



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

65ª Rodada – Fevereiro de 2018

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

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 Vieta Lopes – Pesquisadora Científica

Richard Matsuzaki – Agente de Apoio à Pesquisa Científica e Tecnológica

Luci Elaine Machado – Auxiliar de Serviços

Relatório Final (Revisão 02)

Responsável pela aprovação: Maria de Fátima Henriques Carvalho

Data: 12/03/2018

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	3
2. OBJETIVOS	3
3. ESCOPO	4
4. PARTICIPAÇÃO.....	4
5. CONFIDENCIALIDADE	4
6. SERVIÇOS SUBCONTRATADOS.....	4
7. ITENS DE ENSAIO	4
8. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO	6
8.1 Cálculo do Valor Designado	6
8.2 Estimativa da incerteza associada ao valor designado.....	7
8.3 Avaliação de desempenho dos laboratórios.....	7
8.4 Comparação de resultados obtidos por diferentes técnicas analíticas	8
9. CERTIFICADOS.....	8
10. RESULTADO POR ITEM DE ENSAIO.....	9
10.1 Item de ensaio n°215	9
10.2 Item de ensaio n°216.....	11
10.3 Item de ensaio n°217	13
10.4 Item de ensaio n°218.....	15
11. AVALIAÇÃO GERAL.....	17
12. RECLAMAÇÕES E CONTESTAÇÕES – ATENDIMENTO AO PARTICIPANTE.....	17
13. RELAÇÃO DOS LABORATÓRIOS INSCRITOS	18
14. REFERÊNCIAS.....	19
15. CONTROLE DE REVISÃO	19

1. 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 17043:2011, 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 17043:2011, atende aos requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005. 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 17025:2005 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.

2. OBJETIVOS

- Organizar, promover e oferecer programas de ensaio de proficiência com a finalidade de subsidiar a melhoria da qualidade dos resultados dos laboratórios participantes;
- Realizar 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.

3. ESCOPO

O Programa tem como escopo oferecer um programa de ensaio de proficiência para a determinação de chumbo em amostras de sangue bovino. A frequência do programa é semestral. A faixa de concentração de chumbo nos itens de ensaio estará entre 10 e 100 µg/100mL.

4. 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 nos itens de ensaio seja feita utilizando o método da rotina.

5. 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.

6. SERVIÇOS SUBCONTRATADOS

Nenhuma atividade do PEP Pbs é subcontratada.

7. ITENS DE ENSAIO

Os itens de ensaio foram preparados a partir de sangue bovino coletado de animais sadios, adicionado de uma solução do ácido etilenodiaminotetracético dissódico a 7%, e fortificado volumetricamente com material de referência certificado de chumbo. Também foram adicionados ao sangue os seguintes conservantes: gentamicina 0,1 g/L e metilparabeno 1,0 g/L. O sangue foi envasado em frascos de polipropileno, contendo

aproximadamente 12 mL do material. Os itens de ensaio foram armazenados em geladeira (entre 2°C e 8°C) até o envio aos laboratórios.

Nesta rodada, cada participante recebeu quatro itens de ensaio, que foram encaminhados a 19 laboratórios participantes do Programa de Ensaio de Proficiência, de diferentes Estados. Os 19 laboratórios enviaram seus resultados dentro do prazo estabelecido.

O Núcleo de Contaminantes Inorgânicos, do Centro de Contaminantes do Instituto Adolfo Lutz, foi responsável pela preparação, envase e estudos de homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio, conforme a norma ISO 13528:2015 – *Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratorial comparisons*.

Os testes de homogeneidade foram realizados antes do envio dos itens de ensaio aos laboratórios participantes. Os resultados obtidos indicaram que os itens apresentavam-se de forma homogênea. A estabilidade foi avaliada no período de tempo compreendido após o preparo dos itens de ensaio e o prazo final de recebimento dos resultados pelos laboratórios participantes do PEP Pbs, e verificou-se que os itens de ensaio mantiveram-se estáveis no decorrer da rodada.

