

1. Avaliação do erro de medição

De acordo com a norma ISO 13528 [1], o erro de uma medição realizada num teste de aptidão por um dos seus participantes pode ser monitorizado por meio do indicador de desempenho z (z-score):

$$z = (x_i - X)/\sigma \quad (1)$$

em que x_i e X correspondem ao valor reportado e de referência, respetivamente, e σ corresponde ao desvio padrão de referência para a avaliação. A diferença $(x_i - X)$ representa o erro de medição. Os indicadores de desempenho apresentados assumem que os dados têm uma distribuição normal ou serem transformados para atender a esta condição.

O erro de um valor reportado num teste de aptidão é considerado satisfatório se $|z| \leq 2,0$. Desta forma, o valor de σ corresponde à meia amplitude máxima admissível do erro de medição. Em muitos sectores de atividade, σ é uma percentagem de X (e.g. $\sigma = 25\% \cdot X$ para a análise de resíduos de pesticidas em alimentos [2]). Quando $2,0 < |z| < 3,0$, o desempenho é considerado questionável visto que, caso a incerteza expandida da medição seja equivalente a 2σ , existe uma probabilidade não desprezável de 4,7 % da medição produzir erros de medição com esses valores de z . O desempenho é considerado insatisfatório quando $|z| \geq 3,0$ visto que tal valor só tem uma probabilidade de 0,3 % de ocorrer em medições adequadas ao objetivo.

Quando $|z| > 2,0$, o laboratório deve avaliar qual poderá ser a causa do erro de medição observado. No entanto, a evidência de falhas nas medições é mais óbvia quando $|z| \geq 3,0$ ou quando forem observados dois $|z| > 2,0$ em testes de aptidão consecutivos.

Assim, o indicador de desempenho z avalia o erro de medição considerando um critério para esse erro convencionado pelo promotor do teste de aptidão ou num sector de atividade.

2. Avaliação da incerteza de medição

Como o resultado de uma medição deve ser reportado com incerteza e não apenas como um valor medido ambíguo, x_i [3], os testes de aptidão também devem avaliar a qualidade do cálculo da incerteza.

A avaliação da incerteza do resultado reportado pode ser realizada através do indicador de desempenho zeta, ζ (ζ -score):

$$\zeta = |x_i - X|/\sqrt{u^2(x_i) + u^2(X)} \quad (2)$$

Em que $u(x_i)$ e $u(X)$ representam as incertezas padrão de x_i e X , respetivamente. A Eq.(2) é equivalente à Eq.(1) em que σ é substituído pela incerteza padrão do erro (denominador da Eq.(2)). Assumindo que a expansão da incerteza padrão do erro para um nível de confiança aproximadamente igual a 95 % é realizada através de um fator de expansão igual a 2,0, a $u(x_i)$ reportada não estará subavaliada se $|\zeta| \leq 2,0$.

Alguns autores preferem avaliar a incerteza reportada considerando a sua forma expandida, $U(x_i)$, para um nível de confiança de 95 %, por meio do indicador de desempenho E_n (E_n -score):

$$E_n = |x_i - X|/\sqrt{U^2(x_i) + U^2(X)} \quad (3)$$

Em que $U(X)$ representa a incerteza expandida para 95 % associada ao valor de referência. Neste caso, a $U(x_i)$ reportada é satisfatória se $|E_n| \leq 1,0$.

Assim, quando os valores reportados estão associados a $|\zeta| > 2,0$ ou $|E_n| > 1,0$, deve-se avaliar a causa do desvio sendo que falhas consecutivas na apresentação da incerteza merecem atenção redobrada. Neste caso, o desvio corresponde a uma incerteza de medição subavaliada incapaz de justificar o erro de medição observado.

3. Incerteza de medição sobreavaliada

Uma avaliação atenta das Eq. (2) e (3) permitem concluir que quando $u(x_i)$ ou $U(x_i)$ são sobreavaliadas, os indicadores de desempenho ζ e E_n tendem a cumprir os critérios apresentados.

