

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ENGENHARIA  
CURSO DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO

MARÍLIA RODRIGUES DA SILVA

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL: UMA FERRAMENTA  
PARA A GARANTIA DE QUALIDADE ANALÍTICA ENTRE LABORATÓRIOS**

Porto Alegre  
Junho de 2008

MARÍLIA RODRIGUES DA SILVA

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL: UMA FERRAMENTA  
PARA A GARANTIA DE QUALIDADE ANALÍTICA ENTRE LABORATÓRIOS**

Trabalho apresentado como requisito parcial  
para obtenção do grau de Engenheiro de  
Produção, pela Faculdade de Engenharia, da  
Pontifícia Universidade Católica do Rio  
Grande do Sul.

Orientador: Prof. Dr. Lori Viali

Porto Alegre,  
Junho de 2008.

MARÍLIA RODRIGUES DA SILVA

**PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL: UMA FERRAMENTA  
PARA A GARANTIA DE QUALIDADE ANALÍTICA ENTRE LABORATÓRIOS**

Trabalho apresentado como requisito parcial  
para obtenção do grau de Engenheiro de  
Produção, pela Faculdade de Engenharia, da  
Pontifícia Universidade Católica do Rio  
Grande do Sul.

Aprovada em \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Lori Viali

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ângela de Moura Ferreira Danilevicz

---

Prof. Helio Radke Bittencourt

## RESUMO

Um Programa de Comparação Interlaboratorial é uma ferramenta para a garantia de qualidade analítica de resultados para os laboratórios, onde é identificado o desempenho de cada participante em relação ao grupo. O presente trabalho apresenta a sistemática de execução desse tipo de programa aplicado à área de análise de carvão. Também são apresentadas as técnicas de avaliação de desempenho dos laboratórios orientados pela publicação da NATA (2004) e pela ISO/DIS 13528:2005, de forma a comparar estas duas abordagens de cálculos estatísticos de desempenho. Ao final, percebe-se a importância da execução dos programas interlaboratoriais e a sua contribuição no controle de qualidade analítica dos ensaios, fornecendo uma confiabilidade adicional para as medidas.

Palavras-chave: Programas de Comparações Interlaboratoriais, qualidade, desempenho.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: INTERAÇÃO ENTRE OS PROCESSOS DA REDE METROLÓGICA RS .....	18
FIGURA 2: PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE ENSAIO .....	21
FIGURA 3: PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE ENSAIO - CONTINUAÇÃO.....	22
FIGURA 4: DISTRIBUIÇÃO NORMAL .....	28
FIGURA 5: LOGO CARACTERIZANDO O PCI DE ANÁLISES DE CARVÃO .....	31
FIGURA 6: FASE DE PLANEJAMENTO DO PCI DE ANÁLISES DE CARVÃO .....	33
FIGURA 7: BRITADOR DE MANDÍBULAS E SEPARADOR DE CALHAS .....	34
FIGURA 8: PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE ENSAIO DE ANÁLISES DE CARVÃO .....	35
FIGURA 9: FORMULÁRIO DE VERIFICAÇÃO DA PREPARAÇÃO .....	36
FIGURA 10: GRÁFICO DE DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES.....	41
FIGURA 11: GRÁFICO DE DESEMPENHO DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES.....	44

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1: ALGUMAS MEDIDAS PARCIAIS DE DESEMPENHO TÍPICAS.....	24
TABELA 2: RESULTADOS DAS ANÁLISES (EM % BASE SECA) .....	38
TABELA 3: RESULTADOS DAS MÉDIAS DAS VIAS (EM % BASE SECA).....	39
TABELA 4: RESULTADOS ESTATÍSTICOS UTILIZANDO O NATA:2004 .....	39
TABELA 5: RESULTADOS DOS CV DA MÉDIA E DO ESCORE $Z_R$ DE CADA PARTICIPANTE.....	40
TABELA 6: AMPLITUDES DOS PARTICIPANTES (EM % BASE SECA) .....	42
TABELA 7: NOVAS MÉDIAS DOS PARTICIPANTES .....	43
TABELA 8: RESULTADOS ESTATÍSTICOS UTILIZANDO A ISO/DIS 13528: 2005	43
TABELA 9: RESULTADOS DO ESCORE $Z^*$ DE CADA PARTICIPANTE .....	44
TABELA 10: COMPARAÇÃO DE RESULTADOS DE DESEMPENHO DAS DUAS TÉCNICAS .....	45

## **LISTA DE SIGLAS**

ISO – Internacional Standard Organization

NATA – National Association of Testing Authorities

PCI – Programa de Comparação Interlaboratorial

INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia

RMRS – Rede Metrológica do RS

EPTIS – European Proficiency Testing Information System

SGQ – Sistema de Gestão da Qualidade

IQN – Amplitude Interquartílica Normalizada

CV – Coeficiente de Variação

ANOVA - Análise de Variância

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>8</b>
1.1	TEMA E OBJETIVOS .....	9
1.2	JUSTIFICATIVAS DO TEMA E DOS OBJETIVOS .....	9
1.3	ESTRUTURA DO TRABALHO .....	10
1.4	DELIMITAÇÕES DO TRABALHO.....	11
<b>2</b>	<b>REVISÃO TEÓRICA</b> .....	<b>12</b>
2.1	SISTEMAS DE GESTÃO DA QUALIDADE .....	12
<b>2.1.1</b>	<b>Garantia da qualidade em laboratórios</b> .....	<b>13</b>
<b>2.1.2</b>	<b>Norma NBR ISO/IEC 17025:2005 para laboratórios</b> .....	<b>13</b>
2.2	PROGRAMAS DE COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS.....	15
<b>2.2.1</b>	<b>Gerenciamento do processo de um PCI</b> .....	<b>17</b>
<b>2.2.2</b>	<b>O processo de PCI</b> .....	<b>19</b>
2.3	AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO .....	23
<b>2.3.1</b>	<b>Técnica para avaliação de desempenho de laboratórios, segundo os critérios do NATA:2004</b> .....	<b>25</b>
<b>2.3.2</b>	<b>Técnica para avaliação de desempenho de laboratórios, segundo os critérios da ISO/DIS 13528: 2005</b> .....	<b>28</b>
<b>3</b>	<b>A EXECUÇÃO DO PROCESSO DO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL EM ANÁLISES DE CARVÃO</b> .....	<b>31</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS ESTATÍSTICOS PARA O PCI DE ANÁLISES DE CARVÃO</b> .	<b>38</b>
4.1	RESULTADOS SEGUNDO O GUIA NATA:2004.....	38
4.2	RESULTADOS SEGUNDO A ISO/DIS 13528: 2005. ....	41
4.3	AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS VIA GUIA NATA:2004 E ISO/DIS 13528:2005.	45
<b>5</b>	<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>46</b>
5.1	CONCLUSÕES.....	46
5.2	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	47
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>48</b>



## 1 INTRODUÇÃO

A metrologia é a ciência da medição que engloba aspectos teóricos e práticos que garantam a precisão em processos produtivos, procurando garantir qualidade de produtos ou serviços através de calibrações e ensaios. A relação entre garantia da qualidade e metrologia foi estabelecida e normalizada pela ISO série 9000, que estabelece diretrizes para manter controle sobre instrumentos de medição das empresas, sendo fundamental a implementação de um processo metrológico na empresa que busca uma certificação (WIKIPÉDIA, 2008). Essa relação tem como objetivo a melhoria do nível de vida da população, através do consumo de produtos de qualidade, com isso consumidores exigem sistemas produtivos de gerenciamento cada vez mais eficazes e eficientes.

Ser certificado pelas normas da série ISO 9000 resulta em benefícios à empresa tais como: abertura de novos mercados, maior conformidade e atendimento às exigências dos clientes, menores custos de avaliação e controle, melhor uso de recursos, aumento da lucratividade, maior integração entre os setores da empresa, melhores condições para acompanhar e controlar os processos e diminuição dos custos (ISRAELIAN *et al*). Desse modo, a ISO série 9000 é um conjunto de normas técnicas que trata exclusivamente do assunto gestão da qualidade, em face da importância que esse assunto vem assumindo no mundo. Qualidade deixou de ser um diferencial de riqueza dos países e das organizações, tornando-se um pré-requisito para o mercado. (MARANHÃO, 2006).

Sendo assim, foi criada uma norma de garantia de um sistema de gestão para laboratórios, a NBR ISO/IEC 17025:2005, a qual promove diretrizes para as empresas buscarem qualificações em seus processos de calibrações e ensaios. O item 4.2 da norma citada afirma que o laboratório deve estabelecer, implementar e manter um sistema de gestão apropriado ao escopo de suas atividades. O laboratório deve documentar suas políticas, sistemas, programas, procedimentos e instruções, na extensão necessária para assegurar a qualidade dos resultados de ensaios e/ou calibrações. A documentação do sistema deve ser comunicada, compreendida, estar disponível e ser implementada pelo pessoal apropriado.

Portanto, para os laboratórios buscarem aprimorar seus desempenhos, existe uma ferramenta que auxilia nesse processo que são os Programas de Comparações

Interlaboratoriais. Estes programas avaliam o desempenho dos laboratórios com qualidade garantida da análise de resultados através de ensaios e/ou calibrações.

## 1.1 TEMA E OBJETIVOS

O tema deste trabalho refere-se a garantia da qualidade em laboratórios.

O objetivo principal é avaliar os resultados de desempenho individual de laboratórios de ensaios de carvão através do Programa de Comparação Interlaboratorial, analisando a influência de métodos de avaliação desses resultados.

Os objetivos específicos são:

- a) Detalhar o processo, desde o desenvolvimento à execução, do programa interlaboratorial para um programa da área de ensaios;
- b) Comparar duas técnicas de cálculos de desempenho dos programas da área de ensaios, propostas pelas normas: ISO/DIS 13528:2005 (*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*) e do guia australiano NATA:2004 (*Guide to Nata proficiency testing*).

## 1.2 JUSTIFICATIVAS DO TEMA E DOS OBJETIVOS

Os laboratórios das áreas de ensaios e calibrações são agentes fundamentais em controle da qualidade de produtos, processos e equipamentos. Para tanto, estas organizações necessitam controles de qualidade que possam garantir confiabilidade analítica em suas medidas. Para Slack (1999) a confiabilidade significa fazer as coisas em tempo para os consumidores receberem seus bens ou serviços quando forem prometidos. Porém, neste trabalho é abordado o conceito de confiabilidade analítica, a qual consiste em resultados confiáveis e métodos validados. Para obter confiabilidade metrológica (ou analítica) um laboratório deve buscar procedimentos, rotinas e métodos adequados, manter um processo contínuo sempre com um planejamento prévio e avaliação de seus resultados, demonstrando assim sua qualificação e deixando seus clientes satisfeitos (BORGES, 2006).

A NBR ISO/IEC 17025:2005 é uma norma que visa o reconhecimento de competência de laboratórios, de forma que a população como um todo possa

receber produtos confiáveis e tecnicamente qualificados. Porém, existem diversos fatores que podem causar variabilidade nos resultados dos ensaios e que devem ser controlados visando resultados confiáveis. Dentro deste contexto, os Programas de Comparações Interlaboratoriais surgem para fornecer aos laboratórios um meio objetivo de avaliar e demonstrar a confiabilidade dos dados que estejam produzindo. Assim os objetivos destes programas são determinar o desempenho individual de laboratórios para os ensaios propostos, monitorar continuamente a qualidade, propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas, identificar diferenças interlaboratoriais e fornecer confiança adicional aos clientes dos laboratórios. O requisito 5.9 da norma NBR ISO/IEC 17025:2005 expõe que o laboratório deve ter procedimentos de controle da qualidade para monitorar a validade dos ensaios e calibrações realizados, neste sentido é especificado que os programas de comparações interlaboratoriais são uma forma de atingir este item da norma, servindo estes como ferramentas de auxílio no processo de reconhecimento de competência, possibilitando melhorias internas nas rotinas executadas pelas empresas.