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

Tabela 1. Código do laboratório e identificação dos itens de ensaio na 65ª Rodada.

Laboratório	Código dos Itens de Ensaio			
	215	216	217	218
1	7453	5949	8214	4519
2	7841	5294	7955	4148
3	7987	4951	7652	5600
4	7640	2155	7599	3732
5	7508	5617	8887	4828
6	8855	4555	8569	2510
7	7060	2586	8564	4818
8	7197	5369	7723	4450
9	8470	2085	8946	5982
10	8144	4325	7273	4198
11	8235	4060	8007	2304
12	8199	3502	8950	5660
13	7319	4392	8202	1640
14	8837	1793	8959	5398
15	8327	2539	8194	1210
16	8613	5070	8539	1975
17	8059	5088	8863	1904
18	8205	3516	8741	3721
19	7107	5343	8781	5026

8. 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.

8.1 Cálculo do Valor Designado

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 ($x_i, i = 1, \dots, j$).
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 ϕ , 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.

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

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

$$\text{Equação 8 - } s^* = 1,134.s$$

10. Novo cálculo de ϕ , 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.

8.2 Estimativa da incerteza associada ao valor designado

A estimativa da incerteza do valor designado para cada item de ensaio é calculada de acordo com a equação 9.

$$\text{Equação 9 - } u_x = \frac{1,25 \cdot s^*}{\sqrt{p}} \quad \text{onde}$$

s^* = desvio padrão robusto

p = número de laboratórios participantes da rodada

8.3 Avaliação de desempenho dos laboratórios

O desempenho de cada laboratório é avaliado segundo o índice z , calculado de acordo com a equação 10.

$$\text{Equação 10 - } z = \frac{x_i - x^*}{\hat{\sigma}} \quad \text{onde}$$

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 $\mu\text{g}/100\text{mL}$, $\hat{\sigma} = 3 \mu\text{g}/100\text{mL}$.

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

8.4 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.

9. CERTIFICADOS

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

10. RESULTADO POR ITEM DE ENSAIO

10.1 Item de ensaio nº215

Na Tabela 2 são apresentados os resultados em $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ registrados por 19 laboratórios para as três medições realizadas no item de ensaio de número 215, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 2. Resultados individuais dos laboratórios para o item de ensaio de número 215.

Código do laboratório	Resultados ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	32,4	32,4	31,4	32,067	0,577	1,8	-2,3	Questionável
2	41,8	42,7	41,7	42,067	0,551	1,3	1,0	Satisfatório
3	46,5	45,9	47,5	46,633	0,808	1,7	2,5	Questionável
4	45,9	45,1	46,8	45,933	0,850	1,9	2,3	Questionável
5	35,5	35,5	33,0	34,667	1,443	4,2	-1,4	Satisfatório
6	39,5	42,4	45,8	42,567	3,153	7,4	1,2	Satisfatório
7	52,5	47,4	51,0	50,300	2,621	5,2	3,8	Insatisfatório
8	21,6	21,4	21,7	21,567	0,153	0,7	-5,8	Insatisfatório
9	32,0	30,9	31,2	31,367	0,569	1,8	-2,5	Questionável
10	39,5	40,0	39,8	39,767	0,252	0,6	0,3	Satisfatório
11	40,9	41,0	41,1	41,000	0,100	0,2	0,7	Satisfatório
12	41,1	41,1	43,6	41,933	1,443	3,4	1,0	Satisfatório
13	38,4	38,4	38,2	38,333	0,115	0,3	-0,2	Satisfatório
14	41,5	41,0	40,7	41,067	0,404	1,0	0,7	Satisfatório
15	38,2	37,4	42,2	39,267	2,572	6,5	0,1	Satisfatório
16	12,7	14,7	15,1	14,167	1,286	9,1	-8,3	Insatisfatório
17	35,5	41,3	33,4	36,733	4,092	11,1	-0,8	Satisfatório
18	38,9	43,0	43,3	41,733	2,458	5,9	0,9	Satisfatório
19	39,5	37,6	38,2	38,433	0,971	2,5	-0,2	Satisfatório

A Tabela 3 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam o item de ensaio de número 215. O valor designado calculado, representado pela média robusta, é $39,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$, 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 e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao item de ensaio de número 215.