Desta forma, é também necessário confrontar $u(x_i)$ ou $U(x_i)$ com a incerteza-alvo, ou máxima admissível, definida para a medição (u_T ou U_T). Uma medição só é adequada ao objetivo se $u(x_i) \leq u_T$ ou $U(x_i) \leq U_T$, que é equivalente a avaliar a condição $u(x_i)/u_T \leq 1,0$ ou $U(x_i)/U_T \leq 1,0$ [4].

Nalguns sectores de atividade a incerteza-alvo está regulamentada.

4. Complementaridade dos indicadores de desempenho

Assim, precisamos dos diversos indicadores de desempenho apresentados anteriormente para uma interpretação completa de resultados de participações em testes de aptidão.

De seguida apresentam-se exemplos desta interpretação.

Caso	$ z $	$ \zeta /2$ ou E_n	$u(x_i)/u_T$ ou $U(x_i)/U_T$
1	$\leq 2,0$	$\leq 1,0$	$\leq 1,0$
2	$> 3,0$	$\leq 1,0$	$\leq 1,0$
3	$\leq 2,0$	$> 1,0$	$\leq 1,0$
4	$\leq 2,0$	$\leq 1,0$	$> 1,0$
5	$> 3,0$	$> 1,0$	$\leq 1,0$
6	$\leq 2,0$	$> 1,0$	$> 1,0$
7	$> 3,0$	$\leq 1,0$	$> 1,0$

No “Caso 1”, o resultado reportado é satisfatório em termos do erro de medição, da capacidade da medição prever esse erro e no que respeita à adequação do valor de incerteza considerando o objetivo da medição.

O “Caso 2” apresenta um erro de medição elevado, mas a incerteza calculada parece ser realista (i.e., prevê aquele valor de erro) e é suficientemente baixa considerando o objetivo da medição. O “Caso 2” ocorre em situações pouco prováveis em que $\sigma < u_T$.

O “Caso 3” ocorre quando o erro de medição é adequado, mas a incerteza de medição é demasiado otimista por estar subavaliada.

O “Caso 4” ocorre quando o erro de medição é adequado e bem previsto pela incerteza reportada, mas esta é superior à incerteza-alvo. Tal pode dever-se a casos em que $\sigma > u_T$.

O “Caso 5” é observado quando o erro da medição é elevado e a incerteza está subavaliada, mas menor que o valor-alvo.

O “Caso 6” é pouco provável visto que o erro de medição é considerado satisfatório, mas a incerteza reportada é maior que o valor-alvo apesar de subavaliada.

O “Caso 7” ilustra uma situação em que o erro é elevado e a incerteza está sobreavaliada ao ponto de ser superior ao valor-alvo.

5. A incerteza do valor de referência

Idealmente os valores de referência dos testes de aptidão devem ter uma incerteza mais baixa do que a das medições dos participantes. Esse requisito pode ser acompanhado pela condição da Eq. (4):

$$u(X) \leq 0,3\sigma \quad (4)$$

6. Conclusão

Os laboratórios devem estar devidamente informados para o fato de que a obtenção de um desempenho satisfatório num teste de aptidão, se monitorizado unicamente pelo indicador de desempenho z , não garante, só por si, a inexistência de desvios significativos nos seus resultados reportados com incerteza. Assim, é recomendado o uso de outros indicadores de desempenho que não ignorem as incertezas associadas aos valores.

7. Referências

- [1] ISO 13528:2015, “*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*” International Organization for Standardization (2015).
- [2] EURL, “*General protocol for EU Proficiency Tests on Pesticide Residues in Food and Feed*”, 9th Ed. (2019).
- [3] JCGM 200:2012, “*International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms*” (VIM), 3rd Ed. Joint Committee for Guides in Metrology (2012).
- [4] Eurachem/CITAC, “*Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement*” (2015).

Nota Técnica ForMEQ NT 1, 1ª Ed., julho 2020.

Editores: F. Raposo e R. Bettencourt da Silva
Grupo de trabalho: A. I. Mosca, C. C. M. Santos, J. Cardoso, L. Carvalho e T. Dadamos.