



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO  
SECRETARIA DE ESTADO DA SAÚDE  
COORDENADORIA DE CONTROLE DE DOENÇAS  
INSTITUTO ADOLFO LUTZ



**RELATÓRIO DE PROGRAMA PROVEDOR DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

**Centro de Contaminantes**

**Chumbo em Sangue**

**63ª Rodada – Janeiro de 2017**

Programa acreditado como Provedor de Ensaio de Proficiência para Chumbo em Sangue pela Coordenação Geral de Acreditação (CGCRE) do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO)

**ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**

Instituto Adolfo Lutz

Centro de Contaminantes

Núcleo de Contaminantes Inorgânicos

Centro de Materiais de Referência

**COORDENADORES DO PROGRAMA**

Coordenador Técnico: Maria de Fátima Henriques Carvalho – Pesquisadora Científica

Coordenador Técnico Substituto: Márcia Liane Buzzo – Pesquisadora Científica

Telefone: 11 3068 2923

Endereço eletrônico: [provedorpb@ial.sp.gov.br](mailto:provedorpb@ial.sp.gov.br)

Endereço: Av. Dr. Arnaldo, 355 – CEP 01246-902 - São Paulo – SP

**EQUIPE TÉCNICA**

Paulo Tiglea – Pesquisador Científico

Luciana Juncioni de Arauz – Pesquisadora Científica

Lidiane Raquel Verola Mataveli – Pesquisadora Científica

Camila Cardoso de Oliveira – Pesquisadora Científica

Edna Emy K. Arakaki – Pesquisadora Científica

Maria do Rosário Vigeta Lopes – Pesquisadora Científica

Richard Matsuzaki – Agente de Apoio à Pesquisa Científica e Tecnológica

Luci Elaine Machado – Auxiliar de Serviços

**Relatório Final (Revisão 01)**

Responsável pela aprovação: Maria de Fátima Henriques Carvalho

Data: 23/01/2017

## **INTRODUÇÃO**

O Instituto Adolfo Lutz vem coordenando o Programa Interlaboratorial de Controle da Qualidade Analítica para Chumbo em Sangue desde 1990. A partir de 2003, este Programa foi convertido no Programa de Ensaio de Proficiência para Chumbo em Sangue (PEP Pbs) e habilitado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) em fevereiro de 2004. Em setembro de 2011, o Programa foi acreditado como Provedor de Ensaio de Proficiência para Chumbo em Sangue pela Coordenação Geral de Acreditação (CGCRE) do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO), segundo a norma ILAC-G:13:8:2007 e, em 2012, segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043, que sucedeu a ILAC-G:13:8:2007. O PEP-Pbs tem como objetivo principal a melhoria da qualidade analítica dos resultados dos laboratórios participantes, obtida por meio da avaliação de seus desempenhos e, além da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043, atende aos requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. O PEP-Pbs é aberto à participação de laboratórios públicos (LACENs e Fundações), de laboratórios de Universidades públicas e privadas e de laboratórios privados de toxicologia.

A participação de laboratórios em programas interlaboratoriais, além de ser um requisito da norma ABNT NBR/ISO/IEC 17025 para obtenção de acreditação/habilitação junto aos órgãos competentes, oferece as seguintes principais vantagens:

- permite a auto-avaliação de desempenho do laboratório e do analista;
- complementa a validação da metodologia analítica utilizada;
- permite a comparação de desempenho entre os laboratórios participantes;
- identifica erros analíticos (tendências);
- permite a implementação de ações corretivas;
- evidencia a necessidade de treinamentos e mudanças nos procedimentos analíticos;
- reduz o custo da análise, evitando repetições;
- aumenta a confiança por parte dos clientes.

## **OBJETIVOS**

- Organizar, promover e oferecer programas de ensaio de proficiência com a finalidade de subsidiar a melhoria da qualidade dos resultados dos laboratórios participantes;
- Fazer a avaliação estatística dos resultados dos laboratórios de forma válida e mutuamente reconhecida;
- Avaliar o desempenho e comparar os resultados de laboratórios participantes;
- Fornecer uma alternativa de participação de PEP em âmbito nacional e auxiliar no processo de avaliação para a acreditação.

## **ESCOPO**

O Programa tem como escopo oferecer Programa de Ensaio de Proficiência para a determinação de chumbo em sangue. A faixa de concentração de chumbo nas amostras estará entre 10 e 100 µg/100mL.

## **PARTICIPAÇÃO**

O Programa é aberto a laboratórios públicos e privados que atuem na área de toxicologia ocupacional e ambiental. O laboratório deve ser legalmente constituído e realizar análises de chumbo em sangue, não sendo permitida a subcontratação dos ensaios. Um laboratório pode participar com mais de uma técnica analítica – cada técnica analítica será considerada como um laboratório independente.

Os participantes poderão utilizar o método analítico de sua escolha, sendo recomendável que a determinação de chumbo das amostras de sangue seja feita utilizando o método da rotina.

## **CONFIDENCIALIDADE**

Será mantido sigilo dos dados e resultados obtidos pelos laboratórios participantes, salvo por solicitação dos órgãos oficiais de acreditação. Em casos excepcionais os resultados poderão ser diretamente fornecidos para autoridades regulamentadoras. Os laboratórios participantes serão comunicados por escrito se organismos regulamentadores ou de acreditação solicitarem os seus resultados.

