

PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA



MEDIÇÃO DE pH

7ª Edição/2019

Rev.02

Emissão 23/09/2019

ÍNDICE

1.INTRODUÇÃO.....	3
2.OBJETIVO.....	4
3.COORDENAÇÃO	4
4.PARTICIPANTES.....	5
5.PROGRAMA OFERECIDO	5
5.1. Atividade Subcontratada	5
6.ARTEFATOS, AMOSTRAS E CORPOS DE PROVA.....	5
7.CONFIDENCIALIDADE	6
8.COMO SE INSCREVER	6
9.CRONOGRAMA	6
10.ENVIO DOS ARTEFATOS, AMOSTRAS E CORPOS DE PROVA	7
11.MÉTODO DE MEDIÇÃO	8
12.LOGÍSTICA DO PROGRAMA	8
13.REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS.....	9
14.ANÁLISE DOS RESULTADOS	9
15.RELATÓRIO	12
16.CERTIFICADOS	12
17.CUSTOS.....	12
18.REFERÊNCIAS NORMATIVAS	13

1. INTRODUÇÃO

A Rede Metrológica do Estado de São Paulo – REMESP é uma associação técnica sem fins lucrativos fundada em 1998, que tem por objetivo o atendimento das necessidades técnicas dos laboratórios e dos usuários de serviços de metrologia, bem como a disseminação da cultura metrológica.

Desde 2002, a REMESP promove Programas de Ensaio de Proficiência, os quais se encontram registrados na base de dados de provedores de ensaios de proficiência EPTIS - European Proficiency Testing Information System. A partir de março de 2017 a REMESP é acreditada pela Cgcre como Provedor de Ensaio de Proficiência, sob o número PEP 0017 conforme a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043. Ao longo destes anos a REMESP tem procurado inovar e aprimorar seus Programas com o propósito de atender da melhor maneira às expectativas dos laboratórios participantes.

A participação em Programas de Ensaio de Proficiência é um dos requisitos para o processo de acreditação de laboratórios e uma ferramenta fundamental para que o laboratório possa monitorar a qualidade de suas atividades, atendendo a requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025.

Um Programa de Ensaio de Proficiência envolvendo diversos laboratórios requer uma estrutura organizacional adequada e um forte comprometimento dos participantes no cumprimento das condições pré-estabelecidas. É uma forma prática e eficiente de avaliação conjunta de laboratórios, que adicionalmente possibilita um importante intercâmbio de conhecimento entre os participantes.

A participação nesse tipo de Programa pode trazer retornos significativos aos laboratórios e às suas empresas, tanto técnico quanto financeiro. A participação sistemática é um mecanismo de monitoramento muito útil na verificação do desempenho técnico dos laboratórios. Da mesma forma possibilita o aprimoramento da competência técnica e a identificação das necessidades de correção e de treinamento, com base nas evidências relacionadas com os resultados obtidos pelos laboratórios na participação desses programas.

Com a contínua disseminação de conceitos de gestão da qualidade e metrologia, os usuários de serviços de ensaios e calibração vêm adquirindo um conhecimento teórico e experiência prática cada vez maior, o que os torna cada vez mais críticos e exigentes na

realização e na contratação de serviços de ensaios e de calibração, o que é fundamental na geração de produtos confiáveis.

A REMESP com a sua competência técnica e atuando de maneira articulada com laboratórios de referência de outras instituições de renome, goza de alta credibilidade junto ao mercado e comunidade acadêmica.

Com essa infraestrutura e o seu caráter de total imparcialidade em avaliações técnicas como as realizadas por meio de Programas de Ensaios de Proficiência, a REMESP mais uma vez cumpre o seu papel, ampliando o oferecimento de seus serviços com a promoção de mais esta edição de PEP na área de metrologia.

