

Orientação sobre regra de decisão e declaração da conformidade em laboratórios de ensaios

Camila Cardoso de OLIVEIRA¹, Ana Carolina Apelle BORTOLUCCI¹

¹Centro de Materiais de Referência – Instituto Adolfo Lutz

Recebido: 24.11.2021 Aceito para publicação: 07.01.2022

A ABNT ISO/IEC 17025¹ é a norma de referência utilizada por laboratórios de ensaios e calibração para garantir a competência, imparcialidade e operação consistente de suas atividades, promovendo qualidade e confiabilidade de suas análises e, conseqüentemente, dos laboratórios. Os resultados dessas análises normalmente são expressos em laudos ou relatórios de ensaio que devem ser claros, objetivos e incluir informações requeridas pelo método utilizado, acordadas com os clientes e necessárias para a interpretação dos resultados. Além disso, quando pertinente, os relatórios de ensaio devem conter uma declaração de conformidade/não conformidade a uma especificação ou norma (exemplos: aprovação/reprovação, dentro da tolerância/fora da tolerância).

A especificação ou norma é um documento estabelecido por consenso sobre o estado da arte de determinado assunto e aprovado por um organismo de regulamentação ou normalização que estabelece os parâmetros da qualidade de um material ou produto como, por exemplo, a RDC n° 11, de 13/03/2014², que dispõe sobre os Requisitos de Boas Práticas de Funcionamento para os Serviços de Diálise e dá outras providências. A declaração de conformidade, por sua vez, consiste em reportar nos laudos/relatórios, se os resultados obtidos nos ensaios atendem a uma determinada especificação. Por exemplo, a RDC n°11, de 13/03/2014² especifica que o valor máximo permitido para contagem de bactérias heterotróficas da água para hemodiálise é no máximo 100 UFC/mL (Unidade Formadora de Colônia/mililitro). Portanto, uma amostra de água para hemodiálise que apresente resultados

de bactérias heterotróficas superiores a 100 UFC/mL não está em conformidade com o especificado por esta legislação.

Deste modo, quando o resultado de uma medição precisar ser comparado com um valor de referência ou com valores limites mínimos e/ou máximos permitidos especificados, faz-se necessário tomar uma decisão para concluir se o ensaio está em conformidade com esta especificação.

Na última revisão da norma ABNT ISO/IEC 17025¹, em 2017, foi inserido o termo “regra de decisão” na declaração de conformidade a uma especificação. A regra de decisão deve ser previamente estabelecida na especificação, norma, contrato ou acordada com o cliente e deve levar em consideração o nível de risco associado a uma tomada de decisão incorreta, idealmente, um nível aceitável de probabilidade de tomar uma decisão incorreta.

Por definição a regra de decisão descreve como a incerteza de medição é considerada ao declarar a conformidade com um requisito especificado¹, dado que nenhuma medição pode ser considerada perfeita devido a limitações dos instrumentos de medição, falta de conhecimento do efeito das condições ambientais, variações obtidas por analistas, entre outros. Assim, um resultado obtido de uma medição é uma aproximação do valor verdadeiro e a incerteza de medição é uma indicação quantitativa da qualidade desse resultado, devendo ser estimada por um método adequado que considere todas as contribuições significativas. Os guias *Eurachem/CITAC Guide CG4*³ e *JCGM 100 GUM*⁴ propõem métodos adequados para esta avaliação.

Como sempre existe o risco de se tomar uma decisão errada: aceitar um resultado de ensaio não conforme ou rejeitar um resultado de ensaio conforme devido à incerteza da medição associada ao resultado⁵, o fundamental na avaliação da conformidade é que a regra de decisão esteja claramente definida e entendida pelas partes envolvidas no processo.

As regras de decisão devem conter instruções para a aceitação ou rejeição de um produto com base no resultado da medição de uma determinada grandeza, na sua incerteza associada, no limite ou limites de especificação, considerando o nível de risco na tomada de decisão⁶, e podem ser divididas nas classes binárias com aceitação simples ou com banda de segurança.