Média robusta ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	39,0
Incerteza do valor designado ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	1,8
Desvio aceitável ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	3,0
Valor mínimo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	14,2
Valor máximo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	50,3
Coeficiente de variação (%)	8
Número de laboratórios*	19

*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. As setas na cor vermelha indicam que o resultado fornecido pelo laboratório está fora da área do gráfico.

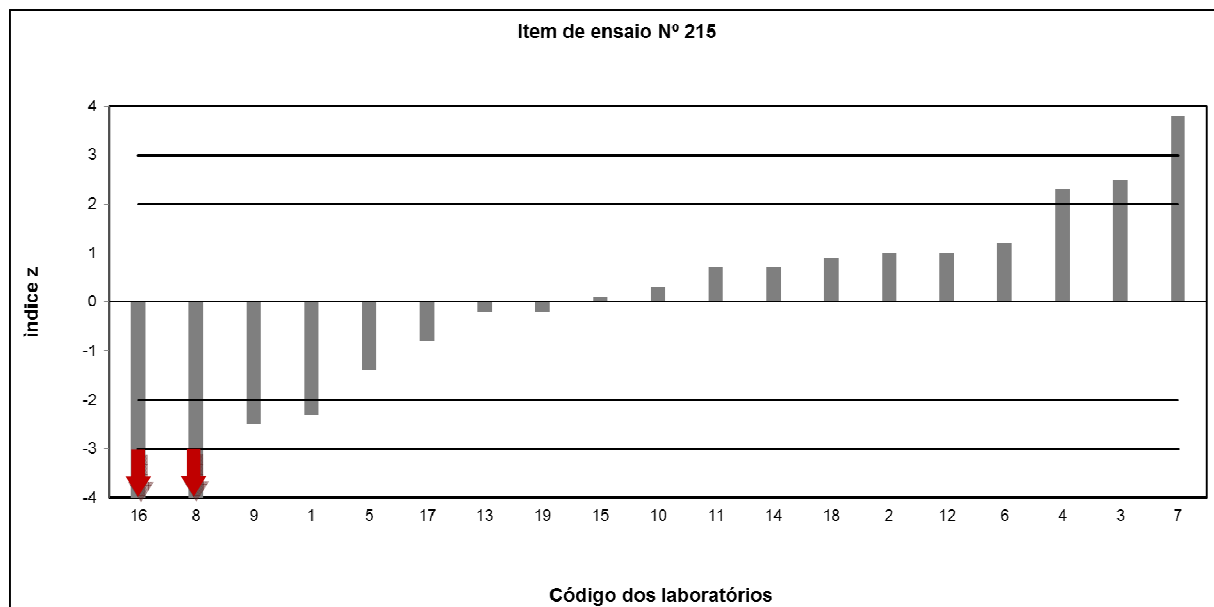


Figura 1: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o item de ensaio nº 215.

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

Tabela 4. Resumo estatístico do item de ensaio de número 215 em relação às técnicas analíticas mais utilizadas.

Estatística	Técnica	
	ETAAS	FAAS
Média ($\mu\text{g}/100 \text{ mL}$)	39,8	38,9
Desvio Padrão ($\mu\text{g}/100 \text{ mL}$)	4,7	4,4
Número de participantes*	9	6

*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 equivalentes (teste de Levene; $p = 0,866$). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ($p = 0,698$).

10.2 Item de ensaio nº216

Na Tabela 5 são apresentados os resultados em $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ registrados por 19 laboratórios para as três medições realizadas no item de ensaio de número 216, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 5. Resultados individuais dos laboratórios para o item de ensaio de número 216.

