

# Ensaio de Proficiência em Produtos Sujeitos ao Regime de Vigilância Sanitária (EP/INCQS)

## Ensaio de Proficiência em Produtos Saneantes 1ª Rodada – Teor de Cloro Ativo em Água Sanitária

**EP SAN 01/22**



Ministério da Saúde  
FIOCRUZ  
Fundação Oswaldo Cruz





**Ensaio de Proficiência em Produtos Saneantes 1ª Rodada Teor de Cloro  
Ativo em Água Sanitária**

**RELATÓRIO FINAL**

**ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**



Fundação Oswaldo Cruz - Fiocruz  
Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde - INCQS  
Avenida Brasil, 4365 – Manguinhos  
Rio de Janeiro - RJ – Brasil - Cx. Postal 926 - CEP: 21040-900

**COMISSÃO ORGANIZADORA DA RODADA**

**- COMISSÃO DO PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Armi Wanderley da Nóbrega – Coordenador Geral  
Marcus Henrique Campino de la Cruz – Coordenador Técnico  
Maria Helena Wohlers Morelli Cardoso – Coordenadora da Qualidade

**- COMITÊ TÉCNICO**

Ana Lúcia Ribeiro de Barros  
Lauro de Sena Laurentino  
Leonardo de Souza Lopes  
Rômulo Pereira de Jesus

Autorizada a emissão – Armi W. da Nóbrega  
(Coordenador Geral)

**10/10/2022**

**SUMÁRIO**

1. Introdução.....	3
2. Objetivos.....	3
3. Produção dos Itens de Ensaio .....	4
3.1. Escolha da Matriz.....	4
3.2. Preparo dos Itens de Ensaio.....	4
3.3. Estabilidade dos Itens de Ensaio.....	4
3.4. Armazenamento e Envio dos Itens de Ensaio.....	4
3.5. Recebimento dos Itens de Ensaio .....	5
4. Análise dos Resultados .....	5
4.1. Resultados das Medições dos Laboratórios .....	5
4.2. Estabelecimento do Valor Designado.....	5
4.3. Análise Estatística.....	5
4.3.1. Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio .....	5
4.3.2. Avaliação da Homogeneidade dos Itens de Ensaio .....	5
4.3.3. Desvio Padrão para Avaliação de Proficiência.....	6
4.3.3. Índice z e z' .....	6
4.3.5. Análise Robusta.....	6
5. Resultados da Avaliação da Homogeneidade e da Estabilidade dos Itens de Ensaio.....	6
6. Atribuição do Valor Designado .....	7
7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes.....	7
7.1. Laboratórios Participantes .....	7
7.2. Resultados dos Laboratórios Participantes .....	7
7.3. Cálculo do Índice z' .....	9
8. Conclusões.....	14
9. Confidencialidade .....	14
10. Referências Bibliográficas .....	14
11. Laboratórios Participantes.....	15
Anexo A – Homogeneidade Segundo a Norma ISO 13528.....	16
Anexo B – Valor Designado Segundo a Norma ISO 13528.....	17

## 1. Introdução

Ensaio de proficiência (EP) é o uso de comparações interlaboratoriais com o objetivo de avaliar a habilidade de um laboratório realizar um determinado ensaio ou medição de modo competente e demonstrar a confiabilidade dos resultados gerados. Em um contexto geral, o ensaio de proficiência propicia aos laboratórios participantes: avaliação do desempenho e monitoração contínua; evidência de obtenção de resultados confiáveis; identificação de problemas relacionados com a sistemática de ensaios; possibilidade de tomada de ações corretivas e/ou preventivas; avaliação da eficiência de controles internos; determinação das características de desempenho e validação de métodos e tecnologias; padronização das atividades frente ao mercado e reconhecimento de resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

Com a crescente demanda por provas regulares e independentes de competência pelos organismos reguladores e clientes, o ensaio de proficiência é relevante para todos os laboratórios que testam a qualidade de produtos. Além do baixo número de provedores de ensaios de proficiência na área de produtos saneantes, os custos cobrados para a participação nestes ensaios principalmente de provedores internacionais, são normalmente muito elevados, o que inviabiliza, em muitos casos, a participação de um laboratório em um número maior de ensaios.

Segundo a [RDC N° 59](#) de 2010, produtos saneantes, são substâncias ou preparações destinadas à aplicação em objetos, tecidos, superfícies inanimadas e ambientes, com finalidade de limpeza e afins, desinfecção, desinfestação, sanitização, desodorização e odorização, além de desinfecção de água para o consumo humano, hortifrutícolas e piscinas.

As águas sanitárias como produtos saneantes, são utilizadas rotineiramente pela população, no domicílio, em instituições e em Estabelecimentos Assistenciais de Saúde (EAS), para diversas finalidades como limpeza, alvejamento e desinfecção. Por serem produtos de uso amplo e contínuo merecem especial atenção por parte dos órgãos que integram o sistema de vigilância sanitária, especialmente no que se refere ao controle químico e físico-químico.

Assim, a realização de programas de ensaio de proficiência no Brasil é fundamental para o aumento da confiabilidade dos resultados das medições aqui realizadas, trazendo maior confiança aos resultados emitidos, facilitando o comércio internacional e prevenindo barreiras técnicas.

Este relatório apresenta os resultados da avaliação de desempenho dos laboratórios participantes no Ensaio de Proficiência em Produtos Saneantes, 1ª Rodada – Teor de Cloro Ativo em Água Sanitária, seguindo as diretrizes da [ABNT NBR ISO/IEC 17043](#).

## 2. Objetivos

O objetivo deste Ensaio de Proficiência é fornecer aos laboratórios participantes uma ferramenta efetiva para verificar a sua competência nos ensaios de rotina. Portanto:

- Quantificar o teor de cloro ativo em água sanitária utilizando a metodologia analítica de rotina do laboratório;

- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos laboratórios participantes;
- Avaliar o desempenho de laboratórios para o ensaio proposto e
- Propiciar subsídios aos laboratórios participantes para a identificação e solução de problemas.

### **3. Produção dos Itens de Ensaio**

Os procedimentos de preparo dos itens de ensaio e as análises foram realizados no Departamento de Química / Laboratório de Medicamentos, Cosméticos e Saneantes / Setor de Cosméticos e Saneantes do INCQS/Fiocruz. A metodologia analítica empregada segue os requisitos da norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#).

#### **3.1. Escolha da Matriz**

A escolha da matriz para o ensaio de proficiência foi estabelecida visando oferecer condições para que os laboratórios nacionais pudessem avaliar a sua competência na determinação de teores de cloro em água sanitária tendo em vista a [RDC nº 59](#) de 17 de dezembro de 2010, da ANVISA/MS, que dispõe sobre os procedimentos e requisitos técnicos para a notificação e o registro de produtos saneantes.

#### **3.2. Preparo dos Itens de Ensaio**

Um dos lotes foi obtido a partir do envase de água sanitária comercial, previamente analisada para o conhecimento do teor de cloro ativo, sem nenhum tipo de adição.

Outra parte da água sanitária comercial foi diluída com água Milli-Q, para obtenção de outro lote com teor de cloro ativo abaixo da concentração indicada na [RDC nº 698](#) de 2022.

#### **3.3. Estabilidade dos Itens de Ensaio**

Estudos de estabilidade de longa duração e de transporte foram realizados para os lotes. Estes estudos foram realizados seguindo o modelo clássico, na temperatura de armazenamento (~25 °C) e na temperatura de simulação de transporte, 40 °C. Os itens mostraram-se estáveis nas condições de armazenamento e de transporte. Os resultados obtidos estão apresentados no [item 5](#) deste relatório.

#### **3.4. Armazenamento e Envio dos Itens de Ensaio**

Os itens de ensaio foram armazenados em temperatura ambiente até o momento em que foram enviados aos laboratórios participantes.

Foram enviados 02 (dois) itens de ensaio para cada laboratório inscrito na rodada.

O frasco foi devidamente identificado com as seguintes informações: o número da rodada, o item a ser ensaiado e o código da amostra; foram enviados aos laboratórios acondicionados em envelopes de papel revestidos com plástico bolha.

Os laboratórios receberam as informações necessárias para realizar o armazenamento adequado dos itens de ensaio, através do formulário de “**Instruções para Armazenamento e Preparo dos Itens de Ensaio**”.

### **3.5. Recebimento dos Itens de Ensaio**

Ao receber os itens de ensaio, os laboratórios foram instruídos a inspecioná-los quanto a integridade da embalagem e das amostras. As informações foram registradas no “**Formulário de Recebimento de Item de Ensaio**”.

## **4. Análise dos Resultados**

### **4.1. Resultados das Medições dos Laboratórios**

Os laboratórios participantes foram orientados a realizar a quantificação do teor de cloro ativo no item de ensaio segundo a sua metodologia de trabalho. Além dos resultados analíticos, expressos em %, os laboratórios participantes também deveriam informar a massa ou volume, referentes ao método empregado.

As informações foram apresentadas no “**Formulário de Registro de Resultados**”.

### **4.2. Estabelecimento do Valor Designado**

As técnicas de estatística robusta são utilizadas para minimizar a influência de resultados extremos sobre estimativas de média e desvio-padrão. Assim, a Coordenação deste Ensaio de Proficiência adotou como valor designado para o teor de cloro ativo, aquele oriundo do cálculo da estatística robusta apresentado no item 7.7 da norma [ISO 13528](#), norma específica de métodos estatísticos para uso em EP por comparações interlaboratoriais. Seguindo os critérios desta norma, o valor designado foi obtido pela média robusta dos resultados emitidos por todos os laboratórios participantes.

### **4.3. Análise Estatística**

Neste tópico estão descritas as análises estatísticas utilizadas para a avaliação da homogeneidade e da estabilidade das amostras, para a obtenção dos valores designados e suas incertezas, do desvio padrão utilizado na avaliação dos laboratórios, bem como para a avaliação do desempenho dos laboratórios participantes.

#### **4.3.1. Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio**

A análise de resíduos foi empregada para avaliar a estabilidade dos itens de ensaio em relação ao valor do teor de cloro ativo. Assim, foram estimadas as variâncias dos valores utilizados na regressão linear, observando-se se estes apresentavam alguma tendência. Isto foi realizado utilizando a ferramenta estatística de análise de variância (ANOVA), seguindo o recomendado na [ABNT ISO GUIA 35](#). O lote foi considerado estável quando a inclinação da reta não foi significativa.

#### **4.3.2. Avaliação da Homogeneidade dos Itens de Ensaio**

A norma [ISO 13528](#) (item 6.1, anexo B) foi seguida na avaliação da homogeneidade dos itens de ensaio. A norma em questão permite incluir o desvio padrão devido à heterogeneidade e instabilidade das amostras, no desvio padrão de avaliação de proficiência caso estas não se mostrem suficientemente homogêneas ou estáveis. Um

resumo do procedimento estabelecido na norma [ISO 13528](#) para avaliação da homogeneidade dos itens de ensaio é apresentado no [Anexo A](#) deste relatório.

#### 4.3.3. Desvio Padrão para Avaliação de Proficiência

Nesta rodada de EP o desvio padrão para avaliação de proficiência dos laboratórios participantes foi calculado como recomendado no item 7.6 da norma [ISO 13528](#), isto é, a partir do desvio padrão robusto calculado a partir dos resultados dos participantes, usando o algoritmo A do anexo C desta norma.

#### 4.3.3. Índice z e z'

Para a qualificação dos resultados dos laboratórios, o índice z (z-score, medida da distância relativa do resultado da medição do laboratório em relação ao valor designado do ensaio de proficiência) foi calculado de acordo com a Equação 1.

$$z = \frac{x_i - x^*}{s^*} \quad (1)$$

Onde  $x_i$  representa o valor do laboratório participante,  $x^*$  representa o valor designado (média robusta) e  $s^*$  o desvio padrão robusto (DPR).

Caso a incerteza do valor designado, ou a da não homogeneidade ou a da instabilidade, se fizer presente em níveis não aceitáveis, será calculado o índice z' (z'-score), Equação 2.

$$z' = \frac{x_i - x^*}{s^{I*}} \quad (2)$$

Onde  $s^{I*}$  representa o DPE acrescido de uma componente de incerteza.

A interpretação do valor do **índice z e do índice z'** está descrita abaixo:

$|z \text{ ou } z'| \leq 2$  - Resultado satisfatório

$2 < |z \text{ ou } z'| < 3$  - Resultado questionável

$|z \text{ ou } z'| \geq 3$  - Resultado insatisfatório

#### 4.3.5. Análise Robusta

Nesta rodada o valor designado ( $x^*$ ), o desvio padrão alvo ( $s^*$ ) e a incerteza do valor designado foram calculados através da análise robusta ([ISO 13528](#)), documento complementar à [ABNT ISO/IEC 17043](#). O procedimento adotado no cálculo do valor designado e de sua incerteza é descrito no [Anexo B](#) deste relatório.

## 5. Resultados da Avaliação da Homogeneidade e da Estabilidade dos Itens de Ensaio

Os resultados da avaliação da homogeneidade e dos estudos de estabilidade de armazenamento e de transporte demonstraram que os dois lotes de cloro ativo em água sanitária podem ser considerados suficientemente estáveis e homogêneos para o propósito deste Ensaio de Proficiência.

