

**IPT**

Instituto de Pesquisas Tecnológicas



Rede Brasileira de  
Medições em Química

# REDE IPT DE PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS

**Maria Luiza Otero D'Almeida**

IV METROCHEM

IV Congresso Internacional sobre Rastreabilidade em Medições Químicas e Garantia da Qualidade

# SUMÁRIO

**1 OBJETIVO DA REDE**

**2 FOCO DOS PROGRAMAS DA REDE**

**3 DIRETRIZES**

**4 TIPOS DE PROGRAMAS DA REDE**

**5 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

# 1 OBJETIVO DA REDE

I

**INTENSIFICAR AS ATIVIDADES DE GERENCIAMENTO  
DE PROGRAMAS INTERLABORATORIAS ATUANDO  
EM UM AMPLO ESPECTRO DE MATERIAIS E  
COMPONENTES**

## 2 FOCO DOS PROGRAMAS DA REDE

- **MATERIAL** → atribuir valores para materiais de referência e avaliar sua adequação para utilização em ensaios específicos ou procedimentos de medição
- **MÉTODO** → estabelecer a efetividade e a compatibilidade de novos métodos de ensaio ou de medição, e, similarmente, monitorar métodos estabelecidos
- **LABORATÓRIO** → determinar e ou monitorar o desempenho de laboratórios individuais para ensaios ou medições específicas.

## 3 DIRETRIZES

### ➤ **ABNT ISO/IEC GUIA 43-1**

Ensaio de Proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operações de programas de ensaios de proficiência.

### ➤ **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

### ➤ **ISO 13528**

*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*

# 4 TIPOS DE PROGRAMA DA REDE

## PERMANENTES

Oferecidos com frequência determinada

## NÃO PERMANENTES

Encomendados por clientes ou organizados para atender a demandas específicas

# IPT

Instituto de Pesquisas Tecnológicas



Rede Brasileira de  
Medições em Química

## PROGRAMAS PERMANENTES

IV METROCHEM

IV Congresso Internacional sobre Rastreabilidade em Medições Químicas e Garantia da Qualidade

## PROGRAMAS PERMANENTES

- AÇO
- BORRACHA
- PAPEL
- CHAPAS DE PAPELÃO ONDULADO
- PASTA CELULÓSICA
- ÓLEO LUBRIFICANTE
- ÓLEO CÍTRICO
- TINTA ANTICORROSIVA



### EQUIPE

- Nível superior = 18
- Nível técnico = 12
- Estagiário = 3



**AÇO INOXIDÁVEL**  
**Número de ensaios:12**  
**Participantes:15**



**TINTA ANTICORROSIVA**  
**Número de ensaios: 7**  
**Participantes: 10**



**BORRACHA**  
**Número de ensaios: 7**  
**Participantes: 30**



**PASTA CELULÓSICA**  
**Número de ensaios: 10**  
**Participantes: 34**

**PAPEL**  
**Número de ensaios: 23**  
**Participantes: 67**

**PAPELÃO ONDULADO**  
**Número de ensaios: 5**  
**Participantes: 25**



**ÓLEOS CÍTRICOS**  
**Número de ensaios: 10**  
**Participantes: 8**



**ÓLEO LUBRIFICANTES**  
**Número de ensaios: 7**  
**Participantes: 23**

## **CARACTERÍSTICAS DOS PROGRAMAS PERMANENTES DA REDE**

- **TODOS TEM COMO FOCO O LABORATÓRIO E TRABALHAM COM PAR DE AMOSTRAS**
- **SÃO PROGRAMAS DE COMPATIBILIZAÇÃO DE RESULTADOS**
- **OCORREM ANUALMENTE TENDO DE DUAS A TRÊS RODADAS**
- **A INSCRIÇÃO É FEITA NOS ENSAIOS DESEJADOS E DÁ DIREITO A PARTICIPAR DE TODAS AS RODADAS**
- **AS METODOLOGIAS DE ANÁLISE SÃO, DE PREFERÊNCIA, NORMAS DE LARGA ABRANGÊNCIA , COMO AS DA ISO**

## **CARACTERÍSTICAS DOS PROGRAMAS PERMANENTES DA REDE**

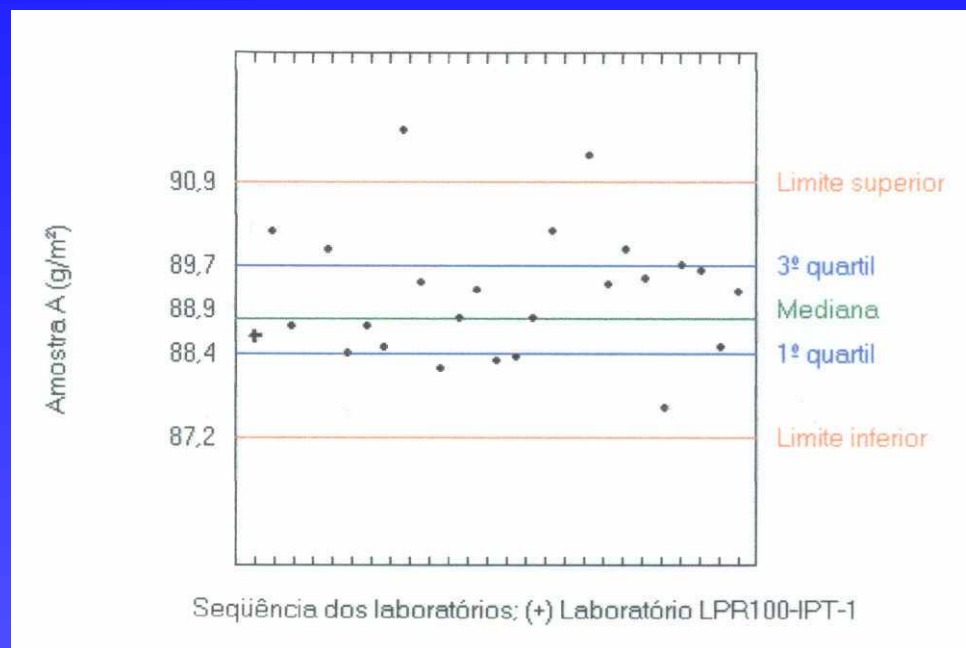
- **O TRATAMENTO ESTATÍSTICO ENVOLVE**
  - eliminação de valores discrepantes por métodos matemáticos
  - determinação do valor de referência – média de consenso
  - construção de diagramas considerando o valor de referência
  - indicação de desvios aleatórios e sistemáticos
  - possíveis causas dos desvios
  
- **CADA PARTICIPANTE RECEBE UM *MANUAL DE INSTRUÇÃO***
  
- **CADA PARTICIPANTE TEM UM CÓDIGO INDIVIDUAL E CONFIDENCIAL**

## EXEMPLO – PI PAPEL

### ELIMINAÇÃO DE RESULTADOS EXTREMOS

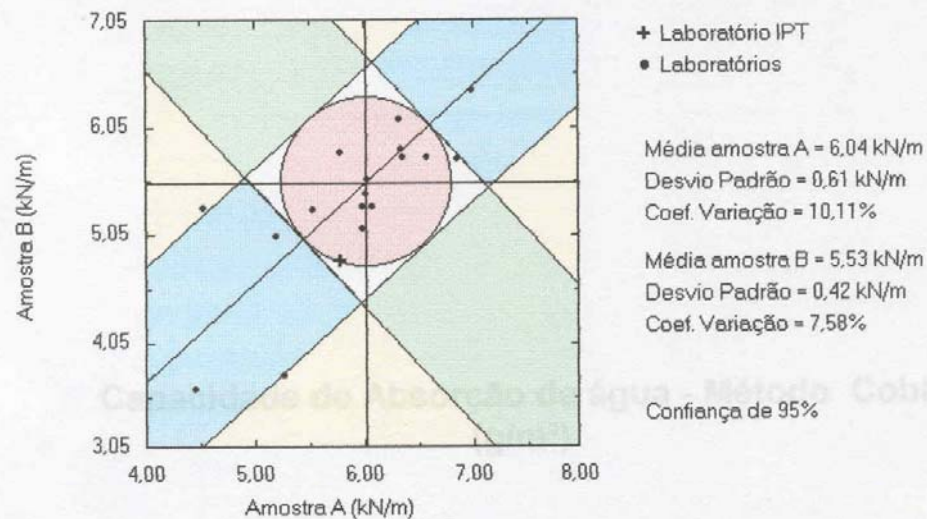
#### Método dos quartis

Gráficos do tipo *box-plot* onde valores com distâncias ao primeiro ou terceiro quartis maiores que uma vez o intervalo interquartil são eliminados








## DIAGRAMA

- Fácil visualização de desvios sistemáticos e aleatórios
- Personalizado



### Regiões do diagrama:

-  Laboratórios sem desvios sistemáticos ou aleatórios
-  Laboratórios com desvios não identificáveis, porém de pequena magnitude
-  Laboratórios com desvios sistemáticos e sem desvios aleatórios
-  Laboratórios com desvios aleatórios e sem desvios sistemáticos
-  Laboratórios com desvios aleatórios e com desvios sistemáticos



**IPT**

Instituto de Pesquisas Tecnológicas



Rede Brasileira de  
Medições em Química

# PROGRAMAS NÃO PERMANENTES

IV METROCHEM

IV Congresso Internacional sobre Rastreabilidade em Medições Químicas e Garantia da Qualidade

## EXEMPLO

### CLIENTE

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária

### OBJETIVO

Aplicar um programa interlaboratorial para 17 laboratórios credenciados pela ANVISA para análise de água para hemodiálise

## AMOSTRA

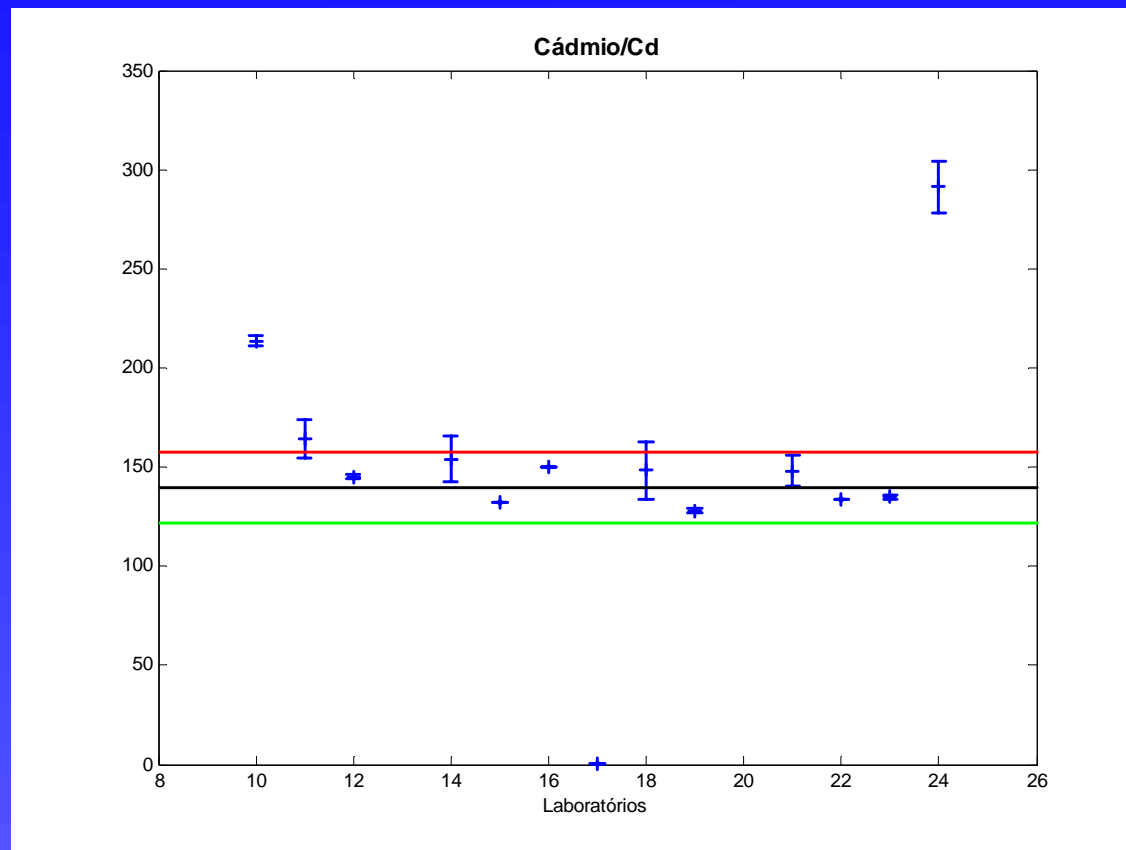
Padrão de água procedente do NIST (*National Institute of Standards and Technology*), dos EUA, já em frascos para serem distribuídos, contendo 21 elementos

