



Séries Temáticas

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

Volume 2 Março 2006

www.anvisa.gov.br

Série

Habilitação

2

Laboratório

Seleção, uso e
interpretação de
programas de ensaios
de proficiência (EP)

por laboratórios - 2000

Seleção, uso e interpretação de programas de ensaios de proficiência (EP)

por laboratórios - 2000

CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA - CNI

Presidente: Armando de Queiroz Monteiro Neto

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - SENAI

Conselho Nacional

Presidente: Armando de Queiroz Monteiro Neto

SENAI - Departamento Nacional

Diretor-Geral: José Manuel de Aguiar Martins

Diretora de Operações: Regina Maria de Fátima Torres

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA

Diretor-Presidente: Dirceu Raposo de Mello

Diretores

Cláudio Maierovitch P. Henriques

Franklin Rubinstein

Maria Cecília Martins Brito

Vitor Hugo Costa Travassos da Rosa



Confederação Nacional da Indústria
Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
Departamento Nacional



Seleção, uso e interpretação de programas de ensaios de proficiência (EP)

por laboratórios - 2000

Séries
Temáticas

Laboratório

Série

Habilitação

2

Brasília
2006

© 2000. Eurachem Netherlands.

Direitos reservados desta edição, em língua portuguesa, para a ANVISA

ANVISA

Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública - GGLAS

SENAI/DN

Unidade de Tecnologia Industrial - UNITEC

Nota sobre a publicação

Este documento foi produzido pela Eurachem Netherlands, grupo-tarefa "Programas de ensaios de proficiência" (parte integrante do grupo de trabalho sobre "Estudos Interlaboratoriais") e o Laboratory of the Government Chemist (LGC), Reino Unido.

FICHA CATALOGRÁFICA

Brasil. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

Seleção, uso e interpretação de programas de ensaios de proficiência (EP) por laboratórios - 2000 / Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. - Brasília : Ministério da Saúde, 2006.

46 p. ; 21 cm. - (Série A. Normas e Manuais Técnicos) (Séries Temáticas da Anvisa. Série Habilitação; v. 2)

ISBN 85-334-1212-6 obra completa;

ISBN 85-334-1234-7 volume 2.

1. Laboratórios. 2. Garantia de qualidade. 3. Pessoal de laboratório.
I. Título. II. Série.

NLM QY 23-24

Catálogo na fonte - Coordenação-Geral de Documentação e
Informação - Editora MS - OS 2006/0836

ANVISA

Agência Nacional de
Vigilância Sanitária

Sede

SEP 515, Bloco B
Edifício Omega
70770-502 - Brasília - DF
Tel. (0xx61) 3448-6300
Fax: (0xx61) 3448-6295
E-mail: ouvidoria@anvisa.gov.br
reblas@anvisa.gov.br
<http://www.anvisa.gov.br>

SENAI

Serviço Nacional de
Aprendizagem Industrial
Departamento Nacional

Sede

Setor Bancário Norte
Quadra 1- Bloco C
Edifício Roberto Simonsen
70040-903 - Brasília - DF
Tel.: (0xx61) 3317-9544
Fax: (0xx61) 3317-9550
<http://www.senai.br>

Apresentação

É com enorme satisfação que colocamos à disposição dos profissionais de saúde do setor regulado, da comunidade acadêmica e dos demais interessados as “Séries Temáticas Anvisa”. Trata-se de uma nova linha editorial que vem suprir uma carência de publicações oficiais destinadas à orientação técnico-científica de diversos setores ligados à Vigilância Sanitária, somando-se a outras iniciativas editoriais no âmbito do Ministério da Saúde que visam a democratizar o acesso às informações em Saúde Pública, como direito de cidadania.

Sem periodicidade definida ou limitação de títulos, as “Séries Temáticas” fornecem às diversas áreas técnicas da Anvisa um canal apropriado de consolidação e disseminação de conteúdos específicos orientados para públicos de interesse, sempre levando em consideração os elementos de conveniência, oportunidade e prioridade dos temas propostos.

O assunto que inaugura as “Séries Temáticas” é Habilitação de Laboratórios. Nessa primeira série de publicações, o tema será abordado em dez volumes, resultantes de um acordo de cooperação entre a área de Laboratórios da Anvisa e a Rede EURACHEM, detentora original dos títulos traduzidos para o português. A Rede EURACHEM é formada por organizações nacionais européias que têm como objetivo o estabelecimento de um sistema de rastreabilidade internacional dos resultados de medição química, além de promover as boas práticas laboratoriais.

Esperando que esta publicação seja de significativa importância para os profissionais e usuários do Sistema Nacional de Vigilância Sanitária, colocamo-nos à disposição para o recebimento de comentários e de sugestões para as próximas edições das “Séries Temáticas Anvisa”.

ANVISA

Mensagem do Diretor-Geral do SENAI

A publicação da Série Temática da EURACHEM traz consigo a expectativa do SENAI de difundir conhecimento para a rede de laboratórios brasileiros, tornando acessíveis informações que contribuam para o seu desenvolvimento técnico-científico, com ganhos na produtividade, na qualidade dos produtos e serviços e na eliminação de desperdícios.

Sua elaboração e conseqüente disseminação fazem parte de uma sucessão de ações entre a Anvisa e o SENAI voltadas para laboratórios analíticos, explicitando a relação de cooperação entre as instituições para a promoção de ações que venham beneficiar a saúde pública.

Esperamos que essa iniciativa traga ganhos definitivos para toda a sociedade brasileira, seja contribuindo para a implementação das boas práticas laboratoriais - resultando em maior confiabilidade dos resultados analíticos -, como, também, promovendo a segurança dos produtos e serviços oferecidos à população.

José Manuel de Aguiar Martins
Diretor-Geral do SENAI

Mensagem da Presidente da EURACHEM

É com grato prazer que me dirijo à rede de laboratórios brasileiros, cuja missão é contribuir com as suas boas práticas e resultados analíticos de qualidade para a garantia e desenvolvimento do bem-estar público. Neste período de grande alerta e empenhamento coletivo em introduzir novos desenvolvimentos científicos e técnicos no sentido de garantir comparabilidade de resultados de medições, emergentes de cadeias de rastreabilidade bem definidas, por meio da utilização de metodologias validadas, é particularmente louvável o esforço sistemático de formação e desenvolvimento das instituições brasileiras, particularmente o que me é dado a perceber da Anvisa.

A EURACHEM é uma rede de organizações nacionais europeias, juntamente com a Comissão Europeia, que tem por objetivo estabelecer um sistema para a rastreabilidade internacional dos resultados de medições químicas e promover as boas práticas laboratoriais. Constituindo um foco para a química analítica e para as questões pertinentes de qualidade, a EURACHEM é um fórum propício à discussão de problemas comuns e ao desenvolvimento de abordagens informadas das questões técnicas e de política laboratorial. Laboratórios primários, de calibração e de serviços, sentem a necessidade de ver reconhecida a sua competência e a qualidade dos resultados que produzem e, para isso, procuram a habilitação por organismos nacionais ou internacionais independentes. Habilitados e habilitadores movem-se pela mesma exigência de qualidade e, assim sendo, os princípios orientadores serão os mesmos.

A EURACHEM, sensível e atenta às necessidades e prioridades dos laboratórios, tem, por intermédio dos seus grupos de trabalho, produzido guias temáticos, que, pela sua oportunidade, se têm revelado da mais elevada e vasta aceitação. Para mais fácil assimilação, são cada vez mais os países a reconhecer a necessidade e a levar à prática a preparação de traduções de alguns desses guias nas várias línguas, sendo já vários os países europeus cujas delegações nacionais da EURACHEM realizaram tal tarefa com sucesso gratificante. De todos, talvez o mais divulgado seja o Guia para a Quantificação da Incerteza em Medições Analíticas. De qualquer modo, todos eles estão completamente acessíveis na língua inglesa, livres de qualquer limitação de acesso ou impressão, na página da EURACHEM. Também por meio dos *links* às páginas das EURACHEM nacionais, é possível, em alguns casos, ter acesso às respectivas traduções. Igualmente, diversos organismos têm solicitado autorização para policopiar e divulgar pelos seus membros tais Guias, o que tem sido apoiado pela EURACHEM, salvaguardadas as questões de respeito pela propriedade intelectual. Mantendo forte colaboração com organismos internacionais afins e complementares, a EURACHEM prima por uma postura de correção científica e de harmonização de procedimentos e abordagens, o que cimenta e expande a sua missão.

Por uma feliz coincidência, a manifestação de interesse da Anvisa em traduzir os Guias da EURACHEM e torná-los acessíveis aos seus associados ocorre num período em que um químico analista português preside a EURACHEM. Em nome da instituição que represento e em meu nome pessoal, é com enorme orgulho e satisfação que aponho o meu nome a esta iniciativa da Anvisa e de seus dirigentes, que será, para além do que de positivo representa para a nação brasileira, um valioso contributo para o fortalecimento da aproximação entre os nossos dois países de língua portuguesa e destes com o mundo.

Lisboa, março de 2004.
Dra. Maria Filomena Gomes Ferreira Crujo Camões
Presidente da EURACHEM

Resumo

Este documento representa o estado da arte atual (2000) relativo à seleção e ao uso de programas de ensaios de proficiência e à interpretação de resultados e avaliações fornecidos em programas de ensaios de proficiência. Embora seja voltado principalmente para o pessoal de laboratórios analíticos, também é útil para clientes de laboratórios, assessores de órgãos de acreditação e outros usuários externos dos resultados dos programas de EP.

O uso correto e a interpretação dos resultados dos EP são complexos. Este guia foi elaborado para permitir aos usuários uma melhor compreensão dos ensaios de proficiência e de como usar os resultados por eles produzidos de uma maneira mais eficaz e apropriada. Ele fornece orientação ao pessoal de laboratório, em todos os níveis, sobre como dispor os resultados no contexto e como usá-los para obter um quadro global da qualidade de desempenho.

O Ensaio de Proficiência é uma ferramenta da garantia da qualidade em constante evolução. Dessa forma, este documento deve ser visto como um “documento dinâmico”, que deverá estar sujeito a revisão contínua ao longo dos próximos anos. À medida que ocorrerem avanços, o documento será revisado e, em seguida, versões atualizadas serão disponibilizadas.

