



EXACTUS

METROLOGIA E QUALIDADE

PROGRAMAS DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA



FERTILIZANTES

Rodadas 1 e 2

PEP EXACTUS 007/ 2019

[Programa cadastrado no EPTIS ID 489918.](#)

Plano de Ação Ensaio de Proficiência – Ensaio Químico

Emitido em 01/12/2018

Apoio:

UNISC
UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL

CENTRAL ANALÍTICA

Tecnologia que gera resultado, resultado que gera crescimento.

SUMÁRIO

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

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 Ensaio 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 Inter laboratoriais;
- 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 Ensaio na Área de Fertilizantes Mineral Via Solo a ser realizado em duas rodadas anuais.

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 Melo	EXACTUS	Coordenação técnica	eve@ exactusmetrologia.com.br
Ezequiel Bavaresco Cremonese	UNISC	Supervisão técnica	ezequielcremonese@unisc.br

Os contatos referentes a este programa devem ser realizados diretamente com o Comitê Técnico.

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 ATIVIDADES SUBCONTRATADAS

- Central Analítica – UNISC - Av. Independência, 2293, Bairro Universitário, CEP: 96815-900, Santa Cruz do Sul - RS / Brasil. Este laboratório será o responsável pela preparação das amostras e estudos de homogeneidade e estabilidade.
- Empresa Brasileira de Correios e Telégrafos – CORREIOS para envio das amostras.

7 PARÂMETROS DA COMPARAÇÃO

A comparação será realizada em duas rodadas, contendo o ensaios listados na Tabela 2 para a matriz de Fertilizante Mineral Via Solo:

Tabela 2-Descrição dos Parâmetros e Métodos de Ensaio – Fertilizante Mineral Via Solo.

ENSAIO	UNIDADE	MÉTODO
Nitrogênio Total	%	IN SAD 03/2015 - Micrométodo da liga de Raney
P ₂ O ₅ sol. em CNA+H ₂ O	%	IN SAD 03/2015 - Método gravimétrico do Quimociac
Potássio sol. em H ₂ O (K ₂ O)	%	IN SAD 03/2015 - Método por fotometria de chama
Enxofre	%	IN SAD 03/2015 - Método gravimétrico do sulfato de bário
Cálcio Total	%	IN SAD 03/2015 - Método espectrométrico por absorção atômica
Boro Total	%	Método espectrofotométrico da azometina-H

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

Os participantes devem utilizar seus procedimentos de rotina. 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. Porém será incluso na comparação entre os resultados.

O Laboratório poderá optar por participar parcialmente do programa, escolhendo quais os ensaios que realizará reportando os resultados na planilha normalmente, preenchendo o campo com o termo "NR" que significará neste programa " Não realizado" para todos parâmetros não realizados.

9 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras serão preparadas, homogeneizadas e envasadas pelo laboratório subcontratado:

Laboratório da Central Analítica da UNISC: Av. Independência, 2293, Santa Cruz do Sul - RS / Brasil laboratório acreditado segundo a norma ABNT NBR ISO IEC 17025:2005 no Brasil sob o registro CRL 1127.

Após a preparação das amostras, o provedor será o responsável pelo envio das mesmas aos participantes conforme cronograma definido previamente.

10 VALOR DESIGNADO E DESVIO PADRÃO PARA AVALIAÇÃO DA PROFICIÊNCIA

10.1 Valor designado

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 ideia 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

Caso o número de participantes seja inferior a 12 (doze) serão aplicadas outras técnicas estatísticas específicas.

10.2 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

O critério para avaliar tanto o valor designado quanto a incerteza do valor designado será o seguinte

$$\hat{\sigma}_{rob} \leq 1,2 \cdot \sigma_p$$

onde σ_p é o desvio padrão para avaliação de desempenho.

Além disso, quando for satisfeita a condição acima, tendo mais que 10 participantes, também será satisfeita a condição conforme ISO 13528:

$$u(x_a) \leq 0,3\sigma_p$$

11 Desvio padrão para avaliação de desempenho

O desvio-padrão para avaliação da proficiência σ_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 σ_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 σ_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.

