

PROTOCOLO DO 11º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA



PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE NA ÁREA DE VOLUME NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS PARTICIPANTES RODADA 1

Relatório Emitido em **13 de janeiro de 2021** – Edição 01

1. INTRODUÇÃO

A QLM Inovações Tecnológicas iniciou suas atividades em 2006 com foco na realização de consultorias e treinamentos nas áreas de calibração e ensaio, tendo participado da acreditação de mais de 40 laboratórios por todo o Brasil.

Durante este período a empresa se deparou com a necessidade de seus clientes de participar em programas de ensaios de proficiência, pois os ensaios disponíveis eram muito reduzidos, além de contarem com limitado número de participantes.

Para atender a essa demanda, no ano de 2012, a QLM implantou esta área de trabalho, de acordo com as diretrizes da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência - EP.

2. OBJETIVO

- ✓ Avaliar e comparar os resultados dos laboratórios para um mesmo serviço;
- ✓ Determinar o desempenho dos laboratórios participantes comparando-os de forma coletiva, além de avaliar o desempenho de forma individual;
- ✓ Avaliar as condições técnicas do processo;
- ✓ Atendimento a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 vigente;
- ✓ Fornecer subsídios para os laboratórios buscarem melhorias contínuas em seu sistema de gestão e nas calibrações consideradas em cada EP;
- ✓ Estimular discussões entre os laboratórios participantes, ou em comissões técnicas buscando corrigir falhas comuns, como nas técnicas adotadas para as calibrações realizadas pelos laboratórios;
- ✓ Fornecer confiança tanto aos clientes do laboratório como aos órgãos acreditadores.
- ✓ Atender as exigências da acreditação dos laboratórios (NIT DICLA 026 ou similares internacionais).

3. COORDENAÇÃO

A coordenação deste programa é realizada pela empresa QLM Inovações Tecnológicas por meio de equipe especializada, conforme descrito a seguir:

- Coordenação Geral: **Marcelo Alves dos Santos**, afiliado à **QLM Proficiência**;
- Coordenação Técnica: **Marcelo Alves dos Santos**, afiliado à **QLM Proficiência**;
- Coordenação Administrativa: **Rafael Borges Ribeiro**, afiliado à **QLM Proficiência**;

Quaisquer dúvidas, reclamação ou apelação relativas à programação e procedimentos adotados neste Programa, deverão ser encaminhadas à QLM, responsável pelo EP, por meio dos telefones: (055) 11-26490940 ou (055)11-979900180 (whatsapp) e pelo e-mail: proficiencia@qlmpro.com.br.

SUBCONTRATADOS

Hexis Científica SA (CAL-0322)

End.: Av. Antonieta Piva Barranqueiros, 385 - Distrito Industrial - Jundiaí / SP

S.M. Indústria e Comércio de Artigos Para Laboratórios Ltda-epp (CAL-0209)

End.: Rua Dr. Afonso Vergueiro, 455 - Vila Maria - São Paulo / SP

4. PARTICIPANTES

A programação está aberta a todos os laboratórios de CALIBRAÇÃO, na área de VOLUME, acreditados, postulantes a acreditação ou outros interessados na garantia da validade de seus resultados, bem no correto estabelecimento da rastreabilidade metrológica de seus resultados ao Sistema Internacional de Unidades (SI). Os participantes deverão atender este programa, respeitando todas as condições como técnicas, logística, cuidados específicos e aspectos financeiros.

Para ocorrer este programa, a coordenação deverá contar com um mínimo de 4 participantes e máximo de 20 participantes por artefato. Para artefatos que atinjam o limite de inscrições, os organizadores poderão incluir um novo artefato similar neste protocolo.

Os interessados em participar deste programa de EP, deverão efetuar o cadastro da empresa e/ou inscrição no site: qlmpro.com.br, além de realizar o pagamento da taxa de inscrição no prazo estabelecido.

