

PROTOCOLO DE PLANEJAMENTO DO PEP nº 07/2023

Nome do PEP: **Programa Piloto de Ensaios de Proficiência em Amostragem com ensaios subsequentes e coleta para ensaios microbiológicos.**

Este Protocolo apresenta as atividades a serem realizadas no Programa de Ensaios de Proficiência (PEP) da empresa Conformita – Avaliação de Conformidade, provedora deste PEP. O Programa foi elaborado de acordo com a ABNT ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

OBJETIVOS

Este Programa tem o propósito de:

- determinar o desempenho 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 Conformita – Avaliação de Conformidade, CNPJ 27524069/0001-70, cujo endereço é Av. Dr. Nilo Peçanha, nº 3228, 2º andar, Bairro Jardim Europa, Porto Alegre.

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa
Marília Rodrigues (Coordenadora PEP)	pep@conformita-rs.com.br / Cel: 51 9 9846-3926	Conformita
Andréa Vidal dos Anjos	contato@conformita-rs.com.br	
Etiene Benini Mendes		

A equipe Conformita possui um Grupo Consultivo de Especialistas subcontratados da área para suporte técnico. Segue:

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa ou Instituição
Andréa Vidal dos Anjos	contato@conformita-rs.com.br	Conformita

PARTICIPANTES DO PROGRAMA DO PEP

O PEP da Conformita está aberto a todos os laboratórios de ensaios com atuação na área do programa que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site <https://www.conformita-rs.com.br> em Serviços – Ensaios de Proficiência, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 12 e o número máximo de inscritos será de 25 laboratórios. Cada laboratório receberá um código para identificação no programa que garantirá a confidencialidade do laboratório no PEP. Somente o laboratório e a Coordenação do PEP da Conformita saberão este código e, caso seja solicitado por escrito por órgão regulador da área afim, será informado.

ITENS DE ENSAIO E RODADA:

O PEP em Amostragem e coleta para ensaios microbiológicos será realizado em 01 rodada(s) e contará com os seguintes parâmetros para serem medidos:

1.1 ENSAIOS

Tabela 1			
Matriz	Parâmetro	Número casas decimais para cada parâmetro	Unidade de medida
Água bruta	Amostragem – ensaios subsequentes		
	Temperatura - AR	02	°C
	Temperatura – Água*	02	°C
	pH*	01	-
	Condutividade à 25°C	Nº inteiro	µS/cm
	OD*	Nº inteiro	mg/L de O ₂
	ORP*	Nº inteiro	mV
	Turbidez*	01	NTU
	Ensaio microbiológicos (análises em laboratório)		
	<i>E. coli</i> *	Nº inteiro	NMP/100mL
	Coliformes totais	Nº inteiro	NMP/100mL
	CBH	Nº inteiro	UFC/mL

*Ensaio onde serão feitos os testes de homogeneidade.

As análises propostas deverão ser realizadas em 02 vias, 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.

1.2 FAIXAS DE CONCENTRAÇÃO

Tabela 2 – Faixas de concentração				
Matriz	Parâmetro	Mínima – Máximo**	Unidade de medida	Critério CV interno
Água bruta	Temperatura - AR	15,00 – 35,00 °C	°C	5%
	Temperatura – Água	10,00 – 40,00 °C	°C	5%
	pH	4,0 - 15,0	-	5%
	Condutividade à 25°C	30 - 500	µS/cm	5%
	OD	5 - 30	mg/L de O ₂	10%
	ORP	- 400 a 400	mV	10%
	Turbidez	<LQ a 50	NTU	15%
	<i>E. coli</i>	100 - 9000	NMP/100mL	15%
	Coliformes totais	100 - 9000	NMP/100mL	15%
	CBH	100 - 9000	UFC/mL	15%

**As faixas são uma estimativa das concentrações do lago do local.

1.3 MÉTODOS EQUIVALENTES

Tabela 3 – Métodos equivalentes		
Matriz	Parâmetro	Técnicas/Métodos
Água bruta	Temperatura - AR	Medição direta
	Temperatura – Água	Medição direta
	pH	Eletrométrico ou Potenciométrico
	Condutividade à 25°C	Condutivimétrico
	OD	Eletrométrico, Luminescência ou titulométrico de Winckler
	ORP	Eletrométrico ou Potenciométrico
	Turbidez	Turbidimétrico ou Nefelométrico
	<i>E. coli</i>	Substrato enzimático– cartela; Substrato enzimático– Tubo múltiplos; Técnica fermentação da lactose
	Coliformes totais	Substrato enzimático– cartela; Substrato enzimático– Tubo múltiplos; Técnica fermentação da lactose
CBH	Pour plate, Spread plate, Membrana filtrante.	

ATENÇÃO: 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 Consultivo do programa na área, sendo aprovadas pela equipe da Conformità.

POTENCIAS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste PEP o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, deverá 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.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Neste PEP os laboratórios deverão realizar as coletas e as medições em campo. No dia agendado, conforme cronograma, os laboratórios inscritos deverão se direcionar, conforme horário com todo seu material de coleta (sondas, frascos, caixas térmicas, gelox, MRC e demais equipamentos e materiais que considere adequados) para realizar as medições e coletas em campo. No local da coleta, os laboratórios serão orientados por ordem de chegada, para que um técnico por laboratório realize todo o processo da amostragem com ensaios subsequentes e junto a coleta para ensaios microbiológicos, conforme orientação da Conformità. As coletas serão realizadas no Lago do Jardim Botânico de Porto Alegre/RS (Localização: Dr. Salvador França, 1427).