2. OBJETIVO

- ✓ Atender aos requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025;
- ✓ Avaliar e comparar resultados de diferentes laboratórios;
- ✓ Determinar o desempenho individual de laboratórios para o(s) ensaio(s) proposto(s);
- ✓ Monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios;
- ✓ Detectar e identificar problemas nas medições e possibilitar ações corretivas;
- ✓ Fornecer evidências agregando valor ao controle de qualidade dos serviços;
- ✓ Gerar confiança adicional aos clientes do laboratório.

3. COORDENAÇÃO

A Coordenação dos Programas de Ensaio de Proficiência é de responsabilidade da REMESP, que mantém uma equipe para a operacionalização dos Programas apresentada a seguir:

- ✓ Coordenador Técnico: Esp. Aleksander Luiz Possebon – REMESP;
- ✓ Gerente da Qualidade e Coordenadora: Quím. Renata Cardoso de Sá – REMESP;
- ✓ Especialista: Rodoval Raimundo Filho – Visomes Comercial Metrológica Ltda.
- ✓ Especialista: Técnico Quím. Patricia Almendro Ruiz – Soldí Ambiental.

Contatos

- ✓ Esp. Aleksander Luiz Possebon – pep@remesp.org.br
- ✓ Quím. Renata Cardoso de Sá – qualidade@remesp.org.br

4. PARTICIPANTES

Poderá participar deste programa de ensaio de proficiência qualquer laboratório que execute ensaios de pH em matrizes ambientais, seja ele de indústria, de empresas privadas, de empresas públicas, de associações, de institutos de pesquisa ou de universidades, sejam eles associados ou não à Remesp.

5. PROGRAMA OFERECIDO

O Programa de Ensaio de Proficiência de acordo com os requisitos estabelecidos pela norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 consiste na medição de pH, em 1 solução de pH a 25°C, possibilitando aos laboratórios avaliar o seu desempenho.

A escolha da amostra acima e suas características metrológicas foi efetuada com base em informações apuradas em reunião efetuada com especialistas, buscando o melhor atendimento ao documento normativo do Inmetro NIT-DICLA-026 de acordo com as diferentes faixas de medição existentes dentro do escopo dos laboratórios que efetuam ensaios nesta grandeza em matrizes ambientais.

5.1. Atividade Subcontratada

A preparação, envase, testes de homogeneidade, estabilidade e compor o valor designado da amostra deste Programa de Ensaio de Proficiência são realizados pela Visomes Comercial Metrológica Ltda., localizada na Rua Joaquim dos Santos, 181, Cidade Dutra, São Paulo, SP, dentro dos padrões requeridos pela ABNT NBR ISO 17034:2017, na ABNT ISO Guia 35 e na norma ISO 13528. O valor de pH estabelecido para a amostra deste PEP foi definido com a confiabilidade metrológica requerida, tendo a sua rastreabilidade estabelecida segundo padrões internacionais.

6. ARTEFATOS, AMOSTRAS E CORPOS DE PROVA

Será distribuído aos participantes um frasco de 250 mL de amostra para a medição de pH. Este frasco será acondicionado em embalagem cilíndrica de papelão (tubolata) e inserido em caixas de isopor que serão lacradas. No rótulo do frasco constará o nome do Programa de Ensaio de Proficiência Medição de pH.

7. CONFIDENCIALIDADE

Os laboratórios participantes serão codificados aleatoriamente, de modo que o programa mantenha a confidencialidade dos participantes.

Este código será atribuído pela REMESP e será de conhecimento somente do participante cabendo ao responsável pelo laboratório a sua guarda e segurança. Os laboratórios receberão seu código via correio eletrônico.

Em circunstâncias excepcionais, uma parte interessada ou uma autoridade regulamentadora poderá requerer que os resultados do ensaio de proficiência sejam fornecidos e, neste caso, a REMESP somente irá fornecer com uma solicitação formal e autorização do (s) participante (s) envolvido (s).

8. COMO SE INSCREVER

Os laboratórios interessados em participar devem preencher completamente o formulário eletrônico disponível no site www.remesp.org.br.