No relatório de cada rodada o laboratório participante será identificado por um código designado aleatoriamente.

Os resultados, mantido o sigilo dos laboratórios, poderão ser utilizados pelo Programa para estudos e divulgação em congressos e revistas científicas.

## **SERVIÇOS SUBCONTRATADOS**

Nenhuma atividade do PEP Pbs é subcontratada.

## **ITENS DE ENSAIO**

As amostras utilizadas no PEP-Pbs são constituídas de sangue bovino contaminado com chumbo.

As amostras de sangue foram encaminhadas a 20 laboratórios participantes do Programa de Ensaio de Proficiência, de diferentes Estados. Dentre esses, 16 laboratórios enviaram seus resultados dentro do prazo estabelecido.

Nesta rodada, cada participante recebeu quatro amostras de sangue bovino. Foram realizados testes de homogeneidade nas amostras seguindo as orientações da norma ISO 13528:2005 – *Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratorial comparisons*, antes de seu envio aos laboratórios participantes. Os resultados obtidos indicaram que todas elas apresentavam-se de forma homogênea.

Foram também realizados testes de estabilidade, verificando-se que os itens de ensaio mantiveram-se estáveis no decorrer da rodada.

Cada laboratório participante recebeu uma diferente codificação para cada amostra, a fim de evitar qualquer forma de identificação das amostras entre os participantes. A equipe executora manteve sigilo e controle sobre a numeração das amostras, durante o andamento desta rodada do programa. A tabela a seguir apresenta o código do laboratório, bem como a respectiva identificação de cada uma das amostras.

**Tabela 1. Código do laboratório e identificação das amostras na 63<sup>a</sup> Rodada.**

<b>Laboratório</b>	<b>Código das Amostras</b>			
	<b>207</b>	<b>208</b>	<b>209</b>	<b>210</b>
<b>1</b>	3502	5538	8101	8678
<b>2</b>	4505	2639	8944	7644
<b>3</b>	4325	5437	7176	8866
<b>4</b>	1152	3258	7718	7097
<b>5</b>	1476	4603	8833	8090
<b>6</b>	1555	4473	7108	8810
<b>7</b>	3930	4954	7018	7791
<b>8</b>	2710	2749	7586	8074
<b>9</b>	2236	5817	7742	7297
<b>10</b>	2369	2252	7962	8993
<b>11</b>	5248	2048	8096	7522
<b>12</b>	1175	3801	8643	7858
<b>13</b>	1213	3700	7619	7039
<b>14</b>	2904	1249	8363	7107
<b>15</b>	2827	2327	7698	7319
<b>16</b>	2083	5865	8424	7541
<b>17</b>	2006	2493	7848	7852
<b>18</b>	2124	3539	8479	8916
<b>19</b>	4313	3556	7170	8001
<b>20</b>	5174	1745	7056	7523

## ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

O método estatístico empregado para a avaliação dos resultados do PEP Pbs classifica o desempenho de cada laboratório para cada item de ensaio segundo o índice z, conforme descrito a seguir.

### Cálculo do Valor Designado para cada item de ensaio

O valor designado é tomado como o consenso dos resultados dos laboratórios participantes da rodada. O PEP Pbs utiliza como valor designado a média robusta, obtida por procedimentos iterativos, em ciclos, de acordo com os passos descritos a seguir.

1. Exclusão dos dados de quaisquer valores médios dos laboratórios que tenham sido identificados como inválidos, isto é, expressos em unidades erradas, ou com o número incorreto de algarismos significativos, ou obtidos por métodos proscritos ou, ainda, os valores médios dos laboratórios que não enviaram três resultados.
2. Cálculo da média dos resultados de cada laboratório ( $x_i, i = 1, \dots, l$ ).
3. Classificação das médias em ordem crescente.
4. Cálculo da mediana  $x^*$  e desvio padrão  $s^*$  das médias dos resultados dos laboratórios incluídos, de acordo com as equações 1 e 2.

**Equação 1** –  $x^* = \text{mediana de } x_i$

**Equação 2** –  $s^* = 1,483\text{med}|x_i - x^*|$ ,

onde  $x_i$  é a média dos resultados de cada laboratório e

$\text{med}|x_i - x^*|$  é a mediana das diferenças entre os resultados dos participantes e a média robusta ( $x^*$ ) inicial.

5. Cálculo do fator  $\phi$ , de acordo com a equação 3, para determinação dos limites de aceitação de resultados de acordo com as equações 4 e 5.

**Equação 3** –  $\phi = 1,5.s^*$

**Equação 4** – valor superior =  $x^* + \phi$

**Equação 5** – valor inferior =  $x^* - \phi$

6. Os valores individuais dos laboratórios,  $x_i$ , são comparados ao valor superior e ao valor inferior. Os resultados acima do valor superior ou abaixo do inferior são considerados dispersos e são corrigidos, sendo substituídos pelo valor superior ou pelo valor inferior, respectivamente. Este procedimento encerra o primeiro ciclo. Inicia-se um novo ciclo, de acordo com os passos descritos a seguir.

7. Cálculo da média do conjunto de resultados, incluindo os valores corrigidos, de acordo com a equação 6.

**Equação 6 –** 
$$x^* = \frac{\sum_{i=1}^p x_i^*}{p}$$

onde  $x^*$  é a nova média robusta do conjunto de dados.

