



EXACTUS

METROLOGIA E QUALIDADE

PROGRAMAS DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA



ENSAIOS QUÍMICOS EM COSMÉTICOS: CREME PROTETOR DE SEGURANÇA

RODADAS 1 E 2

PEP EXACTUS 013/ 2019

[Programa cadastrado no EPTIS ID 243370](#)

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

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 PRODUTOS QUÍMICOS/FARMACÊUTICOS- COSMÉTICOS: CREME PROTETOR DE SEGURANÇA

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

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

- Laboratório acreditado ou competente na ISO 17043 para testes 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 Creme cosmético:

Tabela 2-Descrição dos Parâmetros e Métodos de Ensaio.

ENSAIO	MÉTODO
Determinação da solubilidade - Propriedade água resistente	ABNT NBR ISO 16276:2004
Ensaio de barreira protetora frente a solventes orgânicos: Acetona, Tolueno, Xileno	
Ensaio de barreira protetora frente a ácidos e bases: Ácido Fosfórico 15%, Ácido Clorídrico 15%, Ácido Sulfúrico 15%, Ácido Acético 10% Hidróxido de Sódio 10%	
Determinação Potenciométrica do pH	
Determinação da Densidade – Método do Picnômetro	
Determinação de Perda por Dessecação	

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:

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

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

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 obtido pelo desvio padrão robusto dos participantes

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 Ensaio 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

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 para o ensaio de proeficiencia em questão

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 3–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 4 - Taxas de inscrição para as duas rodadas

Região do Participante no Brasil	Investimento
Sul e Sudeste	R\$ 2.500,00

Centro-oeste	R\$ 2.600,00
Norte e Nordeste	R\$ 2.700,00

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

O pagamento poderá ser efetuado à vista ou por meio de boleto bancário ou depósito na conta Banco Itaú, Agência: 0579, Conta Corrente: 11608-8, em nome de:

Rodrigues & Mello Ltda - CNPJ 15.699.828/0001-57

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