

REDE
METROLÓGICA
.....RS

PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA EM CROMATOGRAFIA IÔNICA - Ânions -



PROCESSO CERTIFICADO ISO 9001:2008

PLANO DE AÇÃO PARA 2010

Última atualização: 06/05/2010

APOIOS:



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

AV. ASSIS BRASIL, 8787 - CEP 91140-001 PORTO ALEGRE - RS - BRASIL

FONE/FAX: (0XX51) 3347-8745 - CNPJ: 97.130.207/0001-12

e-mail: interlab@redemetrologica.com.br - Internet: <http://www.redemetrologica.com.br>

Comitê Temático de Meio Ambiente



INTRODUÇÃO

Este Plano apresenta as atividades a serem realizadas no Programa de Ensaios de Proficiência em Cromatografia Iônica de 2010 da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT ISO Guia 43-1:1999 e com ILAC-G13:08/2007.

OBJETIVO

O Programa de Ensaios de Proficiência em Cromatografia Iônica tem o propósito de:

- determinar o desempenho individual de laboratórios para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios;
- propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas analíticos;
- agregar valor ao controle da qualidade dos laboratórios;
- identificar diferenças interlaboratoriais; e
- fornecer confiança adicional aos clientes dos laboratórios.

COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência é conduzida pela Secretária Executiva da Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Comitê Temático de Meio Ambiente.

Integrantes do Comitê Temático de Meio Ambiente:

Nome	Instituição	Especialidade	E-mail
Alexandre Arenzon	Centro de Ecologia / UFRGS	Ecotoxicologia e Meio Ambiente	alex@ecologia.ufrgs.br
Andréa Vidal dos Anjos*	CORSAN / DEAL	Microbiologia	andrea.anjos@corsan.com.br
Iolanda Dill Fernandes	CIENTEC	Química, Combustíveis e Meio Ambiente	iolanda@cientec.rs.gov.br
José Carlos Bignetti	LABORQUÍMICA	Química Analítica / Análises físicas e químicas	bignetti@laborquimica.com.br
Kátia Fernanda Streit	-	Química e Meio Ambiente	kfstreit@yahoo.com.br
Karem Hamme Pádua	REFAP	Meio Ambiente	karem@petrobras.com.br
Jéferson Dias	Celulose Riograndense	Meio Ambiente	JLDias@fibria.com.br
Manuel Luiz Leite Zurita	M&Z Consultoria	Meio Ambiente, Sistema de Saúde e Segurança Ocupacional	mzurita@terra.com.br
Márcia Regina Thewes	DMAE / DVP	Microbiologia	marciart@dmae.prefpoa.com.br
Maria Teresa Raya Rodriguez	Centro de Ecologia / UFRGS	Química e Meio Ambiente	raya.rodriguez@ufrgs.br
Sepé Tiaraju F. dos Santos	-	Meio Ambiente	sepeti53@gmail.com
Sara Beatriz Metz Schimidt	BRASKEM	Petroquímicos	sara.schimidt@braskem.com.br

* Coordenadora do Comitê

Colaboradores técnicos deste Programa:
Daniela Fernandes Graffitti (Coordenadora)
Jéferson Dias



Colaboradores técnicos da empresa Dionex:

Marc Yves Chalom - marc.chalom@dionex.com
Isabel Cristina de Lima - isabel.Lima@dionex.com

Colaborador técnico da empresa Metrohm:

Marcelo Giglioti - mg@metrohm.com.br

Contatos na Secretaria Executiva:

Marília Rodrigues da Silva (Coordenadora do EP) – interlab@redemetrologica.com.br
João Carlos Guimarães Lerch (Secretario Executivo) – redemetrologica@terra.com.br
Filipe de Medeiros Albano – qualidade@redemetrologica.com.br
Thais de Medeiros Rodrigues – qualidade@redemetrologica.com.br

RECONHECIMENTOS

Certificada ISO 9001 desde 1997, a Rede Metrológica RS passou em fevereiro de 2004 por auditoria na qual teve incluído no seu escopo de certificação o processo de **provisão de programas de comparações interlaboratoriais/ensaios de proficiência**.

