

PEP EM ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS EM ÁGUAS



Produto: Água Bruta e Amostra Liofilizada

EMPRESA CERTIFICADA ISO 9001:2015

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2021

MOD04 rev18

Última atualização: 10/02/2021

Apoios:



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - CEP 91030-330 PORTO ALEGRE - RS – BRASIL

FONE: (0XX51) 2200-3988 - CNPJ: 97.130.207/0001-12

e-mail: interlab@redemetrologica.com.br - Internet: <http://www.redemetrologica.com.br>

• INTRODUÇÃO

Este Plano apresenta as atividades a serem realizadas no PEP em Análises Microbiológicas em Águas de 2021 da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O PEP em Análises Microbiológicas em Águas tem o propósito de:

- determinar o desempenho individual dos participantes para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos participantes;
- propiciar subsídios aos participantes para a identificação e solução de problemas analíticos;
- identificar diferenças interlaboratoriais;
- agregar valor ao controle da qualidade dos participantes; e
- fornecer confiança adicional aos clientes dos participantes.

• COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Grupo técnico de Microbiologia.

Integrantes do Grupo Técnico de Microbiologia:

Nome	Entidade	E-mail
Andréa Vidal dos Anjos	Conformità	conformita.qualidade@gmail.com
Caren Cristina Silveira de Oliveira	Dmae	carenc.oliveira@dmae.prefpoa.com.br
Carla Muller	Corsan DEAL	carla.muller@corsan.com.br
Claudia Bauer Visentini	Dmae	claudia.visentini@dmae.prefpoa.com.br
Solange Correa*	Corsan DEAL	solangecorrea@corsan.com.br
Juliana Frizzo	Corsan DEAL	juliana.frizzo@corsan.com.br

* Responsável pelo GT

Contatos na Secretaria Executiva:

Marília Rodrigues (Coordenadora dos EP ou PI) – interlab@redemetrologica.com.br

Filipe Albano (Coordenador da Qualidade) – qualidade@redemetrologica.com.br

• RECONHECIMENTOS

Certificada ISO 9001 desde 1997, a Rede Metrológica RS passou em fevereiro de 2004 por auditoria na qual teve incluído no seu escopo de certificação o processo de **provisão de programas de comparações interlaboratoriais e ensaios de proficiência**.

Isso significa dizer que os ensaios de proficiência promovidos pela Rede Metrológica RS são realizados de acordo com um sistema da qualidade devidamente documentado e auditado. Esta ação pioneira é mais uma demonstração do compromisso assumido da Rede Metrológica RS para a melhoria contínua de seus processos, apoiando o aprimoramento da qualidade dos participantes.

A Rede Metrológica RS é uma das maiores provedoras da América do Sul de Ensaio de Proficiência, cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) desde novembro de 2006.

• PARTICIPANTES

O PEP em Análises Microbiológicas em Águas da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes de ensaios com atuação na área que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site www.redemetrolologica.com.br link Interlaboratoriais, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 14 participantes por opção. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código. Para as amostras liofilizadas poderemos atender no máximo 27 participantes.

• CERTIFICADOS

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (via sistema) a todos os participantes. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho (em pdf), evidenciando a desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação por escrito (via e-mail) à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório.

• ITENS DE ENSAIO E RODADA

O PEP em Análises Microbiológicas em Águas será realizado, em 2021, em 02 rodadas e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Critério de aceitação CV _{interno}	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada 1 (Opção 1): Água superficial (incluída a coleta/amostragem no local)				
Coliformes totais	NMP/100mL	100 - 5000	10% para log.	Cada laboratório coletará o volume necessário para seus ensaios.
E. coli	NMP/100mL	10 - 500		
CBH	UFC/mL	100 - 6000		
Rodada 2 (Opção 2): Amostras liofilizadas				
03 frascos identificados como A, B, C. Cada frasco contém um organismo liofilizado. Cada frasco deve ser considerado como uma amostra independente (A, B, C).	NMP/100mL Para determinação de E. coli e Coliformes totais.	Até 250 NMP/100mL		03 eppendorfs de 2mL com amostras liofilizadas

As análises propostas deverão ser realizadas em duplicata, devendo constar o registro dos 02 resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados.

O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP (via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

• LOCAL DA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO, OBTENÇÃO DA MATRIZ PARA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (SUBCONTRATADO)

1ª Rodada (Opção 1 – água bruta): A coleta, a partir da utilização da matriz água bruta (água do lago Guaíba) na 1ª rodada (**terça-feira 11/05/21 às 15h**).

Local da coleta: Sociedade Ginástica Navegantes São João.

Endereço: BR 290, km 98 – Ilha do Pavão – Arquipélago – Porto Alegre/RS (foto local 1ª rodada e localização Google Maps). A coleta será realizada de cima do traquiche que aparece na foto abaixo.



Site: <http://www.sgnsj.com.br/home/sedes>

2ª Rodada (amostras liofilizadas – Opção2):

Para aqueles que selecionarem apenas essa opção de envio de amostras estaremos encaminhando via sedex/sedex10 a caixa com gelox.