Para os laboratórios localizados fora do Estado de São Paulo a inscrição será aprovada mediante consulta prévia do CEP do laboratório no banco de dados da empresa contratada pela REMESP para fazer o transporte das amostras deste Programa, pois este serviço de transporte possui uma área de cobertura pré-definida e não atende cidades localizadas em áreas remotas, ou seja, de difícil acesso.

9. CRONOGRAMA

O cronograma previsto de realização seguirá as seguintes datas:

- ✓ Encerramento das inscrições: 23 de outubro de 2019;
- ✓ Início das comparações: 02 de dezembro de 2019;
- ✓ Fim das comparações: 20 de dezembro de 2019;
- ✓ Envio do relatório aos participantes: janeiro de 2020;

- ✓ Reunião de apresentação do relatório: fevereiro de 2020 (caso a realização seja necessária);
- ✓ Término do Programa - Relatório final: março de 2020.

Nota₁: As datas exatas serão informadas ao participante por e-mail.

Observações:

- ✓ Comentários, sugestões ou retificações que eventualmente existam deverão ser feitos no momento do recebimento e análise do Relatório Preliminar;
- ✓ Após o término do Programa e o subsequente envio do Relatório Final, não mais serão aceitas considerações por parte dos participantes que venham a alterar o seu conteúdo;
- ✓ A data para o término das comparações, bem como o da emissão dos relatórios poderão ser alteradas em função do número de participantes inscritos;
- ✓ Caso haja necessidade de cancelamento da rodada, o participante será avisado como no mínimo 15 (quinze) dias de antecedência;
- ✓ O cancelamento da participação do laboratório na rodada só será aceito se for solicitado com no mínimo 15 (quinze) dias de antecedência da data de envio ds amostras. O cancelamento deve ser manifestado por e-mail pelo responsável do laboratório.

Nota₂: Nos casos de cancelamento, os valores pagos serão automaticamente transferidos para o pagamento de uma futura rodada deste programa.

10. ENVIO DOS ARTEFATOS, AMOSTRAS E CORPOS DE PROVA

A amostra será enviada aos participantes por meio de transportadora cadastrada na REMESP e a amostra será embalada de modo a minimizar as influencias climáticas que possa haver.

No ato do recebimento das amostra deste Programa, o laboratório deverá realizar uma inspeção visual nas amostras e preencher o formulário denominado “Controle de

Chegada da (s) Amostra(s)", disponíveis do site da www.remesp.org.br, sendo que estes devem ser encaminhados por e-mail à REMESP em formato PDF.

É de responsabilidade dos envolvidos o manuseio cuidadoso da amostra, o qual será devidamente identificado pela REMESP. A identificação correta das amostras é muito importante e deve ser realizada pelos laboratórios nas planilhas em que constam os resultados a serem enviados à REMESP.

11. MÉTODO DE MEDIÇÃO

Os procedimentos de medição utilizados deverão ser os de rotina dos laboratórios, sugerindo-se que seja utilizado o método que emprega a melhor capacidade de medição, e que sejam seguidas as recomendações feitas pela Coordenação Técnica deste Programa.

O laboratório deverá realizar 05 (cinco) medições da amostra enviada, em ocasiões diferentes. As instruções apresentadas na planilha de resultados bem como as notas explicativas registradas em cada campo devem ser seguidas para o correto preenchimento da referida planilha.

A comparação dos resultados dos participantes será feita contra os valores designados e suas incertezas, para cada um dos materiais de ensaios fornecidos pelo produtor Visomes Comercial Metrológica Ltda. a serem estabelecidos pela Coordenação do Programa. A rastreabilidade metrológica dos valores designados e de suas respectivas incertezas estão associadas aos padrões internacionais.

Para os laboratórios que apresentarem incerteza de medição, é recomendável que as incertezas de medição sejam calculadas de acordo com o "ISO GUM – *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements – 2008*" ou documento normativo do INMETRO NIT-DICLA-021 - Expressão da incerteza de medição. Os fatores de influência para o cálculo da incerteza deverão estar explicitados na planilha de resultados.