5. LISTA DE ARTEFATOS

Artefato: AP-847

- ✓ Bureta graduada com faixa nominal de 10 mL e resolução de 0,05 mL. Pontos da comparação: (5 e 10) mL. Marca: Teclabor (Subcontratada: TECLABOR_SP)

Artefato: AP-848

- ✓ Balão volumétrico cor âmbar com valor nominal de 50 mL. Marca: Teclabor (Subcontratada: TECLABOR_SP)

Artefato: AP-849

- ✓ Pipeta graduada com faixa nominal de 5 mL e resolução de 0,1 mL. Pontos da comparação: (1 e 5) mL. Marca: Normax (Subcontratada: TECLABOR_SP)

Artefato: AP-850

- ✓ Pipeta volumétrica com valor nominal de 6 mL. Marca: Teclabor (Subcontratada: TECLABOR_SP)

Artefato: AP-851

- ✓ Picnômetro de vidro borossilicato com valor nominal de 25 mL. Marca: Teclabor (Subcontratada: TECLABOR_SP)

Artefato: AP-852

- ✓ Micropipeta com faixa nominal de (100 a 1000 μ L) μ L e resolução de 0,1 μ L. Pontos da comparação: (150; 250; 550 e 950) μ L. Marca: Eppendorf, Modelo: Research Plus (Subcontratada: HEXIS)

Artefato: AP-853

- ✓ Microseringa com faixa nominal de (0 a 100) μ L e resolução de 1 μ L. Pontos da comparação: (30, 50, 70 e 90) μ L. Marca: Hamilton, Modelo: Gasticht 1710 (Subcontratada: HEXIS)

Artefato: AP-854

- ✓ Bureta digital com faixa nominal de 50 mL, resolução de 0,01 mL e o valor de um giro de 5 mL. Pontos da comparação: (10; 15; 20; 25 e 30) mL. Marca: Eppendorf, Modelo: Top Buret H (Subcontratada: HEXIS)

6. CRONOGRAMA DA RODADA DO PROGRAMA

- Encerramento das inscrições: 12/02/2021;
- Início da comparação dos artefatos: 02/02/2021;
- Término da comparação dos artefatos: 17/12/2021;
- Apresentação do relatório preliminar: 17/01/2022;
- Envio do relatório final: 17/02/2022.

As datas poderão ser alteradas em função do número de participantes, sendo o monitoramento realizado através do cronograma eletrônico disponibilizado no site.

7. RESULTADOS E VALORES DE REFERÊNCIAS DA RODADA

Após as calibrações dos artefatos, o participante deverá informar os resultados obtidos em cada ponto / parâmetro da comparação, conforme formulário Registro de Resultados (FT-04) no site da QLMPRO. Caso o participante por algum motivo não queira ou não tenha condições de informar os resultados em alguns dos pontos / parâmetros definidos na rodada do EP, este fato não impedirá a sua participação.

Os resultados deverão vir acompanhados de suas respectivas incertezas de medição para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%, conforme devido no documento EA 4-02 do European Corporation Accreditation (NIT DICLA 021 – Cgcre – Brasil).

7.1. VALOR DESIGNADO E SUA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

- Os valores designados (X) e suas incertezas (uX) são determinados pelo organizadores conforme descrito a seguir:

Valor designado (X):

X: valor estabelecido pelas calibrações realizadas pelo laboratório acreditado (subcontratado) conforme informado no item 5.

- O resultado considerado como valor de designado (X) é o valor médio obtido entre a calibração inicial (Li) e o valor obtido na calibração final (Lf).

$$X = \frac{Li + Lf}{2}$$

Incerteza padrão do valor designado (u_X):

- O resultado considerado como incerteza padrão do valor designado (u_X) é o valor obtido pela equação a seguir:

$$u_X = \sqrt{(u_{ref})^2 + (u_{stab})^2 + (u_{hom})^2}$$

a) Incerteza padrão estabelecida pelas calibrações realizadas pelo laboratório subcontratado (u_{ref})

- O resultado considerado como incerteza padrão da referência (u_{ref}) é a média quadrática da incerteza padrão inicial da referência ($u_{ref.i}$) com a incerteza padrão final de referência ($u_{ref.f}$).

$$u_{ref} = \sqrt{\frac{(u_{ref.i})^2 + (u_{ref.f})^2}{2}}$$

Sendo:

$$u_{ref.i} \text{ e } u_{ref.f} = \frac{U}{k}$$

U = Incerteza expandida de medição da calibração realizada pelo laboratório de referência.

k = Fator de abrangência da calibração realizada pelo laboratório de referência.

b) Determinação da estabilidade dos artefatos – longo prazo (u_{stab}):

Além das calibrações realizadas pelo laboratório subcontratado no início e no final do programa do EP, para a determinação do valor designado, sempre que a rodada do EP possuir mais de 12 participantes, é realizada uma calibração intermediária no programa.

A deriva do programa de EP é determinada como sendo a variação máxima dos resultados entre a calibração inicial (L_i), a calibração final (L_f) e a calibração intermediária (L_{int}).