Isso significa dizer que os ensaios de proficiência promovidos pela Rede Metrológica RS são realizados de acordo com um sistema da qualidade devidamente documentado e auditado. Esta ação pioneira é mais uma demonstração do compromisso assumido da Rede Metrológica RS para a melhoria contínua de seus processos, apoiando o aprimoramento da qualidade dos laboratórios.

A Rede Metrológica RS é uma das maiores provedoras da América do Sul de Ensaios de Proficiência, cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) desde novembro de 2006.

LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

O Programa de Ensaios de Proficiência em Cromatografia Iônica da Rede Metrológica RS está aberto a todos os laboratórios de ensaios com atuação na área que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site www.redemetrologica.com.br link Interlaboratoriais, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de laboratórios participantes será de 10. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

CERTIFICADOS

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (impresso) a todos os laboratórios. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho (impresso), evidenciando a performance do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação por escrito à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório.

ITENS DE ENSAIO

O Programa de Ensaios de Proficiência em Cromatografia Iônica será realizado, em 2010, em duas rodadas e poderá contar com os seguintes parâmetros em 02 frascos com concentrações diferentes (Amostras X e Y) com 250 mL.

- Determinação de Cloreto – mg de Cl/L;
- Determinação de Fluoreto – mg de F/L;



- Determinação de Nitrito – mg de $\text{N-NO}_2^-/\text{L}$;
- Determinação de Nitrato – mg de $\text{N-NO}_3^-/\text{L}$;
- Determinação de Sulfato – mg de $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$;
- Determinação de Fosfato – mg de $\text{P-PO}_4^{3-}/\text{L}$;
- Determinação de Clorito – mg de ClO_2^-/L .

Destaca-se que estes parâmetros foram testados estatisticamente em relação a homogeneidade e estabilidade e foram considerados aptos a serem avaliados em uma rodada interlaboratorial. As análises propostas deverão ser realizadas em triplicata, devendo constar o registro dos três resultados, para as amostras X e Y, na ficha de registro dos resultados fornecida pela Rede Metrológica RS.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 08 laboratórios participantes**.

✚ PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (SUBCONTRATADOS)

A preparação das amostras é de responsabilidade do Comitê Temático de Meio Ambiente da Rede Metrológica RS. As amostras serão preparadas a partir da utilização de padrões, no Laboratório Central de Águas do DEAL - CORSAN, em Porto Alegre/RS.

As amostras serão preparadas com padrões dos analitos, homogeneizadas em barrilhetes e envasadas em frascos de 250 mL.

As amostras serão devidamente identificadas por meio de um rótulo, contendo informações como: nome do Programa, parâmetros a serem ensaiados, rodada e data de envio.

✚ TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade e à estabilidade das amostras do programa, seguindo as orientações da ISO 13528:2005, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade ou estabilidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Para estas amostras, a Rede Metrológica designará um laboratório reconhecido, acreditado ou proficiente, de acordo com a ISO/IEC 17025, para a realização dos ensaios em questão. O laboratório que realizará os testes de homogeneidade e estabilidade será o Laboratório Central de Águas do DEAL - CORSAN.

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em estatística ou em engenharia, contratado pela Rede Metrológica RS.

✚ ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

Em data previamente determinada será realizado o envio e cada laboratório receberá em suas instalações as amostras para análise dos itens de ensaio. Este envio será realizado mediante a contratação de serviços de transporte com esta finalidade. Os custos de transporte já estão incluídos no valor da inscrição.

✚ ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

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

Os métodos analíticos **sugeridos** para o programa são:



- EPA *method* 300.1. Determinação de ânions por cromatografia iônica. Julho/2000.

REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via site, onde foi desenvolvido um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada laboratório receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o laboratório deverá entrar no site www.redemetrológica.com.br/programainterlaboratorial e recadastrar sua senha, visando manter a confidencialidade do processo. Ressalta-se que a RMRS não tem acesso à identificação de NENHUM laboratório participante.