8. Cálculo do desvio padrão do conjunto de resultados, incluindo os valores corrigidos, de acordo com a equação 7.

**Equação 7 –** 
$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2}{p - 1}}$$

9. Cálculo do novo desvio padrão robusto ( $s^*$ ), usando a equação 8.

**Equação 8 –**  $s^* = 1,134.s$

10. Novo cálculo de  $\phi$ , do valor superior e do valor inferior, de acordo com as equações 3, 4 e 5, respectivamente, sendo os valores dispersos substituídos pelos novos limites, de modo análogo ao passo 6.

11. Outro ciclo é iniciado e o procedimento prossegue até que dois valores consecutivos da média robusta  $x^*$  (e igualmente para o desvio padrão robusto  $s^*$ ) converjam, isto é até que não haja diferença em duas iterações consecutivas, no terceiro algarismo significativo.

12. Quando a convergência dos valores é alcançada, obtemos a média robusta definitiva (que será o valor designado) e o desvio padrão robusto.

### **Avaliação de desempenho dos laboratórios para cada amostra**

O desempenho de cada laboratório é avaliado segundo o índice  $z$ , calculado de acordo com a equação 9.

**Equação 9 –** 
$$z = \frac{x_i - x^*}{\hat{\sigma}}$$
 onde

$x_i$  = média dos valores relatados pelo participante  $i$ ,

$x^*$  = valor designado, e

$\hat{\sigma}$  = desvio aceitável, obtido de acordo com o valor designado. Se o valor designado for superior a 40  $\mu\text{g}/100\text{mL}$ ,  $\hat{\sigma} = 7,5\%$  do valor designado. Se o valor designado for inferior a 40  $\mu\text{g}/100 \text{ mL}$ ,  $\hat{\sigma} \geq 40 \mu\text{g}/100\text{mL}$ .

Os desempenhos dos laboratórios são classificados de acordo com o índice  $z$ , como descrito a seguir.

$ z  \leq 2$	desempenho satisfatório
$2 <  z  < 3$	desempenho questionável
$ z  \geq 3$	desempenho insatisfatório

A estimativa da incerteza do valor designado para cada amostra é calculada de acordo com a equação 10.

**Equação 10** –  $u_x = \frac{1,25 \cdot s^*}{\sqrt{p}}$  onde

$s^*$  = desvio padrão robusto

$p$  = número de laboratórios participantes da rodada

### **Avaliação do Desempenho para a Rodada**

O laboratório participante receberá um certificado de proficiência na rodada se apresentar desempenho satisfatório para as quatro amostras. Se, para uma ou mais amostras, apresentar desempenho questionável ou insatisfatório, receberá um certificado de participação.

### **Comparação de resultados obtidos por diferentes técnicas analíticas**

O relatório inclui a comparação das médias dos resultados obtidos com a utilização das diferentes técnicas analíticas, sendo a forma de comparação variável de acordo com o número de participantes que as utilizam, isto é, para um determinado item de ensaio, a técnica analítica será incluída na comparação quando houver pelo menos três participantes que a utilizem.

Se forem comparadas as médias de resultados de apenas duas técnicas, será usado o teste t, verificando preliminarmente se as variâncias são ou não equivalentes.

Se forem comparadas as médias de resultados de mais do que duas técnicas, será usada análise de variância fator único (quando as variâncias forem homogêneas), ou o teste de Welch (quando as variâncias não forem homogêneas).

Quando forem comparadas médias de mais de duas técnicas e houver entre elas diferenças significativas estatisticamente, será realizado, então, o teste de Fisher para identificar as técnicas que apresentaram médias significativamente diferentes.

## Resultados por Amostra

### Amostra n°207

Na Tabela 2 são apresentados os resultados em  $\mu\text{g}/100\text{ mL}$  registrados por 16 laboratórios para as três medições realizadas na amostra de número 207, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

**Tabela 2. Resultados individuais dos laboratórios para a amostra de número 207.**

Código do laboratório	Resultados ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	35,1	33,9	34,1	34,367	0,643	1,9	-0,2	Satisfatório
2	23,2	25,7	24,8	24,567	1,266	5,2	-3,4	Insatisfatório
3	32,5	30,7	34,5	32,567	1,901	5,8	-0,8	Satisfatório
4	34,8	32,5	32,5	33,267	1,328	4,0	-0,5	Satisfatório
5	35,2	35,5	35,1	35,267	0,208	0,6	0,1	Satisfatório
6	32,6	34,0	36,3	34,300	1,868	5,4	-0,2	Satisfatório
7	39,1	37,5	37,0	37,867	1,097	2,9	1,0	Satisfatório
8	38,4	39,6	39,7	39,233	0,723	1,8	1,5	Satisfatório
9	37,9	36,4	36,5	36,933	0,839	2,3	0,7	Satisfatório
10	34,0	34,2	35,8	34,667	0,987	2,8	-0,1	Satisfatório
11	34,5	37,2	33,7	35,133	1,834	5,2	0,1	Satisfatório
12	35,1	36,2	35,8	35,700	0,557	1,6	0,3	Satisfatório
13	35,1	32,9	31,9	33,300	1,637	4,9	-0,5	Satisfatório
14	39,5	41,0	39,3	39,933	0,929	2,3	1,7	Satisfatório
15	31,3	32,0	32,7	32,000	0,700	2,2	-0,9	Satisfatório
16	30,8	33,8	36,1	33,567	2,658	7,9	-0,4	Satisfatório

A Tabela 3 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam a amostra de número 207. O valor designado calculado, representado pela média robusta, é  $34,8\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ , com desvio aceitável de  $3,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ . Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação é igual a  $6,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ .

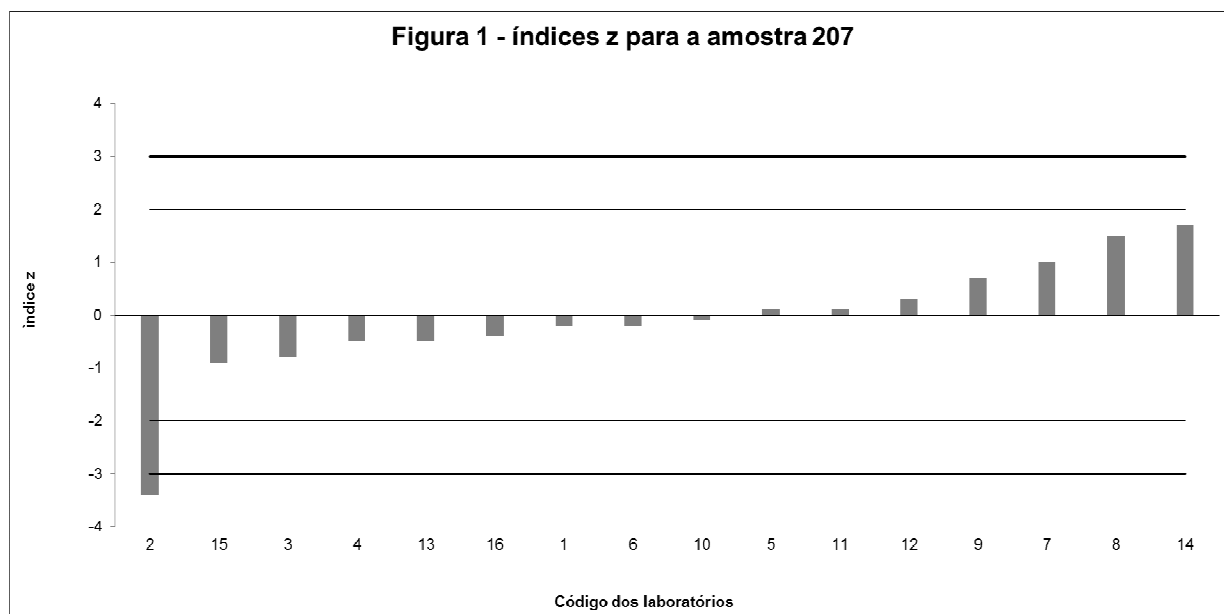
**Tabela 3. Resumo da avaliação estatística da amostra de número 207.**

<b>Média robusta (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>34,8</b>
<b>Incerteza do valor designado (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>0,8</b>
<b>Desvio aceitável (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>3,0</b>
<b>Coeficiente de variação (%)</b>	<b>9%</b>
<b>Valor mínimo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>24,6</b>
<b>Valor máximo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>39,9</b>
<b>Número de laboratórios*</b>	<b>16</b>

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.



Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. A Figura 1 avalia a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.



Temos, na Tabela 4, os resultados estatísticos obtidos para as diferentes técnicas analíticas utilizadas.

**Tabela 4. Resumo estatístico da amostra de número 207 em relação à técnica analítica utilizada.**

Estatística	Técnica		
	ETAAS	FAAS	ICP-MS
<b>Média (<math>\mu\text{g}/100 \text{ mL}</math>)</b>	35,3	35,1	35,1
<b>Desvio Padrão (<math>\mu\text{g}/100 \text{ mL}</math>)</b>	2,6	2,5	-
<b>Número de participantes*</b>	9	5	1

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$ .

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando as técnicas analíticas mais empregadas ETAAS e FAAS, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram homogêneas (teste de Levene;  $p = 0,682$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ( $p = 0,882$ ).

## Amostra n°208

Na Tabela 5 são apresentados os resultados em  $\mu\text{g}/100\text{ mL}$  registrados por 16 laboratórios para as três medições realizadas na amostra de número 208, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

**Tabela 5. Resultados individuais dos laboratórios para a amostra de número 208.**

Código do laboratório	Resultados ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	26,8	25,3	25,1	25,733	0,929	3,6	0,0	Satisfatório
2	15,1	17,5	16,2	16,267	1,201	7,4	-3,1	Insatisfatório
3	20,9	21,9	20,0	20,933	0,950	4,5	-1,6	Satisfatório
4	27,8	25,5	25,5	26,267	1,328	5,1	0,2	Satisfatório
5	25,7	25,5	25,3	25,500	0,200	0,8	0,0	Satisfatório
6	20,0	20,8	22,3	21,033	1,168	5,6	-1,5	Satisfatório
7	29,8	28,5	29,9	29,400	0,781	2,7	1,3	Satisfatório
8	25,5	26,9	26,3	26,233	0,702	2,7	0,2	Satisfatório
9	29,8	28,5	29,4	29,233	0,666	2,3	1,2	Satisfatório
10	25,1	26,5	26,0	25,867	0,709	2,7	0,1	Satisfatório
11	28,2	27,9	28,3	28,133	0,208	0,7	0,8	Satisfatório
12	28,0	29,0	27,9	28,300	0,608	2,1	0,9	Satisfatório
13	21,1	20,0	18,9	20,000	1,100	5,5	-1,9	Satisfatório
14	32,2	32,7	31,8	32,233	0,451	1,4	2,2	Questionável
15	24,5	24,5	25,3	24,767	0,462	1,9	-0,3	Satisfatório
16	24,8	27,6	28,2	26,867	1,815	6,8	0,4	Satisfatório