Código do laboratório	Resultados ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	47,2	48,2	47,2	47,533	0,577	1,2	-1,5	Satisfatório
2	57,8	58,5	56,8	57,700	0,854	1,5	1,0	Satisfatório
3	65,7	65,6	64,6	65,300	0,608	0,9	2,9	Questionável
4	61,3	61,9	58,8	60,667	1,644	2,7	1,7	Satisfatório
5	48,0	48,0	48,0	48,000	-	-	-1,4	Satisfatório
6	67,1	70,0	68,0	68,367	1,484	2,2	3,6	Insatisfatório
7	76,5	59,5	60,4	65,467	9,566	14,6	2,9	Questionável
8	30,7	30,7	30,8	30,733	0,058	0,2	-5,7	Insatisfatório
9	39,5	39,8	39,6	39,633	0,153	0,4	-3,5	Insatisfatório
10	53,1	54,6	54,4	54,033	0,814	1,5	0,1	Satisfatório
11	54,9	55,0	55,1	55,000	0,100	0,2	0,3	Satisfatório
12	59,1	56,5	59,1	58,233	1,501	2,6	1,1	Satisfatório
13	57,2	57,2	57,0	57,133	0,115	0,2	0,8	Satisfatório
14	54,2	56,2	55,3	55,233	1,002	1,8	0,4	Satisfatório
15	55,1	53,7	56,3	55,033	1,301	2,4	0,3	Satisfatório
16	18,9	19,0	19,3	19,067	0,208	1,1	-8,6	Insatisfatório
17	49,7	55,7	47,2	51,067	4,124	8,1	-0,7	Satisfatório
18	50,1	53,9	54,0	52,667	2,223	4,2	-0,3	Satisfatório
19	52,8	52,5	51,5	52,267	0,681	1,3	-0,4	Satisfatório

A Tabela 6 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam o item de ensaio de número 216. O valor designado calculado é $53,8\ \mu\text{g}/100\text{mL}$, representado pela média robusta, com desvio aceitável de $4,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$. Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação é igual a $8,0\ \mu\text{g}/100\text{mL}$.

Tabela 6. Resumo da avaliação estatística e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao item de ensaio de número 216.

Média robusta ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	53,8
Incerteza do valor designado ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	2,7
Desvio aceitável ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	4,0
Valor mínimo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	19,1
Valor máximo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	68,4
Coeficiente de variação (%)	7
Número de laboratórios*	19

*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. As setas na cor vermelha indicam que o resultado fornecido pelo laboratório está fora da área do gráfico.