CONFIDENCIALIDADE

A política da Rede Metrológica RS visa manter confidencialidade sobre os laboratórios participantes do Ensaio de Proficiência. Portanto, os laboratórios inscritos recebem um código/senha de identificação que é sorteado ou enviado lacrado para cada laboratório. Dessa forma a Rede Metrológica RS fica totalmente isenta da identificação dos mesmos. Apenas é identificada no relatório do programa uma lista com todos os laboratórios inscritos.

ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta. Ao contrário da estatística clássica, a 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/DIS 13258:2005 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z score, conforme a fórmula abaixo.

$$Z = \frac{(x_i - x^{**})}{s^{**}}$$

- Onde: x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;
 x^{**} é o valor da média robusta dos participantes;
 s^{**} é o desvio robusto.

AValiação DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

O desempenho de cada laboratório participante do Ensaio de Proficiência será avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor de consenso.

O Escore Z será reportado e os desempenhos dos laboratórios serão classificados como SATISFATÓRIO, QUESTIONÁVEL ou INSATISFATÓRIO, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = Resultado Satisfatório

Se $2 < |Z| < 3$ = Resultado Questionável

Se $|Z| \geq 3$ = Resultado Insatisfatório



RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um Relatório Parcial por rodada e um Relatório final do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- laboratórios participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos laboratórios.

Estes Relatórios serão enviados por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizados na página da Rede Metrológica RS na Internet.

Caso o laboratório desejar receber os **relatórios impressos** enviados pela RMRS estes terão um **custo** a mais de **R\$ 150,00**.

COMO SE INSCREVER

Os laboratórios que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Rede Metrológica RS, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

- Laboratórios do RS associados à Rede Metrológica RS	R\$ 957,00
- Demais Laboratórios do RS não associados à Rede Metrológica RS	R\$ 1.030,00
- Laboratórios da Região Sul-Sudeste	R\$ 1.102,00
- Laboratórios da Região Centro-oeste	R\$ 1.175,00
- Laboratórios das Regiões Norte e Nordeste	R\$ 1.233,00
- Laboratórios associados às demais Redes Metrológicas Estaduais participantes do Fórum das Redes Metrológicas*	Desconto de R\$ 50,00

* Mediante a comprovação da associação.

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte. O pagamento poderá ser efetuado à vista, ou parcelado em duas vezes, de igual valor.

Dados para o depósito bancário:

Banco do Brasil

Agência 0010-8

Conta Corrente: 5042-3

Nome da conta: ARM JORN IN1

Código Identificador: digitar o "CNPJ da empresa participante"

Em nome de: Rede Metrológica RS

O comprovante do pagamento da taxa deverá ser enviado via fax (Fax: 51 3347-8745) para a Rede Metrológica RS, caso o laboratório não tenha realizado depósito identificado, observando o prazo limite de inscrição conforme cronograma de datas constante neste plano de ação.

CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2010

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **02 de junho de 2010**
- Último dia para envio do comprovante de pagamento da 1ª parcela da taxa de inscrição: **09 de junho de 2010**.



Os laboratórios que não enviarem o comprovante de pagamento até esta data devem entrar em contato com a Rede para esclarecimentos.

- Sorteio das Senhas dos Participantes e Apresentação do programa: **14 de junho de 2010 às 15h, na Federação das Indústrias do Estado do Rio Grande do Sul (FIERGS) – Av. Assis Brasil, nº 8787, Porto Alegre – RS – CEP 91140-001** - Para aqueles que não comparecerem nesta data, o código do programa será enviado junto com as amostras em um envelope pequeno lacrado.
- Preparação e Envio dos itens de ensaio:
 - 1ª rodada: **21 de junho de 2010.**
 - 2ª rodada: **16 de agosto de 2010.**
- Envio dos resultados (dados), via site www.redemetrologica.com.br/programainterlaboratorial:
 - 1ª rodada: **08 de julho de 2010.**
 - 2ª rodada: **13 de setembro de 2010.**
- Divulgação dos relatórios aos participantes:
 - 1ª rodada: **09 de agosto de 2010.**
 - 2ª rodada: **18 de outubro de 2010.**
 - Divulgação do relatório final: **19 de novembro de 2010.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa Secretaria Executiva.
