



**EXACTUS**

METROLOGIA E QUALIDADE

## **PROGRAMAS DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA**



**LEITE CRU**

**Rodadas 1 e 2**

**PEP EXACTUS 017/ 2019**

*[Programa cadastrado no EPTIS ID 427324.](#)*

*Plano de Ação Ensaio de Proficiência – Ensaio Químico*

*Emitido em 01/12/2018*

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	3
2	OBJETIVO.....	3
3	ESCOPO.....	3
4	COORDENAÇÃO DO PROGRAMA .....	3
5	CONFIDENCIALIDADE .....	4
6	LABORATÓRIO APOIADOR.....	4
7	PARÂMETROS DA COMPARAÇÃO.....	4
8	METODOLOGIA DE ENSAIO.....	5
9	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS .....	5
10	VALOR DESIGNADO E DESVIO PADRÃO PARA AVALIAÇÃO DA PROFICIÊNCIA	5
11	HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DO ITEM PARA COMPARAÇÃO .....	7
12	ENVIO DO ITEM PARA COMPARAÇÃO.....	8
13	RECEBIMENTO DO ITEM PARA COMPARAÇÃO.....	8
14	PRAZOS E DEVOLUÇÃO.....	8
15	RESULTADOS DA COMPARAÇÃO .....	8
16	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	8
17	EMISSÃO DO RELATÓRIO FINAL .....	9
18	CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO.....	9
19	CRONOGRAMA DE ATIVIDADES.....	10
20	INSCRIÇÃO.....	10
21	REFERÊNCIAS .....	11
22	HISTORICO DE REVISÕES .....	11

## 1 INTRODUÇÃO

De acordo com a norma ISO IEC 17043:2011 as **Comparações Interlaboratoriais** são amplamente utilizadas para vários propósitos e seu uso vem crescendo internacionalmente.

A **Exactus Metrologia e Qualidade** é uma empresa independente que realiza prestação de serviços em assessoria e treinamentos nas áreas de metrologia e qualidade. No intuito de colaborar ainda mais para o desenvolvimento metrológico dos laboratórios e organizações interessadas, a empresa tornou-se também um **Provedor de Ensaios de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial**. Esta atividade visa demonstrar a competência nos controles da qualidade dos laboratórios, a fim de que possam cumprir com as exigências de seus sistemas de gestão.

## 2 OBJETIVO

As **Comparações Interlaboratoriais** têm como principais objetivos:

- a) Avaliação do desempenho de laboratórios para ensaios ou medições específicas e monitoramento do desempenho contínuo de laboratórios;
- b) Identificação de problemas em laboratórios e início de ações de melhoria que podem estar relacionadas, por exemplo, a ensaios ou procedimentos de medição inadequados, à efetividade do treinamento da equipe e supervisão ou calibração de equipamentos;
- c) Estabelecimento da efetividade e comparabilidade de métodos de ensaio ou métodos de medição;
- d) Provimento de confiança adicional aos clientes do laboratório;
- e) Identificação de diferenças interlaboratoriais;
- f) Educação de laboratórios participantes baseada em resultados das comparações interlaboratoriais;
- g) Validação da incerteza declarada.

## 3 ESCOPO

Este documento contempla as atividades a serem realizadas na Comparação Interlaboratorial em ensaios na área de Leite Cru.

## 4 COORDENAÇÃO DO PROGRAMA

O comitê técnico responsável pela execução deste programa é composto pelas seguintes partes:

Tabela 1- Descrição do comitê técnico.

DESCRIÇÃO DO COMITÊ TÉCNICO			
Nome	Entidade	Função	E-mail
Gerson E. Mello	EXACTUS	Coordenação geral	gerson@exactusmetrologia.com.br
Eve Anne R Mello	EXACTUS	Supervisão Geral	eve@exactusmetrologia.com.br

## 5 CONFIDENCIALIDADE

É política da Exactus Metrologia e Qualidade manter a confidencialidade de todas as informações e registros, tais como: medições, resultados, incertezas dentre outros.

Os participantes inscritos recebem um código/senha de identificação, a fim de que possa haver uma referência para a divulgação dos resultados no relatório final. A identidade de todos os participantes será mantida em sigilo.

