

PEP EM ANÁLISES AMBIENTAIS – Módulo: Amostragem (em MG)



Produto: Água Residual

EMPRESA CERTIFICADA ISO 9001:2008

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2017
MOD04 rev14

Última atualização: 10/03/2017

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>



• INTRODUÇÃO

Este Plano apresenta as atividades a serem realizadas no Programa de Ensaio de Proficiência em Análises Ambientais – Módulo: Amostragem no estado de Minas Gerais da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O PEP em Análises Ambientais – Módulo: Amostragem tem o propósito de:

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

• COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Grupo técnico de Amostragem do estado de MG.

Integrantes do Grupo Técnico de Amostragem do estado de MG:

Nome	Entidade	E-mail
Aires Horta	Copasa	airis.horta@copasa.com.br
Anderson R. C. Mello	SGS Geosol	anderson.mello@sgsgeosol.com.br
Fernando Jardim	Copasa	fernando.jardim@copasa.com.br
Gilberto Rocha de Cerqueira	SGS Geosol	gilberto.cerqueira@sgsgeosol.com.br
João Carlos Martins dos Anjos*	SGS Geosol	joao.anjos@sgsgeosol.com.br
Luisa Salviano	Copasa	luisa.salviano@copasa.com.br
Maurício Castro	Copasa	mauriciocosta.castro@copasa.com.br
Sirlei Geraldo de Azevedo	Copasa	Sirlei.azevedo@copasa.com.br

* Responsável pelo GT

Contatos na Secretaria Executiva:

João Carlos Guimarães Lerch (Secretário Executivo) – redemetrologica@terra.com.br

Marília Rodrigues (Coordenadora dos EP ou PI)– interlab@redemetrologica.com.br

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

• RECONHECIMENTOS

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 e 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 participantes.

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

• **PARTICIPANTES**

O PEP em Análises Ambientais – Módulo: Amostragem da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes de ensaios com atuação nas áreas 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 participantes será de 12 participantes para cada coleta/matriz coletada. 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 (via sistema) a todos os participantes. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho (em pdf), evidenciando a desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação por escrito (via e-mail) à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório.

• **ITENS DE ENSAIO E RODADA**

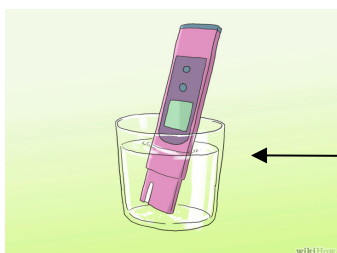
O PEP em Análises Ambientais – Módulo: Amostragem em MG será realizado, em 2017, em 01 rodada e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada única – Água residual (Esgoto tratado)			
pH	-	Não aplicável	O laboratório coletará a amostra e quantidade necessária.
Temperatura – água	°C		
Temperatura - ar	°C		
Condutividade	uS/cm		
Sólidos suspensos totais*	mg/L		
Sólidos sedimentáveis*	mg/L		
OD.	mg/L de O ₂		

*Parâmetros que podem ser realizado em laboratório.

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

Exemplo (fictício):



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



O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP e esta informação também deve ser descrita nas observações.

• **LOCAL DA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO, OBTENÇÃO DA MATRIZ PARA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (SUBCONTRATADO)**

Rodada: As amostras serão disponibilizadas para amostragem, a partir da utilização da matriz esgoto tratado (24/07/2017 – às 9h).