Nesse sentido, sugere-se explicar a importância de programas de comparações interlaboratoriais (PCI) para laboratórios que buscam qualidade em seus serviços, mostrando todas as etapas do desenvolvimento à execução do programa, segundo a ISO/IEC guia 43-1-2:1999. Assim como analisar a influência da avaliação de desempenho dos resultados para garantia da qualidade, para laboratórios de ensaios, verificando duas técnicas de cálculos estatísticos de desempenho utilizando a ISO/DIS 13528:2005 e o guia NATA:2004.

### 1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho está estruturado em 5 capítulos distribuídos conforme explicado a seguir. O capítulo 1 apresenta o tema, os objetivos gerais e específicos, as justificativas, a estrutura do trabalho e suas delimitações.

O capítulo 2 é a revisão teórica deste trabalho que engloba três assuntos gerais que são sistema de gestão da qualidade, programas de comparações interlaboratoriais e avaliação de desempenho. No capítulo 3 é abordado o processo

detalhado de um PCI específico da área de ensaios promovido pela Rede Metrológica RS.

O capítulo 4 apresenta os resultados estatísticos utilizados para avaliação de desempenho. O capítulo 5 apresenta a conclusão com um resultado geral do que foi discutido e suas contribuições e as sugestões de trabalhos futuros.

#### 1.4 DELIMITAÇÕES DO TRABALHO

Neste trabalho está sendo abordada a técnica do desenvolvimento à execução do programa de comparação interlaboratorial, seguida pela ISO/IEC guia-43-1-2:1999. Para tanto são discutidos alguns conceitos importantes como sistema de gestão da qualidade, técnicas de avaliação de desempenho para laboratórios e o processo de realização de um PCI de forma generalizada por um provedor. Não está em discussão neste trabalho o histórico e a origem do programa de comparação interlaboratorial, assim como detalhes técnicos de cada programa das áreas de ensaios ou calibrações, e como são realizadas as análises estatísticas de verificação dos testes de homogeneidade e estabilidade das amostras. A principal finalidade do trabalho é apresentar como é desenvolvido o programa de forma gerencial abrangendo conceitos apenas da administração do processo, e não um enfoque técnico (químico ou físico) do processo.

A análise estatística realizada nos resultados segue a técnica do guia NATA:2004 e esta é comparada à análise seguida pela ISO/DIS 13528:2005, com o objetivo de comparar os resultados, de um programa da área de ensaios, e não avaliar qual a melhor forma de cálculo de forma generalizada em PCI.

## 2 REVISÃO TEÓRICA

Este capítulo apresenta uma revisão bibliográfica sobre conceitos de sistema de gestão da qualidade, ferramentas para garantia da qualidade em laboratórios, a norma NBR ISO/IEC 17025:2005, Programas de Comparações Interlaboratoriais, gerenciamento do processo de um PCI, o processo de um PCI e avaliação de desempenho focada em duas técnicas de cálculo: o guia NATA:2004 e a norma ISO/DIS 13528:2005.

### 2.1 SISTEMAS DE GESTÃO DA QUALIDADE

Garantir um sistema de gestão da qualidade nas organizações está sendo cada vez mais cobrado por clientes. Para Maranhão (2006) um SGQ é apenas um conjunto de recursos e regras mínimas, implementado de forma adequada, com o objetivo de orientar cada parte da empresa para que execute de maneira correta a sua tarefa, em harmonia com as outras, estando todas direcionadas para o objetivo comum da empresa: ser competitiva.

Em busca pela sobrevivência das organizações, a empresa recorre à certificação pela norma NBR ISO 9001, estabelecendo em seu sistema política e objetivos para dirigir e controlar, no que diz respeito à qualidade. Deve ser salientado, entretanto, que as normas ISO série 9000 são normas que dizem respeito apenas ao sistema de gestão da qualidade de uma empresa, e não às especificações técnicas dos produtos fabricados por esta empresa. Ou seja, o fato de um produto ser fabricado por um processo certificado segundo as normas ISO 9000 não significa que este produto terá maior ou menor qualidade que um outro similar. Significa apenas que todos os produtos fabricados segundo este processo apresentarão as mesmas características e o mesmo padrão de qualidade (ISRAELIAN *et al*).

Sendo assim, laboratórios de diversas áreas de metrologia também buscam manter seus sistemas de gestão adequados e acreditados, segundo a NBR ISO/IEC 17025:2005, buscando na avaliação de conformidade verificar se seus produtos, processos e serviços estão atendendo aos requisitos da norma. Portanto, a avaliação de conformidade induz a busca de melhoria contínua das empresas que

desejam assegurar a qualidade de seus produtos, beneficiando-se com maior produtividade e competitividade.

### **2.1.1 Garantia da qualidade em laboratórios**

Falconi (1992) afirma que a garantia da qualidade é uma função da empresa que tem como objetivo confirmar que todas as atividades da qualidade estão sendo conduzidas da forma requerida. Sendo assim, a qualidade é garantida através de um planejamento e um controle, conduzidos por todos da empresa. Além disso, é necessária a verificação das atividades através de uma auditoria da qualidade, analisando se está sendo realizada conforme o planejado.

Para o laboratório garantir a qualidade em seu sistema de gestão, processo e produto é fundamental, para ser competitivo no mercado, buscar novos clientes e manter o controle do seu sistema. Para tanto, ele busca em métodos como os Programas de Comparações Interlaboratoriais, uma forma de medir o quanto o seu desempenho está bom ou ruim comparando com os concorrentes. Assim como, o laboratório verifica na validação de métodos analíticos (ferramenta que verifica se o procedimento utilizado está validado) se o método é adequado ao uso pretendido, sendo um aspecto vital na garantia da qualidade (BARROS, 2002). Além disso, empresa pode garantir qualidade em seu sistema de gestão através de acreditação da organização pela NBR ISO/IEC 17025:2005 ou então pela NBR ISO 9001, abrangendo somente a parte de gestão. Outros instrumentos importantes para a garantia da qualidade são os indicadores, os quais medem o desempenho da empresa em todos os departamentos como financeiro, compras, processo, satisfação de clientes e recursos humanos.

Enfim, existem muitos métodos, instrumentos e ferramentas para a Gestão da Qualidade as quais devem ser utilizadas de forma coerente, trazendo resultados para a organização. A seguir encontra-se o detalhamento da norma NBR ISO/IEC 17025:2005 para avaliação de competência técnica de laboratórios.

### **2.1.2 Norma NBR ISO/IEC 17025:2005 para laboratórios**

A acreditação realizada pelo INMETRO é de caráter voluntário e representa o reconhecimento formal da competência de um laboratório ou organização para

desenvolver tarefas específicas, segundo requisitos estabelecidos por normas (PIZZOLATO, 2006).

Para os laboratórios das áreas de calibrações ou ensaios serem considerados acreditados de acordo com a NBR ISO/IEC 17025:2005, estes devem atender aos requisitos da Norma. Os requisitos da norma podem ser divididos em dois grupos: requisitos de direção e requisitos técnicos. Dentre os requisitos de direção estão: organização; sistema de gestão; controle de documentos; análise crítica de pedidos, propostas e contratos; subcontratação de ensaios e calibrações; aquisição de serviços e suprimentos; atendimento ao cliente; reclamações; controle dos trabalhos de ensaio e/ou calibração não-conforme; melhoria; ação corretiva; ação preventiva; controle de registros; auditorias internas; análises críticas da direção. Dentre os requisitos técnicos fazem parte: generalidades; pessoal; acomodações e condições ambientais; métodos de ensaio e calibração e de validação de métodos; equipamentos; rastreabilidade de medição; amostragem; manuseio de itens de ensaio e calibração; garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração; apresentação de resultados (ABNT, 2005). Contudo, além do laboratório ter a preocupação em manter um sistema de gestão funcionando, existe a ênfase nas técnicas utilizadas para realização de suas atividades, sendo estas duas necessárias para a acreditação do laboratório.

De acordo com o Eurolab (2000) uma das vantagens da acreditação de laboratórios é a grande aceitação nacional e internacional das calibrações e dos resultados dos ensaios, bem como, dos certificados de calibração e dos relatórios de ensaio, quer sejam eles para atender requisitos de normas ou regulamentos.

Portanto, os laboratórios que solicitam reconhecimento de competência junto à Rede Metrológica do Rio Grande do Sul ou acreditação junto ao INMETRO estão assumindo um compromisso com a sociedade, pois orientam-se para assegurar qualidade em seus produtos, processos ou serviços de calibração ou ensaio. Com certeza, o engajamento na busca por padronizar seu sistema de acordo com a NBR ISO/IEC 17025:2005 melhora sua produtividade, aumentando a competitividade entre concorrentes.

## 2.2 PROGRAMAS DE COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS

Os programas de comparações interlaboratoriais (PCI) surgiram da necessidade dos laboratórios das áreas de calibração e ensaios buscarem uma ferramenta que os auxiliasse na avaliação dos seus resultados produzidos, garantindo confiabilidade analítica em seus processos. Para um PCI ser desenvolvido é necessário um provedor qualificado que atenda as demandas geradas por laboratórios, e que possua, preferencialmente, um processo certificado, garantindo assim a seus clientes um serviço acreditado. Assim, a ISO/IEC Guia 43-1:1999 orienta como provedores podem desenvolver um programa de comparação interlaboratorial de forma detalhada, abrangendo as necessidades dos laboratórios.

É importante para um laboratório participar de um PCI para demonstrar em auditorias realizadas conforme a NBR ISO/IEC 17025:2005, a qual reconhece a competência técnica, a qualificação ou não de seus resultados. Nestas auditorias os laboratórios são cobrados a serem proficientes nos programas, demonstrando seus desempenhos satisfatórios e suas análises críticas dos processos de ensaios e calibrações, assim como ações corretivas para os resultados insatisfatórios ou questionáveis. Portanto, o processo de provisão de interlaboratoriais serve como auxílio no processo de reconhecimento de competência, possibilitando melhorias internas nas rotinas.

Segundo a ISO/IEC Guia 43-1:1999, existem seis tipos de programas de comparações interlaboratoriais que são:

- a) Programas de comparação de medição: O item de ensaio a ser medido ou calibrado é enviado sucessivamente de um laboratório participante para o seguinte, os valores designados (valor atribuído a uma grandeza específica e aceito, às vezes por convenção, como tendo uma incerteza apropriada para uma dada finalidade, ISO/IEC GUIA 43-1:1999) são fornecidos por um laboratório de referência, pode ser necessária a verificação do item em estágios determinados durante a realização do programa, tipo de programa que demanda tempo para ser concluído, há dificuldade na manutenção da estabilidade e integridade do equipamento, além disso geralmente é considerado a incerteza do laboratório participante em sua avaliação de desempenho.



- b) Programas de ensaios interlaboratoriais: envolvem subamostras selecionadas aleatoriamente de uma fonte de material, sendo distribuídas simultaneamente aos laboratórios participantes, é essencial existir a homogeneidade do lote de itens de ensaios para garantir que eventuais resultados extremos não sejam atribuídos a variabilidade do item de ensaio.
- c) Programas de ensaios de partidas de amostras: forma especial de ensaio de proficiência que envolve 2 ou no máximo 3 laboratórios, Pode ser utilizados em transações comerciais, sendo uma amostra é enviada ao fornecedor e outra ao cliente, e a terceira a um laboratório de terceira parte, caso hajam diferenças significativas entre os resultados dos 2 primeiros.
- d) Programas qualitativos: projetados para avaliar a capacidade de laboratórios em caracterizar entidades específicas (informando presença ou ausência, por exemplo), nestes não há necessidade de envolvimento de múltiplos laboratórios.
- e) Programas de valor conhecido: envolvem a preparação de itens de ensaio com quantidades conhecidas do mensurando sob ensaio, também não necessitam do envolvimento de múltiplos participantes.
- f) Programas de processo parcial: avalia a capacidade do participante em realizar partes do ensaio ou processo de medição, ao invés de conduzir o ensaio propriamente dito.