<b>Al</b>	<b>B</b>	<b>Cd</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Pb</b>	<b>Sr</b>
<b>Ag</b>	<b>Ba</b>	<b>Co</b>	<b>Fe</b>	<b>Mo</b>	<b>Sb</b>	<b>Ti</b>
<b>As</b>	<b>Be</b>	<b>Cr</b>	<b>Li</b>	<b>Ni</b>	<b>Se</b>	<b>V</b>

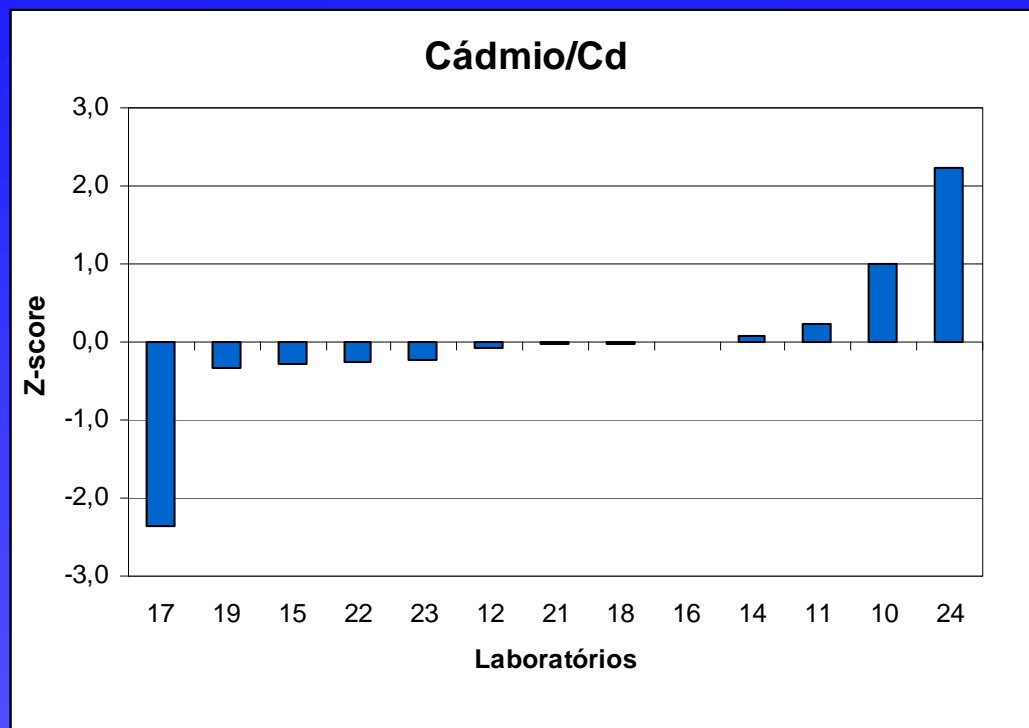
## MODO DE OPERAÇÃO

- Os participantes foram codificados
- Cada participantes recebeu uma amostra de água
- Os participantes analisaram o máximo de elementos possíveis
- Os resultados foram encaminhados ao IPT, com suas respectivas incertezas

O resultado de cada participante foi colocado em gráfico tendo como referência o valor do padrão do NIST



Gráficos do tipo *z-score* foram construídos considerando a média de consenso obtida a partir dos resultados de todos os participantes



Elemento	Laboratório participante													
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	21	22	23	24
Al	Red	Grn	Grn	Wh	Red	Red	Yel	Wh	Red	Red	Wh	Red	Red	Wh
Ag	Red	Wh	Yel	Wh	Wh	Wh	Yel	Red	Wh	Yel	Yel	Red	Red	Wh
As	Wh	Red	Red	Wh	Wh	Red	Yel	Wh	Grn	Red	Wh	Wh	Red	Wh
B	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh
Ba	Wh	Wh	Yel	Wh	Red	Grn	Yel	Wh	Grn	Grn	Red	Grn	Grn	Wh
Be	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh
Cd	Red	Red	Grn	Wh	Grn	Grn	Grn	Grn	Grn	Grn	Grn	Grn	Grn	Red
Co	Red	Wh	Yel	Wh	Wh	Grn	Yel	Red	Grn	Red	Red	Yel	Red	Red
Cr	Red	Red	Wh	Wh	Wh	Wh	Yel	Wh	Grn	Red	Red	Red	Grn	Red
Cu	Grn	Red	Yel	Wh	Red	Grn	Yel	Grn	Wh	Red	Red	Grn	Grn	Red
Fe	Red	Grn	Grn	Wh	Red	Wh	Yel	Wh	Grn	Grn	Red	Grn	Grn	Red
Li	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Yel	Wh	Red	Red	Red
Mn	Wh	Grn	Red	Wh	Red	Red	Yel	Grn	Grn	Red	Red	Grn	Grn	Wh
Mo	Grn	Grn	Yel	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Grn	Red	Wh	Grn	Wh
Ni	Grn	Red	Grn	Wh	Wh	Red	Yel	Red	Wh	Grn	Grn	Grn	Grn	Red
Pb	Red	Red	Yel	Wh	Red	Wh	Yel	Red	Grn	Red	Red	Yel	Red	Red
Sb	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Grn	Red	Wh	Red	Wh
Se	Wh	Grn	Grn	Wh	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Red	Red	Wh	Grn	Wh
Sr	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh
Ti	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Yel	Yel	Wh	Yel	Wh
V	Wh	Wh	Yel	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Wh	Grn	Yel	Wh	Red	Wh

Legenda:

- Média enviada pelo laboratório está dentro do intervalo de tolerância delimitado pelo valor de referência do NIST e sua incerteza
- Média enviada pelo laboratório está fora do intervalo de tolerância delimitado pela valor de referência do NIST e sua incerteza multiplicada por dois
- Resultado não colocado no gráfico por não ser um valor numérico absoluto
- Não participou deste ensaio.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

- O gerenciamento de programas interlaboratoriais requer mais do que a simples aplicação de métodos estatísticos.
- É necessário ter conhecimento sobre a natureza dos materiais e domínio sobre os procedimentos analíticos
- Os modelos estatísticos devem ser adequados ao objetivo do programa e à sua situação
- O PI deve representar um ganho para o participante.



# IPT

Instituto de Pesquisas Tecnológicas



Rede Brasileira de  
Medições em Química

# FIM

[malu@ipt.br](mailto:malu@ipt.br)

[www.ipt.br](http://www.ipt.br)

IV METROCHEM

IV Congresso Internacional sobre Rastreabilidade em Medições Químicas e Garantia da Qualidade