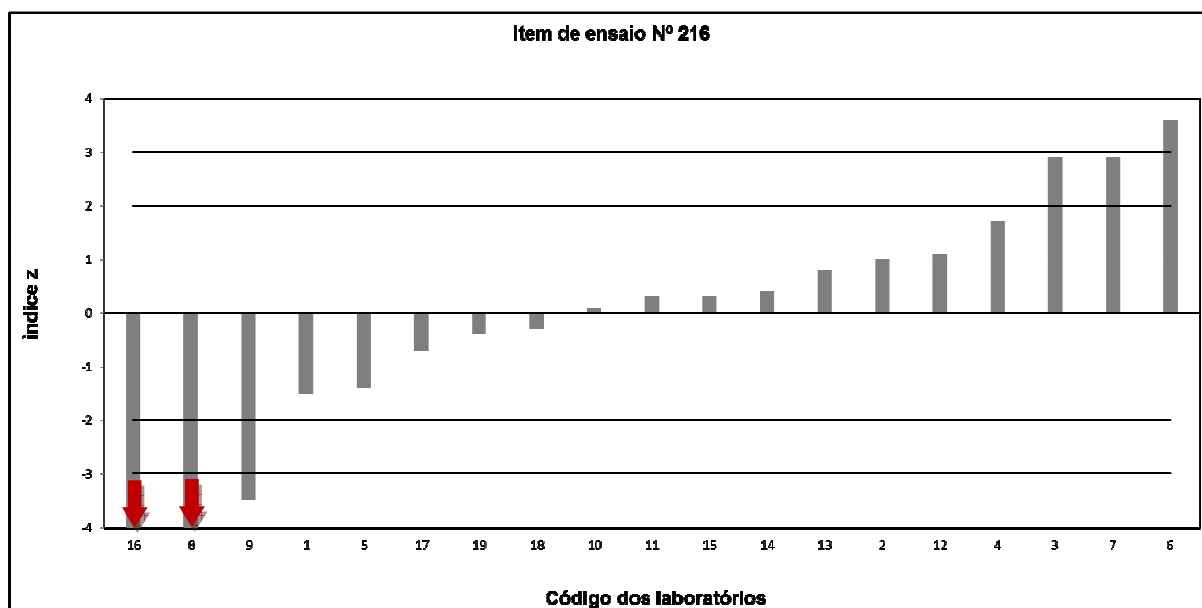


Figura 2: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o item de ensaio nº 216.

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

Tabela 7. Resumo estatístico do item de ensaio de número 216 em relação às técnicas analíticas mais utilizadas.

Estatística	Técnica	
	ETAAS	FAAS
Média ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	56,6	52,8
Desvio Padrão ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	4,7	4,8
Número de participantes*	8	5

*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 equivalentes (teste de Levene; $p = 0,995$). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ($p = 0,183$).

10.3 Item de ensaio nº217

Na Tabela 8 são apresentados os resultados em $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ registrados por 19 laboratórios para as três medições realizadas no item de ensaio de número 217, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 8. Resultados individuais dos laboratórios para o item de ensaio de número 217.

Código do laboratório	Resultados ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	7,7	7,7	8,7	8,033	0,577	7,2	-1,7	Satisfatório
2	13,6	13,8	13,3	13,567	0,252	1,9	0,2	Satisfatório
3	11,5	11,4	11,6	11,500	0,100	0,9	-0,5	Satisfatório
4	15,6	15,6	16,2	15,800	0,346	2,2	0,9	Satisfatório
5	13,0	13,0	10,5	12,167	1,443	11,9	-0,3	Satisfatório
6	20,0	21,9	22,2	21,367	1,193	5,6	2,8	Questionável
7	18,3	23,3	16,0	19,200	3,732	19,4	2,0	Satisfatório
8	1,7	1,8	1,7	1,733	0,058	3,3	-3,8	Insatisfatório
9	11,3	10,4	10,9	10,867	0,451	4,1	-0,7	Satisfatório
10	11,0	11,1	11,2	11,100	0,100	0,9	-0,7	Satisfatório
11	16,2	16,0	16,8	16,333	0,416	2,5	1,1	Satisfatório
12	12,8	10,3	10,3	11,133	1,443	13,0	-0,6	Satisfatório
13	12,1	12,1	12,0	12,067	0,058	0,5	-0,3	Satisfatório
14	14,6	14,7	15,1	14,800	0,265	1,8	0,6	Satisfatório
15	11,8	11,4	12,3	11,833	0,451	3,8	-0,4	Satisfatório
16	39,9	41,0	41,7	40,867	0,907	2,2	9,3	Insatisfatório
17	10,7	12,7	10,1	11,167	1,361	12,2	-0,6	Satisfatório
18	12,2	12,1	12,7	12,333	0,321	2,6	-0,2	Satisfatório
19	12,3	12,3	11,9	12,167	0,231	1,9	-0,3	Satisfatório

A Tabela 9 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam o item de ensaio de número 217. O valor designado calculado é $13,1\ \mu\text{g}/100\text{mL}$, 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 e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao item de ensaio de número 217.

Média robusta ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	13,1
Incerteza do valor designado ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	1,1
Desvio aceitável ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	3,0
Valor mínimo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	1,7
Valor máximo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	40,9
Coeficiente de variação (%)	23
Número de laboratórios*	19

*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. As setas na cor vermelha indicam que o resultado fornecido pelo laboratório está fora da área do gráfico.