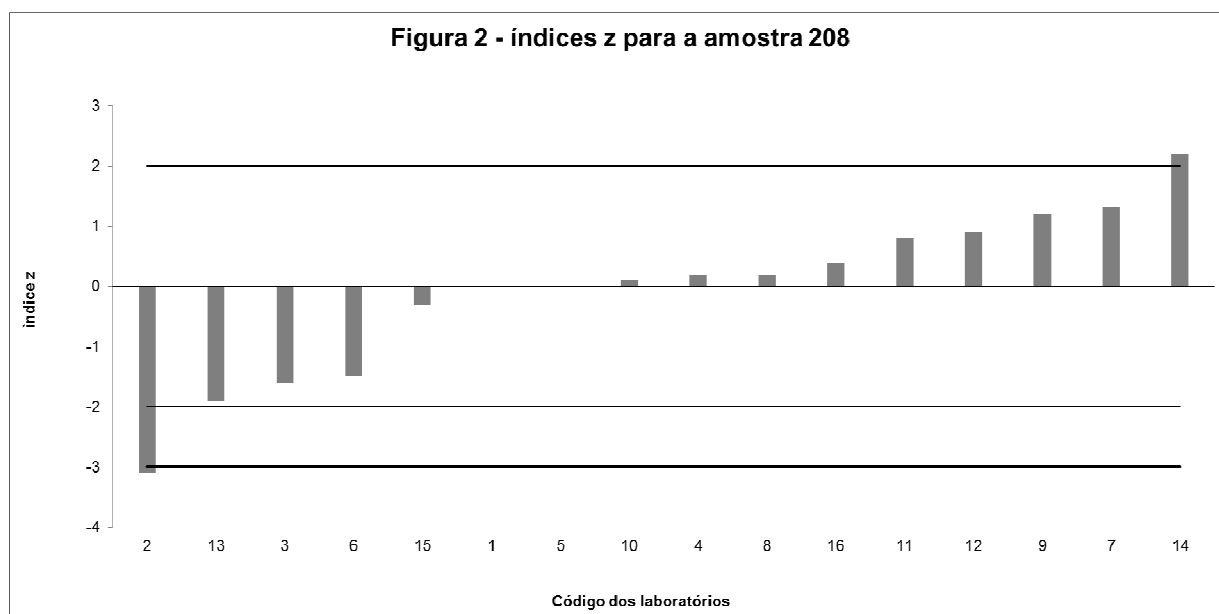
A Tabela 6 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam a amostra de número 208. O valor designado calculado é  $25,6\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ , representado pela média robusta, com desvio aceitável de  $3,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ . Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação é igual a  $6,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ .

**Tabela 6. Resumo da avaliação estatística da amostra de número 208.**

<b>Média robusta (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>25,6</b>
<b>Incerteza do valor designado (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>1,3</b>
<b>Desvio aceitável (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>3,0</b>
<b>Coeficiente de variação (%)</b>	<b>12</b>
<b>Valor mínimo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>16,3</b>
<b>Valor máximo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>32,2</b>
<b>Número de laboratórios*</b>	<b>16</b>

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. A Figura 2 avalia a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.



Temos, na Tabela 7, os resultados estatísticos obtidos para as diferentes técnicas analíticas utilizadas.

**Tabela 7. Resumo estatístico da amostra de número 208 em relação à técnica analítica utilizada.**

Estatística	Técnica		
	ETAAS	FAAS	ICP-MS
Média ( $\mu\text{g}/100 \text{ mL}$ )	27,0	23,8	28,1
Desvio Padrão ( $\mu\text{g}/100 \text{ mL}$ )	3,3	3,0	-
Número de participantes*	9	5	1

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$ .

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando as técnicas analíticas mais empregadas ETAAS e FAAS, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram homogêneas (teste de Levene;  $p = 0,912$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ( $p = 0,094$ ).

## Amostra n°209

Na Tabela 8 são apresentados os resultados em  $\mu\text{g}/100\text{ mL}$  registrados por 15 laboratórios para as três medições realizadas na amostra de número 209, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