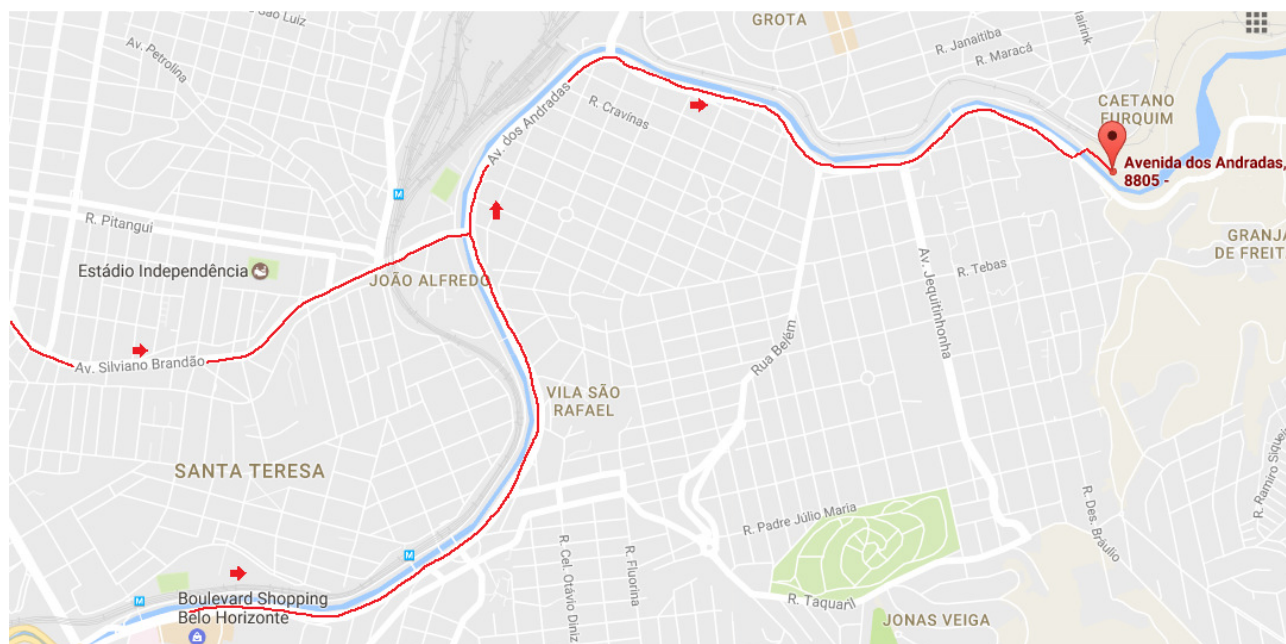
Local da amostragem: Estação de Tratamento de Esgoto da COPASA – ETE Arrudas.
 Endereço: Av. dos Andradas 8805, bairro Caetano Furquim, Belo Horizonte/MG



A amostragem será realizada na galeria de lançamento do efluente tratado da ETE Arrudas, como apresentado nas figuras acima. A abertura do local de amostragem é de 2,50 x 0,8 metros com profundidade de 3 metros. Por isso, o laboratório deve levar material apropriado para a realização da amostragem e para segurança pessoal, tais como cordas, capacetes e calçados de segurança. A entrada no local será permitida apenas com a identificação do veículo e responsáveis de cada empresa participante. Esta comunicação deverá ocorrer com antecedência à Portaria da ETE Arrudas através das inscrições recebidas pela Rede Metrológica RS.



Mapa de Localização da ETE Arrudas.



Obs1: Em caso de chuva a amostragem será realizada.

• **PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (ADIÇÃO E FORMULAÇÃO)**

A preparação das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. As amostragens deverão ser realizadas pelos participantes, conforme o cronograma.

É importante que no dia da amostragem os laboratórios participantes tragam todo material para amostragem: equipamentos (pHmetro, condutivímetro, termômetros, etc), cordas e acessórios, frascos para amostragem, e material de apoio, bem como fichas para registrarem os resultados obtidos.

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

• **TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (SUBCONTRATADO)**

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade e/ou estabilidade (parâmetros em laboratório), visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Para estas amostras, a Rede Metrológica designará um laboratório proficiente e/ou acreditado, de acordo com a ISO/IEC 17025, para a realização dos ensaios em questão. O laboratório que realizará os ensaios será a SGS Geosol Laboratórios LTDA localizado na Rodovia MG 010, Km 24,5, bairro Angicos – Vespasiano MG – CRL 0386. Os testes de homogeneidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência (Em cada rodada, os ensaios serão realizados em campo, logo após a amostragem, menos para os Sólidos que serão realizados em laboratório).

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia.



Norma utilizada e justificativa para escolha: A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade e estabilidade é a **ISO 13528** - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma **ISO/IEC 17043**.

Obs: "as amostras do PEP devem ser tratadas como amostras de rotina pelo laboratório, bem como o planejamento que envolve o processo de amostragem".

- **ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO**

O Programa de Amostragem não prevê envio de itens de ensaio.

- **ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO**

Os participantes do PEP em Análises Ambientais – Módulo: Amostragem em MG devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticas **sugeridos e equivalentes** para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
pH	Potenciométrico
Temperatura – água	Medição direta – (Informar instrumento)
Temperatura - ar	Medição direta – (Informar instrumento)
Condutividade	Condutivimétrico
Sólidos suspensos totais*	Gravimétrico
Sólidos sedimentáveis*	Gravimétrico
Oxigênio Dissolvido	Luminescência, eletrodo de membrana.