Os programas de ensaios de proficiência (ou PCI) foram designados, inicialmente, como uma ferramenta para medir a qualidade dos laboratórios, possibilitando a eles monitorar seus resultados de medição, compará-los com aqueles considerados 'verdadeiros', fornecidos pelos provedores de ensaios de proficiência. Também auxiliaria na tomada de ações quando seus resultados ficassem fora dos limites estabelecidos pelo ensaio de proficiência, ou seja, quando tivessem um desempenho insatisfatório (BOLEY *et al.* 2001).

Assim o programa de ensaios de proficiência é o uso de comparações interlaboratoriais com o objetivo de determinar o desempenho de laboratórios para ensaios ou medições, monitorando seus desempenhos contínuos (ABNT, 1999a). Os ensaios de proficiência (ou os PCI) podem ser utilizados para auxiliar os procedimentos internos de controle de qualidade, complementar avaliações *in loco*

por organismos de acreditação e agregar confiança aos clientes dos laboratórios.**2.2.1 Gerenciamento do processo de um PCI**

Para realização e gerenciamento de um programa de comparação interlaboratorial é necessário um órgão provedor deste processo. A Rede Metrológica do Rio Grande do Sul (RMRS) é uma associação técnica que promove PCI nas áreas de calibração e ensaios. A RMRS está cadastrada na *European Proficiency Testing Information System* (EPTIS). Neste cadastro, disponível no site da entidade, percebe-se que esta associação é a maior provedora de PCI da América Latina. Para Pizzolato (2006) a base de dados da EPTIS tem o objetivo de estender seus serviços mundialmente e ainda fornecer informações adicionais sobre as comparações interlaboratoriais.

Para gerenciar todo o processo, o provedor citado conta com a certificação NBR ISO 9001, a qual garante qualidade em todos seus processos de prestação de serviços, contendo no escopo o 'Processo de Provisão de Interlaboratoriais'. A NBR ISO 9000 define Sistema de Gestão da Qualidade como "conjunto de elementos inter-relacionados ou interativos para estabelecer política e objetivos e para atingir esses objetivos, com o fim de controlar uma organização no que diz respeito à Qualidade" (MARANHÃO, 2006).

Para garantir um sistema de gestão da qualidade o provedor documentou todo seu processo, desde a elaboração do manual da qualidade, política da qualidade, procedimentos e formulários de apoio ao sistema. Para tanto, os programas de comparações interlaboratoriais ficam registrados de acordo com o SGQ do provedor, correlacionando seus processos desde o desenvolvimento até a execução com procedimentos, registros e formulários.

A Figura 1 demonstra a interação entre os processos acreditados da RMRS. Os textos ao lado das setas explicam as saídas/entradas dos processos.

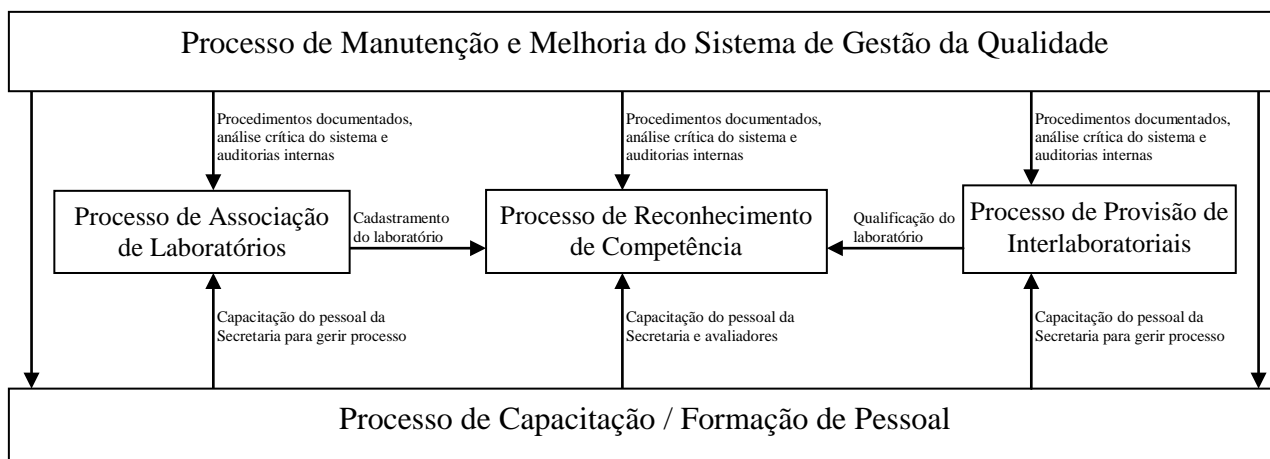


Figura 1: Interação entre os processos da Rede Metrológica RS  
 [Fonte: RM07 – Manual da Qualidade RMRS (2005)]

Analisando a Figura 1 é visto que o processo de provisão de interlaboratoriais (ou PCI) serve como auxílio para o processo de reconhecimento de competências. Sendo assim, um provedor que possuir um sistema de gestão da qualidade bem definido e competência técnica reconhecida, contribui na organização de todos os procedimentos e documentos necessários para assegurar que um programa interlaboratorial seja estruturado de acordo com a ISO/IEC Guia 43-1:1999. Para definir o tipo de programa interlaboratorial que será realizado a Rede Metrológica RS conta com o apoio de comitês técnicos, formados por pessoas de diversas áreas da metrologia e com competências técnicas, que auxiliam na elaboração, execução e discussão de resultados de cada programa. Primeiramente, surge uma demanda para realização de determinados ensaios ou calibrações e a RMRS junto com o comitê da área verificam se existe a viabilidade de realização do mesmo, e a partir deste momento é montado um plano de ação do programa proposto. Neste plano são especificados alguns pontos importantes que a ISO/IEC Guia 43-1:1999 sugere, como: coordenador do programa; nome do provedor; natureza e propósito do programa; procedimentos definindo a maneira de seleção dos participantes; nome e endereço do laboratório sediado para o programa; natureza dos itens de ensaios e ensaios solicitados, assim como uma breve descrição ressaltando suas escolhas; descrição de como os itens de ensaio ou calibração são obtidos, processados, verificados e transportados; cronograma das atividades; para programas contínuos a frequência na qual os itens de ensaio são distribuídos; informações sobre métodos ou procedimentos que os participantes necessitam utilizar (habitualmente os de rotina); esboço da análise estatística; descrição de dados e informações a serem

retornadas aos participantes; base para a técnica de avaliação de desempenho e resultados e conclusões dos dados enviados pelos participantes.

Cabe ao provedor dos PCI elaborar documentação técnica para as análises estatísticas, assim como procedimentos para amostragem, seleção aleatória, transporte, recebimento, identificação, rotulagem, armazenamento e manuseio dos itens de ensaio. Documentar procedimento de garantia da homogeneidade (caso o programa seja da área de ensaios) do item é fundamental, pois o provedor deve garantir que as subamostras envasadas sejam enviadas com os mesmos analitos (parte da amostra que é foco de análise química, por exemplo, determinação do metal cobre em água) para todos os participantes. Enfim um provedor necessita de três alicerces para realização de um programa que são os estatísticos, um coordenador e especialistas técnicos. Com pessoal capacitado e estrutura organizada o provedor pode gerenciar todo o processo sendo competente, eficaz e imparcial. Esta imparcialidade é fundamental, pois o provedor deve manter a confidencialidade dos programas, assegurando que os laboratórios não sejam identificados por ninguém, sendo a identidade destes conhecida por um mínimo número de pessoas envolvidas na coordenação. Para a RMRS esta confidencialidade é essencial, sendo os laboratórios identificados por códigos, os quais nem mesmo a coordenação tem acesso. A credibilidade da RMRS como provedora vem de seus diferenciais diante de outros provedores, tais como: buscar novas demandas que atendam seus clientes, contar com apoios e parcerias de empresas, formar um grupo qualificado de técnicos, obter retorno dos laboratórios quanto ao processo do PCI, garantir que a identificação do laboratório não seja conhecida e, principalmente, fomentar e exigir qualidade dos laboratórios que são reconhecidos pela entidade.

### **2.2.2 O processo de PCI**

O processo de um PCI está baseado em quatro macro etapas que são: planejamento do programa, preparação de amostras, execução dos ensaios e avaliação de desempenho dos laboratórios. Para Slack (1999) um plano é a formalização de o que se pretende que aconteça em determinado momento futuro. A parte do planejamento do programa se refere ao início do processo (fase de projeto), no qual um comitê técnico da área de ensaios ou calibração é reunido para

discussão de quais parâmetros serão analisados (são os itens analisados pelo laboratório, aqueles que serão medidos nos ensaios) ou pontos calibrados, quais os ensaios que serão realizados os testes de homogeneidade e estabilidade, o laboratório sediado para preparação, as parcerias para o programa, a viabilidade de realização de determinados ensaios, o número mínimo de participantes necessário para realização do PCI, a coordenação do mesmo, os custos, os materiais (frascos, instrumentos, padrões, etiquetas, gelos entre outros) que serão necessários e o cronograma das atividades, todos estes itens são registrados em um plano de ação de cada PCI que é lançado aos possíveis participantes.

Falconi (1992) define que planejamento da qualidade consiste no desenvolvimento de produtos e processos necessários ao objetivo de se obter a satisfação das necessidades do consumidor. Os programas interlaboratoriais são desenvolvidos a partir de uma demanda (solicitação de clientes ou pesquisa de mercado) que também fazem parte da fase inicial do processo de planejamento.

Na fase de preparação das amostras, que ocorre depois do planejamento, lançamento do programa e inscrições dos laboratórios existe um maior trabalho técnico dos comitês, pois nesta etapa são realizadas as preparações dos itens que serão ensaiados. Esta fase é aplicável aos programas de ensaios e seu objetivo é preparar com padrões (reagentes) uma amostra suficientemente homogênea e estável que possa ser avaliada por todos os laboratórios, de modo que as diferenças detectadas sejam, efetivamente, dos processos internos dos participantes e não das amostras.

A preparação das amostras para os programas de ensaios é a parte que demanda maior conhecimento e aplicação de técnicos em análises físico-químicas, microbiológicas entre outras. Esta etapa é demonstrada no fluxograma da Figura 2 de forma detalhada e específica para um programa de ensaios.

