a um determinado laboratório define a posição do laboratório no plano formado pelos eixos X e Y. Desta forma, cada ponto localizado no gráfico é representativo de um laboratório participante. Pelas médias das médias dos resultados referentes às amostras A e B são traçadas duas retas ortogonais, passando pelo ponto (X,Y) e paralelas ao eixo X e ao Y.

Este método foi criado por W. J. Youden e considera a interação dos resultados das duas amostras ensaiadas, utilizando um grau de confiança de 95% para eliminações sucessivas dos pontos dispersos, bem como para a construção da elipse (Programa interlaboratorial..., 1995).

Quanto mais próximo da média geral se situar um ponto, maior o domínio do laboratório sobre sua sistemática de trabalho. Os laboratórios cujos pontos se situarem fora da elipse ou não se encontrarem no gráfico devem reavaliar seu procedimento de ensaio, localizando e corrigindo a fonte de erro.

Para esses laboratórios, a posição do ponto em relação ao eixo maior da elipse fornece uma indicação do tipo de erro eventualmente cometido, ou seja:

- próximos ao eixo maior da elipse indicam erros sistemáticos significativos e ocorrem devido às condições adversas do laboratório, podendo ter origem em:
  - modificações não permitidas na metodologia;
  - aparelho ou instrumental não aferido ou ajustado.
  
- afastados do eixo maior da elipse indicam erros aleatórios significativos e ocorrem devido à variabilidade dentro do laboratório, podendo ter origem em:
  - operador não devidamente treinado;
  - troca de amostra;
  - erros ocasionais (erro de leitura, erro de cálculo, erro de conversão de valores, erro de transcrição de resultados, etc).

A construção da elipse, no caso do estudo interlaboratorial de camada de estanho, foi realizada em "software" de propriedade do IPT cedido exclusivamente para este estudo, mas que será adquirido pelo CETEA assim que possível.

Informações mais detalhadas a respeito de comparações interlaboratoriais envolvendo ensaios próprios da área de embalagem poderão ser obtidas no CETEA/ITAL.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

INTERNATIONAL STANDARD ORGANIZATION - ISO. **Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests - 5725**. Zurich: ISO, 1986. 49p.

GUIDELINES for collaborative study procedures. Journal Assoc. **Off. Anal. Chem.**, v.72, n.4, p.694-704, 1989.

MANDEL, J., LASHOF, T. W. Interpretation and generalization of Youden's two-sample diagram. **Journal of Quality Technology**, v.6, n.1, p.22-36, jan. 1974.

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS - IPT. **Programa Interlaboratorial de Ensaio em Pasta Celulósica e Papel**. São Paulo: IPT, 1995, 4p. (Anexo III).