Sumário

Apresentação

Mensagem do Diretor-Geral do SENAI

Mensagem da Presidente da EURACHEM

Resumo

| | | |
|----------|---|----|
| 1 | INTRODUÇÃO E ESCOPO | 11 |
| | 1.1 Fundamentos e motivação para este documento | 11 |
| 2 | FUNDAMENTOS E INTRODUÇÃO AOS ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA | 12 |
| | 2.1 Sistema de gestão da qualidade | 12 |
| | 2.1.1 Avaliação externa | 13 |
| | 2.2 Programas de ensaios de proficiência: uma introdução | 13 |
| | 2.2.1 Objetivos dos programas de ensaios de proficiência | 13 |
| | 2.2.2 Tipos de programas de ensaios de proficiência | 14 |
| | 2.2.3 Outros tipos de ensaios interlaboratoriais | 14 |
| 3 | SELEÇÃO DE PROGRAMAS DE EP | 15 |
| | 3.1 Como descobrir se um programa específico para ensaios de proficiência é organizado? | 15 |
| | 3.2 Como decidir se um programa de ensaios de proficiência é adequado? | 16 |
| 4 | INTERPRETAÇÃO DOS RELATÓRIOS DE EP | 17 |
| | 4.1 Estatística | 17 |
| | 4.1.1 Estatística Paramétrica | 19 |
| | 4.1.2 Estatística de distribuição livre e robusta | 20 |
| | 4.2 Níveis Subdivididos (split-level) | 22 |
| | 4.3 Índice-z | 22 |
| 5 | AÇÕES DO LABORATÓRIO | 25 |
| | 5.1 Avaliação | 25 |
| | 5.1.1 Avaliação de Curto Prazo | 25 |
| | 5.1.2 Avaliação em Longo Prazo | 26 |
| | 5.1.3 Desempenho Geral | 29 |
| | 5.2 Ações Corretivas | 29 |
| | 5.3 Tarefas e Funções | 31 |

| | | |
|--------------------|--|-----------|
| 5.3.1 | Analista/ gerente de laboratório | 31 |
| 5.3.2 | Gerente da Qualidade | 31 |
| 5.3.3 | Gerente Geral | 32 |
| 6 | CONCLUSÕES | 34 |
| REFERÊNCIAS | | 35 |
| APÊNDICE 1 | Julgamento da Relevância do Ensaio de Proficiência | 37 |
| APÊNDICE 2 | Dois Exemplos de Gráficos de Youden Típicos | 38 |
| APÊNDICE 3 | Lista de Verificação Para Análise dos Dados de Controle Interno da Qualidade | 39 |
| APÊNDICE 4 | Interpretação dos Resultados por Usuários Finais dos Dados Produzidos em Laboratórios Analíticos | 42 |
| APÊNDICE 5 | Sobre os Autores Deste Guia | 45 |

1.1 *Fundamentos e motivação para este documento*

Uma avaliação independente e regular do desempenho técnico de um laboratório é recomendada como um meio importante para assegurar a validade das medições analíticas e como parte integrante de uma estratégia global da qualidade. Uma alternativa comum para essa avaliação é o uso de programas independentes de ensaios de proficiência (EP). Um EP é um sistema para avaliação objetiva dos resultados de laboratório por meios externos e inclui a comparação regular dos resultados de um laboratório com os de outros laboratórios. Isso é realizado pelo coordenador do programa, que distribui regularmente amostras homogêneas de ensaios aos laboratórios participantes para análise e apresentação dos dados. Cada distribuição dos itens de ensaio é denominada de *rodada*. O principal objetivo de um EP é auxiliar os laboratórios participantes a determinar a exatidão [14] de seus resultados. Além disso, a participação em um EP é recomendada para laboratórios que buscam habilitação junto à norma da EN 45 001. Na verdade, tal participação é obrigatória em alguns setores.

Este documento pretende orientar analistas de laboratório, gerentes gerais e da qualidade sobre a seleção e uso dos programas de Ensaio de Proficiência (EP). Essas orientações objetivam explicar como os dados dos EP são produzidos e como tais dados devem ser interpretados para fornecer um quadro objetivo do desempenho individual dos laboratórios participantes, de um laboratório de mesma categoria e do EP como um todo.

Um grande volume de dados produzidos por muitos EP pode ser particularmente desanimador para muitos usuários desses dados, especialmente para profissionais com uma formação técnica relativamente limitada. Nessa situação, é passível a interpretação dos dados de forma incorreta, o que, muitas vezes, pode fornecer um quadro ilusório do desempenho dos laboratórios participantes. É, portanto, essencial que a interpretação de dados dos EP seja realizada de maneira adequada e equilibrada.

Embora especialmente voltado para laboratórios fornecedores de dados, devido ao crescente interesse demonstrado pelos usuários dos serviços de laboratório no desempenho dos EP, este documento também fornece orientação sob esse ponto de vista, o qual está incluído como um apêndice do relatório.

Embora a maioria dos EP esteja voltada para análises quantitativas, existem também programas qualitativos (biológicos etc.). Este documento, no entanto, está direcionado principalmente para programas quantitativos. Programas qualitativos não usam a mesma base estatística, e assim alguns dos princípios

assinalados neste relatório não são aplicáveis. Contudo, o mesmo grau de cautela e a colocação de resultados individuais no contexto global dos dados devem ser aplicados na interpretação de dados a partir de programas qualitativos.

Os EP são produzidos em benefício dos laboratórios participantes; entretanto, outras organizações vêm demonstrando interesse legal nesses programas. Essas organizações compreendem órgãos de habilitação, autoridades regulamentadoras e clientes de serviços de laboratório analítico. É importante que os coordenadores dos programas conheçam as necessidades dessas organizações para que sejam capazes de usar os dados dos EP a fim de auxiliar sua compreensão sobre as habilidades e competência dos laboratórios (ver Apêndice 4).

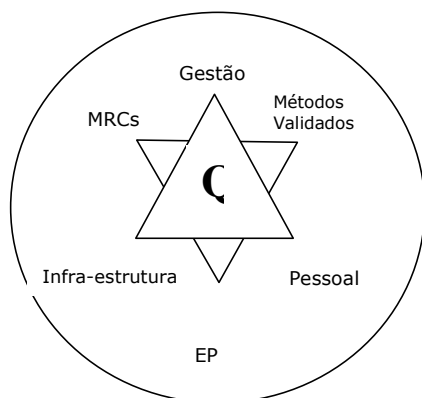
2. FUNDAMENTOS E INTRODUÇÃO AOS ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA

Nota: Embora alguns leitores estejam mais familiarizados com o tema dos ensaios de proficiência, esta seção foi incluída em benefício daqueles cujo conhecimento dos fundamentos dos EP é mais limitado.

2.1 Sistema de gestão da qualidade

Não se deve esquecer jamais que o EP consiste apenas em uma das ferramentas da garantia e do controle da qualidade. Outras ferramentas, como, por exemplo, materiais de referência certificados (MRC) e métodos validados, abordam diferentes tópicos do sistema de gestão da qualidade e são, também, de fundamental importância.

Sistema de Gestão da Qualidade (habilitado ou certificado)



2.1.1 Avaliação externa

Devido à importância de produzir dados analíticos adequados à sua finalidade, é importante que o laboratório não apenas produza os dados, mas também demonstre a exatidão e a capacidade de comparação dos mesmos por algum meio de avaliação externa. Uma forma de demonstrar a competência de um laboratório é conhecida como avaliação externa da qualidade e, para isto, existem duas maneiras principais e complementares.

A primeira delas é realizada por meio de inspeção física do laboratório, a fim de garantir que seus procedimentos do sistema da qualidade estejam de acordo com normas reconhecidas e bem estabelecidas — em outras palavras, avaliação ou habilitação por terceira parte.

A segunda delas, conhecida como ensaios de proficiência, é realizada por meio de avaliação de desempenho em comparações interlaboratoriais utilizando amostras distribuídas pelo provedor do programa. (Outros nomes podem ser usados para descrever os ensaios de proficiência, incluindo avaliação da qualidade, avaliação externa da qualidade ou EQA e ensaios de desempenho.)

2.2 *Programas de ensaios de proficiência: uma introdução*

2.2.1 Objetivos dos programas de ensaios de proficiência

Essencialmente, um EP verifica a capacidade dos laboratórios participantes por meio de uma avaliação estatística dos dados obtidos na análise de materiais numa distribuição centralizada. A cada laboratório é então fornecido um indicador numérico de sua competência — um índice ou escore de desempenho —, juntamente com informações sobre o desempenho do grupo como um todo, permitindo que a proficiência relativa ao mesmo seja comparada e avaliada. A participação em um programa de ensaios de proficiência também reforça o interesse na garantia da qualidade e fornece uma base para as ações corretivas no laboratório cujos dados não atingem o nível de aceitação requerido.

O objetivo geral dos ensaios de proficiência é o estímulo ao bom desempenho dos participantes e, sob essa lógica, um programa bem sucedido deve prestar certos tipos de informações para participantes e provedores.

Em primeiro lugar, deve permitir que o laboratório compare seu desempenho, em um determinado momento, com um padrão externo de desempenho - Qual a exatidão dos dados? Deve também permitir que o laboratório compare seu desempenho, num determinado momento, com seu desempenho no passado - Está se tornando melhor ou pior? Deve permitir que o laboratório compare seu desempenho com o de outros laboratórios num momento

específico - Como está seu desempenho dentro de seu “grupo de semelhantes”? Deve permitir que os provedores identifiquem os participantes cujo desempenho seja insatisfatório. Isso é particularmente importante para autoridades reguladoras. Finalmente, deve permitir que os provedores observem se existe uma melhoria geral de seu desempenho com o tempo - O sistema é eficaz? Está fazendo o seu trabalho para melhorar a qualidade das medições químicas?

2.2.2 Tipos de programas de ensaios de proficiência

Tradicionalmente, a participação em programas de ensaios de proficiência tem sido feita sob variadas circunstâncias. Alguns são “abertos” a qualquer laboratório, normalmente por uma taxa anual, outros são “fechados” ou a participação ocorre somente por convite. Independente da circunstância, existem basicamente dois tipos principais de programas:

1. Aqueles implementados para medir a competência de um grupo de laboratórios na determinação de uma análise muito específica, p.ex., chumbo em sangue ou o número de fibras de amianto em filtros de membrana.
2. Aqueles em que existe a necessidade de julgar a competência de um laboratório em relação a um campo ou tipo de análise (p.ex., análise de elementos traços por espectroscopia de absorção atômica ou análise de componentes alimentícios por HPLC). Devido à ampla gama de combinações possíveis de analito/matriz, não é viável aplicar testes abrangentes e, normalmente, escolhe-se uma análise representativa típica.

Cada um desses dois tipos principais de EP pode ser subdividido em três categorias adicionais:

1. Quando a amostra a ser testada passa sucessivamente de um laboratório para o seguinte. Neste caso, a amostra pode retornar a um laboratório central, algumas vezes antes de passar ao laboratório seguinte, a fim de determinar se ocorreram alterações na mesma (um método menos comum — mas pode ser necessário; p.ex., poeira de quartzo em filtros de membrana, HSE).
2. Quando subamostras, aleatoriamente selecionadas a partir de um suprimento de material homogêneo a granel, são distribuídas simultaneamente aos laboratórios participantes — tipo mais comum de EP.
3. Quando amostras de um produto ou de um material são divididas em diversas partes, com cada laboratório participante testando uma dessas partes, o que, geralmente, é conhecido como teste de amostra subdividida “*split sample*”.

2.2.3 Outros tipos de ensaios interlaboratoriais

Deve-se ainda observar que existem outros tipos de comparações interlaboratoriais diferentes dos ensaios de proficiência, mas que têm, também, papéis importantes no desempenho da garantia da qualidade em geral:

| Ensaio Interlaboratorial | Descrição |
|--|---|
| Ensaio de proficiência | Avaliação contínua da competência técnica |
| Estudo colaborativo | Validação de um método específico |
| Estudo de certificação | Estabelecimento da melhor estimativa do valor real de um analito em um material de referência |
| Estudo cooperativo (também conhecido como ensaio circular ou exercício de repetição alternada) | Avaliação de laboratório em uma base individual |

3. SELEÇÃO DE PROGRAMAS DE EP

A participação em um EP proporciona ao laboratório a disponibilidade de meios objetivos para avaliar e demonstrar a confiabilidade dos dados que produz. Nesse sentido, ele complementa os procedimentos internos do controle da qualidade do próprio laboratório, pelo fornecimento de uma medida externa adicional de sua capacidade de ensaio. A participação em EP é altamente recomendada para laboratórios habilitados, de acordo com a ISO Guia 25 (17 025), EN 45 001 e EN 45 003, sendo considerada obrigatória em alguns casos. Assim, um laboratório que opera de acordo com um sistema da qualidade (certificado ou habilitado) deve participar (voluntariamente) de programas de ensaios de proficiência apropriados.

Antes, durante e após a participação em um EP, deve-se considerar todos os aspectos relevantes. Isso inclui a seleção dos EP e o estabelecimento de como lidar com suas amostras, seus relatórios e ações a serem tomadas acerca de resultados (divergentes). Procedimentos formalizando essas ações podem ser de grande ajuda.

Um laboratório disposto a participar de programas de ensaios de proficiência deve responder às duas questões seguintes:

- ▶ Existe um EP para os ensaios e amostras (normalmente) analisados pelo meu laboratório?
- ▶ O EP é relevante para mim?