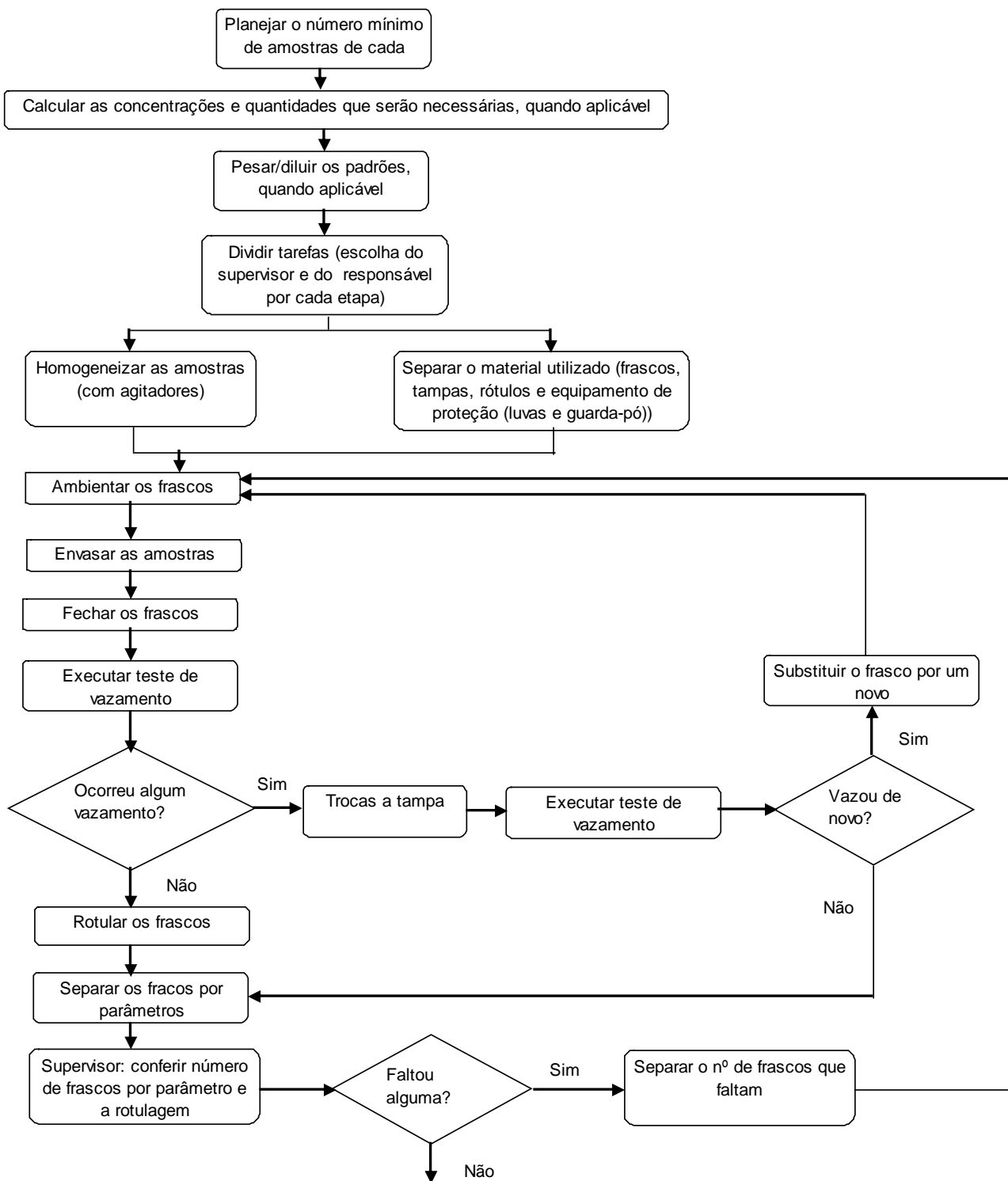


Figura 2: Preparação das amostras de ensaio  
[Fonte: RM 58 – RMRS (2008)]

Continuando o fluxograma do processo de preparação das amostras de ensaios, segue a Figura 3.

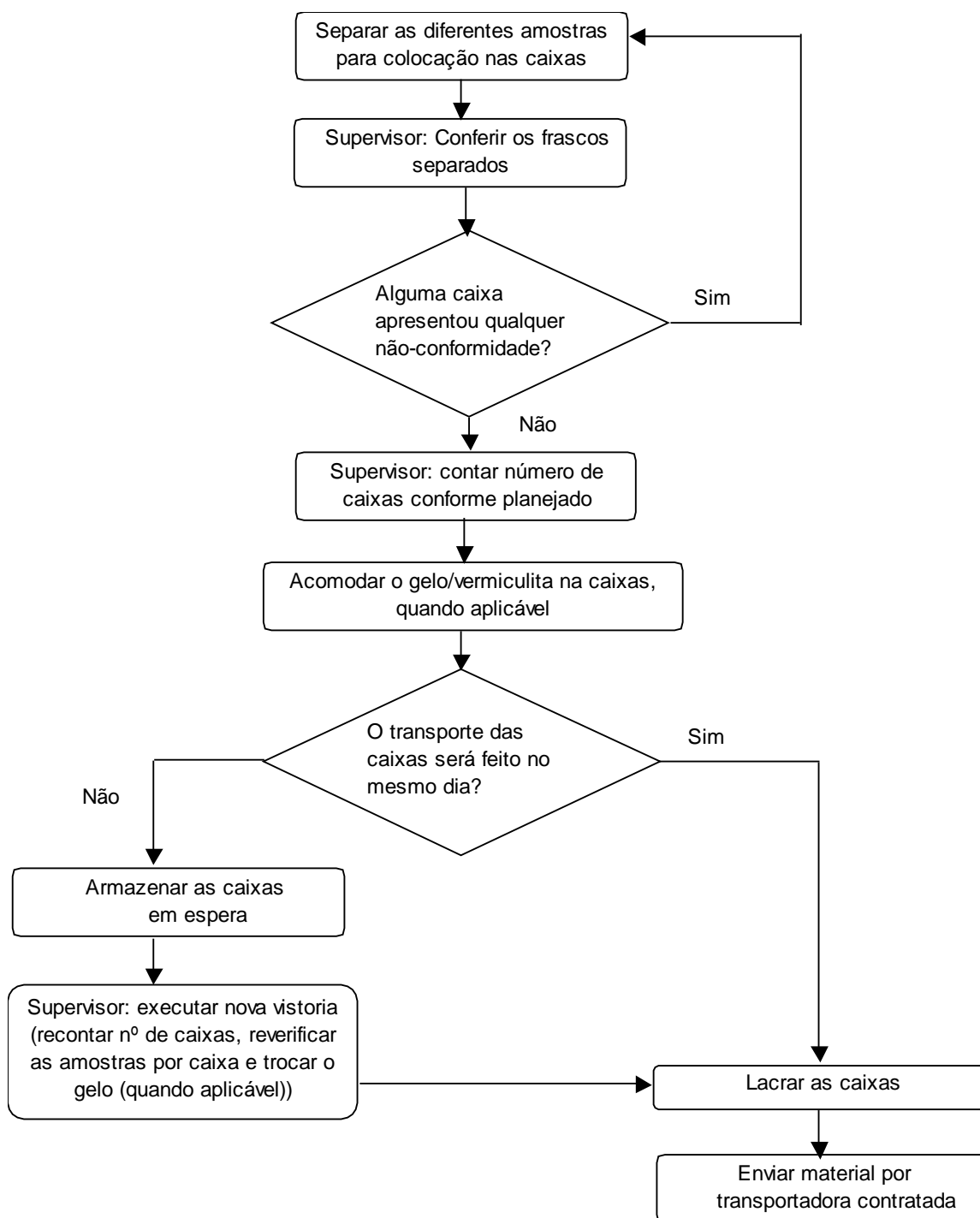


Figura 3: Preparação das amostras de ensaio - Continuação  
[Fonte: RM 58 – RMRS (2008)]

A homogeneidade se explica em função de que se deve tentar eliminar a variabilidade nas amostras enviadas aos laboratórios. Além disso, são realizados testes de estabilidade para verificar se as amostras se mantêm no período proposto de realização do ensaio. As diferenças entre as amostras são avaliadas através da

análise de Variância (ANOVA) e a avaliação da estabilidade é executada através do teste-t (ALBANO & RODRIGUES, 2007).

Para os laboratórios de calibração essa etapa é diferente, pois os laboratórios recebem os instrumentos que deverão ser calibrados em uma caixa de proteção, sendo os mesmos identificados e a partir deste momento são realizadas as medidas e anotadas na folha de resultados. Sendo esta etapa sem a realização de testes de homogeneidade e estabilidade, pois se os instrumentos detectarem alguma variabilidade esta será verificada por todos os participantes que vão realizar as medidas.

Os parâmetros selecionados para as análises, são os analitos ou pontos de calibração definidos pelos comitês, que serão medidos pelos laboratórios participantes durante o PCI. Estes são analisados com o objetivo de medir as quantidades de cada um e registrá-los identificando o laboratório com o código recebido após inscrição.

Na fase de execução dos ensaios, os laboratórios recebem simultaneamente suas amostras, através de transportadoras subcontratadas. Estas deverão ser ensaiadas conforme seus procedimentos de rotina. Após os ensaios, cada laboratório deverá digitalizar seus dados em uma planilha padronizada de um software, desenvolvido pelo provedor citado anteriormente, e envia-lo ao mesmo. Estes dados serão avaliados estatisticamente, seguindo a abordagem descrita no guia NATA: 2004, para avaliação de desempenho, última etapa de todo o processo.

### 2.3 AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

Uma possível conceituação de desempenho no âmbito das organizações é a capacidade da empresa atingir seus objetivos estratégicos através da implementação de estratégias adotadas dentro do seu processo de planejamento. A empresa, dessa forma, deve contar com um sistema de indicadores de desempenho que permita a verificação do efetivo sucesso de sua gestão estratégica (FISCHMANN & ZILBER, 1999).

Pesquisas apontam que a avaliação do desempenho abrange áreas tão diversas como economia, engenharia industrial, teoria organizacional, psicologia, a política pública e a estatística (NEELY, 2002).



Sendo assim, para Slack (1999) a medida de desempenho é o processo de quantificar ação, isto é, uma organização precisa saber se o desempenho de sua operação é julgado como bom, ruim ou indiferente. Então os cinco objetivos de desempenho – qualidade, velocidade, confiabilidade, flexibilidade e custo – são compostos de muitas medidas menores, como pode ser verificado na tabela 1.

Tabela 1: Algumas medidas parciais de desempenho típicas

Objetivos de desempenho	Algumas medidas típicas
Qualidade	Números de defeitos por unidade Nível de reclamação de consumidor Nível de refugo Alegações de garantia Tempo médio entre falhas Escore de satisfação do consumidor
Velocidade	Tempo de cotação do consumidor <i>Lead-time</i> de pedido Frequência de entregas Tempo de atravessamento real <i>versus</i> teórico Tempo de ciclo
Confiabilidade	Porcentagem de pedidos entregues com atraso Atraso médio de pedidos Proporção de produtos em estoque Desvio médio de promessa de chegada Aderência a programação
Flexibilidade	Tempo necessário para desenvolver novos produtos/serviços Faixa de produtos ou serviços Tempo de mudança de máquina Tamanho médio de lote Tempo para aumentar a taxa de atividade Capacidade média/capacidade máxima Tempo para mudar programações
Custo	Tempo mínimo de entrega/tempo médio de entrega Variação contra orçamento Utilização de recursos Produtividade da mão de obra Valor agregado Eficiência Custo por hora de operação

Fonte: Administração da Produção, Slack et al (1999, p. 446)

Após ser medido o desempenho este deve ser avaliado, sendo assim deve ser comparado com algum tipo de padrão. Para Slack (1999) existem quatro tipos de padrões:

- a) Padrões históricos: comparação do desempenho atual com anteriores. São efetivos quando julgam se uma operação está melhorando ou piorando com o tempo, não dando indicação de que o desempenho poderia ser considerado satisfatório.

- b) Padrões de desempenho alvos: aqueles estabelecidos arbitrariamente para refletir algum nível de desempenho que é visto como adequado ou razoável.
- c) Padrões de desempenho da concorrência: comparam o desempenho atingido pela produção com aquele que está sendo atingido por um ou mais concorrentes da organização.
- d) Padrões de desempenho absolutos: é o que é tomado em seus limites teóricos. Por exemplo, o padrão de qualidade “zero defeitos” é um padrão talvez nunca atingível na prática, mas permite a uma operação calibrar-se em relação ao limite teórico.

Por fim a importância da avaliação de desempenho nas organizações está diretamente ligada as medições de seus desempenhos sejam eles financeiros, gerenciais ou de recursos humanos. É fundamental para a empresa buscar a verificação de seus resultados diante de concorrentes, para assim trabalhar sempre com o melhor resultado e em busca da melhoria contínua.

Para Slack (1999) a melhoria contínua adota uma abordagem de melhoramento de desempenho que presume mais e menores passos de melhoramento incremental. Não importa o melhoramento sucessivo, mas sim que ele ocorra durante algum momento e que tenha de fato acontecido, envolvendo todas as equipes de trabalhadores e administradores.

### **2.3.1 Técnica para avaliação de desempenho de laboratórios, segundo os critérios do NATA:2004**

Na maioria dos problemas estatísticos é necessário usar uma amostra de observações a partir de uma população de interesse, de modo a se tirar conclusões estatísticas relativas à população (MONTGOMERY & RUNGER, 2003). Para tanto a estatística é considerada qualquer função das observações em uma amostra aleatória. Uma aplicação de estatística é a obtenção da estimativa de parâmetros, tais como média da população e o desvio padrão, o objetivo da estimação é selecionar um único número baseado nos dados da amostra.