A Exactus Metrologia e Qualidade previne a colusão e fraude entre os participantes, porém fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiros não sejam apresentados à Exactus Metrologia e Qualidade.

É fundamental que cada participante analise criticamente a importância do ensaio de proficiência e também seus resultados, embora todas as medidas para prevenção de fraudes sejam tomadas pela Exactus Metrologia e Qualidade, cabe aos participantes a responsabilidade e a veracidade dos resultados enviados

## 6 LABORATÓRIO APOIADOR

Será contratado um laboratório acreditado para o escopo em questão para realizar as análises relativo a homogeneidade e estabilidade.

## 7 PARÂMETROS DA COMPARAÇÃO

A comparação será realizada em 3 rodadas, em matriz de leite cru integral nos seguintes parâmetros: conforme Tabela 2:

Tabela 2 – Descrição dos parâmetros

ENSAIO	Unidade de medida	MÉTODOS RECOMENDADOS
CCS (Contagem de células somáticas)	CS/mL	Método eletrônico por citometria de fluxo ISO 13366-2/ IDF 148-2:2006
CBT (Contagem bacteriana total)	UFC/mL	ISO 4833-1:2013
Gordura	g/100g	Composição centesimal do leite: método eletrônico por infravermelho ISO 9622 / IDF 141C:2013
Proteína	g/100g	
Lactose	g/100g	
Extrato Seco desengordurado	g/100g	

Caso o laboratório não reporte o valor numérico do ensaio e informe nas observações que o resultado encontrado foi inferior ao LQ ou LD, não será avaliado o desempenho dos dados enviados.

Os resultados serão enviados conforme planilha fornecida pelo provedor.

## 8 METODOLOGIA DE ENSAIO

Se o participante utilizar um método ou técnica diferente das recomendadas neste programa, o mesmo não será considerado aos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto.

## 9 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras serão preparadas, homogeneizadas, envasadas e etiquetadas nas instalações da fazenda contratada para a coleta, supervisionadas pelo provedor e de acordo com as instruções normativas do MAPA

As amostras, após envasadas em frascos padrão para leite e com os conservantes necessários, serão acondicionadas em caixas térmicas herméticas e lacradas, com gelo reciclável devidamente preparadas para a finalidade. Em cada caixa haverá duas amostras: uma delas apenas para que seja medido a temperatura no momento da abertura do lacre da embalagem, garantindo assim as condições necessárias.

## 10 VALOR DESIGNADO E DESVIO PADRÃO PARA AVALIAÇÃO DA PROFICIÊNCIA

### 10.1 Valor designado e sua incerteza associada

#### 10.1.1 Valor designado

Várias são as opções para se estabelecer o valor designado em um ensaio de proficiência.

- Determinação por um laboratório de referência
- O(s) valor(es) certificado (s) de um MRC usado como material de ensaio
- Comparação direta do material de ensaio de proficiência com os valores de consenso de MRCs de laboratórios especialistas
- Formulação (ou seja, designação de valor com base nas proporções usadas numa solução ou outra mistura de ingredientes com conteúdo conhecido de analito)
- Um valor de consenso (isto é, um valor derivado diretamente dos resultados relatados)

O consenso de participantes é atualmente o método mais amplamente usado para determinação do valor designado: de fato, raramente há uma alternativa, em termos de custo/benefício. A idéia do consenso não é a de que todos os participantes concordem dentro dos limites determinados pela precisão da repetitividade, mas a de que os resultados produzidos pela maioria sejam não-tendenciosos (*unbiased*) e sua dispersão tenha um perfil prontamente identificável.

Uma vasta experiência demonstrou que os valores de consenso geralmente situam-se muito próximos, na prática, de valores de referência confiáveis obtidos através de formulação, consenso de laboratórios especialistas, e valores de referência (sejam de MRCs ou laboratórios de referência).