**Tabela 8. Resultados individuais dos laboratórios para a amostra de número 209.**

Código do laboratório	Resultados ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
2	14,2	15,6	16,3	15,367	1,069	7,0	-3,4	Insatisfatório
3	21,0	22,0	21,7	21,567	0,513	2,4	-1,3	Satisfatório
4	20,9	20,9	18,6	20,133	1,328	6,6	-1,8	Satisfatório
5	24,9	25,1	25,3	25,100	0,200	0,8	-0,2	Satisfatório
6	28,5	28,9	30,8	29,400	1,229	4,2	1,3	Satisfatório
7	27,3	26,3	29,3	27,633	1,528	5,5	0,7	Satisfatório
8	26,8	25,3	27,1	26,400	0,964	3,7	0,3	Satisfatório
9	29,9	28,4	28,9	29,067	0,764	2,6	1,2	Satisfatório
10	27,1	26,5	26,8	26,800	0,300	1,1	0,4	Satisfatório
11	30,1	27,6	28,8	28,833	1,250	4,3	1,1	Satisfatório
12	27,9	28,1	28,3	28,100	0,200	0,7	0,8	Satisfatório
13	16,8	14,6	16,8	16,067	1,270	7,9	-3,2	Insatisfatório
14	29,8	30,8	29,2	29,933	0,808	2,7	1,4	Satisfatório
15	25,6	27,0	25,6	26,067	0,808	3,1	0,2	Satisfatório
16	26,0	25,5	28,4	26,633	1,550	5,8	0,3	Satisfatório

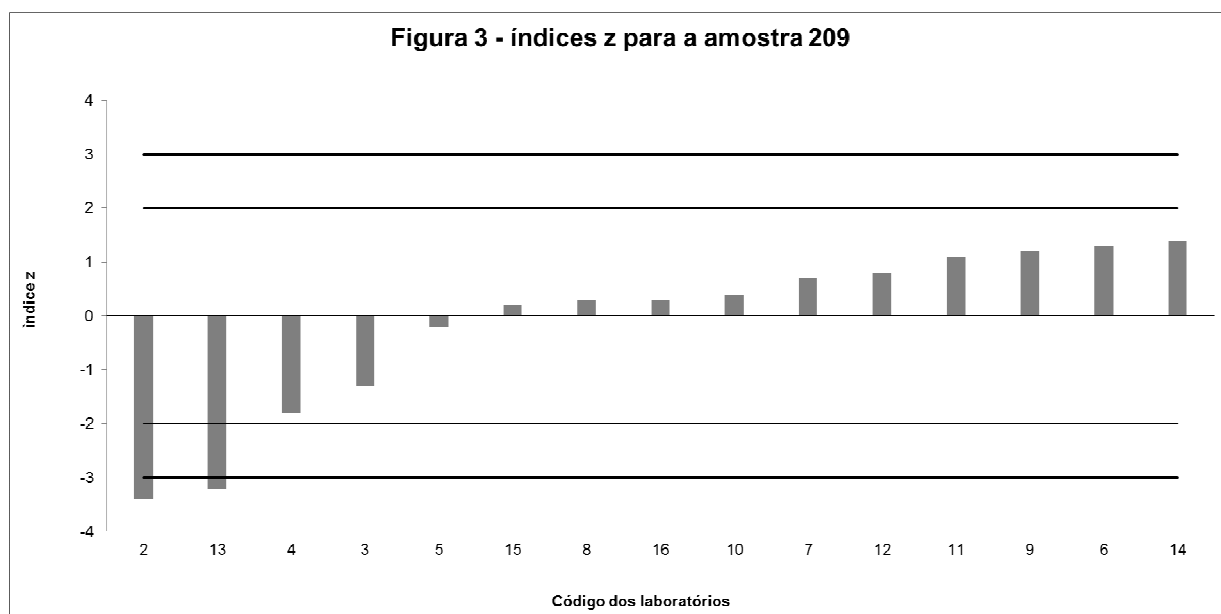
A Tabela 9 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam a amostra de número 209. O valor designado calculado é  $25,6\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ , representado pela média robusta, com desvio aceitável de  $3,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ , Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação é igual a  $6,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ .

**Tabela 9. Resumo da avaliação estatística da amostra de número 209.**

<b>Média robusta (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>25,6</b>
<b>Incerteza do valor designado (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>1,4</b>
<b>Desvio aceitável (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>3,0</b>
<b>Coeficiente de variação (%)</b>	<b>12</b>
<b>Valor mínimo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>15,4</b>
<b>Valor máximo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>29,9</b>
<b>Número de laboratórios*</b>	<b>15</b>

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. A Figura 3 avalia a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.



Temos, na Tabela 10, os resultados estatísticos obtidos para as diferentes técnicas analíticas utilizadas.

**Tabela 10. Resumo estatístico da amostra de número 209 em relação à técnica analítica utilizada.**

Estatística	Técnica		
	ETAAS	FAAS	ICP-MS
Média ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )	27,0	25,3	28,8
Desvio Padrão ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )	2,5	3,9	-
Número de participantes*	8	4	1

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$ .

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando as técnicas analíticas mais empregadas ETAAS e FAAS, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram homogêneas (teste de Levene;  $p = 0,463$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ( $p = 0,372$ ).