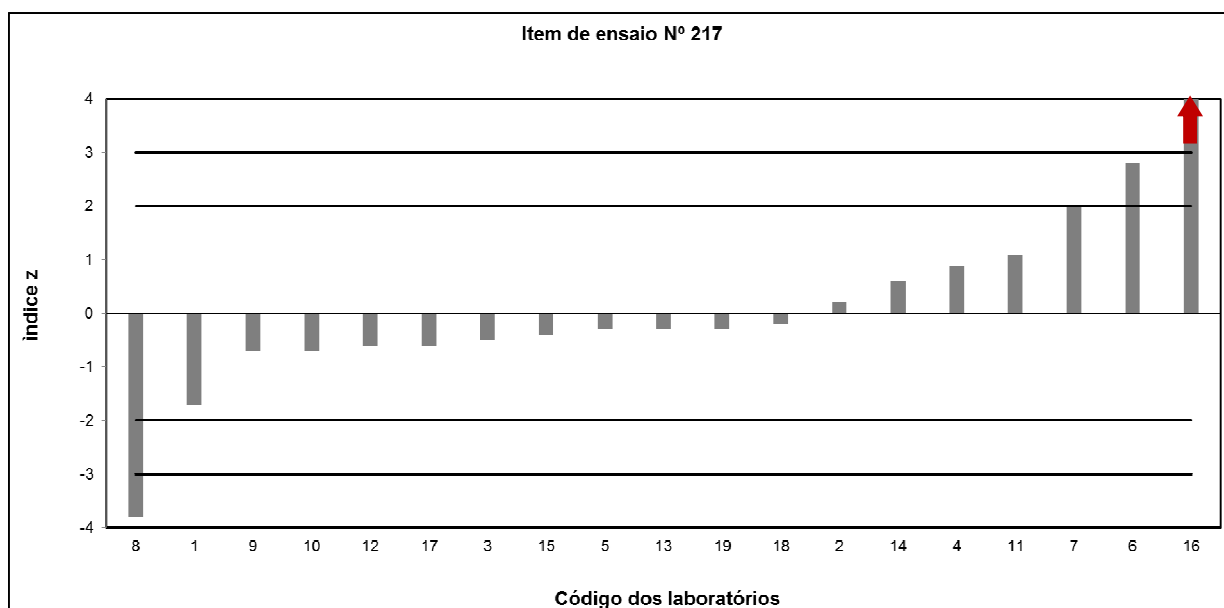


Figura 3: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o item de ensaio nº 217.

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

Tabela 10. Resumo estatístico do item de ensaio de número 217 em relação às técnicas analíticas mais utilizadas.

Estatística	Técnica	
	ETAAS	FAAS
Média ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	12,2	14,0
Desvio Padrão ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	1,6	4,6
Número de participantes*	9	6

*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 não foram equivalentes (teste de Levene; $p = 0,024$). Presumindo, portanto, variâncias não equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ($p = 0,409$).

10.4 Item de ensaio n°218

Na Tabela 11 são apresentados os resultados em $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ registrados por 19 laboratórios para as três medições realizadas no item de ensaio de número 218, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 11. Resultados individuais dos laboratórios para o item de ensaio de número 218.

Código do laboratório	Resultados ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)			Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)	Índice z	Desempenho
1	13,6	10,6	11,6	11,933	1,528	12,8	-2,2	Questionável
2	19,4	19,8	19,6	19,600	0,200	1,0	0,4	Satisfatório
3	15,8	15,9	15,4	15,700	0,265	1,7	-0,9	Satisfatório
4	21,3	21,9	21,9	21,700	0,346	1,6	1,1	Satisfatório
5	15,5	15,5	15,5	15,500	-	-	-1,0	Satisfatório
6	32,0	33,2	35,5	33,567	1,779	5,3	5,0	Insatisfatório
7	29,3	18,5	16,1	21,300	7,031	33,0	0,9	Satisfatório
8	11,1	11,1	11,2	11,133	0,058	0,5	-2,5	Questionável
9	15,9	16,6	16,2	16,233	0,351	2,2	-0,8	Satisfatório
10	15,8	15,3	15,4	15,500	0,265	1,7	-1,0	Satisfatório
11	22,1	22,0	22,2	22,100	0,100	0,5	1,2	Satisfatório
12	23,1	20,5	23,1	22,233	1,501	6,8	1,2	Satisfatório
13	17,6	17,8	17,5	17,633	0,153	0,9	-0,3	Satisfatório
14	19,5	19,0	19,3	19,267	0,252	1,3	0,3	Satisfatório
15	16,8	17,7	18,5	17,667	0,850	4,8	-0,3	Satisfatório
16	56,1	54,3	55,0	55,133	0,907	1,6	12,2	Insatisfatório
17	17,4	18,3	15,2	16,967	1,595	9,4	-0,5	Satisfatório
18	17,6	17,4	16,8	17,267	0,416	2,4	-0,4	Satisfatório
19	19,5	18,5	19,0	19,000	0,500	2,6	0,2	Satisfatório

A Tabela 12 apresenta as medidas estatísticas que caracterizam o item de ensaio de número 218. O valor designado calculado é $18,5\ \mu\text{g}/100\text{mL}$, 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 e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao item de ensaio de número 218.

Média robusta ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	18,5
Incerteza do valor designado ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	1,2
Desvio aceitável ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	3,0
Valor mínimo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	11,1
Valor máximo ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	55,1
Coeficiente de variação (%)	16
Número de laboratórios*	19

*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. As setas na cor vermelha indicam que o resultado fornecido pelo laboratório está fora da área do gráfico.

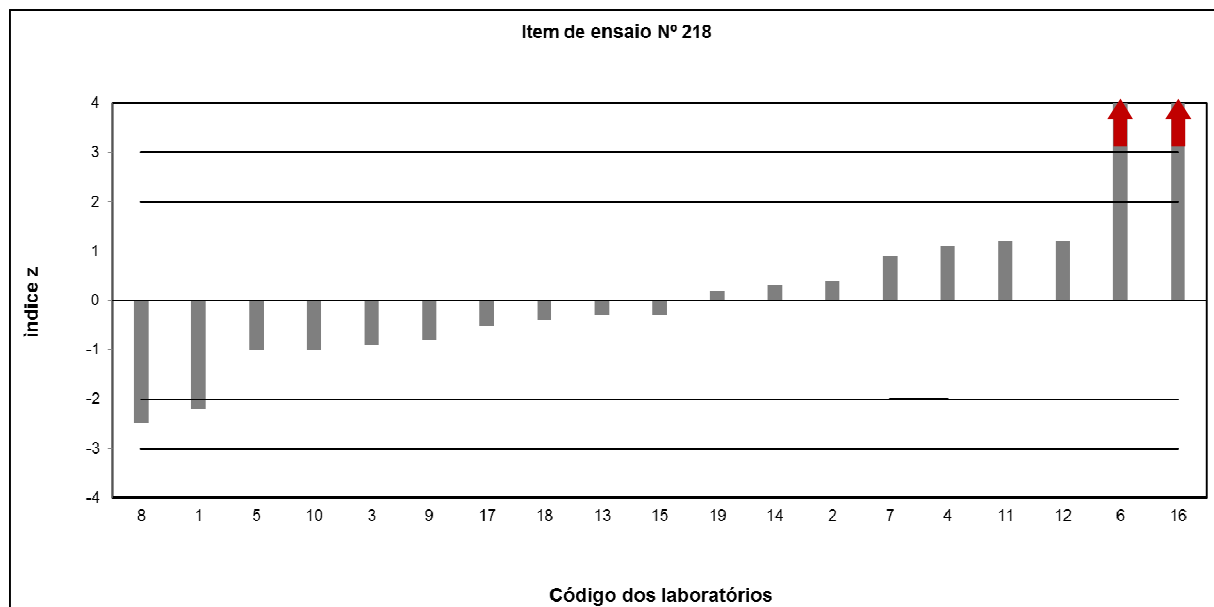


Figura 4: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o item de ensaio nº 218.