## 6. Atribuição do Valor Designado

O valor designado relativo ao teor de cloro ativo presente nas matrizes deste ensaio de proficiência foi calculado segundo procedimento descrito na [ISO 13528](#), com os resultados enviados por todos os participantes. O valor designado, a incerteza combinada ( $u_c$ ), o fator de abrangência ( $k$ ) e a incerteza expandida ( $U$ ) e seu respectivo desvio padrão estão transcritos na [Tabela 1](#).

Tabela 1: Valores de referência, incertezas e desvios padrão, em %.

Lote	Valor Designado	$u_{VD}$ (VD)	$k$	$U$ (VD)	DPA ( $s^*$ )	DPA ( $s^{**}$ )
1	1,506	0,013	2,28	0,030	0,035	0,037
2	2,193	0,025	2,28	0,056	0,065	0,070

Como a incerteza do valor designado foi maior que  $0,3s^*$ , esta não pode ser negligenciada e o Desvio Padrão Alvo para a avaliação dos laboratórios, para ambos os lotes, conterá esta componente de incerteza. Assim, os participantes serão avaliados pelo índice  $z'$ .

## 7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes

### 7.1. Laboratórios Participantes

Doze laboratórios se inscreveram na 1ª Rodada do Programa de Ensaio de Proficiência em Produtos Saneantes – Teor de Cloro Ativo em Água Sanitária, e onze (91,7%) enviaram os resultados.

Dos laboratórios participantes 7 (63,6%) são acreditados na norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#) para esta análise. Nove dos participantes utilizaram metodologias analítica validadas para a análise em questão. A [Tabela 4](#) apresenta a listagem dos Laboratórios participantes.

### 7.2. Resultados dos Laboratórios Participantes

Os dados reportados pelos laboratórios participantes foram tratados de acordo com os procedimentos descritos na [ABNT NBR ISO/IEC 17043](#). A [Tabela 2](#) apresenta um sumário dos dados reportados pelos laboratórios.



Tabela 2: Sumario dos resultados dos laboratórios

Laboratório	Método			Item de Ensaio							
	Validado	Vidraria Calibrada	Acreditado	#	Replicatas	Massa ou volume	Resultado (%)	#	Replicatas	Massa ou volume	Resultado (%)
SAN 01/001	sim	sim	sim	#016	3	2,0216g	1,36	#005	3	2,0154g	1,98
SAN 01/002	sim	sim	não	#030	6	2g	1,555	#015	6	2g	2,27
SAN 01/020	não	sim	nem todos	#021	3	7,6g	1,5	#010	3	7,6g	2,2
SAN 01/039	sim	sim	não	#019	3	2g	1,54	#003	3	2g	2,24
SAN 01/049	sim	sim	sim	#026	4	2,2g	1,48	#007	4	2,2g	2,15
SAN 01/051	não	sim	não	#022	3	5mL	1,5	#009	3	5mL	2,2
SAN 01/061	sim	sim	sim	#024	3	3,6g	1,54	#002	3	2,5g	2,31
SAN 01/070	sim	sim	sim	#017	6	2,0647g	1,49	#006	6	2,0410g	2,15
SAN 01/081	sim	não	sim	#023	3	2,0065g	1,52	#008	3	2,0212g	2,18
SAN 01/086	sim	sim	sim	#025	4	2g	1,504	#012	4	2g	2,193
SAN 01/099	sim	sim	sim	#018	4	2,5g	1,48	#001	4	2,5g	2,15

# = número do item de ensaio

### 7.3. Cálculo do Índice z'

A avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, expressa através do índice z' (Equação 2), está apresentada na Tabela 3.

Tabela 3: Valores do índice z' obtidos pelos laboratórios participantes.

Código do Laboratório	#	z'-score	#	z'-score
SAN 01/001	#016	-3,9	#005	-3,0
SAN 01/002	#030	1,3	#015	1,1
SAN 01/020	#021	-0,1	#010	0,1
SAN 01/039	#019	0,9	#003	0,6
SAN 01/049	#026	-0,6	#007	-0,6
SAN 01/051	#022	-0,1	#009	0,1
SAN 01/061	#024	0,9	#002	1,6
SAN 01/070	#017	-0,4	#006	-0,6
SAN 01/081	#023	0,3	#008	-0,1
SAN 01/086	#025	0,0	#012	0,0
SAN 01/099	#018	-0,6	#001	-0,6

Azul = resultado questionável; Vermelho = resultado insatisfatório.