Uma das abordagens estatísticas utilizadas para avaliar o desempenho dos laboratórios nos programas de comparações interlaboratoriais da área de ensaios, é

a estatística robusta, baseando-se no documento da NATA (2004). Ao contrário da estatística clássica, a robusta sofre pouca influência de valores atípicos (*outliers*), o que dispensa a utilização de procedimentos para a identificação e remoção desses valores. A seguir estão descritos alguns conceitos que serão utilizados na avaliação de desempenho desta abordagem.

- a) O desempenho de cada laboratório participante do PCI é avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor real (valor designado) através de consenso. A estimativa do valor real é obtida através da mediana das vias individuais de cada laboratório participante (*medianaX*), para cada um dos parâmetros em análise.
- b) Amplitude Interquartilica Normalizada: Para uma medida de dispersão equivalente ao desvio padrão da estatística clássica, utilizou-se o conceito de Amplitude Interquartilica Normalizada (IQN). Ela pode ser obtida através da subtração entre o valor do 3º quartil do conjunto de dados e o valor do 1º quartil, e multiplicando esta diferença por 0,7413. A constante 0,7413 vem da distribuição normal padrão que tem média de zero e desvio padrão igual a 1. O intervalo de IQN de tal distribuição é de [-0,6745; +0,6745]. Para converter o IQN para a estimativa do desvio padrão deve-se dividir 1/1,3490, conforme especificação do NATA: 2004. A medida de variabilidade utilizada é o desvio padrão que para uma amostra é:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x^2 - nx^2)}{n-1}}$$

No caso do guia NATA:2004 o conceito para medida de variabilidade é do IQN.

- c) Coeficiente de Variação: Para o cálculo do coeficiente de variação ( $CV_R$ ) que mede a variabilidade do grupo, foi utilizado o conceito da estatística robusta. O cálculo é dado pela fórmula:

$$CV_R = \frac{IQN}{medianaX}$$

- d) Cálculo do *Escore*  $Z_R$ : Para avaliação do desempenho dos laboratórios utiliza-se o *Escore*  $Z_R$ . O *escore*  $Z$  é calculado pela fórmula:

$$Z = \frac{x - \bar{x}}{s}$$

Sendo assim, para avaliar o desempenho de cada laboratório através do *escore*  $Z_R$  (*robusto*) é utilizado a IQN como medida de variabilidade, a média das 3 vias (resultados solicitados aos laboratórios, pois o guia indica) e a mediana do grupo. Para cada média das vias dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes foi calculado o respectivo *Escore*  $Z_R$  da seguinte forma:

$$Z_R = \frac{x_i - \text{mediana}X}{IQN_X}$$

Onde:

- $x_i$  é a média aritmética das três vias obtidas pelo laboratório  $i$ ;
- $\text{mediana}X$  é o valor da mediana do conjunto das médias dos participantes;
- $IQN_X$  é a Amplitude Interquartílica Normalizada do conjunto de participantes.

Os desempenhos dos laboratórios estão classificados como: satisfatório, questionável ou insatisfatório em cada um dos parâmetros em análise, tendo como referência o *Escore*  $Z_R$  :

Se:

$|Z_R| \leq 2$ , o resultado é considerado satisfatório

$2 < |Z_R| < 3$ , o resultado é considerado questionável

e se  $|Z_R| \geq 3$ , o resultado é considerado insatisfatório.

Um valor atípico (*outlier*) num PCI é qualquer resultado que apresentar um valor absoluto de *escore*  $Z_R$  maior que três (NATA, 2004), isto é; são os considerados insatisfatórios.

Após a realização dos cálculos do escore  $Z_R$  para cada laboratório, são elaborados gráficos dos Escores  $Z_R$  referentes às médias dos resultados das três repetições de cada laboratório. Destaca-se que o escore  $Z_R$  corresponde ao número de desvios padrão (neste caso a IQN) que cada laboratório encontra-se distante da estimativa do valor real (neste caso a mediana). A Figura 4 mostra um exemplo de distribuição normal com média zero e desvio padrão um.

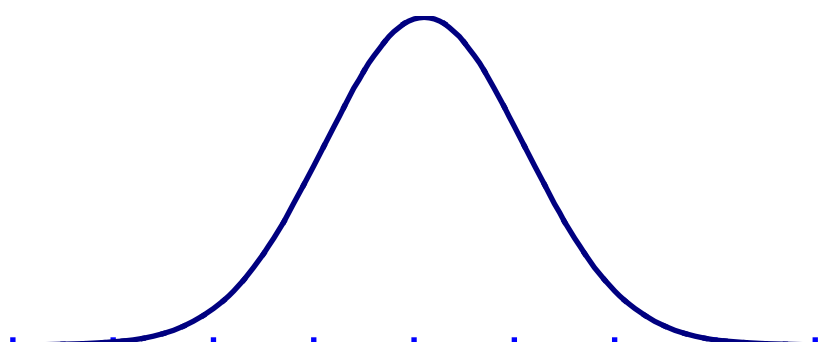


Figura 4 - Distribuição Normal  
Fonte:Elaborado pela autora]

### 2.3.2 Técnica para avaliação de desempenho de laboratórios, segundo os critérios da ISO/DIS 13528: 2005

A norma ISO/DIS 13528:2005 também utiliza a estatística robusta, porém com uma nova abordagem de cálculo para avaliação de desempenho dos laboratórios da área de ensaios. Para o conceito de valor de consenso a norma toma o  $X$  como sendo o valor atribuído calculado como a média do resultado robusto relatado pelos participantes. Sendo assim, esta técnica utiliza o conceito de estimativa média da população robusta ( $x^*$ ) e o desvio padrão robusto ( $s^*$ ).

Esses valores são obtidos por meio das seguintes expressões:

$$x^* = \text{mediana } x_i \quad (i = 1, 2, 3, \dots, p)$$

$$s^* = 1,483 \text{ mediana } |x_i - x^*| \quad (i = 1, 2, 3, \dots, p)$$

O cálculo do desvio  $s^*$  utiliza a mediana das amplitudes de cada laboratório, através da diferença entre a média das vias dos laboratórios com a mediana  $x^*$  calculada, multiplicando pela constante 1,483 que é citada, mas não definida na norma.

Para corrigir os valores de  $x^*$  e  $s^*$  é utilizado:

$$\delta = 1,5s^*$$

O valor de 1,5 significa dizer que na curva normal, o desvio é 1,5 vezes maior para este cálculo.

Para cada  $x_i$  ( $i = 1, 2, 3, \dots, p$ ), determinar uma nova média para cada laboratório, da seguinte forma:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \text{se } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \text{se } x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$

Após deve-se calcular a nova média do grupo e desvio padrão através das fórmulas  $x^*$  (média robusta) e  $s^*$  (novo desvio robusto), utilizando as médias  $x_i^*$  de cada laboratório:

$$x^* = \sum x_i^* / p$$

$$s^* = 1,134 \cdot \sqrt{\sum (x_i - x^*)^2 / (p - 1)}$$

O novo desvio ( $s^*$  - Desvio robusto) é dado pela multiplicação do desvio padrão ( $\sqrt{\sum (x_i - x^*)^2 / (p - 1)}$ ) das novas médias de cada laboratório ( $x_i^*$ ) pela constante 1,134 também citada e não definida na norma em questão.

Enfim para o cálculo do escore  $Z^*$  definido, nesta norma, é utilizado o conceito do escore  $Z$  da distribuição normal, utilizando como mediana o valor de  $x^*$  e como desvio o valor de  $s^*$  designados nas duas fórmulas anteriores, e ainda sendo  $x_i$  o valor encontrado para cada laboratório das médias das vias dos resultados. Para o escore  $Z^*$  a fórmula utilizada é:

$$Z^* = \frac{(x - X)}{\hat{\sigma}} = \frac{x_i - x^*}{s^*}$$

Onde:

- $x_i$  é a média aritmética das três vias obtidas pelo laboratório;

- $\bar{X}$  (ou  $x^*$ ) é o valor da média do conjunto das novas médias dos participantes, calculado em  $x_i^*$ ;
- $\hat{\sigma}$  é o desvio do grupo calculado em  $s^*$ .

São exemplificadas as duas técnicas de cálculo nos resultados deste trabalho, a fim de evidenciar como são realizados os cálculos e comparar o guia NATA:2004 com a norma ISO/DIS 13528:2005.

### 3 A EXECUÇÃO DO PROCESSO DO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL EM ANÁLISES DE CARVÃO

Ao iniciar a fase de planejamento do Programa de ensaios de proficiência em análises de carvão (ou PCI de análises de carvão) a RMRS contou com o apoio do comitê técnico de meio ambiente da instituição. Este comitê juntamente com a equipe técnica da RMRS se reuniu com o intuito de definir questões administrativas como parceiras de empresas ou instituições, busca de patrocínio e gestor do programa. Após, o comitê juntamente com uma equipe técnica qualificada, que pode ser pessoas de outras empresas parceiras, organizam o projeto, definindo parâmetros que serão analisados, sugestões de métodos de análise, quantidades de amostras, materiais utilizados, laboratório reconhecido ou acreditado pela NBR ISO/IEC 17025:2005 para fazer os testes de homogeneidade e estabilidade e análise estatística dos dados. É definida uma logomarca do programa, o qual o identifica durante todo o processo. A Figura 5 mostra o logo escolhido para o PCI de análises de carvão.



Figura 5 - Logo caracterizando o PCI de Análises de Carvão  
[Fonte: RMRS (2007)]

A partir destas definições é montado o plano de ação do programa que consta com as seguintes orientações:

- Nome do programa, nome do provedor e endereço, parcerias;
- Introdução, salientando quem é o provedor de ensaios de proficiência, no caso a RMRS e seus reconhecimentos na área de PCI;
- Objetivos do programa, conforme a ISO/IEC Guia 43-1:1999;
- Coordenação do programa, definindo a equipe técnica e os membros do comitê de meio ambiente;



- Número mínimo de laboratórios participantes, no caso deste PCI, sete laboratórios;
- Orientações sobre como proceder para solicitar o certificado de desempenho ao final do programa, salientando que deve ser realizada uma solicitação por escrito a RMRS com cópia do código do laboratório para confecção do certificado demonstrando a performance do mesmo;
- Itens que devem ser ensaiados, no caso foram definidos pela equipe técnica os parâmetros: umidade higroscopia, cinzas, enxofre total, matéria volátil, carbono fixo e poder calorífico superior;
- Como e onde são realizadas as preparações de amostras, informando o número de rodadas do ano, assim como as origens dos tipos de carvão utilizados para os ensaios;
- Explicação de como proceder para registro dos resultados e envio dos mesmos, através do software, desenvolvido pela RMRS;
- Orientação para o laboratório utilizar seus procedimentos de rotina para realização dos ensaios;
- Informação sobre como é a análise estatística dos dados, assim como a avaliação de desempenho pelo provedor;
- Informação sobre a emissão do relatório, como o laboratório pode se inscrever no PCI, custos e o cronograma para as atividades do ano.

A Figura 6 apresenta o fluxograma da fase de planejamento do PCI de análises de carvão que termina com o lançamento do programa e, depois de determinado período, com o fechamento das inscrições.