3.1 *Como descobrir se um programa específico para ensaios de proficiência é organizado?*

Apesar de, tradicionalmente, numerosos institutos internacionais organizarem ensaios de proficiência, ainda não está disponibilizada uma informação centralizada sobre provedores de EP e/ou de amostras oferecidas. Informações isoladas sobre provedores de EP e/ou a disponibilidade de ensaios de proficiência podem ser encontradas em:

- ▶ órgãos nacionais de habilitação, que devem estar bem informados sobre a existência de programas de ensaios de proficiência (internacionais);
- ▶ laboratórios similares (da mesma categoria) que já participam de programas de ensaios de proficiência ou tenham conhecimento sobre EP relevantes;
- ▶ provedores dos EP no próprio país, que provavelmente terão também informações (sintetizadas) a respeito dos ensaios de proficiência de outros provedores;
- ▶ internet, local em que uma busca provavelmente fornecerá as informações mais atualizadas. Devem-se utilizar sinônimos como “comparação interlaboratorial”, “estudo para avaliação de laboratórios”, “Programas para Avaliação Externa da Qualidade (EQA)”, “ensaios de proficiência”, “programa de verificação cruzada”, “programa de correlação” e/ou “*ringversuch*”.

Existe um projeto europeu em desenvolvimento para registrar, sintetizar e apresentar os programas de ensaios de proficiência. No entanto, ainda não há disponibilidade dos resultados “Ação Combinada sob o programa de Normas, Medição e Ensaios (SMT)” e “Sistema de informação e critérios de qualificação para programas de ensaio de proficiência”, para inventariar, sintetizar e apresentar programas de ensaio de proficiência. Esse projeto está sendo conduzido na estrutura de uma ação ajustada, conforme o programa de Normas, Medição e Ensaios (projeto SMT-4-CT-98-8002). Atualmente, essas informações estão disponíveis no endereço eletrônico www.eptis.bam.de. O projeto é gerenciado pelo BAM – Instituto Federal Alemão para Pesquisa de Ensaio de Materiais, em Berlim.

3.2 Como decidir se um programa de ensaios de proficiência é adequado?

Antes de tudo, deve-se estar ciente de que a participação em um programa de ensaios de proficiência é quase sempre mais benéfica do que a não participação. Além disso, nesse momento, o número de programas de ensaios de proficiência é limitado e, de modo geral, existem poucas opções.

Se tiver que ser feita uma opção entre programas de ensaios de proficiência semelhantes, deve-se lembrar que raramente existe um programa com uma adequação perfeita ao seu laboratório. Assim, na prática, deve-se optar pelo EP mais adequado às suas necessidades.

Para decidir se um EP é adequado, deve-se comparar o esquema do programa de ensaios de proficiência em relação à rotina do próprio laboratório. Numerosos tópicos podem ser tratados e o próprio laboratório precisa decidir quais os (mais) relevantes. É responsabilidade do

laboratório decidir sobre os tópicos a serem tratados, fazer a comparação e julgar a importância do EP. Uma matriz simples pode ser útil para a execução sistemática desse processo e seu registro (ver Apêndice 1). Se a situação do programa de ensaios de proficiência e dos laboratórios for suficientemente comparável, a participação deve ser seriamente considerada.

Alguns provedores de EP permitem a participação em apenas uma rodada. Se o laboratório não estiver inteiramente convencido da importância do programa de ensaios de proficiência, essa pode ser uma boa opção. Algumas vezes, amostras antigas de EP podem ser compradas em conjunto com o relatório, sendo esta também uma boa opção para julgar a relevância de um programa específico de ensaios de proficiência.

4. INTERPRETAÇÃO DOS RELATÓRIOS DE EP

Existem alguns aspectos básicos sobre a interpretação dos resultados de EP que precisam ser mencionados antes que seja dado um enfoque mais detalhado a este tópico. Ensaios de proficiência não significam “aprovação” ou “rejeição” de um ensaio, e sim participar e aprender com os resultados. Uma boa rodada para um laboratório, em que todas as medições produziram um desempenho satisfatório, não faz daquele, necessariamente, um bom laboratório. Assim, o objetivo é sempre manter um desempenho satisfatório. Por outro lado, um único resultado insatisfatório, em uma rodada qualquer, não significa que o laboratório seja ruim; esse resultado precisa ser avaliado e tomado como exemplo para que não se repita.

4.1 *Estatística*

Um dos elementos básicos em todos os ensaios de proficiência é a avaliação do desempenho de cada participante. Para isto, o provedor de EP precisa estabelecer dois valores: (1) o valor designado ao material de ensaio e (2) a faixa aceitável. Diferentes métodos podem ser usados para estabelecer essas estimativas [15, 16]. Não existe nenhum protocolo padronizado que descreva ou mesmo prescreva em detalhes as estratégias a serem usadas. Assim, os provedores tomam suas próprias decisões e têm desenvolvido seus próprios procedimentos. O leitor deve estar ciente de que, infelizmente, não existe um único método “ideal” para todas as situações. Em geral, deve-se confiar no provedor do programa de ensaios de proficiência quanto à(s) sua(s) escolha(s). Detalhes sobre as decisões e procedimentos podem ser encontrados no protocolo do provedor de EP.

Existem essencialmente três métodos disponíveis para se obter o valor atribuído, uma estimativa do valor verdadeiro:

1. Adição de uma quantidade ou concentração conhecida de analito a uma matriz que não o contenha. Este método é satisfatório em muitos casos, especialmente quando ele é a quantidade total do analito, ao invés da concentração submetida ao teste — mas, obviamente, ele não pode simular a dificuldade dos procedimentos normais para a preparação de amostras, em que podem surgir problemas de recuperação [que incluem, entre outras coisas, “inter alia”, extração e especiação (classificação, identificação)].
2. Utilização de um valor de consenso produzido por um grupo de laboratórios especializados ou de referência usando os melhores métodos possíveis. Este é provavelmente o melhor método para obtenção dos valores verdadeiros para os materiais de ensaio, mas cujos procedimentos podem ser dispendiosos. Outro problema, muitas vezes, é a dificuldade ou mesmo impossibilidade de identificar um grupo de laboratórios especializados ou de referência cuja experiência esteja acima de qualquer suspeita e seja aceito por todos os participantes do programa de EP. Isso é mais aplicável a ensaios internacionais com participantes de muitos países.

Para algumas análises, o valor real é, em princípio, definido pelo método usado. Nesses casos, os laboratórios especializados ou de referência, devidamente identificados antes do ensaio de proficiência, devem usar o mesmo método e segui-lo em todos os detalhes.

3. Uso de um valor de consenso, produzido em cada rodada do ensaio de proficiência e baseado nos resultados obtidos pelos participantes. O consenso é usualmente estimado como a média dos resultados de ensaios, após exclusão dos valores discordantes, embora existam outras técnicas (ver par. 3.1.1 e 3.1.2). O método de consenso é certamente o mais barato, mas pode haver dificuldades pela possibilidade de não existir um consenso real entre os participantes ou o consenso ser tendencioso, em razão do uso de metodologia inadequada o que não é incomum, por exemplo, na determinação dos constituintes residuais em matrizes naturais. Ao se usar amostras de matrizes naturais, esse método é muitas vezes a única maneira para estabelecer uma estimativa do valor verdadeiro. Uma outra razão para a escolha desse método é a econômica.

Os dois primeiros métodos podem ser muito caros. Se os participantes potenciais, contratantes de EP, não querem fazer parte de um programa de ensaios de proficiência com altas exigências de metrologia, então este último método pode ser utilizado; é melhor participar de um EP deste tipo do que de nenhum.

A escolha entre um consenso resultante de laboratórios especializados (método 2) ou dos participantes (método 3) depende se o objetivo do ensaio de proficiência é incentivar a produção de resultados verdadeiros ou

simplesmente obter acordo entre os participantes. Apesar do custo adicional, se possível, o método 2 é preferível, pois, somente por meio desse método, o programa pode pretender fazer parte do sistema maior de medição química, no qual medições comparáveis e rastreáveis são desejáveis. Por exemplo, pode-se imaginar um programa de EP, utilizando o método de consenso para determinar o valor verdadeiro (método 3) como um sistema fechado, dentro do qual existe uma tendência sistemática global nos resultados. Com o tempo, os participantes aprendem a compensar essa tendência, a fim de alcançar bons índices de desempenho — e, como resultado, é reproduzida a mesma tendência para todas as amostras de rotina. Obviamente, seria impossível para um laboratório dentro do programa comparar seus resultados com um laboratório fora do programa e esperar obter comparabilidade. Se, por outro lado, os provedores de EP estiverem tentando obter a melhor estimativa do valor verdadeiro, deve ocorrer, então, a comparabilidade da medição entre sistemas químicos fechados separados.

Uma forma comum de estabelecer o valor atribuído e a faixa aceitável é o uso dos resultados de EP dos participantes para calcular ambos os valores. Alguns métodos estatísticos foram desenvolvidos para calcular a tendência central (representatividade) e/ou a dispersão dos resultados de EP [1]. A estatística aplicada pode ser dividida em duas diferentes categorias: estatística paramétrica e estatística de distribuição livre.

4.1.1 Estatística Paramétrica

Estatística paramétrica é a abordagem mais comumente conhecida. A média (aritmética) é usada como a estimativa do valor do resultado do ensaio e o desvio-padrão como uma estimativa da dispersão.

Este tipo de estatística requer uma distribuição normal (Gaussiana) dos resultados de ensaio. Se esse requisito não for cumprido, a média e o desvio-padrão não podem ser considerados como boas descrições dos resultados de ensaio. Portanto, antes de usar a estatística paramétrica, a ocorrência de uma distribuição normal deve ser comprovada, havendo, para tanto, uma variedade de testes disponíveis (p.ex., Kolmogorov-Smirnov). Apesar do nome, uma distribuição normal não implica que pertença à situação normal. Numerosos resultados de ensaios válidos de medições (químicas) cotidianas apresentaram uma distribuição anormal!

Uma das características da estatística paramétrica (p. ex., média e desvio-padrão) é a grande influência exercida por dados discrepantes. Assim, o uso de técnicas estatísticas clássicas normalmente requer a aplicação de testes de rejeição de dispersos (p.ex., testes de Grubbs, Dixon ou Cochran) para remover a influência de resultados discrepantes (p.ex., valores dispersos, esporádicos), antes de calcular a média e o desvio-padrão.

Exemplo 1: Média e desvio-padrão são (muito) influenciados por resultados discrepantes.

Quando vinte laboratórios produzem os resultados de ensaio abaixo, uma média de 12,52 e um desvio-padrão de 0,54 são calculados. Se apenas um laboratório cometer um erro de digitação e indicar 122, ao invés de 12,2, a média irá aumentar para 18,01 (+44%), e o desvio-padrão irá aumentar para 24,48 (+400%). Aparentemente, tanto a média quanto o desvio-padrão são extremamente influenciados pelos resultados discrepantes.

| | | | | | | | | | | |
|-----------------------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| resultados de ensaio | 12,20 | 12,5 | 12,3 | 12,2 | 11,9 | 11,6 | 11,4 | 12,4 | 12,6 | 13,2 |
| n | 20 | | | | | | | | | |
| média | 12,52 | | | | | | | | | |
| desvio-padrão | 0,54 | | | | | | | | | |
| resultados de ensaio | 122,0 | 12,5 | 12,3 | 12,2 | 11,9 | 11,6 | 11,4 | 12,4 | 12,6 | 13,2 |
| n | 20 | | | | | | | | | |
| média | 18,01 | | | | | | | | | |
| desvio-padrão | 24,48 | | | | | | | | | |

Numerosos ensaios foram desenvolvidos para detectar resultados discrepantes; como lidar com estes resultados (valores dispersos, esporádicos) foi tópico de discussão por muitos anos, não tendo sido possível elaborar um procedimento de aceitação geral. No entanto, algumas organizações definiram um procedimento [13, 14, 17, 18].

4.1.2 Estatística de distribuição livre e robusta

Descrições extensas e completas da estatística de distribuição livre e robusta já foram publicadas, mas em geral essas não são recomendadas para profissionais que não sejam especialistas [10, 11]. Uma variedade de publicações, entretanto, pode ser compreendida também por não especialistas em estatística e/ou quimiometria [2, 3]. Algumas publicações discutem o uso da estatística de distribuição livre e robusta em ensaios de proficiência [4, 5, 6].