Para este programa, o valor designado será considerado o de consenso entre todos os participantes, ou seja, a média robusta calculada a partir dos resultados relatados, conforme fórmula abaixo.

$$x_a = \hat{\mu}_{rob}$$

onde:

$x_a$  = valor designado

$\hat{\mu}_{rob}$  = média robusta calculada entre os resultados dos participantes

### 10.1.2 Incerteza do valor designado

A incerteza do valor designado é de extrema importância, pois a mesma não poderá influenciar de forma significativa o desempenho dos participantes. Para valor calculado por consenso, a incerteza será expressa como o desvio padrão robusto calculado entre os participantes através da seguinte fórmula:

$$u(x_a) = \frac{\hat{\sigma}_{rob}}{\sqrt{n}}$$

Onde:

$u(x_a)$  = incerteza do valor designado

$\hat{\sigma}_{rob}$  = desvio padrão robusto calculado entre os resultados dos participantes

$n$  = número de participantes do programa

Conforme o Protocolo Internacional Harmonizado para ensaios de proficiência de laboratórios analíticos (químicos) (Relatório Técnico IUPAC) podemos realizar o seguinte teste:

$$\frac{u(x_a)^2}{\sigma_p^2} \leq L$$

Convém que o provedor de ensaios de proficiência indique um multiplicador  $0,1 < L < 0,5$  apropriado para o ensaio, e tendo estimado  $u(x_a)$  para uma rodada, agir do seguinte modo:

se  $\frac{u(x_a)^2}{\sigma_p^2} \leq 0,1$

Divulgar índices-z (z-scores) como qualificado;

se  $0,1 < \frac{u(x_a)^2}{\sigma_p^2} \leq L$

Divulgar índices-z (z-scores) como qualificado, com observações

se  $\frac{u(x_a)^2}{\sigma_p^2} > L$

Não divulgar índices-z (z-scores).

*Nota:* Na desigualdade  $0,1 < L < 0,5$  os limites podem ser ligeiramente modificados a fim de atender a requisitos exatos de programas específicos. Neste programa o  $L$  adotado será o de 0,5

### 10.2 Desvio padrão para avaliação de desempenho

O desvio-padrão para avaliação da proficiência  $\sigma_p$  é um parâmetro que é usado para prover um escalonamento para os desvios do valor designado por parte do laboratório e assim definir um índice-z (z-score). Para fins desse programa o desvio padrão será por adequação ao propósito, ou seja, já pré-definido para cada análise antes de iniciar o programa.



Neste método, o provedor do programa de proficiência determina um nível de incerteza que é amplamente aceito como apropriado pelos participantes e usuários finais de dados do setor de aplicação dos resultados, e o define em termos de  $\sigma_p$ . Por "apropriado", entende-se que a incerteza é pequena o suficiente para que as decisões baseadas nos dados raramente sejam incorretas, mas não tão pequena que os custos de análise sejam indevidamente altos. Deve-se enfatizar que  $\sigma_p$  não representa aqui uma estimativa de como está o desempenho dos laboratórios, mas sim como deveria estar de maneira a poderem cumprir seus compromissos com seus clientes.

Inicialmente foram definidos os desvios padrão apropriados baseando-se no intervalo de aceitação conforme IN62, podendo no decorrer das próximas rodadas serem otimizados através da análise dos dados

A tabela a seguir relata quais serão os desvios que serão considerados em cada análise:

Tabela 3: Lista dos parâmetros e os desvios padrão adequados ao propósito

	Descrição da Análise	Unidade de medida	Especificação IN 62	Intervalo	Desvio padrão adequado ao propósito $\sigma_p$	Critério
1	CCS (Contagem de células somáticas)	CS/mL*	máximo $3,6 \times 10^4$	$3,6 \times 10^4$	$0,576 \times 10^4$	16% da tolerância (max permitido)
2	CBT (Contagem bacteriana total)	UFC/mL*	máximo $1 \times 10^4$	$1 \times 10^4$	$0,16 \times 10^4$	16% da tolerância (max permitido)
3	Gordura	g/100g	mínimo 3	3	0,48	16% da tolerância (min permitido)
4	Proteína	g/100g	mínimo 2,9	2,9	0,464	16% da tolerância (min permitido)
5	Lactose	g/100g	4,3 a 4,7	0,4	0,064	16% da tolerância
7	Extrato Seco Desengordurado	g/100g	min 8,4	8,4	1,34	16% da tolerância (min permitido)

\*Para fins de análise estatística os valores de UFC/mL e CS/mL bem como o desvio padrão adequado ao propósito serão convertidos em logaritmo de base 10.