12. LOGÍSTICA DO PROGRAMA

Na data de início do Programa será encaminhado o Cronograma, detalhando o período que laboratório deverá efetuar os ensaios.

O laboratório terá **5 (cinco) dias úteis para realizar as medições**, não considerando o dia do recebimento, para efetuar os ensaios, garantindo o cumprimento do cronograma elaborado pela REMESP, conforme informado no item 9.

O laboratório que não puder, por motivo excepcional, realizar o ensaio na data proposta, deverá comunicar imediatamente à REMESP.

Em caso de qualquer dano e/ou perda da amostra, será cobrada uma multa equivalente ao valor do mesmo. Por este motivo, o laboratório deve ter cuidado no manuseio e guarda da amostra.

13. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

O laboratório deverá efetuar a medição, preencher a planilha eletrônica de resultados em formato Excel e gerar um arquivo em PDF e Excel, incluindo todos os dados relevantes ao ensaio e encaminhá-las para o e-mail pep@remesp.org.br, garantindo o cumprimento do cronograma do programa mencionado no item 9.

O envio dos resultados após o prazo excluirá automaticamente o participante da rodada, não cabendo pedidos de cancelamento de qualquer espécie.

Nota₃: Os participantes poderão solicitar uma verificação da avaliação de seu desempenho no programa de ensaio de proficiência por meio do e-mail qualidade@remesp.org.br.

14. ANÁLISE DOS RESULTADOS

14.1. Valores Designados

O valor designado da amostra, bem como sua incerteza será determinado pelo certificado emitido pelo produtor do Material de Referência.

14.1. Verificação do Desempenho

14.2.1 Determinação dos Valores para Erro Normalizado (E_n)

Para a interpretação dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes que apresentaram a incerteza de medição e análise do desempenho, será utilizado o Erro Normalizado (E_n), que é dado pela expressão^[4]:

$$E_n = \frac{V_{lab} - V_{des}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{des}^2}}$$

Onde:

V_{lab} – Valor obtido pelo laboratório participante;

V_{des} – Valor designado;

U_{lab} – Incerteza expandida do laboratório participante;

U_{des} – Incerteza expandida do valor designado.

14.2.2 Verificação de Desempenho

Desempenho satisfatório:

O laboratório é considerado como tendo desempenho satisfatório quando o erro normalizado, calculado a partir dos seus valores obtidos na medição e dos valores designados, para uma determinada amostra circulante, for ≤ 1 .

Desempenho insatisfatório:

O laboratório é considerado como tendo desempenho insatisfatório quando o erro normalizado, calculado a partir dos seus valores obtidos na medição e dos valores designados, para uma determinada amostra circulante, for $|E_n| > 1$.

Nota1: Uma incerteza expandida (U_{lab}) muito elevada, apresentada por um laboratório, pode resultar em um $|E_n| \leq 1$ “explicando” assim um resultado (V_{lab}) muito discrepante em comparação ao valor designado e induzindo desta forma a uma avaliação como laboratório com desempenho satisfatório quando na realidade seus resultados são insatisfatórios.

14.2.3 Gráfico de Tendência

O gráfico de tendência mostra o posicionamento dos resultados de todos os laboratórios participantes em relação ao valor designado, bem como suas respectivas incertezas expandidas. Deve ficar bem claro que os gráficos apresentados são apenas uma ilustração dos dados, permitindo somente que se realize uma comparação visual de todos os resultados e suas incertezas. Ele não deve ser utilizado para avaliar a aceitação dos resultados. Isto é realizado pelo Erro Normalizado (E_n).

14.2.4 Determinação dos Valores para z score

A avaliação dos resultados obtidos pelos participantes do Programa será feita utilizando o critério do z score, que é uma medida relativa da distância do resultado apresentado por um laboratório específico em relação ao valor designado utilizado no ensaio de proficiência e, portanto, serve para verificar se o resultado da medição de cada participante está em conformidade com o valor designado.

$$z = \frac{(x - X)}{\hat{\sigma}}$$

Onde:

x = resultado de ensaio obtido pelo participante;

X = valor designado;

$\hat{\sigma}$ = incerteza padrão combinada do valor designado.

14.2.5 Verificação do desempenho

Laboratórios com bom desempenho em seus processos de medição devem apresentar seus resultados fora do intervalo $-2 < z < 2$, em somente 5% das vezes, e fora do intervalo $-3 < z < 3$, em somente 0,3% das vezes. Portanto, a probabilidade é tão pequena para processos de medição bem controlados, que caso isto ocorra é quase que certamente indicação de desempenho insatisfatório. Adota-se, portanto, a seguinte classificação:

$|z| \leq 2$ Desempenho Satisfatório

$2 < |z| < 3$ Desempenho Questionável

$|z| \geq 3$ Desempenho Insatisfatório

14.2.3 Gráfico "Z-Score"

O gráfico "Z-Score", é um gráfico de barras onde normalmente é colocada nas abscissas a codificação dos laboratórios e nas ordenadas o valor obtido do Z-Score, em ordem crescente, para cada participante e apresentando os limites superiores e inferiores, $Z\text{-Score} = |2|$ e $Z\text{-Score} = |3|$, utilizados na avaliação do desempenho.

15. RELATÓRIO

Com base na análise dos resultados recebidos dos laboratórios participantes, será elaborado um relatório, que será previamente distribuído aos participantes para sugestões e comentários, o qual fornecerá todos os valores e cálculos estatísticos referidos no item anterior.

Após esta etapa, será elaborado o Relatório Final e disponibilizado no site www.remesp.org.br. Todos os participantes receberão por e-mail um link para acessar o relatório. Este fornecerá todos os valores e cálculos estatísticos referidos no item 14.

16. CERTIFICADOS

Ao final do Programa, a REMESP enviará um certificado de participação a todos os laboratórios participantes. Qualquer pedido de emissão de novas vias somente será atendido mediante pagamento de uma taxa definida pela REMESP.

17. CUSTOS

Os pagamentos das inscrições no Programa devem ser feitos por meio de boleto bancário, o qual será encaminhado via e-mail pelo departamento financeiro da REMESP, após o recebimento da ficha de inscrição.

Favor observar a data limite para inscrição.

Tabela de Preços					
<i>Laboratórios Associados à REMESP</i>		<i>Laboratórios Associados às demais Redes Metrológicas Estaduais</i>		<i>Demais Laboratórios</i>	
<i>À Vista</i>	<i>Parcelas 2 Fixas</i>	<i>À Vista</i>	<i>Parcelas 2 Fixas</i>	<i>À Vista</i>	<i>Parcelas 2 Fixas</i>
R\$ 900,00	R\$ 450,00	R\$ 1.000,00	R\$ 500,00	R\$ 1.050,00	R\$ 525,00

*Para os laboratórios inscritos em outros Programas de Ensaio de Proficiência realizados pela REMESP no ano de 2018, será concedido desconto de 10% para pagamentos à vista.

18. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

- ✓ ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Versão Corrigida: 2017 – Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência;
- ✓ NBR ISO/IEC 17025:2017 – *Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração;*
- ✓ ISO 13528:2015 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons;*
- ✓ ABNT NBR ISO 17034:2017 - Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência
- ✓ ABNT ISO GUIA 35:2012 - Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação
- ✓ ISO 5725-2:1994 - *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
- ✓ *ISO GUM:2008 – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements;*
- ✓ NIT-DICLA-021:2013 rev.09 - Expressão da incerteza de medição por laboratórios de calibração.
- ✓ NIT-DICLA-026 - Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência.



Avenida Paulista, 2.200, 9º andar – Cj 91.

CEP: 01310-300 – São Paulo – SP

Tel. (11) 3283-1073 – Fax: (11) 3283-1073 ramal 29

www.remesp.org.br - pep@remesp.org.br