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

Tabela 13. Resumo estatístico do item de ensaio de número 218 em relação às técnicas analíticas mais utilizadas.

Estatística	Técnica	
	ETAAS	FAAS
Média ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	17,8	18,2
Desvio Padrão ($\mu\text{g}/100\text{ mL}$)	2,0	4,4
Número de participantes*	9	5

*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 equivalentes (teste de Levene; $p = 0,091$). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste t para comparação de médias ($p = 0,806$).

11. AVALIAÇÃO GERAL

Dos 19 laboratórios inscritos, 19 enviaram os resultados de três medições para cada item de ensaio. Destes, 10 apresentaram desempenhos satisfatórios para todos os itens de ensaio.

Para o item de ensaio 215, quatro laboratórios (1, 3, 4 e 9) apresentaram resultados questionáveis e três laboratórios (7, 8 e 16) apresentaram resultados insatisfatórios. Para o item de ensaio 216, dois laboratórios (3 e 7) apresentaram resultados questionáveis e quatro laboratórios (6, 8, 9 e 16) apresentaram resultados insatisfatórios. Para o item de ensaio 217, um laboratório (6) apresentou resultado questionável e dois laboratórios (8 e 16) apresentaram resultados insatisfatórios. Para o item de ensaio 218, dois laboratórios (1 e 8) apresentaram resultados questionáveis e dois laboratórios (6 e 16) apresentaram resultados insatisfatórios.

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.

Devido à grande dispersão dos resultados reportados pelos laboratórios, solicitamos que seja dedicada maior atenção quanto à identificação dos itens de ensaio, a fim de evitar a inversão de resultados.

Recomendamos aos laboratórios que apresentaram desempenho insatisfatório que avaliem criticamente a sua metodologia analítica, estabelecendo ações corretivas.

12. 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.

13. RELAÇÃO DOS LABORATÓRIOS INSCRITOS

Associação Fundo de Incentivo à Pesquisa – AFIP

Baterias Cral Ltda.

Biominais Análises Químicas

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

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 Análises Química e Ambiental - LAQA

Instituto Hermes Pardini S.A.

Laboratório Central de Saúde Pública – LACEN /CEVS/SES - RS

Laboratório de Análises Toxicológicas e Ambientais Ltda. – LATAM

Pontifícia Universidade Católica – PUC/ RJ – LABSPECTRO

Salomão Zoppi Medicina Diagnóstica

Toxikón Assessoria Toxicológica S/C Ltda.

Toxilab Laboratório de Análises Ltda.

Universidade Estadual de Londrina – Laboratório de Análises Toxicológicas

Universidade Estadual Paulista/UNESP – CEATOX Centro de Assistência Toxicológica

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

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

14. REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA. Procedimento GGLAS nº 02/43: Critérios para a Habilitação de Provedores de Ensaios de Proficiência segundo os Princípios da ABNT/IEC Guia 43:1999. 2ª Ed. Brasília; 2002.

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - INMETRO. Vocabulário Internacional de Metrologia. Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. VIM 2012. 1ª 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. 1ª Ed. Switzerland; 2015.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Norma ABNT ISO GUIA 35 – Materiais de Referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 1ª 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. 2ª 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. 1ª 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. 2ª 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, 3ª 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.

15. CONTROLE DE REVISÃO

REVISÃO	ALTERAÇÃO
00	Não se aplica
01	Este relatório substitui e cancela o Relatório Preliminar (Revisão 00).
02	Revisão dos itens do relatório para a inclusão dos resultados referentes ao laboratório 19.

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