As Figuras 1 e 2 apresentam os resultados de índice z' obtidos pelos laboratórios participantes. As Figuras 3 e 4 apresentam gráficos de dispersão semelhantes ao de *Youden*, onde podem ser verificados os erros sistemáticos e/ou aleatórios contribuintes para os resultados do índice z'. A área demarcada em pontilhado azul é a dos dois resultados satisfatórios, a área entre o azul e o pontilhado em amarelo a dos dois resultados questionáveis e a fora do pontilhado amarelo, a dos dois resultados insatisfatórios. Quanto mais próximo da linha vermelha diagonal, e afastado do centro, maiores os erros sistemáticos. A Figura 4 é uma ampliação, para melhor visualização, da figura do gráfico 3.

Figura 1: Gráfico de índice z' para o Lote 01.

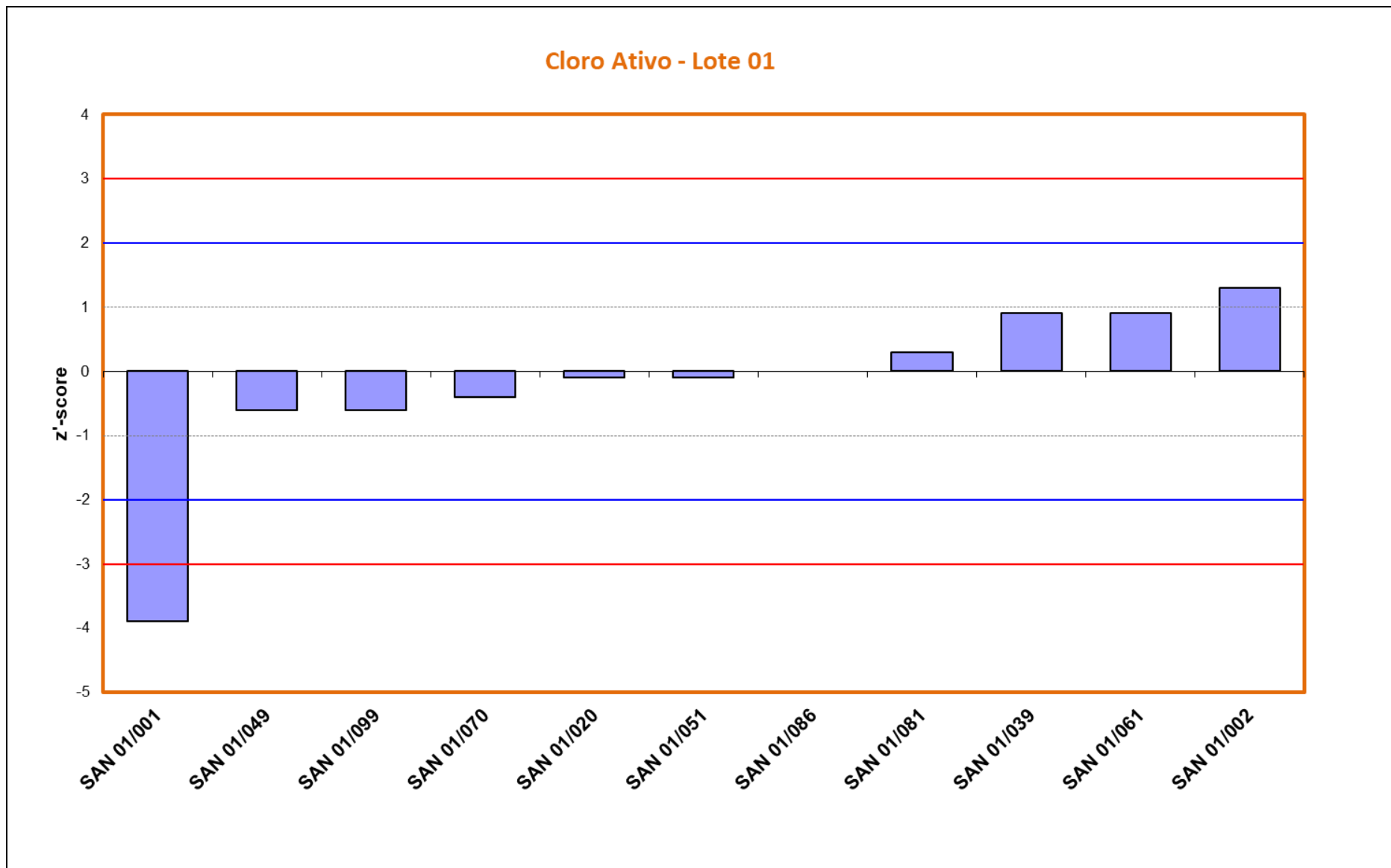


Figura 2: Gráfico de índice z' para o Lote 02.