A deriva considerada é o maior resultado absoluto entre: $(L_f - L_i)$ e $(L_{int} - L_i)$.

$$u_{estab} = \frac{deriva}{\sqrt{3}}$$

c) Determinação da homogeneidade dos artefatos (u_{hom}):

Quando definido no plano do EP o laboratório subcontratado realiza um estudo de homogeneidade e a fonte de incerteza padrão referente à homogeneidade é calculada pela equação abaixo (u_{hom}) ou incluída na incerteza de medição do valor da referência (u_{ref}).

$$u_{hom} = \frac{homogeneidade}{\sqrt{12}}$$

Incerteza de medição do valor designado (U_X):

$$U_X = k * u_X$$

Onde:

k = fator de abrangência da determinação do valor de u_X .

U_X = incerteza expandida de medição para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

7.2. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

Erro normalizado

O método estatístico utilizado neste programa de EP foi por cálculo de EN (Erro normalizado), conforme equação a seguir:

$$EN = \frac{(X_{lab} - X)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_X^2}}$$

Onde:

EN = Erro Normalizado;

X_{lab} = Valor obtido pelo participante;

X = Valor designado;

U_X = Incerteza de medição do valor designado;

U_{lab} = Incerteza de medição do participante.

Avaliação do Desempenho:

O resultado será considerado como satisfatório caso o valor $|EN| \leq 1$.

8. LOGÍSTICA DA RODADA

Os artefatos serão encaminhados para os participantes conforme programação prévia informada com uma antecedência mínima de 15 dias do início da circulação dos mesmos. Os artefatos serão enviados em uma embalagem própria para garantir a segurança e integridade dos mesmos.

Ao receber os artefatos, o laboratório tem até 01 dia útil para realizar a verificação da integridade física, deficiência, violação e embalagem dos mesmos (conforme fotos da embalagem disponibilizada no site) e preencher o formulário de “Controle de chegada dos artefatos” (FT-02) através do site www.qlmpro.com.br.

É de responsabilidade dos participantes o zelo pelos artefatos durante a permanência em suas instalações, mantendo sempre na embalagem inicial, em local seguro e sendo manuseado apenas por pessoal autorizado pelo laboratório. Todos os artefatos são identificados com uma identificação unívoca e lacrados (quando aplicável).

EM NENHUMA HIPÓTESE O ARTEFATO PODERÁ SER REPARADO, AJUSTADO ELETRONICAMENTE OU FISICAMENTE E SUBMETIDO A QUALQUER OUTRO TRATAMENTO QUE NÃO ESTEJA DEFINIDO NO PROGRAMA SEM PRÉVIA AUTORIZAÇÃO DE SEUS RESPONSÁVEIS (QUANDO DEFINIDO NO MÉTODO, O AJUSTE DO ZERO É PERMITIDO E NECESSÁRIO).

O programa deve ser seguido conforme a definição respeitando o prazo de 4 dias úteis após o dia do recebimento para a conclusão das calibrações.

Após o término das calibrações dos artefatos o laboratório deve preencher o formulário de “Controle de saída dos artefatos” (FT-03) através do site www.qlmpro.com.br.

No quinto dia útil os artefatos serão retirados da empresa por uma transportadora contratada pela organização para o encaminhamento para o próximo participante.

Nota: As datas da programação deverão ser respeitadas e possíveis atrasos devem ser avisados com antecedência, pois, caso isto ocorra e não seja justificado previamente, o participante será multado por dia de atraso (valor informado no item 11).

Após o dia previsto para a conclusão dos trabalhos o laboratório terá mais 5 dias úteis para preencher de forma completa o formulário de "Registro dos resultados" (FT-04) no site. Não serão aceitos pontos diferentes dos definidos no programa e as unidades de medidas deverão estar exatamente conforme definido no formulário (FT-04).

Notas:

- 1) Caso o laboratório danifique ou extravie o artefato este será multado no valor equivalente a aquisição de um artefato novo, além dos custos das calibrações da referência (consultar os organizadores);
- 2) Caso os organizadores entendam que houve falsificação de resultados ou conluio entre os participantes, os mesmos serão excluídos da rodada do programa.
- 3) Será considerado como dia útil feriados regionais e municipais.

9. CONFIDENCIALIDADE DAS INFORMAÇÕES

Os organizadores e seus subcontratados se comprometem a manter sigilo das informações referentes a todo o programa e de forma alguma serão fornecidas informações dos resultados antes da emissão do relatório preliminar. Consultores / Apoios Técnicos utilizados no desenvolvimento do programa, logística, entre outras necessidades da organização, se limitarão a suas participações sem acesso aos resultados dos laboratórios participantes.