Uma regra de decisão binária está relacionada com a determinação de duas regiões disjuntas, denotadas por zona de aceitação e zona de rejeição tais que, se o resultado da medição estiver contido na zona de aceitação, o produto é declarado como “conforme”, caso contrário, se estiver contido na zona de rejeição, é declarado “não conforme”⁶.

A regra de decisão binária com aceitação simples usa o limite de especificação como limite de aceitação (limite superior ou inferior especificado dos valores de grandeza medidos permitidos)⁶. Na Figura 1 são apresentadas as zonas de aceitação e rejeição em relação a um limite superior especificado (por vezes denominado valor máximo permitido), em que um resultado igual ou superior a esse limite indica uma não conformidade e um resultado abaixo do limite implica a conformidade do produto ou amostra analisada.

Para usar esta regra, a incerteza de medição deve ser considerada aceitável. Quanto maior o valor da incerteza da medição e quanto mais próximo o valor medido estiver do limite de especificação, maior será a proporção de amostras julgadas incorretamente. Entretanto, a informação necessária para considerar uma incerteza de medição aceitável raramente está disponível. Na seção 5.1.2 do Guia *Eurachem/CITAC*⁷ recomenda-se que quando a incerteza expandida (U) alvo não é regulamentada ou definida pelo cliente, que a mesma não seja superior a 1/8 do intervalo de resultados permitidos para o mensurando.

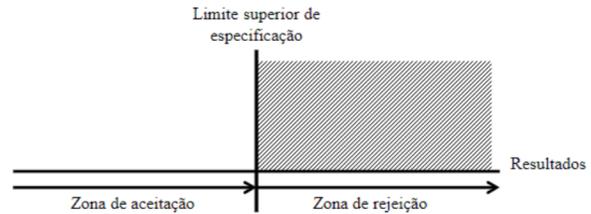


Figura 1. Zona de aceitação e de rejeição para a regra de decisão binária com aceitação simples em relação a um limite superior de especificação

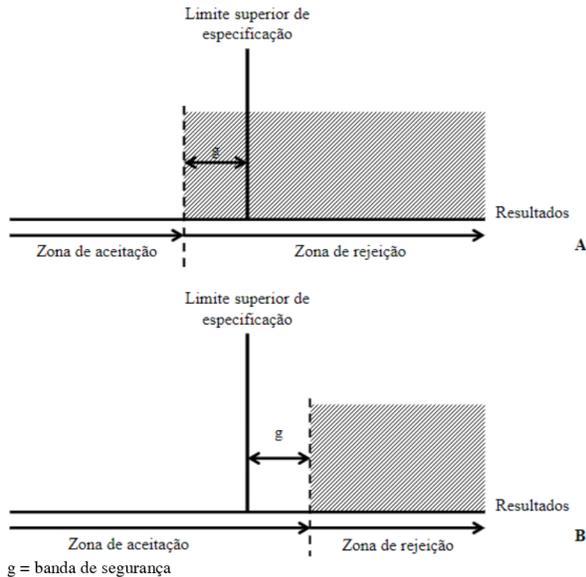
Também vale enfatizar que, para resultados muito próximos ao limite superior de especificação, existe uma probabilidade (até 50%) de se tomar uma decisão incorreta (assumindo distribuição normal das medições), por este motivo, esta regra também é denominada de “risco compartilhado”⁶.

Já a regra de decisão binária com banda de segurança deve ser utilizada quando o resultado da medição for muito próximo ao limite de especificação ou quando a incerteza do resultado dessa medição for consideravelmente grande e, geralmente, quando houver a necessidade de se aceitar ou rejeitar um produto com uma maior confiança. A banda de segurança (g) é o intervalo entre o limite de especificação e o correspondente limite de aceitação e serve para reduzir ou ampliar o intervalo de aceitação de resultados⁶. Neste caso, as zonas de aceitação e rejeição devem ser determinadas considerando essa margem/banda de segurança (g) e o tipo de risco que o laboratório pretende assumir:

- A.** Alta confiança na correta rejeição dos resultados, ou seja, uma baixa probabilidade de que um item rejeitado esteja em conformidade (baixa probabilidade de falsa rejeição) ou;
- B.** Alta confiança na correta aceitação dos resultados, ou seja, uma baixa probabilidade de que um item aceito não esteja em conformidade (baixa probabilidade de falsa aceitação).

