

CRITÉRIOS GERAIS PARA PARTICIPAÇÃO NA REDE DE PROVEDORES DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA DO PROGRAMA BRASILEIRO DE METROLOGIA EM QUÍMICA - PBMQ

Vera Maria Lopes Ponçano¹, Ieda Kanashiro Makiya¹, Maria Luiza Otero D'Almeida¹, Sergio Luiz Souza Motta²

1 INTRODUÇÃO

A participação em Programas Interlaboratoriais (PIs) é uma atividade de extrema importância para os laboratórios, pois permite a sua auto-avaliação, possibilitando a tomada de medidas corretivas eventualmente necessárias, a comprovação da sua competência perante autoridades, clientes e pares, e também a participação de acordos de reconhecimento mútuo de calibrações e ensaios.

Segundo o International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), principal fórum internacional para trocas de idéias e informações na acreditação de laboratórios, o Acordo de Reconhecimento Mútuo (*Mutual Recognition Agreement - MRA*) é o principal esforço cooperativo atualmente para o alcance do objetivo de livre comércio mundial, sendo um mecanismo que permite o reconhecimento dos procedimentos de avaliação da conformidade de cada país junto aos fóruns internacionais competentes. Desta forma, pode ser eliminada a repetição ou a re-análise de produtos nos países compradores (importadores), minimizando custos adicionais e aumentando a competitividade de quem vende (do exportador).

A oferta de Programas Interlaboratoriais (PIs) no País é muito pequena, envolvendo um baixo número de materiais e ensaios se considerarmos o grande número de laboratórios ativos.

Tendo em vista a necessidade de aumentar o número de PI, após identificar as demandas prioritárias para o País, essa atividade foi iniciada no âmbito do Programa Brasileiro de Metrologia em Química do Comitê Brasileiro de Metrologia - Conmetro.

Os Programas Interlaboratoriais oferecidos pelo PBMQ estão sendo desenvolvidos por várias organizações nacionais e internacionais, tais como:

- CIENTEC - Fundação de Ciência e Tecnologia
- IAL - Instituto Adolfo Lutz
- IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas
- IRD - Instituto de Radioproteção e Dosimetria

- SENAI-CETIND - Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - Centro de Tecnologia Industrial Pedro Ribeiro
- SIM - Sistema Interamericano de Metrologia (www.ibpinet.com.br/sim)
- NIST - The National Institute of Standards and Technology (www.nist.gov)
- CCQM - Comité Consultatif pour la Quantité de Matière (www.bipm.fr)
- INTI - Instituto Nacional de Tecnologia Industrial - Argentina (www.inti.gov.ar)
- INTEC - Corporación de Investigación Tecnológica de Chile (www.intec.cl)

Os Programas Interlaboratoriais (PIs) coordenados pelo Programa Brasileiro de Metrologia em Química - PBMQ, de abrangência nacional estão sendo desenvolvidos com a participação de vários institutos do País e em diversas áreas, através da Rede de Provedores de Programas Interlaboratoriais.

Os provedores de programas de comparação interlaboratorial devem atender a demandas comprovadamente existentes, seguindo os requisitos internacionais estabelecidos em normas do International Organization for Standardization (ISO).

Este projeto "Implementação do Programa Brasileiro de Metrologia em Química - PBMQ - fase II", apoiado pelo Fundo Verde Amarelo / Tecnologia Industrial Básica (FVA/TIB), consolida programas já existentes e serve de base para uma futura expansão do espectro de atuação em programas de comparação interlaboratorial.

Este documento tem por objetivo apresentar os requisitos gerais e atribuições principais para interessados em participar da Rede de Provedores de Ensaio de Proficiência do Programa Brasileiro de Metrologia Química.

2 REQUISITOS PARA PROVEDORES DO PBMQ

2.1 Sistema de qualidade do provedor

Os laboratórios provedores de ensaios de proficiência devem apresentar um sistema de qualidade aceito internacionalmente como o descrito na norma NBR ISO/IEC 17025:2001.

2.2 Proficiência

¹ Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT, Av. Professor Almeida Prado, 532, CEP 05508-901, São Paulo, SP, Telefone (0XX11) 3767-4540/4183/4449. E-mails: vponcano@ipt.br, iedakm@ipt.br, malu@ipt.br.

² Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - SENAI, Av. Luiz Tarquínio Pontes, 938, CEP 42700-000, Aracui, BA. E-mail: smotta@cetind.fieb.org.br.

Os Laboratórios provedores devem participar periodicamente de Programas Internacionais de Comparação Interlaboratorial para os parâmetros oferecidos nos respectivos programas em nível nacional. A frequência mínima deverá ser de uma participação por ano. Os resultados da participação devem estar disponíveis para a coordenação do PBMQ.

A participação em programas de ensaios de proficiência internacionais deve ser de iniciativa do laboratório de forma interativa com a coordenação do PBMQ.

3. ATRIBUIÇÕES DO PROVEDOR DO PBMQ

3.1 Estabelecer frequência de rodadas

O provedor deve estabelecer um programa anual para a oferta de rodadas. A frequência das rodadas depende da capacidade operacional de cada laboratório e da necessidade do mercado, mas esta não deve extrapolar o tempo de seis meses entre duas rodadas para o mesmo parâmetro.

3.2 Estabelecer comunicação com os participantes

Os participantes devem receber um conjunto detalhado de informações sobre a participação no programa de ensaio de proficiência, tal como um protocolo formal do programa. As comunicações subsequentes com os participantes podem ser através de cartas, boletins e/ou relatórios, em conjunto com reuniões periódicas. Os participantes devem ser avisados imediatamente sobre quaisquer alterações no projeto ou operação do programa.

Os participantes devem reportar ao coordenador do programa quaisquer modificações necessárias no protocolo existente.

3.3 Garantir confidencialidade

Normalmente, é política da maioria dos programas manter a confidencialidade sobre a identidade dos participantes. A identidade dos participantes é conhecida apenas pelo coordenador do PI e do PBMQ.

As informações referentes ao desempenho dos laboratórios devem ser exclusivamente repassadas para o próprio participante, através de códigos específicos.

3.4 Garantir amostras adequadas

• Preparação das amostras

A preparação das amostras pode ser contratada ou realizada pelo provedor. No primeiro caso, deve ser garantida a competência da entidade por meio de evidências técnicas.

As amostras devem ser preparadas de forma rastreável e todos os registros da preparação devem ser mantidos disponíveis para consulta. Uma descrição da preparação deve constar no relatório emitido para os participantes.

As amostras devem ter natureza similar àquelas rotineiramente ensaiadas pelos laboratórios participantes, com o objetivo de ofertar programas que reflitam o estado-da-prática dos laboratórios participantes.

A faixa onde o valor designado se encontra pode ser divulgada para os participantes, mas o valor designado só deverá ser comunicado após todos os valores dos resultados dos participantes serem coletados.

• Homogeneidade e estabilidade das amostras

O provedor deve garantir a homogeneidade e a estabilidade das amostras distribuídas aos participantes por meio de metodologias estatísticas.

Para a determinação da homogeneidade deve ser utilizada a metodologia adequada, por exemplo pode ser escolhido aleatoriamente um número representativo de amostras entre aquelas a serem distribuídas. Sempre que possível, a escolha das amostras para a avaliação da homogeneidade deve ser feita após a embalagem e antes do envio aos participantes.

Para a estabilidade, o provedor deve garantir que os valores das propriedades a serem determinados não se alteram ao longo do período de tempo da rodada. Estas propriedades devem ser mensuradas periodicamente ao longo de toda a rodada.

Os registros dos testes de homogeneidade e estabilidade devem estar disponíveis para consulta.

3.5 Garantir envio adequado das amostras

A embalagem e o método de transporte devem ser adequados e capazes de proteger a estabilidade e as características das amostras integralmente. Os laboratórios provedores devem se responsabilizar pelo transporte das amostras.

3.6 Garantir métodos adequados para avaliação

• Estimativa do valor de referência

Existem diversos procedimentos disponíveis para o estabelecimento dos valores designados. Os procedimentos mais comuns são listados a seguir em uma ordem que, na maioria dos casos, dependem da faixa de incerteza para o valor designado.

- a) Valor conhecido - resultado determinado por formulação específica do item de ensaio (por exemplo: manufatura ou diluição).
- b) Valor de referência certificado - determinado por métodos definitivos (para ensaios quantitativos).
- c) Valor de referência - determinado por análise, medições ou comparação do item de ensaio com um material ou padrão de referência, rastreável a um padrão nacional ou internacional.
- d) Valor de consenso de laboratórios especialistas - Convém que os laboratórios especialistas tenham competência demonstrável na determinação do(s) mensurado(s) sob ensaio, utilizando métodos validados reconhecidos como sendo de alta precisão e exatidão, quando comparados aos métodos de uso geral. Estes laboratórios podem ser, em algumas situações, Laboratórios de Referência.
- e) Valor de consenso de laboratórios participantes - utiliza a estatística, considerando-se os efeitos dos valores extremos.

Se os valores designados forem determinados por referência ou consenso entre os participantes, convém que o coordenador tenha um procedimento para estabelecer a veracidade destes valores e para analisar criticamente a distribuição dos dados.

O coordenador deverá ter critérios claramente definidos para a aceitação de um valor designado em termos de sua incerteza.

• *Avaliação de desempenho*

A metodologia para avaliação de desempenho dos participantes utilizada pelo provedor deve ser apropriada para a garantir a credibilidade do programa. A metodologia utilizada deve prover informações aos participantes com relação às possíveis fontes de erro e apresentar sugestões para melhoria de desempenho, quando aplicável.

• *Softwares*

Qualquer metodologia computacional utilizada deve estar adequada a processar todas as entradas de dados necessárias, e as análises estatísticas devem fornecer resultados válidos e em tempo hábil. Os *softwares* utilizados devem estar validados. Esta validação pode ser feita por meio de uma outra metodologia de cálculo, demonstrando o mesmo resultado.

3.7 Emitir relatório de resultados

O conteúdo do relatório pode variar dependendo do propósito de um programa particular, mas deve ser claro e abrangente, incluindo dados sobre a distribuição dos resultados provenientes de todos os laboratórios e uma indicação dos desempenhos individuais dos participantes.

As seguintes informações devem ser incluídas nos relatórios de programa de proficiência:

- a) nome e endereço da organização que conduz ou coordena o programa;
- b) nomes das pessoas e respectivas organizações envolvidas com o projeto e a condução do programa;
- c) data de emissão do relatório;
- d) número do relatório e identificação do programa;
- e) descrição clara dos itens ou materiais utilizados, incluindo detalhes de preparação das amostras e ensaio de homogeneidade;
- f) códigos de participação do laboratório e resultados dos ensaios;
- g) dados estatísticos e sumários, incluindo todos os valores designados e a faixa de resultados aceitáveis;
- h) procedimentos utilizados para estabelecer qualquer valor designado;
- i) detalhes sobre a rastreabilidade e a incerteza de qualquer valor designado;
- j) valores designados e sumário estatístico para os métodos/procedimentos de ensaio utilizados por outros laboratórios participantes (se forem utilizados diferentes métodos por laboratórios distintos);

- k) comentários sobre o desempenho do laboratório feito pelo coordenador e consultores técnicos ;
- l) procedimentos utilizados para projetar e implementar o programa (que podem incluir a referência a um protocolo do programa);
- m) procedimentos utilizados para analisar estatisticamente os dados;
- n) recomendação, sobre a interpretação da análise estatística.

Para programas operados em bases sistemáticas, pode ser suficiente a elaboração de relatórios simplificados. De qualquer forma, os participantes devem receber os resultados de todos os laboratórios ainda que de forma sumária, (por exemplo: gráfica).

Os relatórios devem ser disponibilizados o mais rapidamente possível, dentro de cronogramas especificados. Embora, idealmente, todos os dados originais fornecidos sejam relatados aos participantes, isto pode não ser alcançado em alguns programas muito abrangentes.

3.8 Emitir certificado de participação

O provedor deve fornecer um certificado de proficiência aos participantes. No certificado devem estar explícitos os itens no qual o laboratório participante obteve proficiência.

4 CONCLUSÃO

Segundo *Eurachem/Citac - Selection, use interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratory (2000)*, Ensaio de Proficiência são parte da aprendizagem e auxílio à manutenção de um bom desempenho dos laboratórios participantes, e não uma forma de classificar os laboratórios como sendo bons ou ruins. O desempenho dos laboratórios é estabelecido através de dois parâmetros: valor designado do material teste e média aceitável.

Embora sejam diversos os requisitos a serem preenchidos para ser participante da Rede de Provedores de Ensaio de Proficiência do Programa Brasileiro de Metrologia Química, é importante haver um esforço no sentido de aumentar o número de provedores, objetivando não só atender a crescente demanda no País por programas Interlaboratoriais, mas também melhorar a confiabilidade metrológica dos laboratórios ativos.

A Rede de Provedores de PIs do PBMQ segue critérios internacionalmente adotados, que estão nas literaturas mencionadas no item 5.

5 REFERÊNCIAS

1. ABNT ISO/IEC Guia 43-1. Ensaio de Proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência.
2. ABNT ISO/IEC Guia 43-2. Ensaio de Proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 2: Seleção e uso de

- programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios.
3. ABNT ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
 4. ILAC - G13:2000. *Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Test Schemes.*
 5. AOAC/ISO/IUPAC. *The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Chemical Analytical Laboratories - Technical report.*
 6. EURACHEM. *Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories - 2000.*
 7. EURACHEM/CITAC. *Guide CG4 Qualifying uncertainty in analytical measurement. Second Edition, QUAM:2000.1.*
 8. ILAC - P1:2000 - *Mutual Recognition Arrangement: Requirements for evaluation of accreditation bodies.* <http://www.ilac.org/downloads/ilacmra.pdf>.
 9. CTLE-05-INMETRO. Protocolo Internacional harmonizado para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos (químicos). Tradução do *International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories of Journal of AOAC International*, Maryland, Estados Unidos, v.76, n.4, 1993.
 10. ANVISA. Guia para qualidade em química analítica: uma assistência a acreditação. Tradução do *Eurachem/Citac. Guide to Quality in Analytical Chemistry: an aid to accreditation, 2002.*