TESTES DE HOMOGENEIDADE E/OU ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO COMPETENTE)

A Conformità realiza análise estatística em relação à homogeneidade e/ou estabilidade. A homogeneidade e/ou estabilidade verifica se há variabilidade significativa entre as amostras, já a estabilidade entre os dias de ensaio (no caso para os parâmetros microbiológicos). Para os parâmetros relacionados na Tabela 1 e assinalados com *, os ensaios para evidenciar a homogeneidade e/ou estabilidade serão realizados pelo laboratório Hidrobrasil designado como subcontratado acreditado – CRL 1362 (R. Ary Dias Ferreira, 260 - Niterói, Canoas - RS, 92130-500).

Norma estatística utilizada: A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia. A norma utilizada para avaliação de desempenho e

testes de homogeneidade é a ISO 13528 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma ABNT NBR ISO/IEC 17043.

ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

Os participantes do PEP deverão utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio. Os métodos/técnicas analíticos sugeridos e equivalentes para o programa estão relacionados na tabela 3.

As amostras do Programa devem ser tratadas pelos laboratórios como amostras de rotina.

REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os resultados serão enviados através de link que será disponibilizado pela Conformita para os laboratórios participantes nas instruções do PEP, identificando o laboratório com o código que será enviado para cada participante.

CONFIDENCIALIDADE

A política da Conformita visa manter confidencialidade sobre os resultados informados pelos participantes do PEP e declara Imparcialidade e Isenção no FG 008 – Termo de Imparcialidade e Confidencialidade - PEP.

INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES

Pode haver tendência entre os laboratórios em 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 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.

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/desvio designado.

Nota: o desvio designado poderá ser avaliado de outra forma, através da análise de dados e expertise do provedor. Essa informação constará no relatório com avaliação de desempenho.

A avaliação dos laboratórios em relação a sua precisão é realizada através do Coeficiente de Variação Interno (CVInterno). A fórmula e os critérios para interpretação dos resultados estão descritos a seguir:

- Fórmula para o Cálculo do CVInterno:

$$CV_{Interno}(\%) = \frac{(s_{Lab})}{\bar{X}_{Lab}} \times 100\%$$

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 CVInterno(%) < 10% = Resultado Satisfatório

Se CVInterno(%) ≥ 10% = Resultado Insatisfatório

Nota 1: Verificar critério do CV interno na Tabela 2.

Outras opções para designação do valor de referência (laboratórios de referência):

Os valores de consenso (X_{PT} e σ_{PT}) serão estimados por um ou mais laboratórios especialistas. Entende-se por laboratório especialista uma organização que seja reconhecida por sua expertise na área do EP, sendo preferencialmente acreditada e proficiente no ensaio realizado.

Valores designados por um Laboratório de Referência Único:

No caso de usar um laboratório especialista, o resultado de referência pode ser obtido dos testes de homogeneidade realizados (TH). As equações a seguir apresentam a estimativa dos valores designados neste caso.

$$X_{PT\ esp} = \frac{\sum Médias_{TH}}{n_{TH}}$$

$X_{PT\ esp}$ = Média das Médias dos Testes de Homogeneidade (TH)

$$\sigma_{PT} = \sqrt{(\sigma_{\bar{X}_{TH}})^2 + \left(\frac{R_{est}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{U_{Ref}}{k_{Ref}}\right)^2}$$

σ_{PT} = Desvio padrão do valor designado pelo laboratório especialista, sendo obtido através da combinação do desvio padrão das médias do teste de homogeneidade, amplitude dos testes de estabilidade (entre os dias avaliados) e a incerteza de medição do laboratório de referência (especialista). Existem casos onde a estabilidade é “não aplicável”.

Nota: convém realizar um teste de Grubbs para verificar se existem outliers nos dados que serão utilizados para gerar o valor de referência. O provedor deve avaliar se o(s) método(s) utilizado(s) para designar os valores de referência é(são) considerado(s) equivalente(s) aos métodos utilizados na rodada de comparação.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 06 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 (Coordenadora PEP).

RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela Conformità Avaliação da Conformidade um Relatório rodada do PEP, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- 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.

INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação sobre o Programa de Comparação Bilateral deverá registrar sua insatisfação pelo email pep@conformita-rs.com.br em até 7 dias após o envio do relatório.

INSCRIÇÕES

Os laboratórios que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Conformità, a rodada NÃO TERÁ CUSTO DE INSCRIÇÃO. **O único custo que o laboratório terá que arcar, é o seu deslocamento até o Jardim Botânico de Porto Alegre – RS, localizado na R. Dr. Salvador França, 1427 -**

Jardim Botânico, Porto Alegre - RS, 90690-000 e a entrada na área no valor de R\$ 6,00 (seis reais) por pessoa. O LABORATÓRIO TERÁ QUE PAGAR A TAXA DE ENTRADA NO JARDIM BOTÂNICO NO VALOR DE R\$ 6,00 POR PESSOA.

CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: 15 de novembro de 2023
- Envio das senhas: 24 de novembro de 2023
- DATA DA COLETA: **28 de novembro de 2023 às 13h30 no Jardim Botânico – Porto Alegre/RS.**
- Envio dos resultados (dados), via formulário eletrônico: 07 de dezembro de 2023.
- Divulgação do relatório aos participantes: até 05 de janeiro de 2024.

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa a coordenação do PEP da Conformita.

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.

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.

Porto Alegre, 28 de setembro de 2023.