Após recebimento das amostras o laboratório deverá conferir e preencher o formulário FR-75 Controle de recebimento de amostras, de acordo com as instruções da rodada. O mesmo será enviado por e-mail e deverá retornar preenchido para o e-mail interlab@redemetrologica.com.br.

- **TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (SUBCONTRATADO)**

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade ou estabilidade das

amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Para estas amostras, a Rede Metrológica designará um laboratório acreditado de acordo com a ISO/IEC 17025, para a realização dos ensaios em questão. O Laboratório que realizará os ensaios será o Laboratório Corsan DEAL CRL 0156 (localizado na Av. Antônio de Carvalho 2667 – Porto Alegre – RS). Os testes de homogeneidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência.

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia.

Norma utilizada e justificativa para escolha: A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade e estabilidade é a **ISO 13528** - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma **ISO/IEC 17043**. Os detalhes sobre a parte estatística do PEP estão no RM85.

Obs: "as amostras do PEP devem ser tratadas como amostras de rotina"

• ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

Em data definida previamente pelo provedor o laboratório deve receber as amostras (somente amostras liofilizadas) e manter as mesmas em condições de caixa (sem abrir as mesmas e sem acrescentar gelo) para garantir que as condições de transporte e armazenamento sejam as mesmas para todos os laboratórios participantes da rodada de comparação. O objetivo é garantir que as alterações nas amostras, caso ocorram, não tenham diferenças significativas entre os laboratórios.

• ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

Os participantes do PEP em Análises Microbiológicas em Águas devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticas **sugeridos e equivalentes** para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
Coliformes totais	Substrato – cartela; Substrato – Tubo; Técnica fermentação
<i>E. coli</i>	Substrato – cartela; Substrato – Tubo; Técnica fermentação
CBH	Pour plate, Spread plate, Membrana filtrante.

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, o mesmo não será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa na área, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

• REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via site, onde foi desenvolvido um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada participante receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o participante deverá entrar no site www.redemetrolologica.com.br/programainterlaboratorial e recadastrar sua senha, visando manter a confidencialidade do processo.

O manual de instrução para utilização do portal de registros de resultados ou instruções de como utilizar o site está disponível no site www.redemetrologica.com.br *link* Documentos – RM 80.

- **CONFIDENCIALIDADE**

A política da Rede Metrológica RS visa manter confidencialidade sobre os participantes do Ensaio de Proficiência. Portanto, os participantes inscritos recebem um código/senha de identificação. Apenas é identificada no relatório do programa uma lista com todos os participantes inscritos.

- **INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS**

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de cliente disponível no *link* “documentos” do site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaios de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrologica.com.br. Caso o participante apresente alguma perda ou dano nas amostras enviadas pelo provedor, o mesmo deve entrar em contato por email em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito na comparação.

- **INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO**

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a fornecer uma falsa impressão otimista sobre suas capacidades. Fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiramente independentes não sejam apresentados. É fundamental que a participante analise criticamente seus resultados, verificando as informações nas instruções do programa e no site para envio de resultados. Embora seja recomendável que todas as medidas razoáveis sejam tomadas pelos coordenadores para prevenir fraudes, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las. O procedimento, caso o provedor suspeite de conluio ou falsificação, pode ser cancelar o parâmetro analítico ou excluir o laboratório da rodada de comparação. Caso exista suspeita, o provedor irá realizar uma análise crítica do fato e informar aos envolvidos.

- **POTENCIAS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As potenciais fontes de erro podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, condições ambientais da análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

- **ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS**

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta. A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*). A análise dos dados será executada por um profissional estatístico. A análise estatística será realizando utilizando a norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z escore para avaliação da exatidão é utilizada a fórmula abaixo:

$$Z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Onde:

x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

x_{pt} é o valor da média robusta dos participantes;

σ_{pt} é o desvio robusto.

Caso a aplicação do desvio de consenso não atendam critérios técnicos específicos do provedor, ainda é possível estabelecer um desvio padrão teórico, com base em uma variação aceitável do valor designado como referência. Isso será informado e comentado em cada relatório de desempenho, quando aplicável.

A avaliação dos laboratórios em relação a sua precisão é realizada através do Coeficiente de Variação Interno (CV_{Interno}). A fórmula e os critérios para interpretação dos resultados estão descritos a seguir:

- Fórmula para o Cálculo do CV_{Interno}:

$$CV_{Interno}(\%) = \frac{(s_{Lab})}{\bar{X}_{Lab}} \times 100\%$$

Onde: \bar{X}_{Lab} é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

s_{Lab} Desvio padrão das vias do laboratório participante.

- Classificação dos Desempenhos dos participantes para precisão (repetitividade):

Se CV_{Interno}(%) < 10% = Resultado Satisfatório

Se CV_{Interno}(%) ≥ 10% = Resultado Insatisfatório

Nota 1: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados.