## Amostra n°210

Na Tabela 11 são apresentados os resultados em  $\mu\text{g}/100\text{ mL}$  registrados por 15 laboratórios para as três medições realizadas na amostra de número 210, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

**Tabela 11. Resultados individuais dos laboratórios para a amostra de número 210.**

Código do laboratório	Resultados ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
2	28,6	30,2	26,8	28,533	1,701	6,0	-2,0	Satisfatório
3	29,5	32,2	30,3	30,667	1,387	4,5	-1,3	Satisfatório
4	37,1	34,8	37,1	36,333	1,328	3,7	0,6	Satisfatório
5	31,0	30,8	32,0	31,267	0,643	2,1	-1,1	Satisfatório
6	38,2	40,5	41,8	40,167	1,823	4,5	1,9	Satisfatório
7	35,9	34,6	36,1	35,533	0,814	2,3	0,3	Satisfatório
8	36,5	33,9	33,3	34,567	1,701	4,9	0,0	Satisfatório
9	37,2	37,0	38,4	37,533	0,757	2,0	1,0	Satisfatório
10	34,1	35,7	34,9	34,900	0,800	2,3	0,1	Satisfatório
11	39,1	37,2	36,7	37,667	1,266	3,4	1,0	Satisfatório
12	36,5	36,1	35,7	36,100	0,400	1,1	0,5	Satisfatório
13	25,4	27,6	26,5	26,500	1,100	4,2	-2,7	Questionável
14	38,5	40,1	40,0	39,533	0,896	2,3	1,7	Satisfatório
15	33,8	33,6	33,5	33,633	0,153	0,5	-0,3	Satisfatório
16	30,9	32,2	36,3	33,133	2,818	8,5	-0,5	Satisfatório

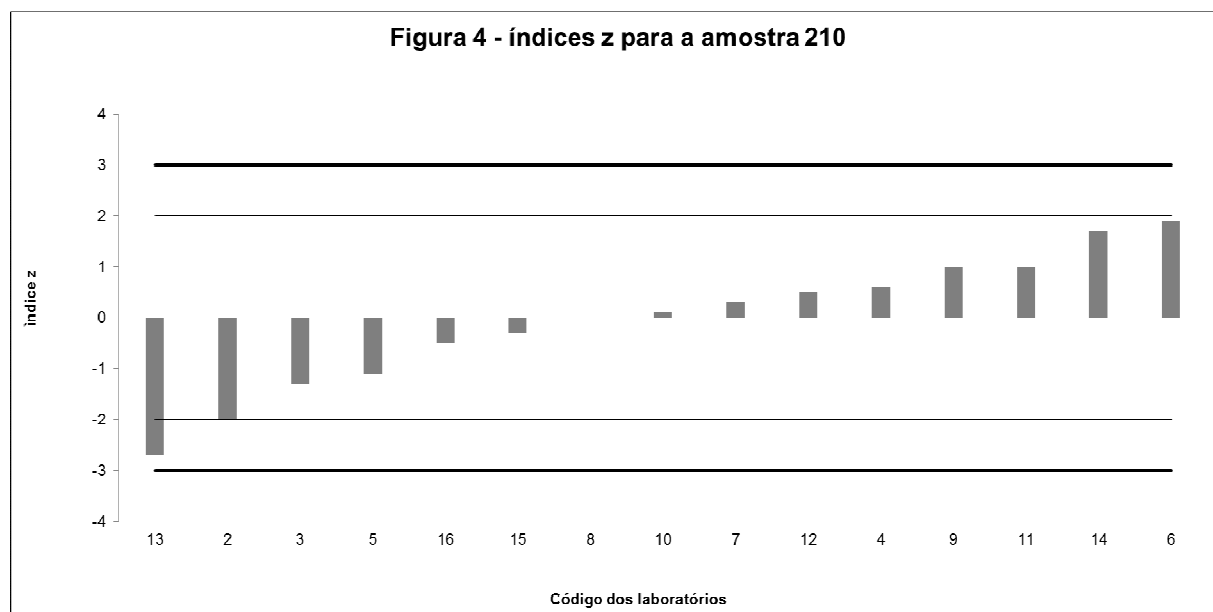
A Tabela 12 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam a amostra de número 210. O valor designado calculado é  $34,5\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ , representado pela média robusta, com desvio aceitável de  $3,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ . Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação é igual a  $6,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$ .

**Tabela 12. Resumo da avaliação estatística da amostra de número 210.**

<b>Média robusta (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>34,5</b>
<b>Incerteza do valor designado (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>1,3</b>
<b>Desvio aceitável (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>3,0</b>
<b>Coeficiente de variação (%)</b>	<b>9</b>
<b>Valor mínimo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>26,5</b>
<b>Valor máximo (<math>\mu\text{g}/100\text{ mL}</math>)</b>	<b>40,2</b>
<b>Número de laboratórios*</b>	<b>15</b>

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. A Figura 4 avalia a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.



Temos, na Tabela 13, os resultados estatísticos obtidos para as diferentes técnicas analíticas utilizadas.

**Tabela 13. Resumo estatístico da amostra de número 210 em relação à técnica analítica utilizada.**

Estatística	Técnica		
	ETAAS	FAAS	ICP-MS
Média ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )	35.1	32.9	37.7
Desvio Padrão ( $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ )	2.7	5.1	-
Número de participantes*	8	6	1

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$ .

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando as técnicas analíticas mais empregadas ETAAS e FAAS, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram homogêneas (teste de Levene;  $p = 0,075$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ( $p = 0,310$ ).

## **AVALIAÇÃO GERAL**

Dos vinte laboratórios inscritos, 15 enviaram os resultados de três medições para cada amostra, e um mandou resultados de três medições para duas amostras. Destes, 12 apresentaram desempenhos satisfatórios para todas as amostras.

Para a amostra 207, um laboratório (2) apresentou resultado insatisfatório. Para a amostra 208, um laboratório (14) apresentou resultado questionável e um apresentou resultado insatisfatório (2). Para a amostra 209, dois laboratórios apresentaram resultados insatisfatórios (2 e 13). Para a amostra 210, um laboratório (13) apresentou resultado questionável.