Estatística de distribuição livre e estatística robusta são também válidas para resultados de ensaio que não possuem uma distribuição normal (Gaussiana). Assim, ao contrário da estatística paramétrica, a presença de uma distribuição normal não é necessária. Isso é vantajoso em ensaios de proficiência, já que distribuições não gaussianas são freqüentemente encontradas.

Em contraste com a estatística normalmente usada (estatística paramétrica), os resultados discrepantes de ensaios (valores

dispersos, esporádicos) não possuem uma (grande) influência sobre a estimativa da tendência central e da dispersão dos resultados de ensaio. Assim, técnicas para valores dispersos não são necessárias. Isso é geralmente considerado como uma das grandes vantagens desse tipo de estatística.

Não existe apenas um estimador da exatidão ou dispersão, mas todo um conjunto deles. Em geral, os estimadores apresentam aproximadamente o mesmo valor, mas (ligeiras) variações podem existir. A contrapartida de distribuição livre mais comum da média é a mediana, o valor que ocupa a posição central dos resultados obtidos (ou, no caso de um número par de resultados, a média dos dois valores centrais). Um dos estimadores de distribuição livre do desvio-padrão é o desvio absoluto da mediana (DMdA), que é dado pela mediana de todos os desvios absolutos de cada resultado de ensaio e a mediana: $DMdA = \text{mediana}(|x_i - \text{mediana}|)$. Para conferir equivalência ao desvio-padrão de uma distribuição normal, o DMdA precisa ser multiplicado por 1,483. Este valor é conhecido com DMdAe.

Exemplo 2: Mediana e DMdA são (muito) não influenciáveis por resultados discrepantes.

Quando vinte laboratórios produzem os resultados de ensaio abaixo, uma mediana de 12,50 e um MAD de 0,30 são calculados. Se apenas um laboratório cometer um erro de digitação e indicar 122, ao invés de 12,2, a mediana irá aumentar para 12,55 (+1%) e o desvio-padrão irá aumentar para 0,35 (+17%). A mediana e o DMdA são - em comparação com a média e o desvio-padrão (ver Exemplo 1) - muito menos sensíveis (influenciáveis) à presença de resultados discrepantes.

| | | | | | | | | | | |
|-----------------------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| resultados de ensaio | 12,20 | 12,5 | 12,3 | 12,2 | 11,9 | 11,6 | 11,4 | 12,4 | 12,6 | 13,2 |
| n | 20 | | | | | | | | | |
| mediana | 12,50 | | | | | | | | | |
| DMdA | 0,30 | | | | | | | | | |
| resultados de ensaio | 122,0 | 12,5 | 12,3 | 12,2 | 11,9 | 11,6 | 11,4 | 12,4 | 12,6 | 13,2 |
| n | 20 | | | | | | | | | |
| mediana | 12,55 | | | | | | | | | |
| DMdA | 0,35 | | | | | | | | | |

Nota: A média e a mediana são, ambas, indicativas da exatidão dos resultados de ensaio e podem ser comparadas diretamente. Ambos, o desvio-padrão e o DMdA, são estimadores da dispersão dos resultados de ensaio, mas não podem ser diretamente comparados. Para uma comparação razoável do desvio-padrão e do DMdA, o último precisa ser dividido por 0,6745 (para esse exemplo: desvio-padrão = 0,54 ou 24,84 DMdA / 0,6745 = 0,44 ou 0,52).

Procedimentos robustos mais sofisticados calculam em conjunto a estimativa robusta da localização e da dispersão. Um deles é a “proposta 2 de Huber”, também conhecida como “H15” [4, 5].

4.2 Níveis Subdivididos (split-level)

No caso de estudos em níveis subdivididos (amostras I e II similares), podem-se obter informações sobre erros sistemáticos a partir dos resultados dos participantes, pela apresentação dos resultados em um gráfico de Youden [19, 20]. A lógica subjacente é que, em qualquer laboratório, os erros sistemáticos serão os mesmos para cada uma das duas amostras. A diferença entre os dois resultados estará, assim, isenta de erros sistemáticos e irá refletir somente a diferença real entre as amostras e erros aleatórios dentro do laboratório.

Um gráfico de Youden é uma apresentação gráfica dos resultados dos participantes, pela apresentação dos resultados da amostra I e da amostra II em um diagrama XY (ver Apêndice 2 para dois exemplos típicos).

Quando não houver erros sistemáticos, prevê-se que erros aleatórios causarão a dispersão dos resultados dos participantes. Se este for o caso, os resultados dos participantes devem ser igualmente divididos em quatro grupos.

O círculo representa a divisão igual dos resultados ao longo dos quatro grupos. Porém, na maioria das vezes, os resultados são predominantemente altos ou baixos, devido a erros sistemáticos. Isso faz com que o círculo se torne uma elipse em torno da linha de 45°. Se erros aleatórios se tornarem extremamente pequenos, a elipse ficará cada vez mais alongada.

Participantes em estudos de níveis diferenciados podem obter as seguintes informações da apresentação descrita:

- ▶ apresentação gráfica do desempenho do participante, com relação ao desempenho dos outros participantes.
- ▶ conhecimento da repetitividade e reprodutibilidade.

4.3 Índice-z

Um dos elementos básicos em todos os ensaios de proficiência (EP) é o uso de um indicador de desempenho para quantificar o desempenho analítico de

cada participante [15, 16]. O índice-z é freqüentemente recomendado como indicador de desempenho. O índice-z é uma medida do desvio do resultado, a partir do valor atribuído para aquele determinante, sendo calculado como:

$$z = (x_i - x) / s$$

em que s é um desvio-padrão, escolhido como uma estimativa da variação real entre resultados encontrados em uma rodada específica do programa ou um valor-alvo definido, representando a variação máxima permitida, compatível com a obtenção de dados válidos.

A principal hipótese no uso do índice-z é que os índice-z individuais tenham uma distribuição normal ou Gaussiana, com uma média de 0 (zero) e um desvio-padrão de 1 (um). Nesse sentido, os resultados analíticos podem ser descritos como “bem-comportados”. Uma classificação comum baseada no índice-z pode ser feita:

$z < 2$ Satisfatório
 $2 \leq z \leq 3$ Questionável
 $z > 3$ Insatisfatório

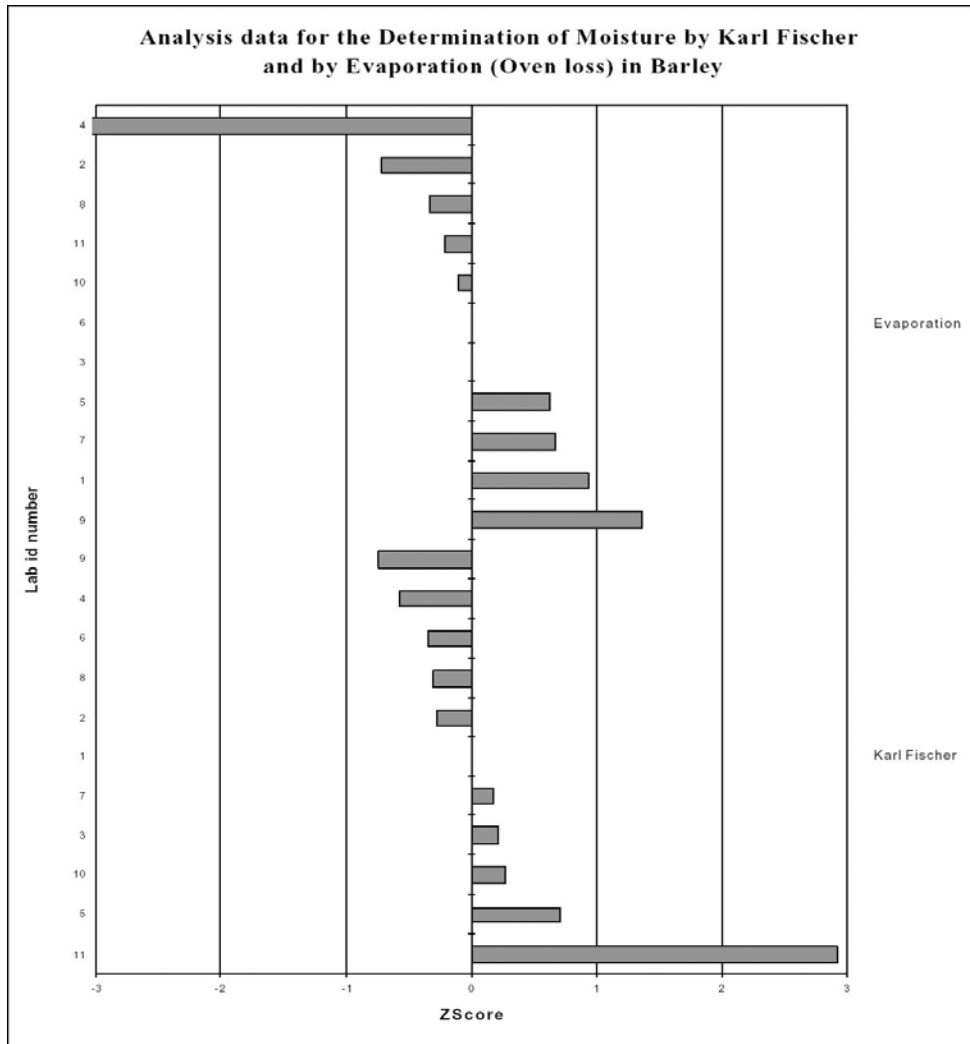
Um meio alternativo de atribuir valores, conhecido como índice-Q é também algumas vezes usado. Não é baseado em um valor padronizado, mas sim numa tendência relativa. Este tipo de índice tende a ser usado quando os participantes em um programa puderem apresentar alto padrão de desempenho e não existir nenhuma base para um valor comum de s .

Na maioria dos programas de ensaios de proficiência, um índice-z entre -2 e +2 é considerado satisfatório e um índice-z superior a +3 ou inferior a -3, é considerado insatisfatório. Um índice-z entre +2 e +3, ou -2 e -3, normalmente é considerado como “Questionável”. Embora alguns programas possam adotar definições ligeiramente diferentes de índice-z, em geral um índice-z de 2 indica um resultado que está 2 desvios-padrão afastado do valor atribuído para o analito escolhido. Variações normais, devido à estatística de amostragem, significam que, para qualquer laboratório, um resultado em 20 deve ser geralmente previsto se situar entre +2 e +3, ou -2 e -3, e um em 100 deve ser superior a +3 ou inferior a -3, mesmo quando a análise estiver sendo conduzida com competência. Exemplos de gráficos de índice-z são mostrados na Figura 1.

Figura 1: Um Exemplo de um gráfico de índice-z, a partir de um Programa de EP

| | Umidade | | |
|--------------------------|---------|------|------|
| | Total | KF | Evap |
| N.º de Resultados | 22 | 11 | 11 |
| Média Robusta | 26,25 | 25,3 | 27,2 |
| DP Robusto | 1,41 | 0,65 | 1,33 |

Dados de Análise para a Determinação de Umidade por Karl Fischer e por Evaporação (Perda no forno) em Barley



Lab id number = Número de identificação do laboratório

Evaporation = Evaporação

Z Score = Índice z

5.1 Avaliação

Um participante, ao avaliar seu desempenho em um ensaio de proficiência, tem interesse em duas coisas: primeiramente, quer saber se deve realizar uma ação corretiva. E, em segundo lugar, quando seu laboratório já participou de uma ou mais rodadas anteriores, quer comparar seu desempenho atual com aquele de outra(s) rodada(s). Esses dois tópicos são abordados no parágrafo 5.1.2 (avaliação de curto prazo) e no parágrafo 5.1.3 (avaliação de longo prazo).

Antes de tudo deve-se considerar que os cálculos usados pelo provedor de um ensaio de proficiência para determinar o desempenho dos participantes (normalmente índice-z) podem nem sempre estar “adequados ao uso”.