Cada laboratório recebe um número (XX) de participação para cada artefato que é gerado pelo site www.qlmpro.com.br de forma automática, e que permitirá que cada participante possa ver sua performance de participação na rodada do EP, nos relatórios emitidos (preliminar e final). Este número será disponibilizado na própria inscrição de participação após a confirmação do pagamento da taxa de participação e entrega da documentação obrigatória.

10. AÇÕES POSTERIORES AO ENCERRAMENTO DO EP

Para participantes que obtiverem resultados Insatisfatórios em algum artefato, a *QLM Proficiência* concederá um desconto de 30% na participação no próximo programa que for aberto pelos Organizadores para este mesmo tipo de artefato, desde que ocorra um programa no ano seguinte e seja informado no ato da inscrição a participação em função de insatisfatório neste programa.

O participante também poderá optar em contratar um programa Sob Demanda (SD) que será criado exclusivamente para o contratante que poderá realizar este ensaio em um tempo curto a um custo adequado. Consulte-nos.

11. CUSTOS DA PARTICIPAÇÃO

Dois artefatos: R\$ 1050,00 (um mil e cinquenta reais) + despesas** com transporte.

Três artefatos: R\$ 1450,00 (um mil quatrocentos e cinquenta reais) + despesas** com transporte.

Quatro artefatos: R\$ 1960,00 (um mil novecentos e sessenta reais) + despesas** com transporte. Neste caso em especial o pagamento poderá ser realizado em duas parcelas (10/30 dias), desde que o parcelamento seja solicitado (no e-mail comercial@qlmpro.com.br) NO ATO DA INSCRIÇÃO.

Acima de quatro artefatos: Cada artefato sairá no valor de R\$ 490,00 (quatrocentos e noventa reais), + despesas** de transporte. Neste caso em especial o pagamento poderá ser realizado em três parcelas (10/30/50 dias), desde que o parcelamento seja solicitado (no e-mail comercial@qlmpro.com.br) NO ATO DA INSCRIÇÃO.

Notas:

- Retenção de Impostos Municipais/Estaduais: Estes custos deverão ser pagos pelo participante e podem ser incluídos na nota fiscal, desde que seja solicitado, no e-mail comercial@qlmpro.com.br NO ATO DA INSCRIÇÃO (antes da emissão da Nota Fiscal).
- Não serão aceitos qualquer tipo de desconto/tributação no ato do pagamento, para efetiva confirmação da inscrição o pagamento deverá ser feito integralmente no valor da Nota Fiscal.
- Após emissão da Nota Fiscal, não será permitido o cancelamento da mesma, para realizar uma nova emissão. (Caso seja solicitado o cancelamento fora do mês de emissão, o participante deverá arcar com o custo do imposto cobrado pela emissora Prefeitura de São Paulo sob o valor da nota).
- Caso a transportadora contratada cobre uma "Taxa Extra" para entrega/coleta em áreas de difícil acesso ou por tempo excessivo de espera, o custo deverá ser pago pelo participante via depósito em conta QLM.

**** transporte:**

- Grande São Paulo: Até quatro artefatos: R\$ 120,00 (cento e vinte reais) e acima de quatro artefatos: R\$ 170,00 (cento e setenta reais).
- Interior de São Paulo: Até quatro artefatos: R\$ 170,00 (cento e setenta reais) e acima de quatro artefatos: R\$ 220,00 (duzentos e vinte reais).
- Demais estados do Brasil: Até quatro artefatos: R\$ 240,00 (duzentos e quarenta reais) e acima de quatro artefatos: R\$ 300,00 (trezentos reais).

Multa por reprogramação sem prévio aviso:

R\$ 100,00 (cem reais), pagos em até 30 dias após a data da infração;

Multa por atraso:

R\$ 70,00 (setenta reais) por dia de atraso, pagos em até 30 dias após a data da infração;

Quebra ou extravio do artefato:

O participante arcará com os custos de reparo / aquisição de um novo instrumento, além das novas calibrações.

Notas:

- Após o término das inscrições será emitida uma nota fiscal referente à taxa de inscrição e transporte (quando aplicável), tendo o participante 10 dias para efetuar o pagamento através de boleto bancário ou depósito em conta bancária (vide casos especiais).
- Caso o participante após a emissão da nota fiscal queira cancelar sua participação o mesmo deverá pagar 15% do valor da nota fiscal ou manter o valor como crédito para uma próxima participação.
- Caso durante o andamento da programação ocorra algum problema como quebra ou alteração nos resultados de algum artefato, os organizadores se reservam o direito de repetir o programa sem a cobrança de taxas extras.