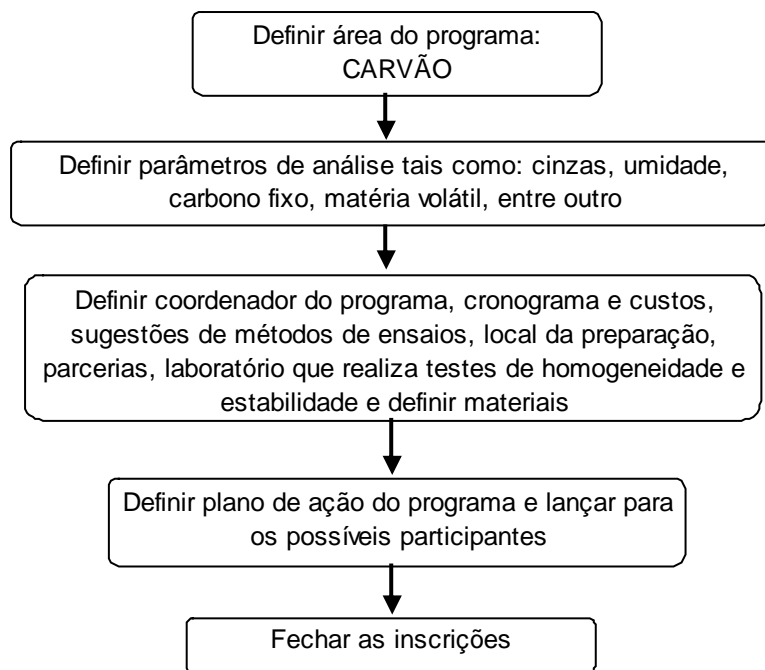


Figura 6 - Fase de planejamento do PCI de Análises de Carvão  
[Fonte: Elaborado pela autora]

A segunda fase do processo é a preparação das amostras depois de ter comprado o material necessário e definido o tipo de transporte. Para este programa a RMRS contou com o apoio de duas mineradoras que realizaram a preparação da amostra, uma em cada rodada durante o ano. A equipe técnica participa da preparação auxiliando em atividades tais como: homogeneização das amostras, envazamento dos potes tipo mel, etiquetagem, colocação nas caixas para o envio, verificações e preenchimento dos documentos que o SGQ (Sistema de Gestão da Qualidade) do provedor exige.

A mineradora se encarrega do processo produtivo do carvão que passa pelas seguintes máquinas: britador de mandíbulas (máquina que tritura o carvão mineral em pedaços menores) e divisor de calhas (separa partes maiores e menores), pelo britador o carvão passa várias vezes até se transformar em pó. A Figura 7 apresenta o britador de mandíbulas e o separador de calhas.



Figura 7: Britador de mandíbulas e separador de calhas  
[Fonte: RMRS (2007)]

A fase de preparação das amostras segue no fluxograma detalhado da figura

8.

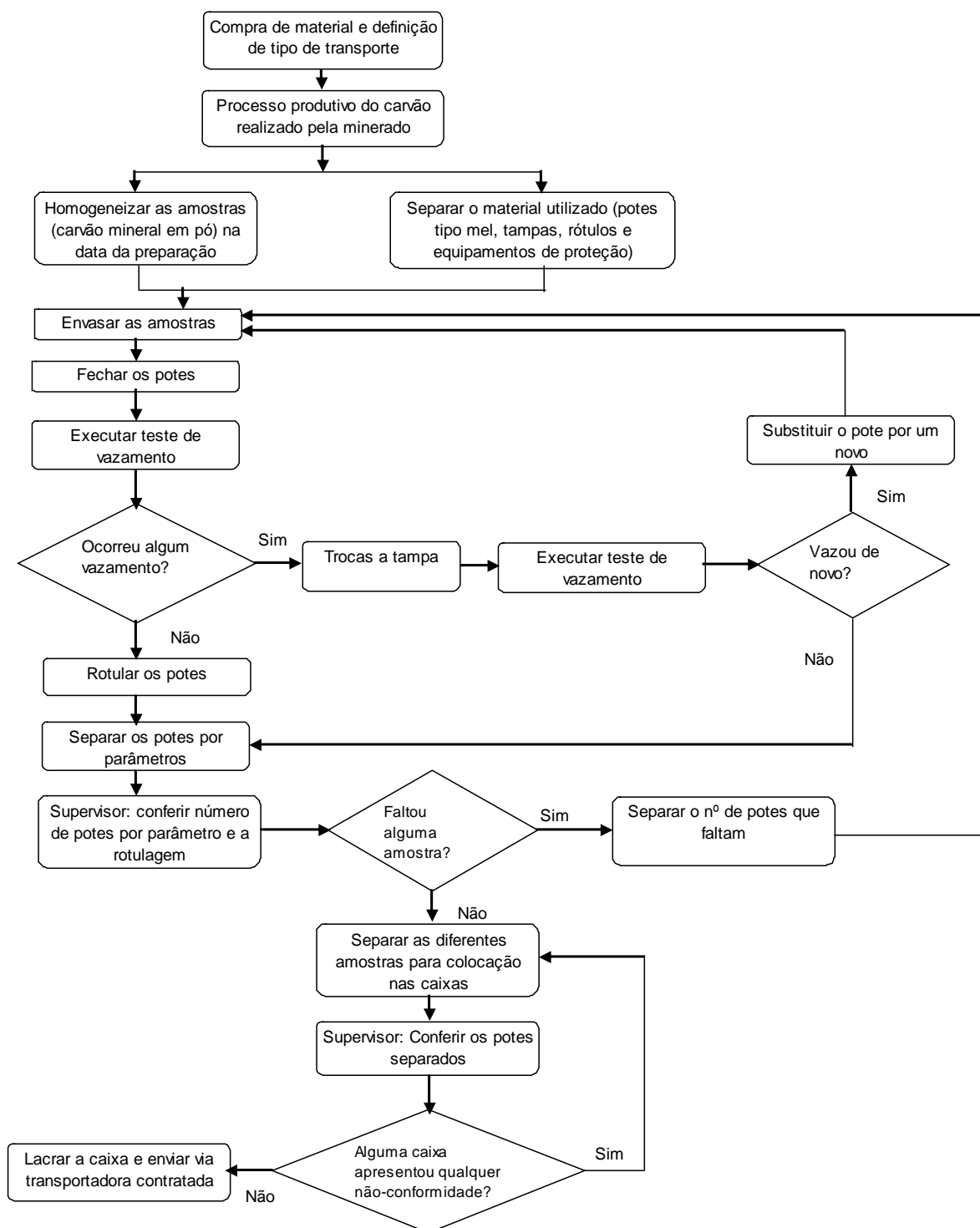


Figura 8: Preparação das amostras de ensaio de análises de carvão  
Fonte: [Elaborado pela autora]

É importante salientar que a RMRS controla todo o processo de preparação das amostras através da documentação do SGQ. A Figura 9 apresenta um modelo de formulário de verificação utilizado no momento da preparação das amostras.

<b>REDE</b> .....	<b>FR 36 – FICHA PRELIMINAR DE PLANEJAMENTO E</b>	<b>REVISÃO: 02</b>
<b>METROLÓGICA</b>	<b>CONFERENCIA DA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS</b>	<b>AGO/2008</b>
..... <b>RS</b>	FORMULÁRIO	

PROGRAMA: \_\_\_\_\_ COMITÊ RESPONSÁVEL: \_\_\_\_\_  
 RODADA/ANO: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Data Preparação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_  
 Parâmetro: \_\_\_\_\_ Amostra: ( ) X ( ) Y ( ) Outra: \_\_\_\_\_  
 Número de amostras a serem preparadas para o parâmetro: \_\_\_\_\_  
 Supervisor: \_\_\_\_\_ Assinatura supervisor: \_\_\_\_\_

RESPONSABILIDADES	NOME	RUBRICA
Cálculo da concentração		
Pesagem/diluição		
Homogeneização		
Separação do material utilizado		
Envasamento		
Fechamento das embalagens		
Teste de vazamento		
Rotulagem das embalagens		
Transferência para as caixas _____		

**PESAGEM/DILUIÇÃO** ( ) NA  
 O cálculo da pesagem/diluição está disponibilizado? ( ) Sim ( ) Não  
 Existe padrão de referência disponível? ( ) Sim ( ) Não  
 A pesagem/diluição foi efetuada? ( ) Sim ( ) Não  
 Rubrica Supervisor: \_\_\_\_\_

**SEPARAÇÃO PREVIA DOS MATERIAIS A SEREM UTILIZADOS**  
 Número de Frascos: \_\_\_\_\_ Check da separação: ( ) Ok.  
 Número de Rótulos: \_\_\_\_\_ Check da separação: ( ) Ok.  
 Número de tampas: \_\_\_\_\_ Check da separação: ( ) Ok.  
 Outros materiais: \_\_\_\_\_ Check da separação: ( ) Ok.  
 Rubrica Supervisor: \_\_\_\_\_

**HOMOGENEIZAÇÃO** ( ) NA  
 A amostra foi devidamente homogeneizada? ( ) Sim ( ) Não  
 Rubrica Supervisor: \_\_\_\_\_

**CONFERENCIA FINAL**  
 O número de embalagens planejado foi envasado? ( ) Sim ( ) Não  
 Todas as embalagens estão rotuladas? ( ) Sim ( ) Não  
 Foi feito o teste de vazamento? ( ) Sim ( ) Não  
 Rubrica Supervisor: \_\_\_\_\_

**OBSERVAÇÕES**  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

REDE METROLÓGICA RS Página 1 de 1

Figura 9: Formulário de verificação da preparação  
 [Fonte: FR 36 – RMRS (2008)]

Neste formulário o supervisor da preparação define a equipe, salientando no documento os nomes e atividades do pessoal. Este documento é uma forma de garantia de rastreabilidade do processo de preparação das amostras do PCI.

Para a fase de execução dos ensaios os laboratórios participantes do programa utilizam seus procedimentos de rotina para as análises. Após estes serem realizados de acordo com os métodos específicos de cada laboratório, o participante segue a ficha de instruções do programa e digita seus resultados na ficha padronizada disponível no site da RMRS, identificando-se apenas com seu código confidencial. Após determinado período estabelecido no cronograma do programa, a RMRS recebe os dados e define estatístico responsável para confecção do relatório parcial do programa em cada rodada do ano. Terminado o relatório, os participantes o recebem via e-mail para verificação de seus desempenhos nas análises de carvão.

## 4 RESULTADOS ESTATÍSTICOS PARA O PCI DE ANÁLISES DE CARVÃO

Neste capítulo são analisados os resultados estatísticos do programa de comparação interlaboratorial de análises de carvão realizado em uma rodada no ano de 2007 pela RMRS. Este programa tem como propósito principal determinar o desempenho individual de laboratórios para os ensaios (parâmetros) propostos. A interpretação dos desempenhos dos laboratórios é realizada através do Escore Z, seguindo orientação do ISO Guia 43-1:1999.

### 4.1 RESULTADOS SEGUNDO O GUIA NATA:2004

Para a análise dos desempenhos dos laboratórios participantes do programa foram analisadas os três resultados digitados (3 vias), no sistema de registro de resultados, de cada parâmetro ou ensaio solicitado. São digitados 3 resultados, pois a norma solicita este requisito. Na tabela 2 está um exemplo dos resultados tabelados evidenciando o código de cada participante, para o parâmetro (ou ensaio) determinação de matéria volátil.

Tabela 2: Resultados das análises (em % base seca)

<b>Laboratório</b>	<b>1ª via</b>	<b>2ª via</b>	<b>3ª via</b>
<b>1</b>	26,78	26,70	26,52
<b>2</b>	25,65	25,76	25,70
<b>3</b>	26,63	26,29	26,43
<b>4</b>	26,91	26,90	26,94
<b>5</b>	28,33	28,58	28,56
<b>6</b>	27,29	27,36	27,62
<b>7</b>	26,84	26,38	27,15
<b>8</b>	26,84	26,87	26,86

[Fonte: Elaborado pela autora]

Após estes resultados serem registrados são realizados os cálculos estatísticos, primeiro é calculada a média aritmética dos três resultados e colocado na planilha, conforme a tabela 3.

Tabela 3: Resultados das médias das vias (em % base seca)

<b>Laboratório</b>	<b>1ª via</b>	<b>2ª via</b>	<b>3ª via</b>	<b>Média das vias</b>
<b>1</b>	26,78	26,70	26,52	26,67
<b>2</b>	25,65	25,76	25,70	25,70
<b>3</b>	26,63	26,29	26,43	26,45
<b>4</b>	26,91	26,90	26,94	26,92
<b>5</b>	28,33	28,58	28,56	28,49
<b>6</b>	27,29	27,36	27,62	27,42
<b>7</b>	26,84	26,38	27,15	26,79
<b>8</b>	26,84	26,87	26,86	26,86

[Fonte: Elaborado pela autora]

Então são calculados os resultados estatísticos, tais como, a mediana do grupo através da média das vias, o 1º quartil e o 3º quartil, a IQN (Amplitude Interquartílica Normalizada) e o CV (Coeficiente de Variação) do grupo.