Em todos os casos, os resultados de um laboratório devem ser estudados em conjunto com as informações do controle da qualidade interno. O controle da qualidade intralaboratorial é um conjunto de procedimentos internos, continuado e sistemático, elaborado para assegurar e manter constante a produção de dados analíticos com elevada confiabilidade. Ensaios de proficiência permitem aos participantes avaliar a capacidade contínua e o desempenho relativo.

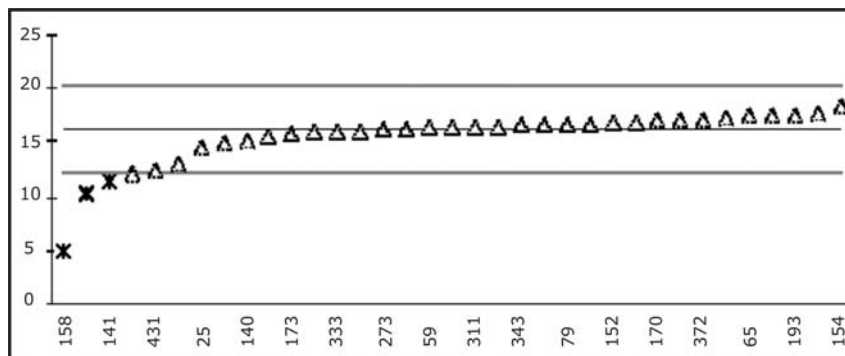
5.1.1 Avaliação de Curto Prazo

Para decidir se ações corretivas devem ser realizadas, ou não, e, no caso da participação ser inicial (nenhuma participação anterior), o participante pode usar o julgamento do provedor do ensaio de proficiência ou pode decidir recalcular o valor do desempenho.

Ao recalcular os índices, devem-se considerar as seguintes opções:

- ▶ uso da média de participantes que utilizaram o mesmo método analítico (ver exemplo 1)
- ▶ uso do valor-alvo ou proposto para a incerteza (este é aplicável quando o ensaio específico for crítico para o laboratório. Neste caso, o participante deve julgar se o desvio-padrão usado na avaliação do desempenho foi aceitável. Quando o desvio-padrão não for aceitável, o participante deve recalcular a indicação de desempenho, utilizando um desvio-padrão mais aceitável)
- ▶ uso do valor-alvo ou proposto para a incerteza, combinado com a incerteza ou desvio-padrão do valor atribuído.
- ▶ correção dos resultados para recuperação (esta é aplicável, quando a concentração for conhecida por formulação e a recuperação do método usado for inferior a 100%, p. ex., Aldrin para a determinação de EOX); a incerteza/ desvio-padrão da recuperação deve ser baixa ou adicionada à incerteza/ desvio-padrão total.

Exemplo 1: Alumínio em repolho branco por meio de MRC ($69,0 \pm 14 \text{ mg/kg}$)



A conclusão usual seria de que os oito valores superiores são discrepantes. Porém, nesta rodada foi usado um MRC e o valor verdadeiro era conhecido. Assim, a conclusão foi que somente sete laboratórios informaram valores corretos. Após investigação, as diferenças foram explicadas pelos diferentes métodos usados pelos participantes. Os laboratórios que informaram os valores altos usaram HF para digestão ou usaram um método não-destrutivo (INAA ou XRF), enquanto os outros laboratórios usaram procedimentos de digestão que não dissolveram os silicatos da amostra.

5.1.2 Avaliação em Longo Prazo

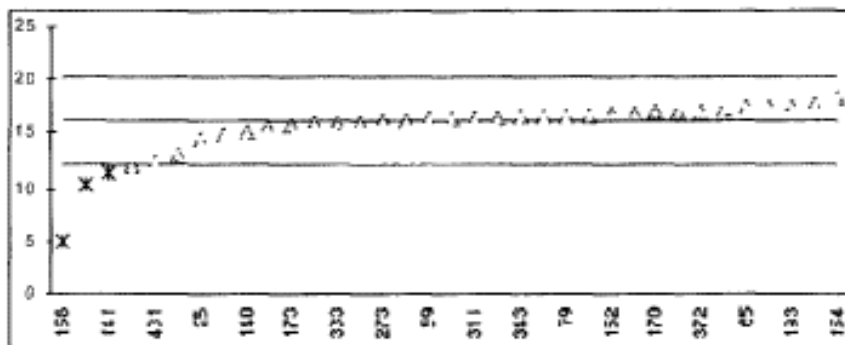
Se um laboratório já participou de uma ou mais rodadas, deve comparar seu atual desempenho com aquele de outra(s) rodada(s). Neste caso, o laboratório deve avaliar o desempenho com o tempo. O desempenho melhorou durante as últimas rodadas ou está diminuindo?

Para avaliar a evolução com o tempo, a partir dos dados de estudos interlaboratoriais subsequentes, deve-se ter dados comparáveis. Porém, dados do mesmo ensaio proveniente de dois EP diferentes muitas vezes não são diretamente comparáveis. Os índices-z são normalmente calculados usando-se um desvio-padrão, que é calculado a partir da rodada. É possível que esse desvio-padrão varie de rodada a rodada, dependendo do grupo de laboratórios participantes e da dificuldade da amostra usada (ver exemplos 2a e 2b, onde o desvio-padrão varia de 0,58 - 1,5). Entretanto, quando um desvio-padrão fixo é usado para cálculo dos índices-z, os índices-z de duas rodadas distintas são comparáveis e a evolução ao longo do tempo é visualizada de forma bastante simples (ver exemplos 2c e 2d), e podem ser tiradas conclusões bastante diferentes.

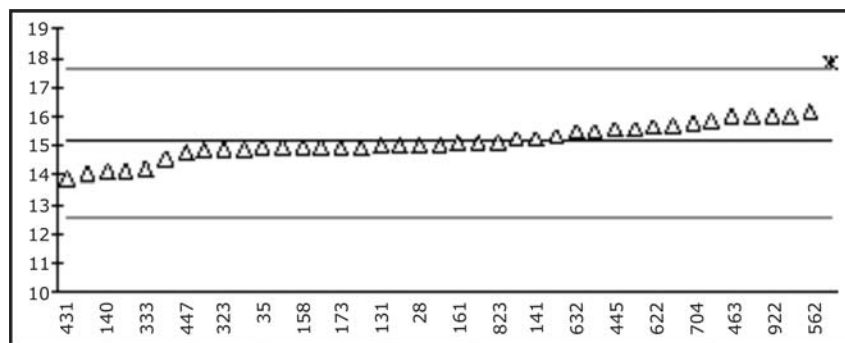
Obviamente, pode ser mais conveniente para os participantes se o provedor do ensaio de proficiência já tiver calculado os índices-z utilizando desvios-padrão alvos. Mas, quando este não for o caso, o participante pode calcular, ele próprio, os índices-z alvos utilizando

um desvio-padrão alvo selecionado. Para desvio-padrão, valores-alvo disponíveis em literatura (p.ex., a partir de um método-padrão, como ISO, EN, ASTM, DIN) podem ser usados. No caso de não haver nenhum valor-alvo disponível em literatura, podem ser utilizados critérios pessoais, dependendo do objetivo da participação para o EP ou da importância do ensaio (qualquer valor-alvo realista pode ser usado, p.ex., 10% do valor de consenso). Observe-se que o desvio-padrão selecionado não precisa ser constante, mas pode ser dependente da concentração.

Exemplo 2: 2 Rodadas em 1996 e 1997: determinação do Resíduo de Carbono Conradson em Óleo Combustível

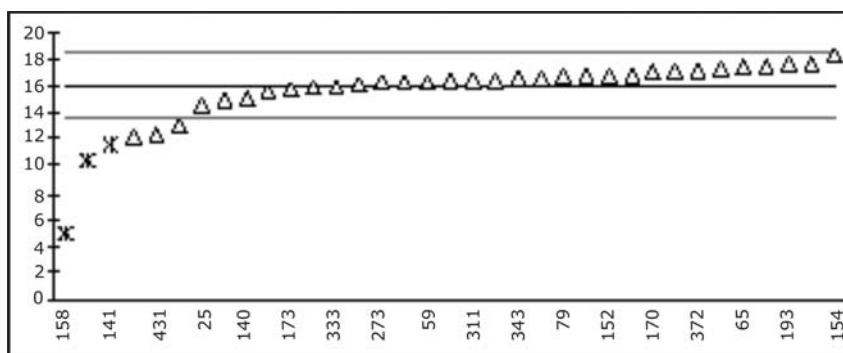


Exemplo 2a:
Rodada em 1996 utilizando desvio-padrão do grupo de participantes (= 1,5)
Laboratório 431: índice-z = -2,74



Exemplo 2b:
Rodada em 1997 utilizando desvio-padrão do grupo de participantes (= 0,58)
Laboratório 431: índice-z = -2,08

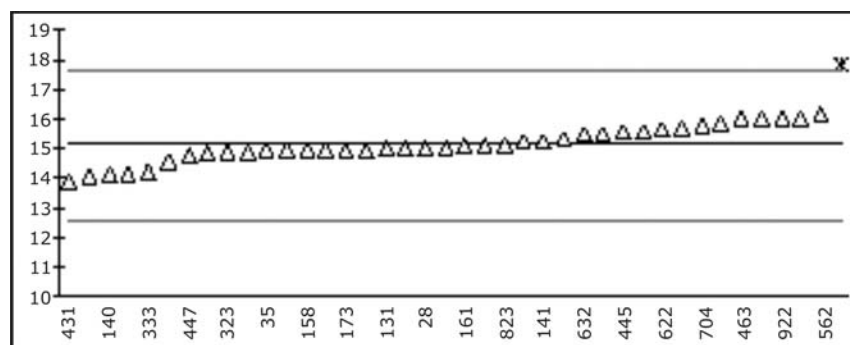
Conclusão: O desempenho do laboratório 431 somente melhorou ligeiramente, sendo ainda insatisfatório.



Exemplo 2c:

Rodada em 1996 utilizando desvio-padrão da ASTM D189 (= 0,89)

Laboratório 431: índice-z = -4,45



Exemplo 2d:

Rodada em 1997 utilizando desvio-padrão da ASTM D189 (= 0,89)

Laboratório 431: índice-z = -1,44

Conclusão: O desempenho do laboratório 431 melhorou para um nível aceitável.

Valores ou Indicadores de Desempenho Acumulado (RPI) são usados numa variedade de programas de EP, a fim de avaliar o desempenho de participantes ao longo de um número de rodadas. Um RPI é uma medida de desempenho do EP para um laboratório individual ao longo de uma série de rodadas consecutivas e pode ser criado para medir a tendência (desvio constante do valor atribuído) e precisão. Vários mecanismos para cálculo e apresentação de RPI são usados. O laboratório precisa estar ciente de que um resultado insatisfatório pode distorcer um valor do RPI durante um período de tempo, até que esse resultado não seja mais usado em qualquer cálculo.

Entretanto, alguns participantes de EP traçam graficamente seus valores de desempenho de rodada a rodada, a fim de avaliar o desempenho ao longo do tempo. Esse método é muito útil, permitindo que resultados incomuns ou inesperados sejam destacados, bem como auxiliando na identificação de tendências. É normalmente esperado que procedimentos de controle interno da qualidade (IQC) de um laboratório identifiquem tendências associadas com, por exemplo, calibração ou manutenção de instrumentos, ou uso de reagentes inapropriados. O monitoramento do desempenho do EP ao longo do tempo atua como um sistema de segurança para isso.

Existe uma variedade de RPI que podem ser usados, incluindo RSZ, SSZ e RSSZ, que são utilizados com o índice-z.

Idealmente, qualquer RPI deveria monitorar os analitos em separado ao longo do tempo, embora possam levar em conta grupos de analitos semelhantes (p.ex., elementos traços determinados por ICP-OES). Porém, o valor dos RPI baseado num conjunto de analitos diferentes é limitado e, geralmente, pode não ter, no melhor dos casos, nenhum valor do todo.

5.1.3 Desempenho Geral

Os laboratórios devem também estudar com cuidado o desempenho geral de todos os participantes no programa. Um desempenho insatisfatório no contexto de uma rodada, em que a maioria dos participantes teve um desempenho satisfatório, deve ser confrontado com um desempenho insatisfatório, em que um número significativo de participantes teve um baixo desempenho. Ambas as situações devem ser vistas com cuidado, uma vez que ambas indicam problemas acerca da metodologia usada para a amostra de ensaio fornecida. Contudo, na última situação, a robustez, especificidade, linearidade e/ou validade do método devem ser investigadas, bem como o efeito das interferências em potencial. A possibilidade dos critérios para desempenho satisfatório terem sido definidos de forma incorreta deve ser também considerada. Na primeira situação, é mais provável que o método seguido fosse apropriado, mas foi incorretamente aplicado pelos analistas durante o ensaio de proficiência.

5.2 Ações Corretivas

Se o participante julgar seu desempenho como insatisfatório, deve optar por uma ação corretiva. A lista a seguir pode fornecer orientação para estabelecer quando as ações corretivas devem ser realizadas:

- ▶ após um índice-z ou resultado insatisfatório em uma rodada, se a análise for fundamental para os negócios do laboratório;
- ▶ se, pelo menos, três índices-z ou resultados insatisfatórios forem registrados em uma rodada, particularmente se as análises forem vinculadas;

- ▶ após, pelo menos, dois índices-z ou resultados insatisfatórios ou questionáveis consecutivos, para qualquer análise;
- ▶ se os resultados de qualquer análise apresentarem uma clara tendência no sentido de um desempenho insatisfatório com o tempo, ao longo de um número de rodadas;
- ▶ se os resultados para qualquer análise, ao longo de um número de rodadas, apresentarem uma tendência clara e consistente de, pelo menos, um desvio-padrão acima ou abaixo do valor atribuído, muito embora os resultados sejam satisfatórios.

O laboratório deve, pelo menos, identificar e documentar o problema, e decidir se as ações corretivas se fazem necessárias.

Porém, antes de iniciar as ações, o problema deve ser analisado em detalhes. Um bom procedimento consiste de diversas etapas:

- ▶ analisar o problema da qualidade, com base no resultado de sucessivos estudos interlaboratoriais, dados de controle interno da qualidade e registro das medições relevantes;
- ▶ estabelecer um plano para ações corretivas;
- ▶ executar e registrar as ações corretivas;
- ▶ verificar se as ações corretivas foram bem sucedidas.

A análise dos dados de controle interno da qualidade deve incluir a verificação de:

- ▶ amostras de controle interno da qualidade (se estão dentro das especificações);
- ▶ tratamento, armazenagem e manuseio das amostras (repetir a determinação, se possível);
- ▶ equipamentos (se outros parâmetros obtidos com o mesmo equipamento apresentam o mesmo desvio);
- ▶ ambiente do laboratório (temperatura de armazenagem das amostras e reagentes, de centrifugas, banhos-maria e *freezers*);
- ▶ tratamento das amostras de controle é diferente das amostras normais (água, equipamento, pipetas, agitação, mistura);
- ▶ padrões e amostras de material de referência (influência, preparação e estocagem dos lotes, comparar com padrões antigos, se possível);
- ▶ cálculos, diluições, erros de transcrição e de programação.

Um exemplo de uma lista de verificação para analisar os dados do controle interno da qualidade e o fluxograma correspondente é apresentado no Apêndice 3. Se em algum lugar estiver listado: “interromper lista de verificação” (implicando que o problema foi resolvido), deve-se sempre pensar em corrigir os Procedimentos Operacional Padrão (POP) ou outras instruções.

5.3 Tarefas e Funções

5.3.1 Analista/ gerente de laboratório

Na maioria dos programas de ensaios de proficiência, na primeira oportunidade, são normalmente enviados relatórios ao analista ou ao gerente do laboratório responsável pelo serviço, visto que estão familiarizados com a operação do programa de EP. Recomenda-se, na maioria dos programas, que os resultados de qualquer distribuição sejam estudados em conjunto com as instruções dos participantes ou protocolos do programa. De modo particular, o sistema classificador de desempenho usado no programa precisa ser claramente compreendido e se o mesmo não estiver claro em qualquer documentação fornecida pelo coordenador, deve-se entrar em contato com este para esclarecer as questões.

O pessoal do laboratório deve sempre verificar se os resultados do relatório são aqueles apresentados pelo laboratório, e se os resultados do relatório indicam um desempenho satisfatório, insatisfatório ou questionável. Se existir qualquer dúvida sobre a validade dos resultados do relatório, deve-se entrar em contato com o coordenador para resolver a situação.

Quando uma classificação de desempenho insatisfatório tiver sido obtida para qualquer (quaisquer) analito(s), recomenda-se que o laboratório determine as possíveis causas (ver par. 5.2 sobre fatores que possam ser de interesse). Além disso, a variação, especificidade e sensibilidade do método devem ser consideradas durante a interpretação de um determinado índice-z. Dados na faixa central do método, produzindo um índice-z questionável, são mais preocupantes do que dados próximos ao limite de detecção, ou no limite superior da escala do método. A precisão do método é normalmente menos bem definida nos extremos de sua escala. O laboratório pode ser capaz de usar resultados obtidos nessa situação para determinar a validade de seu método atual. Um baixo desempenho pode levar à rejeição do método para uma análise específica.

5.3.2 Gerente da Qualidade

O Gerente da Qualidade de um laboratório ou organização participante de um EP normalmente receberá um relatório sobre o desempenho desse laboratório ou organização, diretamente pelo coordenador do programa, ou por meio do gerente do laboratório. O Gerente da Qualidade deverá se preocupar com o nível de desempenho do EP e buscar uma explicação para desempenho insatisfatório, bem como evidências de qualquer ação corretiva apropriada.

O Gerente da Qualidade precisa considerar todos os aspectos que foram previamente levantados pelo analista ou gerente do laboratório. O Gerente da Qualidade também deve revisar qualquer resultado insatisfatório com relação à política da qualidade do laboratório e deve decidir se tais dados são adequados aos fins do laboratório e do cliente, antes de demandar uma ação corretiva. Um resultado considerado “insatisfatório” pelo protocolo estatístico do EP pode ser satisfatório quando obtido no contexto da declaração de precisão do próprio laboratório participante por qualquer método ou no contexto dos requisitos de seus clientes.

O Gerente da Qualidade deve prestar especial atenção às tendências de desempenho de longo prazo na participação do programa de EP. Ele deve tomar nota de qualquer tendência para determinações específicas que possam ser evidenciadas ao longo de diversas rodadas. É também importante observar se o desempenho melhora, como resultado de medidas tomadas, quando um resultado insatisfatório tiver sido obtido. O Gerente da Qualidade deve informar quaisquer tendências ao analista e gerente do laboratório e identificar a causa dos erros.

- ▶ O Gerente da Qualidade deve considerar em que ponto a ação corretiva precisa ser realizada, após um desempenho insatisfatório do programa de EP. A lista, no par. 5.2, foi elaborada para fornecer orientação.

5.3.3 Gerente Geral

Gerentes gerais de organizações participantes de EP possuem menor contato diário com questões de EP do que os gerentes responsáveis pela qualidade analítica e desempenho de programas de EP. Assim, existe uma possibilidade considerável de os gerentes gerais interpretarem de forma errônea os dados relativos ao desempenho do EP dentro de suas organizações.

É importante que os gerentes gerais reconheçam os fundamentos da participação em programas de EP. Devem estar cientes de que a participação no EP é apenas uma dentre as várias técnicas de garantia da qualidade disponíveis aos laboratórios e que é somente uma parte do quadro global da qualidade. Eles devem também entender que o desempenho no EP não é competitivo. Provedores de programas fornecem, individualmente, critérios para a avaliação do desempenho, que estão estabelecidos na documentação do protocolo do programa. Nenhuma diferença no padrão de desempenho deve ser mostrada entre os laboratórios que incidirem na categoria de “desempenho satisfatório”, para qualquer rodada daquele programa.

É recomendável também que os gerentes gerais situem o desempenho do EP num contexto apropriado em suas organizações. Em circunstâncias nas quais um laboratório, dentro da organização, tenha

registrado um desempenho insatisfatório para uma ou mais determinações, isto deve estar relacionado ao desempenho global das determinações em questão. Um desempenho insatisfatório, no contexto de uma rodada em que a ampla maioria de participantes alcançou desempenho satisfatório, deve ser considerado mais seriamente do que numa situação em que um desempenho insatisfatório tenha sido obtido por uma alta parcela de participantes. Da mesma forma, um resultado deficiente para uma dada determinação não deve ser considerado da mesma maneira que uma série de resultados deficientes ao longo do tempo.

Para interpretar os dados do EP corretamente, é claro que o gerente geral deve adquirir um nível adequado de compreensão de todos os EP nos quais sua organização é participante. Recomenda-se que cópias dos protocolos do programa ou qualquer outra documentação estejam disponíveis ao gerente geral para referência.

6. CONCLUSÕES

Ensaio de proficiência estão adquirindo crescente importância como ferramenta de garantia da qualidade, para laboratórios que realizam medições analíticas. O desempenho dos laboratórios em EP também está sendo cada vez mais usado, particularmente por órgãos de habilitação, como uma medida da competência e qualidade dos laboratórios.

É importante que os laboratórios tenham informações completas sobre o escopo e a disponibilidade dos EP nas áreas em que atuam. Isso permitirá a tomada de decisões adequadas sobre de quais programas devem participar. É importante que esse tipo de informação seja amplamente disseminado, de forma a subsidiar mais efetivamente essas decisões.

Nesse sentido, os laboratórios precisam desenvolver um bom trabalho de compreensão do EP, para saber quais são os objetivos e como os resultados podem ser avaliados e usados. Isso é importante, não apenas para o pessoal de laboratório e da gerência interna, mas também para aqueles que usam seus resultados, incluindo os órgãos de habilitação e os clientes do laboratório.

Há uma variedade de princípios básicos que deve ser enfocada por todas as partes acima:

- ▶ O EP do qual um laboratório participa deve se assemelhar, o mais proximamente possível, do trabalho de rotina do laboratório em termos de amostras, analitos e níveis de concentração; quaisquer diferenças devem ser anotadas e descritas;
- ▶ O desempenho em um EP deve ser inserido no contexto correto;
- ▶ O desempenho de um laboratório ao longo de diversas rodadas de um EP deve ser monitorado, sempre que possível;
- ▶ A documentação e o protocolo estatístico do programa devem ser lidos, a fim de se entender como funciona;
- ▶ Quando apropriado, deve-se entrar em contato com o coordenador do programa para adquirir uma compreensão mais exata deste e de seu funcionamento.

REFERÊNCIAS

- [1] Eurachem Netherlands, working group on “Interlaboratory Studies”, “Statistics and assessment of interlaboratory studies”, December, 1996.
- [2] Vankeerberghen et al. Some robust statistical procedures applied to the analysis of chemical data. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, n. 12, p. 3-13, 1991.
- [3] Rousseeuw, P.J. Tutorial to robust statistics. **Journal of Chemometrics**, n. 5, p.1-20, 1991.
- [4] AMC. Robust statistics: how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts. **Analyst**, n.114, p.1699-1702, 1989.
- [5] AMC. Robust statistics: how not to reject outliers. Part 2. Inter-laboratory trials. **Analyst**, n. 114, p.1693-1697, 1989.
- [6] Lischer, P.L. **Robust statistical methods in interlaboratory analytical studies**. [S. l : s. n], 19-?.
- [7] CENTRAL SCIENCE LABORATORY; FOOD SCIENCE LABORATORY (Norfolk, United Kingdom). **Protocol for the Food Analysis Performance Assessment Scheme: organisation and analysis of data**. 5. ed. [S. l : s. n], 1997.
- [8] Montford, M.A.J. van. Statistical remarks on laboratory-evaluating programs for comparing laboratories and methods. Commun. Soil Sci. **Plant Anal**, n. 27, 1996. p. 463-478.
- [9] Oussoren, W., Visser, R.G., Van der Kaaden, A. **Interlaboratory studies: protocol for the organisation, statistics and evaluation**. Institute for Interlaboratory Studies (I.I.S.), August 1998, Dordrecht (The Netherlands).
- [10] F.R. Hampel et al. **Robust statistics: the approach based on influence functions**. New York, 1986.
- [11] P.J. Huber. **Robust statistics**. New York, 1981.
- [12] LGC. **Protocol for the proficiency testing scheme for the determination of alcoholic strength of beverages (ProTAS)**. Teddington, United Kingdom, 1997.
- [13] ASTM standard E 178 - 80: Standard practice for dealing with outlying observations. **American Society for Testing and Materials**, West Conshohocken, Pa.
- [14] ISO 5 725-1994 (E). **Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results**.
- [15] ISO 43-1995 (E). **Part 1: Selection and use of proficiency testing scheme by laboratory accreditation bodies” and “Part 2: Development and operation of proficiency testing programs”**
- [16] Tholen, D.W. Statistical treatment of proficiency testing data. **Accred. Qual.Assur.**, n. 3, p. 362-366, 1998.
- [17] ASTM Guide E1301-96 (1196). **Standard guide for the development and operating of laboratory proficiency testing programs**, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pa.

- [18] ISO 4259-1992 (E). **Petroleum Products**: determination and application of precision data in relation to methods of tests. [S. l : s. n.], 19-?.
- [19] W.J. Youden. **Statistical Techniques for Collaborative Tests**. p. 10-11, 1975.
- [20] Wernimont G.T. **Use of statistics to develop and evaluate analytical methods**. [S. l : s. n.], p. 82-85, 1985.

APÊNDICE 1: JULGAMENTO DA RELEVÂNCIA DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

| | |
|------------------------|--|
| Ensaio de Proficiência | Análise Elementos traço em Ração para Animais Metais em Rações para Animais (Provedor: UP, Holanda) |
|------------------------|--|

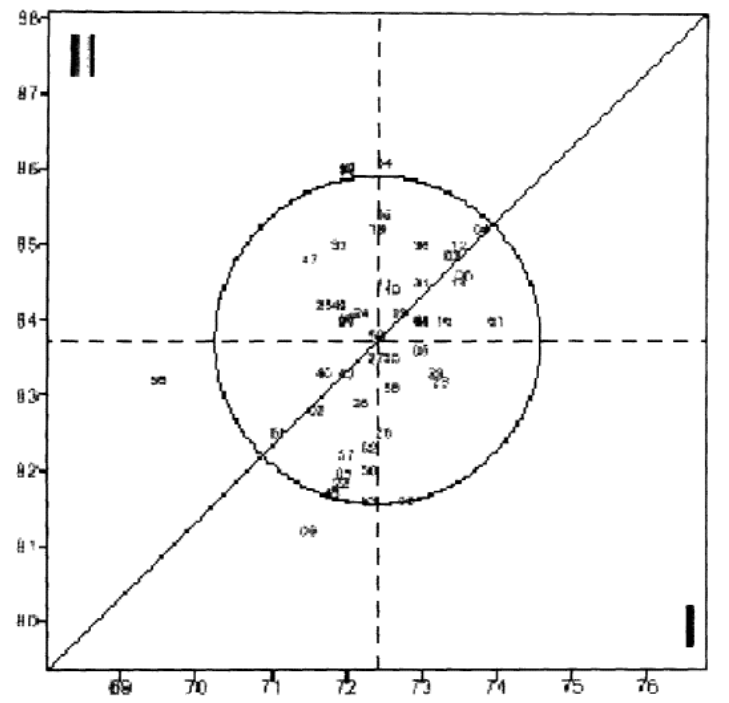
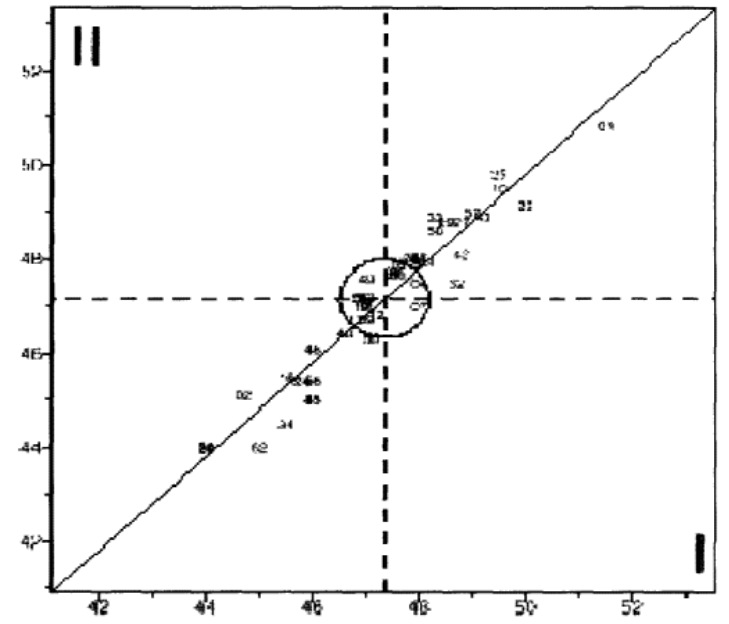
| Situação no laboratório | Situação no Ensaio de Proficiência | Diferenças aceitáveis? |
|--|--|------------------------|
| Composto(s) usualmente analisado(s): Cu, Ag, Hg | Composto(s) oferecido(s): Ag, Al, Mg, Hg, Zn | Sim |
| Matriz usualmente analisada: Ração para gatos | Matriz oferecida: Rações para animais | Sim |
| Faixa(s) de concentração usualmente analisada(s): 0- 200mg/kg | Faixa(s) de concentração: 50- 500mg/kg | Sim |
| Método(s) normalmente usado(s): Solubilização ácida após redução a cinzas | Método(s) prescrito(s): Nenhum (curtas descrições de métodos típicos) | Sim |
| Tipo de laboratório: Produtor de rações para animais de estimação | Tipos de laboratórios participantes: Todos os tipos de laboratório na Holanda | Sim |
| | | / |
| Conclusão final: EP importante? | | |
| SIM/NÃO | | |

DATA: 11 de jan. de 1999

APROVADO POR: Gerente da Qualidade

ASSINATURA:

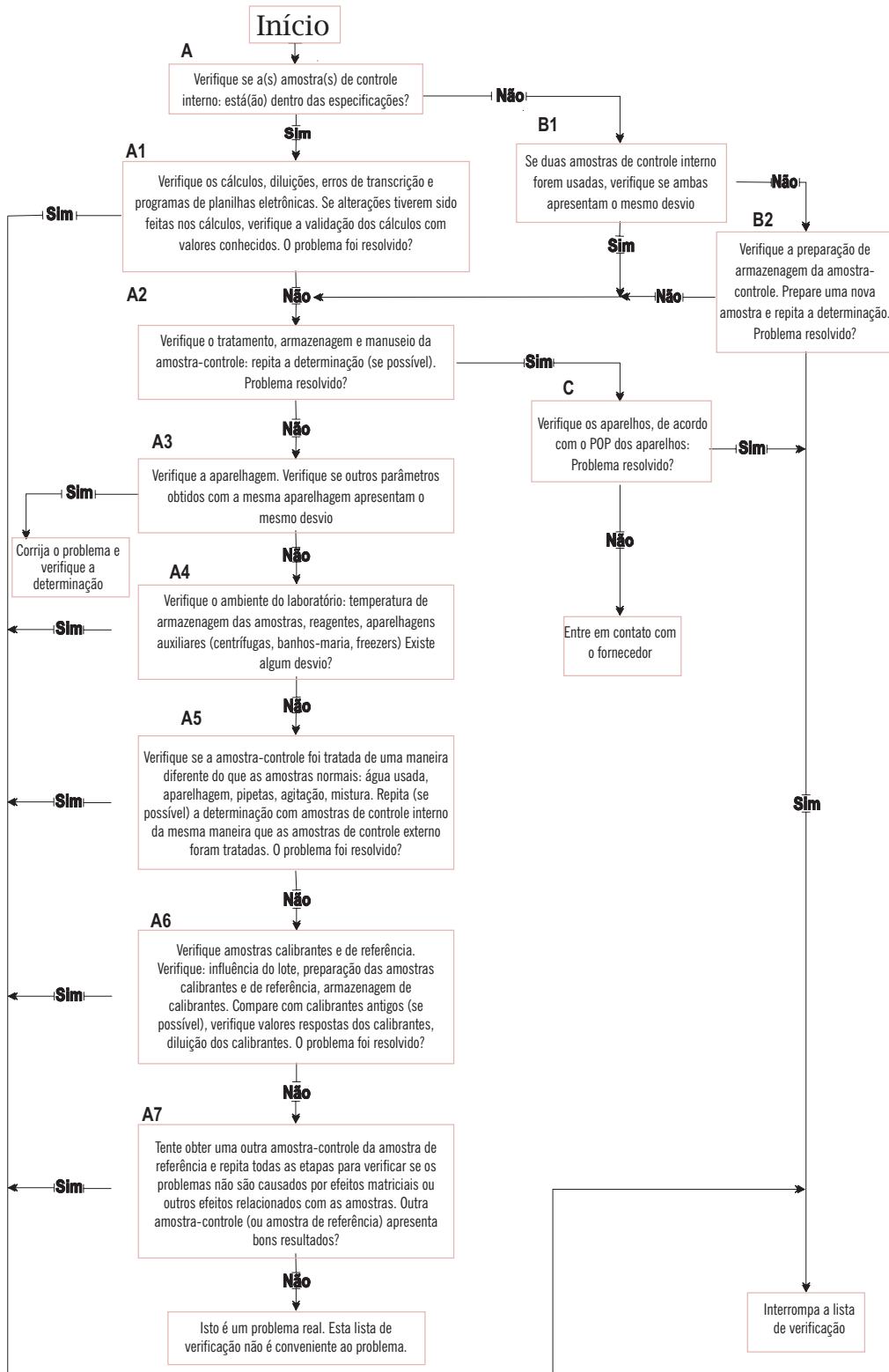
APÊNDICE 2: DOIS EXEMPLOS DE GRÁFICOS DE YOUTDEN TÍPICOS



APÊNDICE 3: LISTA DE VERIFICAÇÃO PARA ANÁLISE DOS DADOS DE CONTROLE INTERNO DA QUALIDADE

- A** Verifique a(s) amostra(s) de controle interno: elas estão dentro das especificações?
SIM: avance para A1
Não: avance para B
- A1** Verifique os cálculos, diluições, erros de transcrição e programas de planilha eletrônica. Se tiverem sido feitas alterações nos cálculos, verifique a validação dos mesmos com valores conhecidos. O problema foi resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: avance para A2
- A2** Verifique o tratamento, armazenagem e manuseio da amostra-controle: repita a determinação (se possível). Problema resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: avance para A3
- A3** Verifique o equipamento: verifique se outros parâmetros obtidos com o mesmo equipamento apresentam o mesmo desvio.
SIM: avance para C
NÃO: avance para A4
- A4** Verifique o ambiente do laboratório: temperatura de armazenagem das amostras, reagentes, equipamentos auxiliares (centrífugas, banhos-maria, *freezers*). Existe algum desvio?
SIM: corrija o problema e verifique a determinação
NÃO: avance para A5
- A5** Verifique se a amostra-controle foi tratada de uma maneira diferente do que as amostras normais: água usada, equipamentos, pipetas, agitação, homogeneização. Repita (se possível) a determinação com amostras de controle interno da mesma maneira que as amostras de controle externo foram tratadas. O problema foi resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: avance para A6

- A6** Verifique os padrões e amostras de referência: verifique a influência do lote, preparação dos padrões e amostras de referência, armazenagem dos padrões. Compare com outros padrões (se possível), verifique os valores normalmente encontrados para os padrões e a diluição utilizada. O problema foi resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: avance para A7
- A7** Tente obter uma outra amostra-controle da amostra de referência e repita todas as etapas para verificar se os problemas não são causados por efeitos matriciais ou outros efeitos relacionados com as amostras. Outra amostra-controle (ou amostra de referência) apresenta bons resultados?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: este é um problema real. Essa lista de verificação não é adequada ao problema
- B** Se duas amostras de controle interno forem usadas, verifique se ambas apresentaram o mesmo desvio.
SIM: avance para A2
NÃO: avance para B1
- B1** Verifique a preparação e armazenagem da amostra-controle. Prepare uma nova amostra e repita a determinação: problema resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: avance para A2
- C** Verifique os equipamentos, de acordo com seus POPs: problema resolvido?
SIM: interrompa a lista de verificação
NÃO: entre em contato com o fornecedor



A4.1 Introdução

Diversas organizações, além do laboratório participante, podem querer rever o desempenho de um laboratório em um programa de EP, entre elas órgãos de acreditação, órgãos regulamentadores e clientes. Estes grupos estão, cada vez mais, recomendando ou exigindo a participação dos laboratórios em EP apropriados, como um meio de demonstração da qualidade da medição.

Como regra geral, os laboratórios participam de EP porque possuem um compromisso com a qualidade. Isso é válido, a despeito de o laboratório possuir ou não qualquer tipo formal de acreditação. Contudo, a participação em um EP não implica um desempenho satisfatório nesse programa, nem garante competência nas análises em geral. Além disso, a não-participação em um programa voluntário de EP não implica necessariamente incompetência. Os clientes dos laboratórios precisam entender isso, particularmente ao elaborar especificações e propostas. Especial cuidado deve ser tomado para garantir que não sejam feitas exigências fora da realidade, com respeito ao nível de desempenho em qualquer programa. Nessas circunstâncias, é recomendável consultar o coordenador do programa, para garantir que quaisquer requisitos de desempenho para EP aplicados pelo laboratório sejam compatíveis com as metas, o escopo e o histórico do programa.

A4.2 Órgãos de Acreditação

Órgãos de Acreditação e assessorias técnicas empregadas por órgãos de acreditação, geralmente, têm uma boa compreensão do papel dos ensaios de proficiência e são habilitados na interpretação dos resultados de EP obtidos por laboratórios acreditados ou que buscam acreditação. Seguindo as Boas Práticas de Laboratório, os órgãos de acreditação devem se familiarizar com qualquer programa de EP do qual o laboratório participa. Protocolos dos programas e qualquer outra documentação serão estudados e, se apropriado, o coordenador do programa será contatado para discutir ou esclarecer quaisquer dúvidas. O nível de desempenho de qualquer laboratório em um programa de EP será determinado em confronto com a norma estabelecida pelo coordenador do programa. Em alguns casos, o que constitui um desempenho insatisfatório dentro de um EP pode, ainda, ser aceitável ou atender aos interesses, dentro do escopo de acreditação do laboratório.

A4.3 Órgãos Reguladores

É menos provável que órgãos reguladores necessitem investigar o desempenho individual de laboratórios em EP. Porém, em certas

circunstâncias, os órgãos reguladores têm necessidade de conferir, eles mesmos, se aquelas medições especificadas nos regulamentos ou normas estão sendo feitas nos laboratórios com a qualidade recomendada. Órgãos reguladores podem usar o desempenho em EP como uma das formas de avaliar a qualidade, além de outros recursos, inclusive submetendo análises em laboratórios de referência ou amostras de verificação para análise.

Quando um órgão regulador participa no desenvolvimento de um programa de EP, esse programa irá incorporar aspectos que são de importância direta para aquele órgão e será prontamente compreendido. Para aquelas situações em que o órgão regulador está usando um programa independente para seus próprios interesses, é recomendado que sejam discutidos, amplamente, o escopo e os parâmetros operacionais do programa com o coordenador. Isso permitirá que ele inclua os resultados obtidos por qualquer laboratório de interesse no contexto. Os processos estatísticos utilizados pelo coordenador para cálculo do desempenho precisam ser entendidos, a fim de que o desempenho do laboratório possa ser julgado com relação a quaisquer tolerâncias admitidas nos regulamentos. Recomendações podem ser necessárias por parte do coordenador em tais situações, a fim de que os dados de desempenho do EP não sejam mal interpretados.

A 4.4 Clientes de Laboratórios Participantes

O cliente de um laboratório participante de um EP pode usar o desempenho no programa como uma ferramenta para monitorar a qualidade daquele laboratório. O cliente precisa ter uma boa compreensão de como opera o programa e de como o desempenho dentro do programa é calculado pelo coordenador. Embora alguns sistemas para determinação do desempenho em um EP sejam difundidos, tal como o uso do índice-z, há muitos outros sistemas em uso. Além disso, os clientes devem estar atentos, pois a forma pela qual os índices-z e outros indicadores de desempenho são calculados pode variar de programa para programa.

Os clientes estão, cada vez mais, incluindo os critérios de desempenho do EP em documentos de concorrência e estão usando informações sobre desempenho de EP, fornecidas por contratantes em potencial, para auxiliar na decisão acerca de qual laboratório deverá ganhar o contrato. Ao utilizar o desempenho de EP como um critério em uma proposta, os clientes devem assegurar que, quando tiverem definido um “padrão de desempenho”, o padrão seja realista e executável. Por exemplo, solicitar que os laboratórios atinjam resultados satisfatórios para todos os analitos, em todas as rodadas de um programa é irreal. Coordenadores de programas devem estar sempre prontos a prestar informações apropriadas sobre o desempenho total do programa, de modo que uma boa referência possa ser definida. Os clientes devem também tomar cuidado para garantir que as determinações que possuem certo interesse estejam claramente indicadas, visto que o programa pode ter um escopo mais amplo e o desempenho de laboratórios em determinações de interesse não-direto pode ser irrelevante.

Os clientes precisam dispor de quaisquer dados relativos a desempenho de EP de um laboratório contratado no contexto correto; os laboratórios podem fornecer dados a um cliente de uma maneira que se assemelhe a um quadro não-realista e positivo. Recomenda-se que os clientes executem o seguinte, conforme apropriado, a fim de obter um perfil exato do desempenho fiel do laboratório:

- ▶ Obter informações sobre o escopo e operação do programa (p.ex., protocolo do programa) por parte do laboratório ou do coordenador.
- ▶ Lembrar que uma distribuição ou rodada em um EP fornece apenas uma ligeira noção de desempenho do laboratório e, assim, que se deve observar o desempenho ao longo do tempo.
- ▶ Observar o desempenho global de todos os laboratórios participantes, a fim de julgar o desempenho do laboratório.
- ▶ Solicitar cópias ou relatórios de programas (onde a confidencialidade não represente um problema), para confirmar quaisquer dados, sintetizando o desempenho do programa de EP. Esses dados devem ser normalmente fornecidos pelo coordenador do programa; para muitos programas de EP, o consentimento do laboratório participante também poderá ser necessário.
- ▶ Observar que um resultado insatisfatório em qualquer rodada não torna um laboratório deficiente, nem o alcance de 100% de resultados satisfatórios em qualquer rodada torna um laboratório necessariamente bom.
- ▶ Lembrar que a maneira como um laboratório reage a um resultado insatisfatório irá fornecer normalmente mais informações sobre aquele laboratório do que a ocorrência do resultado insatisfatório.

Eurachem Netherlands e o grupo-tarefa “Programas de ensaios de proficiência”

A Eurachem foi constituída em 1989 e seus membros atuais estão distribuídos por mais de 15 países europeus. A Eurachem é:

- ▶ uma rede cooperativa de laboratórios europeus;
- ▶ um fórum para discussões sobre problemas, soluções e estratégias comuns;
- ▶ uma estrutura para que laboratórios desenvolvam acordos e comparem resultados.

A Eurachem tenta promover:

- ▶ a confiabilidade de análises químicas e a aceitação internacional dos resultados de análises;
- ▶ o interesse em questões da qualidade em laboratórios;
- ▶ a aplicação de normas da qualidade mundialmente aceitas;
- ▶ o desenvolvimento e aplicação de métodos validados;
- ▶ o estabelecimento da rastreabilidade dos resultados de medição, baseados em materiais de referência;
- ▶ o desenvolvimento de um método mutuamente reconhecido para a gestão da qualidade dos métodos analíticos, p. ex., por participação em estudos nacionais e internacionais interlaboratoriais;
- ▶ a consciência dos usuários das informações de análises químicas sobre os objetivos (incluindo importância, sensibilidade e incerteza).

A Eurachem Netherlands foi constituída em 1990 e agora inclui mais de 100 delegados, que fornecem um bom reflexo do setor químico na Holanda. Muitos membros atuam em grupos de trabalho, dentre eles o grupo de trabalho sobre “Estudos Interlaboratoriais”. O estudo agora divulgado foi realizado por alguns membros desse grupo de trabalho.

Laboratory of the Government Chemist (LGC)

O LGC é um dos mais antigos laboratórios na Europa, com mais de 300 funcionários. O LGC está comprometido com Garantia da Qualidade (GQ) dentro de toda a comunidade analítica; GQ e demonstração da produção de dados exatos são vistas como fatores de especial importância. O Laboratório é responsável pela gestão do programa de Medição Analítica Válida (VAM) do DTI. O objetivo central da VAM é promover, como parte integrante do sistema nacional e internacional de medição, uma infra-estrutura europeia e no Reino Unido, que permitirá que os laboratórios analíticos demonstrem a validade de suas medições e facilitem o mútuo reconhecimento de dados analíticos entre os diversos países. O programa promove

o uso de sistemas reconhecidos de GQ e acreditação por terceira parte, p.ex., EN 45 000, EN 29 000, NAMAS, ISO 9 000 e BPL, e promove a formação de novos sistemas ao longo de diretrizes, conforme definidas no documento ISO Guia 25 e no OECD. O LGC desempenha um papel de liderança em atividades promocionais, de treinamento e harmonização, incluindo a presidência do fórum europeu e mundial de química. Isso coloca o LGC na dianteira das medições analíticas válidas harmonizadas internacionais.

O LGC tem 7 anos de experiência em todos os aspectos da operação dos programas de ensaios de proficiência (EP). O LGC fornece atualmente 4 EP a laboratórios de mais de 30 países e pode demonstrar competência no preparo, homogeneização e ensaios de estabilidade de amostras, acondicionamento e remessa de amostras, manipulação de dados, avaliação de resultados e produção de relatórios. Todas as atividades de EP do LGC são realizadas com a máxima confidencialidade. O LGC possui registro ISO 9000 para essas atividades e também obedece à ISO/IEC Guia 43:1997 Parte 1 e ao documento ILAC “Requisitos para a Competência de Provedores dos Ensaios de Proficiência”. O LGC está buscando acreditação junto ao Serviço de Acreditação do Reino Unido (UKAS) para suas atividades de EP, quando este serviço estiver disponível.

**Eurachem Nederland, grupo-tarefa “Programas de ensaios de proficiência”
(parte integrante do grupo de trabalho sobre “Estudos Interlaboratoriais”)**

- ▶ Mr. G. Counotte: Gezondheidszorg voor Dieren, Deventer
- ▶ Mrs. D. Van Dijk: Wageningen Agricultural University, Wageningen
- ▶ Mrs. D. C. Van Loene-Imming: KEMA, Amhem
- ▶ Mr. W. Oussoren: Institute for Interlaboratory Studies, Dordrecht
- ▶ Mrs. B. Van der Vat: TNO Nutrition and Food Research Institute, Zeist
- ▶ Mr. R. G. Visser: Institute for Interlaboratory Studies, Dordrecht

Laboratório de Química do Governo (LQG), Middlesex, Reino Unido

- ▶ Mr. N. Boley
- ▶ Mr. J. Day
- ▶ Dr. R. Walker

ANVISA

Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública - GGLAS

Galdino Guttmann Bicho
Maria Lúcia Prest Martelli

SENAI/DN

Unidade de Tecnologia Industrial - UNITEC

Orlando Clapp Filho
Zeide Lúcia Gusmão Cunha Gomes

Superintendência de Serviços Compartilhados - SSC

Área Compartilhada de Informação e Documentação - ACIND

Marmenha Rosário
Normalização

Cely Curado
Revisão Gramatical