12. MÉTODO DE CALIBRAÇÃO

O participante deve utilizar neste programa de EP o método que utiliza nos seus trabalhos, para que seja avaliada a performance utilizada, sendo preferencialmente utilizado um método normalizado ou previamente validado.

Este método deve ser informado no certificado de calibração, através do número da norma utilizada (quando aplicável) e/ou uma descrição do método utilizado.

Para a realização das calibrações, verificar se existe um protocolo mais atualizado (consultar o site www.qlmpro.com.br) para assegurar o atendimento das condições descritas no item 12.1 do protocolo, visando garantir a validade dos resultados:

12.1. Fatores a serem considerados pelos participantes:

Bureta graduada

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado de cada ponto de calibração deve ser no mínimo a média de cinco medições.
- ✓ Os artefatos devem ser lavados pelos participantes, porém não deve ser utilizado produtos abrasivos ao material.
- ✓ Ao secar os artefatos, não deve ser utilizada uma temperatura superior a 40°C.
- ✓ A temperatura de referência deverá ser de 20°C.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Balão volumétrico cor âmbar

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado a média de cinco medições.
- ✓ Os artefatos devem ser lavados pelos participantes, porém não deve ser utilizado produtos abrasivos ao material.
- ✓ Ao secar os artefatos, não deve ser utilizada uma temperatura superior a 40°C.
- ✓ A temperatura de referência deverá ser de 20°C.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Pipeta graduada

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado de cada ponto de calibração deve ser no mínimo a média de cinco medições.
- ✓ Os artefatos devem ser lavados pelos participantes, porém não deve ser utilizado produtos abrasivos ao material.
- ✓ Ao secar os artefatos, não deve ser utilizada uma temperatura superior a 40°C.
- ✓ A temperatura de referência é 20°C.
- ✓ Realizar a calibração com escoamento parcial.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Pipeta volumétrica

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado de cada ponto de calibração deve ser no mínimo a média de cinco medições.
- ✓ Os artefatos devem ser lavados pelos participantes, porém não deve ser utilizado produtos abrasivos ao material.
- ✓ Ao secar os artefatos, não deve ser utilizada uma temperatura superior a 40°C.
- ✓ A temperatura de referência é 20°C.
- ✓ Realizar a calibração com escoamento total.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (Xlab) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Picnômetro de vidro borossilicato

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado de cada ponto de calibração deve ser no mínimo a média de cinco medições.
- ✓ Os artefatos devem ser lavados pelos participantes, porém não deve ser utilizado produtos abrasivos ao material.
- ✓ Ao secar os artefatos, não deve ser utilizada uma temperatura superior a 40°C.
- ✓ A temperatura de referência é 20°C.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (Xlab) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Micropipeta

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo para cada ponto de calibração realizada dez repetições.
- ✓ Serão fornecidas 10 ponteiras para cada participante para o ensaio de micropipetas.
- ✓ A temperatura de referência é 20°C.
- ✓ A calibração deve ser realizada no método normal.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (Xlab) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Microseringa

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo para cada ponto de calibração realizada dez repetições.
- ✓ A temperatura de referência é 20°C.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Bureta digital

- ✓ A calibração deve ser realizada pelo método gravimétrico, sendo o resultado de cada ponto de calibração deve ser no mínimo a média de cinco medições.
- ✓ A temperatura de referência deverá ser de 20°C.
- ✓ A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como erro do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como erro do artefato obtido como valor designado.

Detalhes:

- ✓ Não ajustar nenhum instrumento;
- ✓ Erro do artefato (Valor encontrado no artefato da comparação menos o valor da referência);
- ✓ Incerteza expandida de medição (probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%).
- ✓ Enviar o certificado de calibração em pdf junto a impressão do FT-04 (site), para o e-mail pep@qlmpro.com.br. O envio do certificado de calibração não é obrigatório, porém é importante para justificativa de erro no preenchimento do FT04. Não serão aceitos certificados de calibração encaminhados após a emissão do relatório preliminar.

13. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011: Avaliação de Conformidade – Requisitos Gerais para ensaios de proficiência.

Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição, 3ª edição, 2003, Inmetro.

VIM, Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012) 1ª Edição Luso – Brasileira.

ISO 13528:2015 - Statistical Methods for use in proficiency test by interlaboratory comparisons.

Final do Protocolo