## 11 HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DO ITEM PARA COMPARAÇÃO

Os materiais preparados para ensaios de proficiência e outros estudos interlaboratoriais são geralmente heterogêneos em algum grau, apesar dos melhores esforços para assegurar homogeneidade. Quando um lote de tal material é dividido para distribuição entre vários laboratórios, as unidades produzidas variam ligeiramente entre si quanto à composição. Este protocolo requer que esta variação seja suficientemente pequena para o propósito.

Para se determinar a variabilidade das amostras (homogeneidade suficiente), serão escolhidas aleatoriamente 10 amostras de leite cru do conjunto total preparado e envasado. Cada amostra será avaliada em duplicata. A partir desses dados serão estimadas a variação dos resultados entre as duplicatas e também entre as amostras. Com essa estratégia pode-se verificar e ponderar a influência da precisão analítica na estimativa da homogeneidade.

A variância amostral aceitável estará relacionada diretamente ao desvio padrão aplicado ao propósito, designado pelo provedor. Será utilizado como referência o Protocolo Harmonizado para Ensaio de Proficiência IUPAC (apêndice 1).

Para determinar a homogeneidade serão avaliados os seguintes parâmetros: Contagem Bacteriana Total e Gordura Total.

A estabilidade da amostra não será realizada uma vez que já se realizaram inúmeros estudos sobre o assunto e o prazo já está bem definido, e normatizada no meio em questão. Além disso as amostras serão tratadas com conservante padrão como é de praxe. Os laboratórios deverão obedecer o prazo oficial de estabilidade estabelecida pelo MAPA para realizar as análises.

## **12 ENVIO DO ITEM PARA COMPARAÇÃO**

O envio dos itens será de responsabilidade da Exactus Metrologia e Qualidade de acordo a cronograma pré-estabelecido.

## **13 RECEBIMENTO DO ITEM PARA COMPARAÇÃO**

No momento do recebimento, o participante ou responsável designado deverá inspecionar o item para verificar a existência de alguma não conformidade, tais como a falta de amostra e/ou rompimento das embalagem de forma a promover contaminação da mesma.

Os registros destas inspeções devem ser realizados no formulário disponibilizado previamente pela Exactus.

## **14 PRAZOS E DEVOLUÇÃO**

O participante terá até 30 (dias) dias úteis para realizar os ensaios e enviar o formulário com os valores obtidos, juntamente com o relatório de ensaio emitido pelo mesmo para esta comparação.

## **15 RESULTADOS DA COMPARAÇÃO**

Os resultados das medições deverão ser preenchidos em planilha específica para o programa, disponibilizada pela Exactus e enviados por e-mail unicamente para a coordenação geral do programa: [interlab@exactusmetrologia.com.br](mailto:interlab@exactusmetrologia.com.br)

Os formulários e planilhas serão disponibilizados no site da Exactus. É de responsabilidade do participante baixar a versão atualizada antes de realizar a análise.

## **16 ANÁLISE ESTATÍSTICA**

A referência para avaliação de desempenho do programa é o Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência de Laboratórios Analíticos (Químicos) (Relatório Técnico IUPAC), bem como a



norma ISO 13528, devido à descrição detalhada e confiável dos critérios e métodos de análise estatística dos resultados, além de serem uma referência da norma ISO/IEC 17043.

O Protocolo Harmonizado recomendava a conversão dos resultados dos participantes em índices (*scores*) de índices-z (*z-scores*), e a experiência nos anos seguintes demonstrou a ampla aplicabilidade e aceitação do índice-z (*z-score*) em ensaios de proficiência. O resultado  $x$  de um participante é convertido num índice-z (*z-score*) de acordo com a equação:

$$Z = \frac{(x - x_a)}{\sigma_p}$$

Onde

$x$  = resultado do participante

$x_a$  = valor designado, a melhor estimativa do provedor para o mensurando

$\sigma_p$  = desvio padrão par ao ensaio de proficiência em questão baseado na dequação do propósito

Interpretação do índice z-score

- Um índice (score) de zero significa um resultado perfeito. Isto raramente acontecerá, mesmo nos mais competentes laboratórios.
- Aproximadamente 95 % dos índices-z (*z-scores*) se situarão entre -2 e +2. O sinal (i.e., - ou +) do índice (score) indica um erro negativo ou positivo respectivamente. Índices (scores) nesta serão designados como "**satisfatório**".
- Um índice (score) fora da faixa de -3 a 3 seria muito incomum, indicando que convém que a causa do evento seja investigada e remediada. Índices (scores) nesta classe serão designados como "**insatisfatório**".
- Índices (scores) nas faixas de -2 a -3 e 2 a 3 seriam esperados 1 vez em 20, de forma que um evento isolado deste tipo não tem um grande significado. Índices (*scores*) nesta classe serão designados como "questionável".

## 17 EMISSÃO DO RELATÓRIO FINAL

**Relatório Prévio:** Primeiramente será publicado um relatório prévio da rodada correspondente. O participante terá 7 dias corridos para ler o relatório prévio e se for o caso entrar com o pedido de apelação preenchendo o formulário **PEP-FOR-06- rev00 - Ficha de apelação do participante**, disponibilizado no site. Cada apelação será avaliada, e um parecer técnico será enviado ao participante conforme campo previsto no próprio formulário

**Relatório Final.** Após período descrito acima, será enviado aos participantes o relatório final. Cabe salientar que não será aceito qualquer apelação referente ao relatório final.

## 18 CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO

A participação do programa de ensaio de proficiência é aberta a qualquer laboratório de ensaios,

acreditado de acordo com a norma ISO/IEC 17025, em processo de acreditação ou que possua em seu escopo a realização dos serviços, na grandeza relacionada.

O processo de comparação interlaboratorial contará com no mínimo 5 participantes e no máximo 50.

## 19 CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

O cronograma da comparação seguirá as datas de acordo a tabela:

Tabela 4 - Cronograma

<b>CRONOGRAMA</b>	
<b>Atividade prevista</b>	<b>Datas</b>
Início das Inscrições	01/12/2019
Encerramento das inscrições	30/06/2019
<b>1ª Rodada</b>	
Envio das amostras	07/2019
Data da realização dos ensaios	08/2019
Emissão do Relatório Final e Certificado	09/2019
<b>2ª Rodada</b>	
Envio das amostras	02/2020
Final das Comparações e recebimento dos resultados	03/2020
Emissão do Relatório Final e Certificado	04/2020

Caso ocorra algum imprevisto os participantes serão devidamente informados.

## 20 INSCRIÇÃO

Os interessados a participar neste programa, deverão solicitar o formulário de inscrição pelo e-mail [interlab@exactusmetrologia.com.br](mailto:interlab@exactusmetrologia.com.br) e efetuar o pagamento da taxa de acordo a tabela 5:

Tabela 5 - Taxas de inscrição

<b>Região do Participante no Brasil</b>	<b>Investimento</b>
Sul e Sudeste	R\$ 2.200,00
Centro-oeste	R\$ 2.300,00
Norte e Nordeste	R\$ 2.400,00

A taxa de participação já inclui as despesas de transporte, emissão do relatório final

O pagamento poderá ser efetuado por depósito na conta Banco Itaú Unibanco 341, Agência: 0579, Conta Corrente: 11608-8, em nome de: Rodrigues & Mello Ltda - CNPJ 15.699.828/0001-57, conforme condições expressas no *PEP-FOR-05 - Formulário inscricao-006\_2016*.

O comprovante do pagamento deverá ser enviado para o e-mail [interlab@exactusmetrologia.com.br](mailto:interlab@exactusmetrologia.com.br).

## 21 REFERÊNCIAS

- ISO 13528:2015. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- IUPAC - Pure and Applied Chemistry –Protocolo Internacional Harmonizado para ensaios de proficiência de laboratórios analíticos (químicos)- Relatório Técnico IUPAC- 2006
- ISO/IEC 17043:2010. Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing

## 22 HISTORICO DE REVISÕES