Usualmente, costuma-se considerar baixa a probabilidade de falsa rejeição/aceitação quando esta for inferior a 5%, ou seja, uma confiança superior a 95% na correta rejeição/aceitação dos resultados. Na Figura 2 são apresentadas as zonas de rejeição e aceitação com banda de segurança de tamanho g para cada tipo de risco assumido (A ou B) em relação a um limite superior especificado. Na Figura 3 são apresentadas as zonas de rejeição e aceitação para cada tipo de risco assumido (A ou B)

considerando um limite superior e um limite inferior especificado.



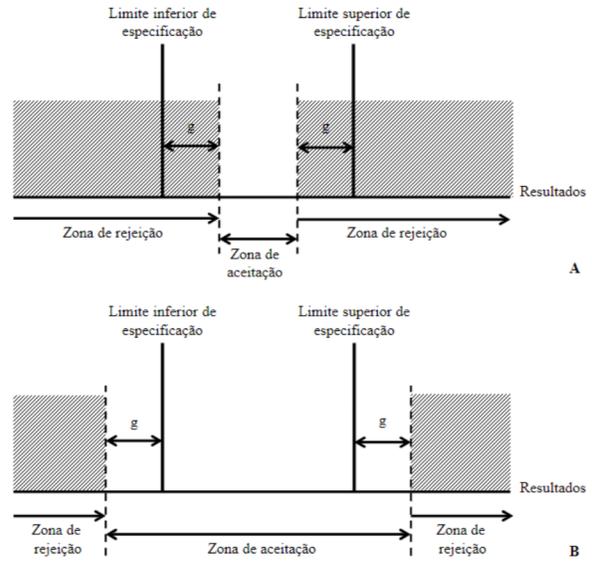
g = banda de segurança

Figura 2. Zonas de aceitação e de rejeição para regra de decisão binária com banda de segurança em relação a um limite superior de especificação, considerando alta confiança em: **A.** Correta rejeição dos resultados de ensaio, ou seja, baixa probabilidade de falsa rejeição e **B.** Correta aceitação dos resultados de ensaio, ou seja, baixa probabilidade de falsa aceitação

Em geral, a banda de segurança (g) é um múltiplo (k) da incerteza padrão (u) obtida de medições próximas ao limite especificado e é descrita pela equação: $g = ku$. Para estabelecer o valor de k , é necessário ter conhecimento sobre a distribuição de probabilidade do que se pretende medir, além do nível de probabilidade considerado suficientemente baixo de falsa rejeição ou falsa aceitação dos resultados.

O guia ILAC G8⁸ recomenda utilizar $k = 2$, ou seja, $g = 2u$ para o tamanho da banda de segurança. Por exemplo, considerando que a distribuição de um determinado mensurando seja normal, adotar uma banda de segurança de $2u$ para um limite superior estabelecido implica em uma probabilidade de falsa rejeição de resultados inferior a 2,5% (especificamente 2,28%) ou numa confiança maior que 97,5% (especificamente 97,72%) na correta aceitação dos resultados de medição obtidos próximos ao limite superior. Os valores 0,9772 ou 0,0228 são obtidos por meio do uso de tabelas da distribuição normal.

Idealmente, a especificação ou regulamentação do produto deve incluir as regras de decisão. O regulamento da Comissão



g = banda de segurança

Figura 3. Zonas de aceitação e de rejeição para regra de decisão binária com banda de segurança em relação a limites inferior e superior de especificação, considerando alta confiança em: **A.** Correta rejeição dos resultados de ensaio, ou seja, baixa probabilidade de falsa rejeição e **B.** Correta aceitação dos resultados de ensaio, ou seja, baixa probabilidade de falsa aceitação

Europeia (CE) 333/2007⁹, que estabelece métodos de amostragem e de análise para o controle oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio, estanho na forma inorgânica, 3-MCPD e benzo(a)pireno nos gêneros alimentícios, define que “o lote ou o sublote são aceitos se o resultado analítico da amostra não exceder o respectivo teor máximo estabelecido pelo Regulamento (CE) 1881/2006, levando em conta a incerteza de medição expandida e a correção do resultado em função da recuperação”.

No entanto, quando a regra de decisão não for inerente à norma/especificação, cabe ressaltar que cada laboratório poderá utilizar uma regra de decisão diferente para o mesmo ensaio e, eventualmente, chegar a conclusões distintas com respeito ao atendimento à mesma especificação. Por este motivo, quando o laboratório reporta avaliação de conformidade, as regras de decisão a serem utilizadas devem estar devidamente documentadas e esclarecidas e nos relatórios de ensaios devem ser incluídos e identificados claramente:

- a) a qual resultado a declaração de conformidade se aplica;
- b) quais especificações, normas ou partes destas são atendidas ou não atendidas;

c) a regra de decisão aplicada (a menos que esta seja inerente à especificação ou norma solicitada).

d) quando aplicável, a incerteza da medição deve ser apresentada na mesma unidade do mensurando ou na forma de um termo relativo ao mensurando, quando a incerteza da medição afetar a conformidade a um limite de especificação¹.

Por fim, essas orientações visam auxiliar o profissional que atua em laboratórios de ensaios, para a importância de aprofundar seus conhecimentos sobre incerteza de medição e regra de decisão, para que possam aplicá-los na rotina de suas atividades, principalmente para os laboratórios que seguem a norma ABNT ISO/IEC 17025:2017.

REFERÊNCIAS

1. Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO/IEC 17025:2017. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. ABNT, Rio de Janeiro, 19 dez 2017.
2. Ministério da Saúde (BR). Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 11, de 13 de março de 2014. Dispõe sobre os Requisitos de Boas Práticas de Funcionamento para os Serviços de Diálise e dá outras providências. Diário Oficial da União. Brasília, DF, 14 março 2014. Seção 1(50):40.
3. EURACHEM/CITAC Guide. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third edition, 2012. [Acesso 2022 Jan 17]. Disponível em: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf
4. Joint Committee for Guides in Metrology. JCGM 100:2008. Avaliação de dados de medição - Guia para expressão da incerteza de medição. Primeira edição, set 2008. [Acesso 2022 Jan 17]. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/noticias/conteudo/iso_gum_versao_site.pdf
5. International Organization for Standardization. ISO/IEC Guide 98-4:2012. Uncertainty of measurement – Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment. ISO, dez 2012.
6. EURACHEM/CITAC Guide. Use of uncertainty information in compliance assessment. Second edition, 2021. [Acesso 2021 Nov 24]. Disponível em: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MUC2021_P1_EN.pdf
7. Guia EURACHEM/CITAC. Definindo e Utilizando a Incerteza alvo em Medições Químicas. Primeira edição, 2020. [Acesso 2022 Jan 17] Disponível em: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/STMU_2020_PT.pdf
8. International Laboratory Accreditation Cooperation – ILAC. G8:09:2019. Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity. Revision 09, 2009. [Acesso 2022 Jan 17]. Disponível em: <https://ilac.org/publications-and-resources/ilac-guidance-series/>
9. Commission Regulation (EC) N° 333/2007, of 28 march 2007. Laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of lead, cadmium, mercury, inorganic tin, 3-MCPD and benzo(a)pyrene in foodstuffs. Official Journal of the European Union, 29 march 2007, L88:29-38. [Acesso 2022 Jan 17]. Disponível em: <https://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2007:088:0029:0038:EN:PDF>