

PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA EM AMOSTRAGEM COM BOMBA DE BAIXA VAZÃO EM SP



Produto: Água Bruta

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2018
MOD04 rev15

Última atualização: 10/04/18

Realização e Apoio:



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

AV. ASSIS BRASIL, 8787 - CEP 91140-001 PORTO ALEGRE - RS - BRASIL
FONE/FAX: (0XX51) 3347-8745 - 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 Programa de Ensaios de Proficiência em Amostragem – Bomba de Baixa Vazão em SP de 2018 da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O Programa de Ensaios de Proficiência em Amostragem – Bomba de Baixa Vazão 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 – Bomba de Baixa Vazão em SP.

Integrantes do Grupo Técnico de Amostragem – Bomba de Baixa Vazão em SP:

Nome	Entidade	E-mail
Patrícia Ruiz*	Soldí Ambiental	patricia.ruiz@soldiambiental.com.br

* 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

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

• RECONHECIMENTOS

A Rede Metrológica RS é acreditada pela CGCRE para EP de Amostragem como PEP N°002. 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 Programa de Ensaios de Proficiência em Amostragem – Bomba de Baixa Vazão em SP da Rede Metrológica RS em parceria com a Soldí Ambientais 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.soldiambiental.com.br, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.



O número mínimo de participantes será de 12 participantes em cada matriz. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

• **CERTIFICADOS**

A Rede Metrológica RS fornecerá, no final da rodada, para a Soldi Ambiental os certificados de participação de cada participantes do PEP.

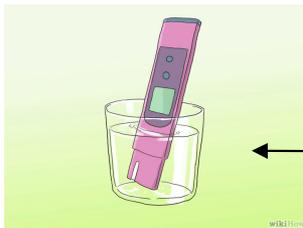
• **ITENS DE ENSAIO E RODADA**

O PEP em Amostragem – Bomba de Baixa Vazão em SP será realizado, em 2018, em 01 rodada e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada única – Agua bruta (situação simulada em caixa d’água)			
pH	-	Não aplicável	O laboratório coletará a amostra e quantidade necessária.
Condutividade	uS/cm		
ORP	mV		
Oxigênio Dissolvido (OD)	mg/L de O2		
Temperatura da água	°C		

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

Exemplo (fictício):



Medida 01 e Medida 02 (ensaios em duplicata – 02 medições sucessivas) no mesmo recipiente que pode ser: frasco ou balde ou coletor.

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 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)**

Rodada: Para a coleta/medição com Bomba de Baixa vazão, o local definido será a Bioagri São Paulo de Piracicaba (Dia 10/05/18 às 9h). Nessa coleta será realizada uma situação simulada em caixa d’água onde os laboratórios deverão trazer sua estrutura de coleta para montagem e acrescentar sua bomba na caixa, conforme fotos abaixo.

PEP EM AMOSTRAGEM - BOMBA DE BAIXA VAZÃO EM SP



Colocação das bombas na caixa d'água



Execução das medições simultâneas no local de amostragem

Para a rodada o laboratório/empresa deverá levar:

- 15m de mangueira,
 - Bomba de amostragem (peristáltica ou de bexiga)
 - Célula de fluxo
 - Equipamento multiparâmetros que atendam aos métodos de ensaio estabelecidos neste programa
 - Soluções MR e MRC para verificação e ajuste
 - Mesa de apoio
 - Guarda sol ou equivalente, caso necessário.
-
- **PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (ADIÇÃO E FORMULAÇÃO)**

A preparação das 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 nos dias das coletas os laboratórios participantes tragam todo material para amostragem: equipamentos (pHmetro, condutivímetro, termômetros, etc), bombas e acessórios, frascos para coleta e material de apoio, bem como fichas para registrarem os resultados obtidos.



Os ensaios de Sólidos Dissolvidos Totais, usualmente, podem ser analisados no laboratório. O participante deverá levar materiais apropriados para a coleta e transporte da amostra.

- **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 estabilidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência. Os laboratórios subcontratados acreditados para a realização dos testes serão Bioagri Ambiental (CRL 0172 Rua Aujovil Martini, 201 – Piracicaba/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**.

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

- **ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO**

O Programa de Amostragem – Bomba de Baixa Vazão em SP não prevê envio de itens de ensaio.

- **ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO**

Os participantes do Programa de Ensaios de Proficiência em Amostragem devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticas **sugeridos e equivalentes** para o programa estão disponível no anexo de cada Estado.

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
Temperatura – água	Medição direta – (Informar instrumento)
Condutividade	Condutivimétrico
pH	Potenciométrico
OD	Luminescência, eletrodo de membrana
ORP	Eletrométrico

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 da 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.redemetrologica.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 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.

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 score.



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 Soldí Ambiental. Os valores da rodada devem ser verificados juntamente com a empresa parceira Soldí Ambiental.

• CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2018

- Fevereiro/Março: Inscrições abertas;
- 20/04/08: fim das inscrições;
- 10/05/18: coleta com bomba de baixa vazão;
- 18/05/18: envio dos resultados através do site da RMRS;
- 18/07/18: envio do relatório.

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 Ensaios de Proficiência

RM 36 - Procedimento para realização de Ensaios de Proficiência.

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referencia e Calculo de Incerteza na área de Ensaios

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas