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

O método estatístico utilizado será o da estatística descritiva, utilizando a MODA para avaliação de desempenho. Em estatística descritiva, a moda é o valor que detém o maior número de observações, ou seja, o valor ou valores mais frequentes. A moda não é necessariamente única, ao contrário da média ou da mediana. É especialmente útil quando os valores ou observações não são numéricos. Ou ainda o provedor poderá optar pela avaliação de desempenho (Conforme ou Não Conforme) das amostras CQ (amostras liofilizadas) avaliando dentro do *range* (faixa) do certificado das amostras CQ. Essa informação será acrescentada no relatório de avaliação de desempenho do PEP.

Responsáveis pelos cálculos: Marília Rodrigues e Filipe Albano (Rede Metrológica RS).

• **AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO**

O desempenho de cada laboratório participante do Ensaio de Proficiência será avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor de consenso.

O Escore Z será reportado e os desempenhos dos participantes serão classificados como SATISFATÓRIO, QUESTIONÁVEL ou INSATISFATÓRIO, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = Resultado Satisfatório

Se $2 < |Z| < 3$ = Resultado Questionável

Se $|Z| \geq 3$ = Resultado Insatisfatório

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z escore.

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

A avaliação de desempenho será realizada pela MODA e serão classificados como resultados **CONFORME** ou **NÃO CONFORME**, dependendo da maior quantidade de resultados do grupo.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 12 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada.

O provedor após análise crítica dos resultados poderá não reportar avaliação de desempenho caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. A justificativa estará descrita nas considerações finais.

Responsáveis pelos cálculos: Marília Rodrigues e Filipe Albano (Rede Metrológica RS).

• **RELATÓRIOS DO PROGRAMA**

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um Relatório Parcial da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos participantes.

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet.

• **COMO SE INSCREVER**

Os participantes que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Rede Metrológica RS, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

	RODADA 1 (Opção 1 - coleta água bruta)	RODADA 2 (Opção 2 – liofilizada)
Associados à Rede Metrológica RS	R\$ 650,00	R\$ 1.500,00
Laboratórios não associados	R\$ 780,00	R\$ 1.800,00

Caso o laboratório quiser participar apenas da rodada com coleta (rodada 1) deverá colocar essa informação no site da Inscrição. Na observação **DEVE** ser informada as opções de inscrições.

Para os laboratórios que optarem em se inscrever na Opção 1 + Opção 2 vamos dar um **desconto de 5%** (na soma dos valores das inscrições), sendo associado ou não associado.

Forma de pagamento:

A nota fiscal e o boleto bancário serão enviados por e-mail ao participante.

Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.

Condições Especiais de Pagamento (depósito bancário e parcelamento): a solicitação deve ser realizada no ato da inscrição, estando sujeita a aprovação. No caso de depósitos bancários o comprovante deverá ser encaminhado para o e-mail administrativo@redemetrologica.com.br

Cancelamento de boletos e notas fiscais devem ser solicitados no mês da emissão.

• **CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2021**

○ Prazo Limite para Inscrição no Programa: **23 de abril de 2021.**

○ Envio das senhas: **06 de maio de 2021.**

○ Coletas/envio de amostras (somente liofilizadas):

1ª rodada: coleta de amostras no Clube de Regatas São João: **11 de maio de 2021 às 15h.**
Início dos ensaios com as amostras em condição de caixa dia: 12 de maio de 2021 às 9h.

2ª rodada: envio de amostras liofilizadas: **23 de agosto de 2021.**
Início dos ensaios com as amostras em condição de caixa dia: 26 de agosto de 2021.

○ Envio dos resultados (dados), via site www.redemetrologica.com.br/programainterlaboratorial:
 1ª rodada: **26 de maio de 2021.**
 2ª rodada: **08 de setembro de 2021.**

○ Divulgação do relatório aos participantes:
 1ª rodada: **01 de julho 2021.**
 2ª rodada: **25 de outubro de 2021.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa Secretaria Executiva.

REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

ABNT ISO/IEC 17.043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência.

ABNT NBR ISO 9001 – Sistema de gestão da qualidade – Requisitos.

ISO 5725 – 5 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.

ISO 5725 – 6 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.

ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

ISO GUIDE 35 – Reference materials – General and statistical principles for certification.

ISO GUM – Guia para a Expressão da Incerteza de Medição.

MONTGOMERY, D.C. (2004), Introdução ao controle estatístico da qualidade. LTC: Rio de Janeiro.

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2012.

PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA:

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaio de Proficiência

RM 36 - Procedimento para realização de Ensaio de Proficiência.

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaio

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas

RM73 - Cartilha para Preparação de Amostras Sólidas

Rev.	Data	Alteração	Elaboração	Análise e Aprovação
16	JUL/2018	Inclusão do FR 75 – Formulário do controle de recebimento	Filipe Albano	João Lerch
17	AGO/2018	Inclusão da citação do RM85 nos testes de homogeneidade e estabilidade. Inclusão da opção do uso da equação de Horwitz e também do uso de laboratórios especialistas para designar os valores de referência do PEP.	Filipe Albano	João Lerch
18	AGO/2019	Inclusão do anexo e do logo acreditação em todas as páginas (utilizar o logo quando o PEP for acreditado)	Filipe Albano	João Lerch