Segue a tabela 4 com os resultados obtidos para matéria volátil.

Tabela 4: Resultados estatísticos utilizando o NATA:2004

<b>Resultados Estatísticos Calculado</b>	<b>Valores</b>
Mediana dos dados (valor de referência - % base seca)	26,82
1º Quartil do conjunto de dados (% base seca)	26,61
3º Quartil do conjunto de dados (% base seca)	27,04
Amplitude Interquartílica (IQ)	0,43
Amplitude Interquartílica Normalizada (IQN)	0,32
Coeficiente de Variação (CV)	1,19%

[Fonte: Elaborado pela autora]

Verificando os resultados calculados na tabela 4 percebe-se que a mediana do grupo, considerado o valor-alvo da análise foi de 26,82% base seca e o grupo apresentou um desempenho uniforme nas análises deste parâmetro, possuindo um CV de apenas 1,19%.

Na tabela 5 são mostrados os resultados dos CV de cada laboratório e do escore  $Z_R$  de cada laboratório, informando seu desempenho diante do grupo analisado.



Tabela 5: Resultados dos CV da média e do escore  $Z_R$  de cada participante

Laboratório	1ª via	2ª via	3ª via	Média das vias	CV da média	Escore $Z_R$ da média
1	26,78	26,70	26,52	26,67	0,50%	-0,5
2	25,65	25,76	25,70	25,70	0,21%	-3,5
3	26,63	26,29	26,43	26,45	0,65%	-1,2
4	26,91	26,90	26,94	26,92	0,08%	0,3
5	28,33	28,58	28,56	28,49	0,49%	5,2
6	27,29	27,36	27,62	27,42	0,63%	1,9
7	26,84	26,38	27,15	26,79	1,45%	-0,1
8	26,84	26,87	26,86	26,86	0,06%	0,1

[Fonte: Elaborado pela autora]

O enquadramento dos resultados dos laboratórios dentro das categorias 'questionável' e 'insatisfatório' foi obtido através do escore  $Z_R$ , por exemplo para o laboratório 1 o cálculo realizado é  $Z_R = \frac{26,67 - 26,82}{0,32} \cong -0,5$  (nos cálculos das planilhas Excel são utilizados todos os algarismos significativos). Este valor corresponde ao número de desvios padrão (neste caso a IQN) calculados entre os resultados fornecidos pelos laboratórios e o correspondente valor real, obtido através da mediana do conjunto de dados.

A IQN, que mede a dispersão dos resultados, tem papel fundamental na determinação das regiões de resultados satisfatórios. Neste sentido, quanto menor o valor da IQN, menor será a faixa de resultados satisfatórios. Desta forma, cada laboratório deve avaliar seus resultados observando com atenção os valores de desvios padrão e coeficientes de variação determinados para cada análise, e, assim, determinar se os resultados alcançados são satisfatórios para seus objetivos ou se necessitam de revisão dos procedimentos, equipamentos, pessoal, materiais utilizados, entre outros.

Os desempenhos dos laboratórios 02 e 05 foram considerados insatisfatórios, pois seus escores  $Z_R$ , em módulo, foram maior do que 3. Já os demais laboratórios apresentaram resultados satisfatórios. Na figura 10 encontra-se o gráfico do escore  $Z_R$  para a avaliação do parâmetro matéria volátil. As linhas contínuas representam o valor de  $|Z_R| < 3$ , lembrando que  $|Z_R| \leq 2$  é considerado satisfatório,  $2 < |Z_R| < 3$  é classificado como questionável e  $|Z_R| \geq 3$  é insatisfatório.

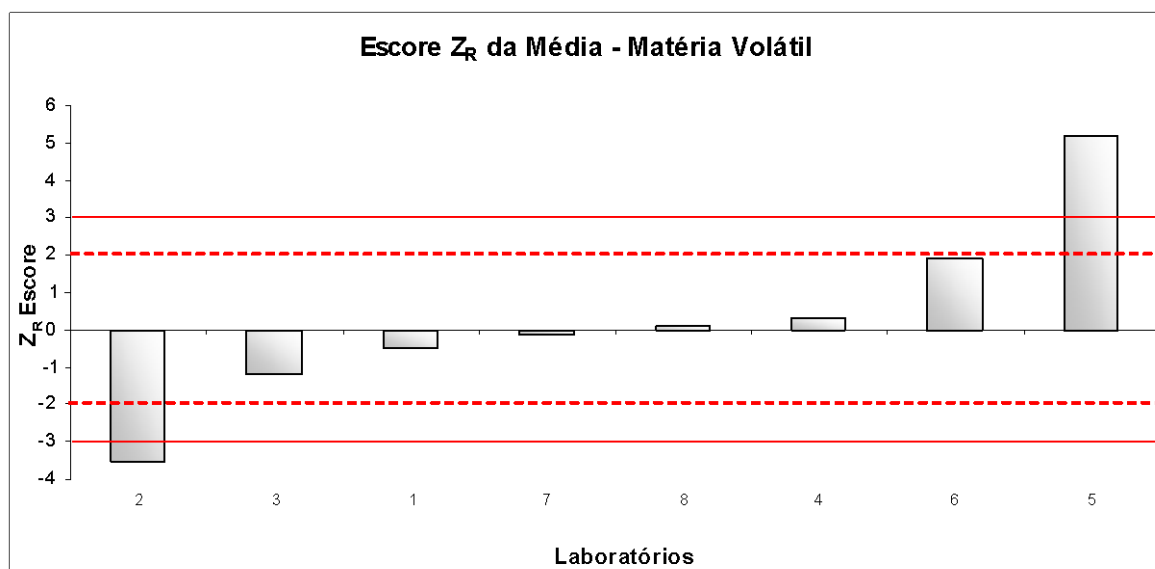


Figura 10: Gráfico de desempenho dos laboratórios participantes  
[Fonte: Elaborado pela autora]

A Figura 10 apresenta uma “zona de aceitação” de resultados, onde os laboratórios obtiveram um desempenho satisfatório. Neste momento, pode-se realizar uma comparação direta entre o desempenho dos participantes. Observou-se que 75% dos laboratórios tiveram um desempenho satisfatório, possuindo resultados de escore  $Z_R$  menores do que 2 (em módulo). Apenas dois laboratórios obtiveram desempenhos insatisfatórios. Segundo a ISO/IEC guia-43-1-2:1999 esta organização deve rever seus processos e identificar a causa do problema em suas análises, buscando corrigi-lo para, futuramente, obter um resultado satisfatório.

#### 4.2 RESULTADOS SEGUNDO A ISO/DIS 13528: 2005.

Para a análise dos desempenhos dos laboratórios segundo os critérios da norma ISO/DIS 13528:2005 também são utilizados os resultados das 3 vias enviadas pelos participantes e avaliado o mesmo parâmetro matéria volátil. Para os cálculos são utilizados os valores da estimativa de tendência central robusta da população ( $x^*$ ), por meio da mediana das médias das vias. E o desvio padrão robusto ( $s^*$ ) obtido por meio da mediana das amplitudes de cada laboratório (a amplitude é a diferença entre a média das vias dos laboratórios com a mediana  $x^*$  calculada em módulo) multiplicado pela constante 1,483 citada na norma. Segue na tabela 6 os resultados das amplitudes dos participantes.

Tabela 6: Amplitudes dos participantes (em % base seca)

Laboratório	1ª via	2ª via	3ª via	Média das vias ( $x_i$ )	Amplitude $ x_i - x^* $
1	26,78	26,70	26,52	26,67	0,16
2	25,65	25,76	25,70	25,70	1,12
3	26,63	26,29	26,43	26,45	0,37
4	26,91	26,90	26,94	26,92	0,09
5	28,33	28,58	28,56	28,49	1,67
6	27,29	27,36	27,62	27,42	0,60
7	26,84	26,38	27,15	26,79	0,03
8	26,84	26,87	26,86	26,86	0,03

[Fonte: Elaborado pela autora]

Após é calculada a mediana das amplitudes resultando em 0,2650. Então é calculado o  $s^*$  (desvio padrão robusto), pela expressão:

$s^* = 1,483 \cdot \text{mediana } |x_i - x^*| = 1,483 \cdot (0,2650) = 0,39$ . Com o desvio padrão robusto é calculado o delta ( $\delta$ ), multiplicando o  $s^*$  por 1,5. E com essa constante são calculadas as novas médias dos laboratórios. Para cada  $x_i$  ( $i = 1, 2, 3, \dots, p$ ), calcular a nova média para cada laboratório:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \text{se } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \text{se } x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$

Na tabela 7 estão os resultados das novas médias de cada participantes.

Tabela 7: Novas médias dos participantes

Laboratório	1ª via	2ª via	3ª via	Média das vias ( $x_i$ )	Amplitude $ x_i - x^* $	Nova Média ( $x_i^*$ )
1	26,78	26,70	26,52	26,67	0,16	26,67
2	25,65	25,76	25,70	25,70	1,12	26,23
3	26,63	26,29	26,43	26,45	0,37	26,45
4	26,91	26,90	26,94	26,92	0,09	26,92
5	28,33	28,58	28,56	28,49	1,67	27,41
6	27,29	27,36	27,62	27,42	0,60	27,41
7	26,84	26,38	27,15	26,79	0,03	26,79
8	26,84	26,87	26,86	26,86	0,03	26,86

[Fonte: Elaborado pela autora]

Por fim para determinar o escore  $Z^*$  de cada laboratório é calculada a média robusta ( $x^*$ ), através das novas médias de cada participante. E o novo desvio robusto ( $s^*$ ) é obtido do desvio padrão das novas médias, fornecendo um resultado de 0,4165, que é multiplicado pela constante 1,134. Segue a tabela 8 com os resultados dos parâmetros estatísticos evidenciado com essa norma.

Tabela 8: Resultados estatísticos utilizando a ISO/DIS 13528: 2005

Resultados Estatísticos Calculado	Valores
Estimativa Média da população robusta ( $x^*$ )	26,82
Desvio Robusto ( $s^*$ )	0,47

[Fonte: Elaborado pela autora]

Para calcular o escore  $Z^*$  foram utilizados os valores encontrados na tabela 8 e o valor da média das vias de cada laboratório. Segue a tabela 9 com os resultados do escore  $Z^*$  para o parâmetro matéria volátil segundo a ISO/DIS 13528:2005.

Tabela 9: Resultados do escore Z\* de cada participante

Laboratório	1ª via	2ª via	3ª via	Média das vias (x <sub>i</sub> )	Amplitude  x <sub>i</sub> - x*	Nova Média (x <sub>i</sub> *)	Escore Z*
1	26,78	26,70	26,52	26,67	0,16	26,67	-0,4
2	25,65	25,76	25,70	25,70	1,12	26,23	-2,4
3	26,63	26,29	26,43	26,45	0,37	26,45	-0,8
4	26,91	26,90	26,94	26,92	0,09	26,92	0,2
5	28,33	28,58	28,56	28,49	1,67	27,41	3,5
6	27,29	27,36	27,62	27,42	0,60	27,41	1,2
7	26,84	26,38	27,15	26,79	0,03	26,79	-0,1
8	26,84	26,87	26,86	26,86	0,03	26,86	0,0

[Fonte: Elaborado pela autora]

Para o cálculo do Z escore do laboratório 2, por exemplo, foi utilizada a fórmula  $Z^* = \frac{(x_i - x^*)}{s^*} = \frac{(25,70 - 26,82)}{0,47} = -2,4$ . O gráfico de desempenho dos laboratórios segue na Figura 11.