O Programa de Ensaio de Proficiência para Chumbo em Sangue do Instituto Adolfo Lutz, como ferramenta que possibilita a auto-avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, propõe as seguintes ações para a análise crítica do seu desempenho a cada rodada.

- comparação dos resultados com os demais laboratórios participantes;
- identificação de erros analíticos ou tendências;
- identificação das causas dos resultados insatisfatórios;
- identificação da necessidade de treinamentos contínuos dos analistas;
- implantação de alterações nos procedimentos analíticos, revalidação da metodologia analítica;
- verificação da calibração de equipamentos, preparo de soluções padrão;
- identificação de erros ocasionais: leitura, cálculo, conversão de valores, transcrição de resultados, entre outros.

Portanto, para os laboratórios participantes que apresentaram desempenho questionável e/ou insatisfatório, recomenda-se que avaliem a causa raiz, para que sejam tomadas as ações corretivas e/ou preventivas pertinentes a fim de apresentar melhoria na confiabilidade dos seus resultados emitidos.

## **RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE**

Os Laboratórios participantes podem enviar à coordenação do Programa, por meio de correio ou correio eletrônico, dúvidas ou contestações quanto ao tratamento estatístico ou avaliação de seu desempenho, bem como considerações e sugestões para o aprimoramento do trabalho desenvolvido.



## **RELAÇÃO DOS LABORATÓRIOS INSCRITOS**

Associação Fundo de Incentivo à Pesquisa – AFIP

Baterias Cral Ltda.

Biominais Análises Químicas

SENAI/RJ – IST Ambiental

Fundação Oswaldo Cruz – FIOCRUZ Setor de Metais

Fundação Ezequiel Dias – FUNED Laboratório de Contaminantes Metálicos

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – Laboratório de Caracterização Química - CQMA

Instituto Hermes Pardini S.A.

Laboratório de Análises Clínicas Oswaldo Cruz Ltda.

Pró-Ambiente Análises Químicas e Toxicológicas Ltda.

Laboratório Central de Saúde Pública – LACEN /RS – Fundação Estadual Prod. Pesq. Saúde – FEPPS

Laboratório de Análises Toxicológicas e Ambientais Ltda. – LATAM

Pontifícia Universidade Católica – PUC/ RJ – LABSPECTRO

Toxikón Assessoria Toxicológica S/C Ltda.

Toxilab Laboratório de Análises Ltda.

Toximed Laboratório de Análises Toxicológicas, Monitoramento Biológico e Ambiental

Universidade Estadual Paulista/UNESP – CEATOX Centro de Assistência Toxicológica

Universidade de São Paulo – Hospital das Clínicas da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto

Universidade de São Paulo – Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto

Universidade Federal da Bahia – Faculdade de Farmácia/Laboratório de Toxicologia

## REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA. Procedimento GGLAS n<sup>o</sup> 02/43: Critérios para a Habilitação de Provedores de Ensaios de Proficiência segundo os Princípios da ABNT/IEC Guia 43:1999. 2<sup>a</sup> Ed. Brasília; 2002.

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - INMETRO. Vocabulário Internacional de Metrologia. Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. VIM 2012. 1<sup>a</sup> Edição Luso – Brasileira. Rio de Janeiro; 2012.

International Organization for Standardization. International Standard ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratorial comparisons. 1<sup>a</sup> Ed. Switzerland; 2005.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Norma ABNT ISO GUIA 35 – Materiais de Referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 1<sup>a</sup> Ed. Rio de Janeiro, 73p.; 2012.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2<sup>a</sup> Ed. Rio de Janeiro, 31p.; 2005.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência. 1<sup>a</sup> Ed. Rio de Janeiro, 46p.; 2011.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Norma ABNT NM/ISO 15189 – Laboratório de Análises Clínicas – Requisitos especiais de qualidade e competência. 2<sup>a</sup> Ed. Rio de Janeiro, 57p.; 2008.

Thompson M, Ellison SLR, Wood R. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories. Pure Appl. Chem. 2006; 78 (1): 145-96.

EURACHEM / CITAC Guide CG 4. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3<sup>a</sup> Ed. Ellison SLR and Williams A. United Kingdom, 141p.; 2012.

Donadio RE. OSHA Criteria for Laboratory Proficiency in Blood Lead Analysis. Public Health Rep. 1982; 97(2): 175-6.

Pocklington WD. Harmonized protocols for the adoption of standardized analytical methods and for the presentation of their performance characteristics. Pure Appl. Chem. 1990; 62(1): 149-62.

Oliveira CC, Tiglea P, Olivieri JC, Carvalho MFH, Buzzo ML, Sakuma AM, et al. Comparison of different statistical approaches used to evaluate the performance of participants in a proficiency testing program. Rev Inst Adolfo Lutz. 2014;73(1): 26-31.

## CONTROLE DE REVISÃO

REVISÃO	ALTERAÇÃO
00	Não se aplica
01	Este relatório substitui e cancela o Relatório Preliminar (Revisão 00).

Este Programa conta com o apoio da FINEP – Agência Brasileira da Inovação, e da REDSANG-SIBTRATEC Rede de Serviços Tecnológicos e Hemoderivados.