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

Parâmetro	Unidade de medida	Tolerância conforme Instrução Normativa do MAPA	Desvio Padrão adequado ao propósito (σ_p) (30% do desvio máximo aceitável)
N	% (fração mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • 15% quando garantia for $\leq 5\%$ • 10% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 1,5 unidade quando garantia for $> 40\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 7,5% quando garantia for $\leq 5\%$ • 5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 0,75 unidade quando garantia for $> 40\%$
P ₂ O ₅ sol. em CNA+H ₂ O,	% (fração mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • 15% quando garantia for $\leq 5\%$ • 10% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 1,5 unidade quando garantia for $> 40\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 7,5% quando garantia for $\leq 5\%$ • 5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 0,75 unidade quando garantia for $> 40\%$
K	% (fração mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • 15% quando garantia for $\leq 5\%$ • 10% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 1,5 unidade quando garantia for $> 40\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 7,5% quando garantia for $\leq 5\%$ • 5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 0,75 unidade quando garantia for $> 40\%$
S	% (fração	<ul style="list-style-type: none"> • 15% quando garantia for $\leq 5\%$ • 10% quando garantia for > 5 e 	<ul style="list-style-type: none"> • 7,5% quando garantia for $\leq 5\%$

	mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • $\leq 40\%$ • 1,5 unidade quando garantia for $> 40\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 0,75 unidade quando garantia for $> 40\%$
Ca	% (fração mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • 15% quando garantia for $\leq 5\%$ • 10% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 1,5 unidade quando garantia for $> 40\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 7,5% quando garantia for $\leq 5\%$ • 5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 0,75 unidade quando garantia for $> 40\%$
B	% (fração mássica)	<ul style="list-style-type: none"> • 20% quando garantia for $\leq 1\%$ • 15% quando garantia for > 1 e $\leq 5\%$ • 10% para garantia for $> 5\%$ 	<ul style="list-style-type: none"> • 10% quando garantia for $\leq 1\%$ • 7,5% quando garantia for > 5 e $\leq 40\%$ • 5% unidade quando garantia for $> 40\%$

Obs: A faixa de garantia da amostra será informada aos participantes juntamente com o envio da mesma em formulário de informações gerais da amostra.

12 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 n amostras de fertilizantes 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 Ensaios de Proficiência IUPAC (apêndice 1).

A estabilidade será avaliada comparando-se a média do estudo de homogeneidade com a média de mais n amostras analisadas em duplicatas após ter transcorrido 30 dias do envio.

A diferença das médias não poderá ultrapassar 30% do σ_p :

$$|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_p$$

Onde:

\bar{x} = média do estudo de homogeneidade

\bar{y} = média das amostras analisadas após 40 dias

σ_p = desvio padrão proposto para estudo

Para o estudo de homogeneidade e estabilidade serão realizados os seguintes parâmetros: Cálcio, Fósforo e Nitrogênio Total.

13 ENVIO DO ITEM PARA COMPARAÇÃO

O envio dos itens será de responsabilidade da Exactus Metrologia e Qualidade. As amostras envasadas serão acondicionadas em caixas devidamente preparadas para a finalidade. Serão enviados aos devidos endereços dos participantes e aos cuidados dos responsáveis declarados na ficha de inscrição.

14 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 da embalagem de forma a promover contaminação da mesma.

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

15 PRAZOS E DEVOLUÇÃO

O participante terá até 30 (trinta) 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.

16 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

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

17 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A referência para avaliação de desempenho do programa é a norma ISO 13528, devido à descrição detalhada e confiável dos critérios e métodos de análise estatística dos resultados, além de ser 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 desinado, a melhor estimativa do provedor para o mensurando

σ_p = desvio padrão par ao ensaio de proeficiencia 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**".

18 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.

19 CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO

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

20 CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

Este cronograma poderá sofrer ajustes e alterações e caso ocorram os participantes serão devidamente informados através do e-mail cadastrado na ficha de inscrição.

Tabela 4–Cronograma previsto

CRONOGRAMA	
Atividade prevista	Datas
Início das Inscrições	01/12/2018
Encerramento das inscrições	30/06/2019
1ª Rodada	
Envio das amostras	07/2019
Final das Comparações e recebimento dos resultados	08/2019
Emissão do Relatório Final e Certificado	09/2019
2ª Rodada	
Envio das amostras	02/2020
Final das Comparações e recebimento dos resultados	03/2020
Emissão do Relatório Final e Certificado	04/2020

21 INSCRIÇÃO

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

Tabela 5 - Taxas de inscrição para as duas rodadas

Região do Participante no Brasil	Investimento
Sul e Sudeste	R\$ 1.500,00
Centro-oeste	R\$ 1.600,00
Norte e Nordeste	R\$ 1.700,00

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

O pagamento poderá ser efetuado por depósito na conta Banco Santander, Agência: 1541, Conta Corrente: 0130003965, em nome de: Rodrigues & Mello Ltda - CNPJ 15.699.828/0001-57 de acordo as condições expressas no PEP-FOR-05 *Formulário de inscrição-007-2017*

O comprovante do pagamento deverá ser enviado para o e-mail interlab@exactusmetrologia.com.br.

22 REFERÊNCIAS

- ISO 13528:2015. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- IUPAC - PureandAppliedChemistry –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
- INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 3, DE 26 DE JANEIRO DE 2015 – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

23 HISTORICO DE REVISÕES