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, o mesmo não será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias/técnicas analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa na área, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

- **REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS**

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

O manual de instrução para utilização do portal de registros de resultados ou instruções de como utilizar o site está disponível no site www.redemetrolologica.com.br *link* Documentos – RM 80.

- **CONFIDENCIALIDADE**

A política da Rede Metrológica RS visa manter confidencialidade sobre os participantes do Ensaio de Proficiência. Portanto, os participantes inscritos recebem um código/senha de identificação. Apenas é identificada no relatório do programa uma lista com todos os participantes inscritos.

- **INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS**



Caso o participante desejar formalizar uma reclamação sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de cliente disponível no *link* “documentos” do site www.redemetrolologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaios de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrolologica.com.br. Caso o participante apresente alguma perda ou dano nas amostras enviadas pelo provedor, o mesmo deve entrar em contato por email em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito na comparação.

- **INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES**

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a fornecer uma falsa impressão otimista sobre suas capacidades. Fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiramente independentes não sejam apresentados. É fundamental que a participante analise criticamente seus resultados, verificando as informações nas instruções do programa e no site para envio de resultados. Embora seja recomendável que todas as medidas razoáveis sejam tomadas pelos coordenadores para prevenir fraudes, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las.

- **POTENCIAS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As potenciais fontes de erro podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, condições ambientais da análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

- **ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS**

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta. A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*). A análise dos dados será executada por um profissional estatístico. A análise estatística será realizando utilizando a norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z score para avaliação da exatidão é utilizada a fórmula abaixo:

$$Z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Onde:

x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

x_{pt} é o valor da média robusta dos participantes;

σ_{pt} é o desvio robusto.



O Z escore interno, que avalia a precisão (Repetitividade), é calculado conforme segue:

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

- Fórmula para o Cálculo do $CV_{Interno}$:

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

Onde: \bar{X}_{Lab} é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

s_{Lab} Desvio padrão das vias do laboratório participante.

- Classificação dos Desempenhos dos participantes para precisão (repetitividade):

Se $CV_{Interno}(\%) < 10\%$ = Resultado Satisfatório

Se $CV_{Interno}(\%) \geq 10\%$ = Resultado Insatisfatório

Nota 1: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados.

Responsáveis pelos cálculos: Marília Rodrigues e Filipe Albano (Rede Metrológica RS).

• AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

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

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

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

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

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

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z escore.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 12 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada.

O provedor após análise crítica dos resultados poderá não reportar avaliação de desempenho caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. A justificativa estará descrita nas considerações finais.



Responsáveis pelos cálculos: Marília Rodrigues e Filipe Albano (Rede Metrológica RS).

• **RELATÓRIOS DO PROGRAMA**

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

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

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet.

• **COMO SE INSCREVER**

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

Cliente:	Valor para rodada
Associados RMRS e demais Redes Metrológicas estaduais*	R\$ 750,00
Não associados	R\$ 830,00

*Mediante comprovação.

O pagamento poderá ser efetuado à vista.

Dados para o depósito bancário:

Banco do Brasil

Agência 0010-8

Conta Corrente: 5023-7

Código Identificador: digitar o “CNPJ da empresa participante”

Em nome de: Rede Metrológica RS

• **CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2017**

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **19 de junho de 2017**
 - Último dia para envio do comprovante de pagamento da parcela da taxa de inscrição: **26 de junho de 2017.**
- Os participantes que não realizarem o pagamento até esta data devem entrar em contato com a Rede para esclarecimentos.
- Envio das senhas: **26 de junho de 2017.**
 - Amostragem: **24 de julho de 2017 às 9h** na ETE Arrudas/COPASA - Av. dos Andradas 8805, bairro Caetano Furquim, Belo Horizonte/MG.
 - Envio dos resultados via site www.redemetrologica.com.br/programainterlaboratorial: **10 de agosto de 2017.**
 - Divulgação do relatório da rodada aos participantes: **22 de setembro de 2017.**

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



REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

ABNT ISO/IEC 17.043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência.

ABNT NBR ISO 9001 – Sistema de gestão da qualidade – Requisitos.

ISO 5725 – 5 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.

ISO 5725 – 6 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.

ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

ISO GUIDE 35 – Reference materials – General and statistical principles for certification.

ISO GUM – Guia para a Expressão da Incerteza de Medição.

MONTGOMERY, D.C. (2004), Introdução ao controle estatístico da qualidade. LTC: Rio de Janeiro.

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2012.

PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA:

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaio de Proficiência

RM 36 - Procedimento para realização de Ensaio de Proficiência.

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaio

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas
