

Programa de Ensaios de Proficiência em Amostragem em SP



Produto: Água tratada

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2022
MOD04 rev20

Última atualização: 24/05/2022

Apoios:

Apoio Nacional:

Apoios SP:



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 Amostragem SP – Água Tratada da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O PEP em Amostragem 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 Amostragem em SP o PEP será realizado.

Integrantes do Grupo Técnico de Amostragem em SP – Água tratada:

Nome	Entidade	E-mail
*Andréa Vidal dos Anjos	Conformità	conformita.qualidade@gmail.com
Marcelo Tranquero	HEXIS	mtranquero@hexis.com.br
Ana Paula Eduardo		aeduardo@hach.com
Bruna Alexandre	Eurofins	BrunaAlexandre@eurofins.com
Talia Rodrigues		taliarodrigues@eurofins.com

* Responsáveis pelo GT

Contatos na Secretaria Executiva:

João Carlos Guimarães Lerch (Secretario Executivo) – redemetrologica@terra.com.br

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

• RECONHECIMENTOS

A Rede Metrológica RS é acreditada pela CGCRE como PEP N°002 – Escopo no link: <http://ftp.inmetro.gov.br/credenciamento/pdf/PEP0002.pdf>. 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 Ensaios de Proficiência, cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) desde novembro de 2006.

• PARTICIPANTES

O PEP em Amostragem da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes de ensaios com atuação da 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 12 participantes. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

- **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 Programa de Amostragem em SP será realizado, em 2022, em 01 rodada e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada única			
Temperatura – ar	°C	15 - 40	O laboratório coletará a amostra e quantidade necessária
Temperatura – água	°C	15 - 40	
Condutividade à 25°C	uS/cm	70 - 300	
pH	-	2 - 14	
OD	mg/L de O ₂	2,00 – 12,00	
Cloro residual livre	mg/L de Cl ⁻	0,10 – 5,00	

As análises propostas deverão ser realizadas em duplicata, devendo constar o registro dos dois 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)**

A coleta da rodada será realizada sede da empresa HEXIS em Jundiaí. Os laboratórios devem estar presentes dia **19/10/22 às 14h** no endereço a seguir com equipamentos para as medições e coletas.

Local: à apenas 55 km da Capital São Paulo, a Hexis fica situada na Av. Antonieta Piva Barranqueiros, 385 - Distrito Industrial, Jundiaí - SP, 13208-990, Brasil.



Figura 1. Local da coleta – Hexis científica



Figura 2. Local interno e ponto de rede usado na coleta

- **PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (ADIÇÃO E FORMULAÇÃO)**

A orientação geral sobre a coleta de amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. As coletas deverão ser realizadas pelos participantes, conforme o cronograma.

É importante que no dia da coleta os laboratórios participantes tragam todo material para amostragem: EPI, equipamentos (pHmetro, condutivímetro, termômetros, etc), frascos para coleta e material de apoio, bem como fichas para registrarem os resultados obtidos.

Obs: os laboratórios receberão por e-mail uma ficha para registro dos resultados, a mesma deverá ser levada no dia da coleta. Seus resultados deverão ser registrados nessa ficha e a mesma será fotografada pela coordenadora técnica do GT. Os resultados do site de dados e da foto serão confrontados, e caso tenha alguma divergência, o provedor informará o participante. A política do provedor é manter os resultados originais da foto no momento da coleta.

- **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. Os testes de homogeneidade e/ou estabilidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência. O laboratório subcontratado acreditado para a realização dos testes será o Laboratório São Lucas - Eurofins (acreditação nº CRL 0267 – Rua 21, 470 – Rio Claro/SP).

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 (documento interno do provedor).

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

- **ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO**

O Programa de Amostragem não prevê envio de itens de ensaio.

- **ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO**

Os participantes do PEP em Amostragem SP – Água tratada devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

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

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
Cloro residual livre	Colorimétrico
OD	Luminescência, eletrodo de membrana
pH	Potenciométrico
Condutividade	Condutivimétrico
Temperatura – água	Medição Direta

Temperatura – ar	Medição Direta
------------------	----------------

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 portal, 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 portal que será informado pela Rede, 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.

- **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 realizada utilizando a norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z score 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.

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.

Outras opções para designação do valor de referência (Desvio Padrão – Equação de Horwitz):

O valor do desvio padrão da rodada do EP (σ_{PT}) será determinado usando as equações de Horwitz, descritas a seguir. O valor a ser utilizado como referência no nível de concentração a ser utilizado na equação de Horwitz será obtido através do procedimento de estimativa do valor de consenso ou através de um valor designado por laboratório especialista (valor de amostras analisadas do lote produzido ou valor dos testes de homogeneidade realizados).

A seguir as equações que devem ser usadas conforme o nível de concentração do analíto, sendo representado por sua fração mássica (c).

Quando $c < 1,2 \times 10^{-7}$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,22 \times c$$

Quando $1,2 \times 10^{-7} < c < 0,138$, utilizar (esta faixa é a mais usual):

$$\sigma_{PT} = 0,02 \times c^{0,8495}$$

Quando $c > 0,138$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,1 \times c^{0,5}$$

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (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.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por consenso 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, assim como não será informado os dados de média e desvio robustos do parâmetro não avaliado.

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.

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (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:

- Participantes *associados à Rede Metrológica RS*R\$ 1.600,00
- Participantes *não associados a Rede Metrológica RS*R\$ 2.000,00

A taxa de inscrição **não inclui** o valor da logística de cada participante ao local de coleta. O pagamento poderá ser efetuado à vista, ou parcelado em duas vezes, de igual valor.

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@redemetrolologica.com.br

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

• CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2022

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **13 de setembro de 2022**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **06 de outubro de 2022.**
- Coleta de amostras: **19/10/2022 às 14h na Sede da Hexis em Jundiaí/SP.**

- Envio dos resultados (dados), via portal: **03 de novembro de 2022.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **até 13 de dezembro de 2022.**

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.

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

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
19	MAR/2021	Ajuste do escopo acreditado com informação do link para escopo. E ajuste nas observações sobre as avaliações por consenso com menos de	Marília Rodrigues	João Lerch

		<i>12 participantes com métodos sugeridos/equivalentes.</i>		
<i>20</i>	<i>JUL/2021</i>	<i>Ajuste do logo da CGCRE e retirada de 02 referências normativas (GUM e Guia 35).</i>	<i>Marília Rodrigues</i>	<i>João Lerh</i>