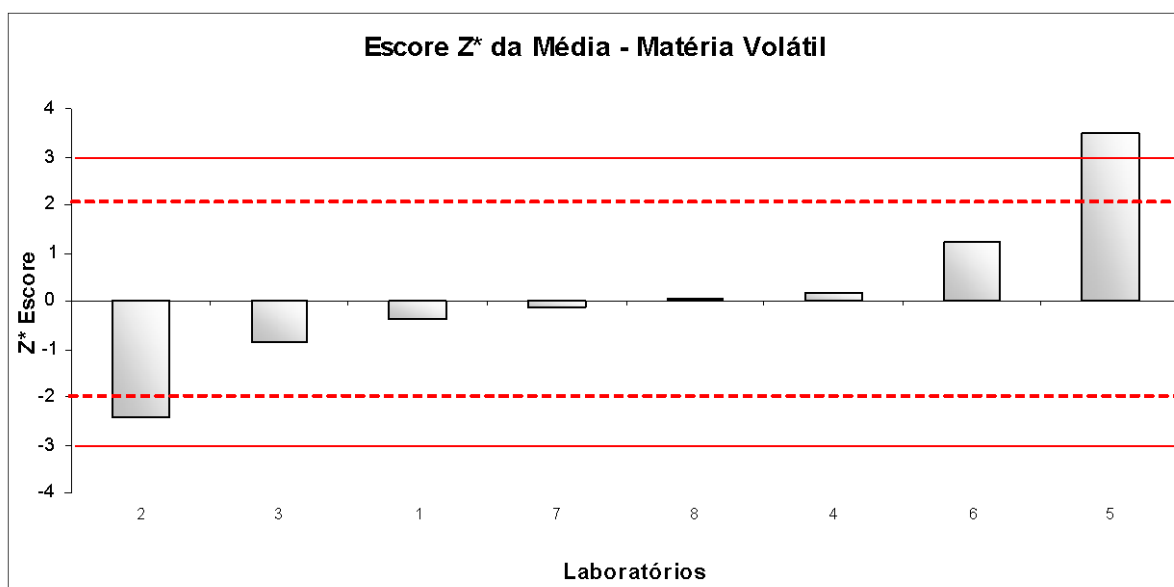


Figura 11: Gráfico de desempenho dos laboratórios participantes

[Fonte: Elaborado pela autora]

Utilizando a técnica de cálculo evidenciada na norma ISO/DIS 13528:2005 percebe-se que o laboratório 2 ficou com um resultado questionável, seu escore na faixa de  $2 < |Z^*| < 3$ , e o laboratório 5 com o resultado insatisfatório, sendo o Z\* maior que 3 em módulo.

Segue as avaliações dos resultados no item 4.3 deste trabalho.

### 4.3 AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS VIA GUIA NATA:2004 E ISO/DIS 13528:2005.

Comparando os resultados estabelecidos utilizando as técnicas do guia NATA:2004 e da ISO/DIS 13528:2005 evidenciou-se os resultados da tabela 10, identificando o escore  $Z_R$  com o guia e o escore  $Z^*$  com a segunda técnica.

Tabela 10: Comparação de resultados de desempenho das duas técnicas

Laboratório	1ª via	2ª via	3ª via	Escore $Z_R$ da média	Escore $Z^*$
01	26,78	26,70	26,52	-0,5	-0,4
02	25,65	25,76	25,70	-3,5	-2,4
03	26,63	26,29	26,43	-1,2	-0,8
04	26,91	26,90	26,94	0,3	0,2
05	28,33	28,58	28,56	5,2	3,5
06	27,29	27,36	27,62	1,9	1,2
07	26,84	26,38	27,15	-0,1	-0,1
08	26,84	26,87	26,86	0,1	0,0

Analisando os escores Z evidenciado com os dois métodos verifica-se que o laboratório 2 obteve no escore  $Z_R$  um desempenho de  $-3,5$ , considerado insatisfatório e com no escore  $Z^*$  obteve  $-2,4$ , um resultado considerado questionável. Sendo assim, percebe-se que o desempenho do laboratório foi alterado de forma que a norma ISO/DIS 13528:2005 parece ser menos exigente que o guia NATA:2004 para os cálculos de desempenho do PCI de análises de carvão. Assim como, foi verificado que a variabilidade (desvio robusto) encontrada com a ISO/DIS 13528:2005 foi de 0,47, maior que a IQN encontrada com a primeira técnica, que foi de 0,32.

No caso da norma ISO/DIS 13528:2005 os valores de escore Z foram aproximados para o centro da curva da distribuição normal, de modo que o desempenho do laboratório que estava mais distante do valor-alvo do grupo, resultado insatisfatório, pudesse entrar no nível de resultados questionáveis estabelecidos pela norma.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este capítulo faz uma apreciação a respeito do processo de programas de comparações interlaboratoriais como ferramenta de para a garantia da qualidade de laboratórios e sugestões de trabalhos futuros.

### 5.1 CONCLUSÕES

Através da revisão bibliográfica foram analisados os conceitos sistemas de gestão da qualidade, de programas de comparações interlaboratoriais e avaliação de desempenho. A partir destes foi identificado o gerenciamento de um PCI na área de ensaios, seu processo de execução e os critérios de avaliação de desempenho para laboratórios identificados por duas abordagens estatísticas.

Foi evidenciado como a garantia da qualidade em laboratórios é importante, através do PCI de análises de carvão, detalhando as etapas do processo desenvolvidas pela provedor RMRS, segundo a abordagem da ISO/IEC guia-43-1-2:1999 foi verificado o processo desde a fase de planejamento do programa, preparação das amostras, execução dos ensaios solicitados até a avaliação de desempenho. Com as técnicas de avaliação de desempenho de laboratórios abordados pelo guia NATA: 2004 e pela norma ISO/DIS 13528:2005 foi evidenciado as duas performances dos participantes do ensaio (ou parâmetro de análise) de matéria volátil para este programa. Avaliando os resultados encontrados pelas duas técnicas foi verificada uma diferença no escore Z do laboratório 2 que encontrou com a primeira abordagem um resultado insatisfatório e com a segunda um resultado questionável, evidenciando que a norma ISO/DIS 13528:2005 em comparação com o guia NATA:2004 apresenta diferenças para os cálculos de desempenho. Estas análises foram realizadas seguindo as orientações das duas técnicas, e com estas verificações é comprovado que a ISO/DIS 13528:2005 parece ser menos rigorosa que o guia NATA:2004, para este caso, pois seu critério de avaliação de desempenho foi menos exigente, demonstrando uma variabilidade maior que a IQN encontrada com a primeira técnica. Com isso os participantes obtiveram um desempenho melhor com a norma ISO/DIS 13528:2005 no PCI de análises de carvão.

A importância dos laboratórios participarem de programas de comparações interlaboratoriais não está somente na exigência empregada por organismos de acreditação e de reconhecimento pela norma ISO/IEC 17025:2005, mas sim na preocupação destas organizações buscarem a garantia da qualidade analítica de seus resultados, verificados através das comparações de seus desempenhos com os participantes de um PCI. Ressalta-se que este é um dos ganhos da participação em programas interlaboratoriais, onde se pode identificar erros que, muitas vezes, não ficam evidentes na rotina das análises de um laboratório.

Para o organismo de acreditação são vários os objetivos para os laboratórios participarem de comparações interlaboratoriais: verificar se o laboratório é competente para realizar determinados ensaios e/ou calibrações e se esse atende aos critérios definidos, verificar se o sistema do laboratório para análise crítica de contrato, garantia da qualidade dos resultados, controle de trabalho não-conforme e ações corretivas e preventivas estão implementadas, servir como um mecanismo de manutenção da acreditação e ferramenta de supervisão dos acordos de Reconhecimento Mútuo. Para os laboratórios, os objetivos são um pouco diferentes e visam identificar tendências de médio ou longo prazo, identificar oportunidades de melhoria, ferramenta para demonstrar competência técnica para terceiros e mecanismo de controle da qualidade (SILVA, COSTA & SANTOS, 2005).

## 5.2 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros sobre programas de comparações interlaboratoriais tem-se as seguintes sugestões:

- a) Comparação de técnicas de avaliação dos testes de homogeneidade e estabilidade dos ensaios, segundo a ANOVA e o teste-t, e a norma ISO/DIS 13528:2005.
- b) Verificação dos ganhos de uma determinada organização com a participação contínua em um Programa de Comparação Interlaboratorial.



## REFERÊNCIAS

ALBANO, F. M. & RODRIGUES M. *Garantia da Qualidade Analítica através de Programas de Comparações Interlaboratoriais*. VII SEPROSUL, novembro/2007.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). ABNT ISO/IEC GUIA 43-1: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência. Rio de Janeiro, 1999 (a).

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). ABNT ISO/IEC GUIA 43-2: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios. Rio de Janeiro, 1999 (b).

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). NBR ISO 9001: Sistemas de Gestão da Qualidade. Rio de Janeiro, 2000.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005.

BARROS, C. V. *Validação de Métodos Analíticos*. CPTI. São Paulo, 2002. Disponível em [http://www.biologico.sp.gov.br/biologico/v64\\_2/barros.pdf](http://www.biologico.sp.gov.br/biologico/v64_2/barros.pdf). Acesso em 16 de abril de 2008.

BOLEY, N. P; BIEVRE, P. D; TAYLOR, P. D. P; ULDALL, A. *Requeriments vs acceptability in proficiency testing schemes and other interlaboratory comparisons*. Accreditation and Quality Assurance, Springer-Verlag, 2001.

BORGES, R. M. H. *Comparação Interlaboratorial: Instrumento para Garantia de Qualidade em laboratórios químicos*, 2006. Disponível em [www.ana.gov.br/PROLAB/docs/IVSeminar/Palestra5Renata-INMETRO.ppt](http://www.ana.gov.br/PROLAB/docs/IVSeminar/Palestra5Renata-INMETRO.ppt). Acesso em 20 de abril de 2008.

*European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories (EUROLAB). What conformity assessment operators expect from accreditation*. Position paper 2/2000.

FALCONI, V. C. *TQC – Controle de Qualidade Total*. Rio de Janeiro, Editora: Bloch, Rio de Janeiro, 1992 .

FISCHMANN, A. A; ZILBER, M. A. *Utilização de indicadores de desempenho como instrumento de suporte à gestão estratégica*. Disponível em <http://anpad.org.br/enanpad/1999/dwn/enanpad1999-ae-11.pdf>. Acesso em 29 de abril de 2008.

FR 36 – Ficha preliminar de planejamento e conferência da preparação de amostras. – Formulário da RMRS. Revisão 2, agosto/2006.

*Internacional Organization Standardization (ISO). ISO/DIS 13528: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. Switzerland. Setembro, 2005.

ISRAELIAN, E.; BECKER, K.; SEIXAS, M.; RÖPKE, S. *Uma Introdução às Normas da Série ISO 9000*. Disponível em <http://www.garcia.pro.br/ulbra-qualidade/qualidade-NormasISO9000.pdf>. Acesso em 15 de abril de 2008.

MARANHÃO, M. *ISO série 9000 (versão 2000) – Manual de Implementação*. Rio de Janeiro, Editora Qualimark, 8ª edição, 2006.

MONTGOMERY, D. C. & RUNGER, G. C. *Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros*. Rio de Janeiro, Editora LTC, 2ª edição, 2003.

National Association of Testing Authorities (NATA). *Guide to NATA proficiency testing*. Austrália. Fevereiro, 2004.

NEELY, A. *Business performance measurement – Theory and practice*. Cambridge University Press, 2002.

PIZZOLATO, M. Tese de Doutorado em Engenharia de Produção. *Mapeamento da estrutura global que fornece confiança às medições: análise da inserção brasileira*. Escola de Engenharia, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Produção, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2006.

RM 07 - Manual da Qualidade da Rede Metrológica do RS. Revisão 18, janeiro/2008.

RM 58 – Preparação, montagem e testes de homogeneidade e estabilidade de amostras - Procedimento da Rede Metrológica do RS. Revisão 9, novembro/2007.

SILVA, G. M.; COSTA, S.; SANTOS, S. *Comparações Interlaboratoriais no Processo de Acreditação – Análise De Resultados Do Programa Regular de Auditoria de Medição da Área de Volume*. ENQUALAB, 2005.

SLACK, N.; CHAMBERS, S.; HARLAND, C.; HARRISON, A.; JOHNTON, R. *Administração da Produção*. São Paulo, Editora Atlas, 1999.

Wikipédia. Disponível em <http://pt.wikipedia.org/wiki/Metrologia>. Acesso em 28 de março de 2008.