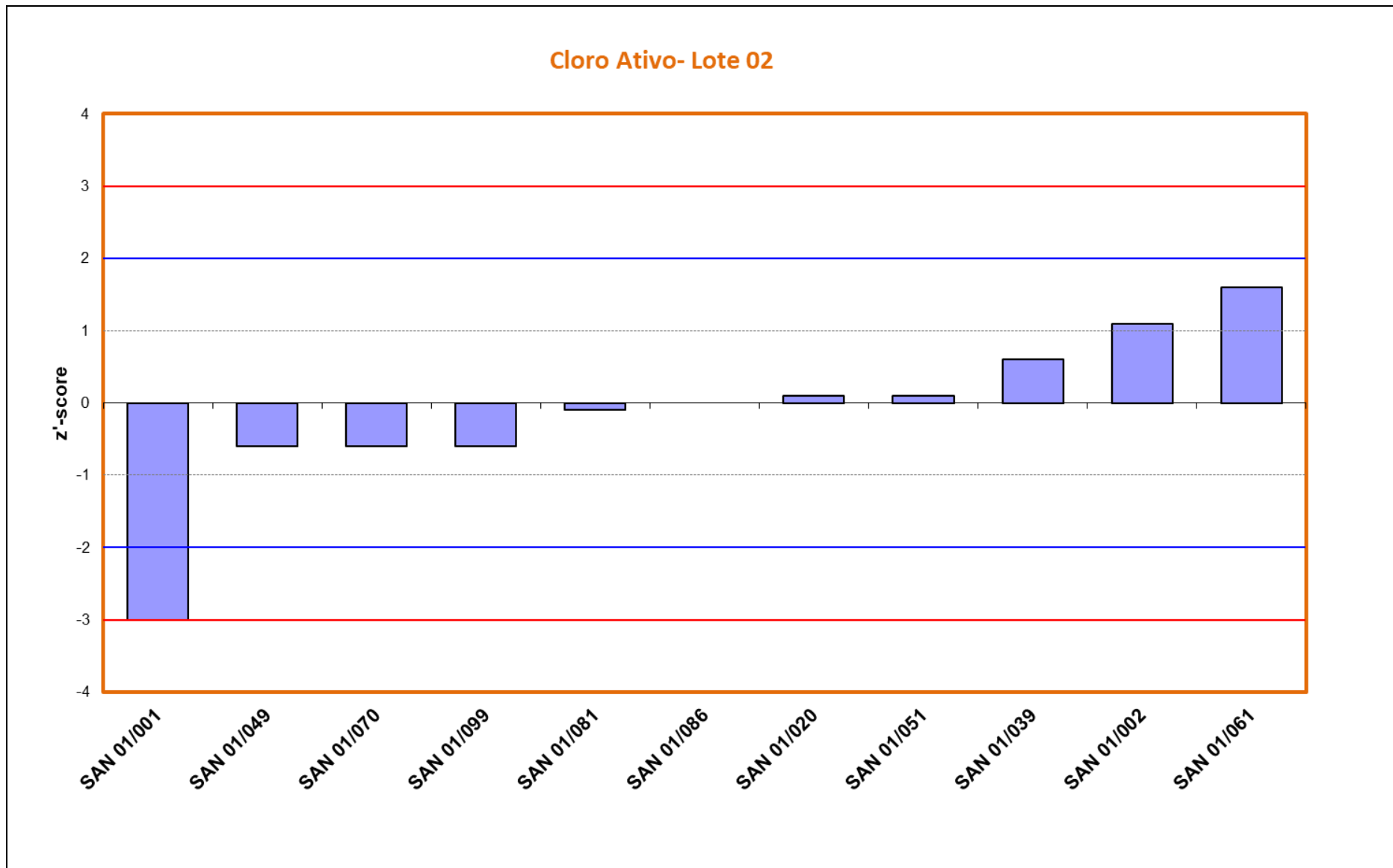


Figura 3: Gráfico semelhante ao de *Youden* dos laboratórios participantes para os dois lotes.

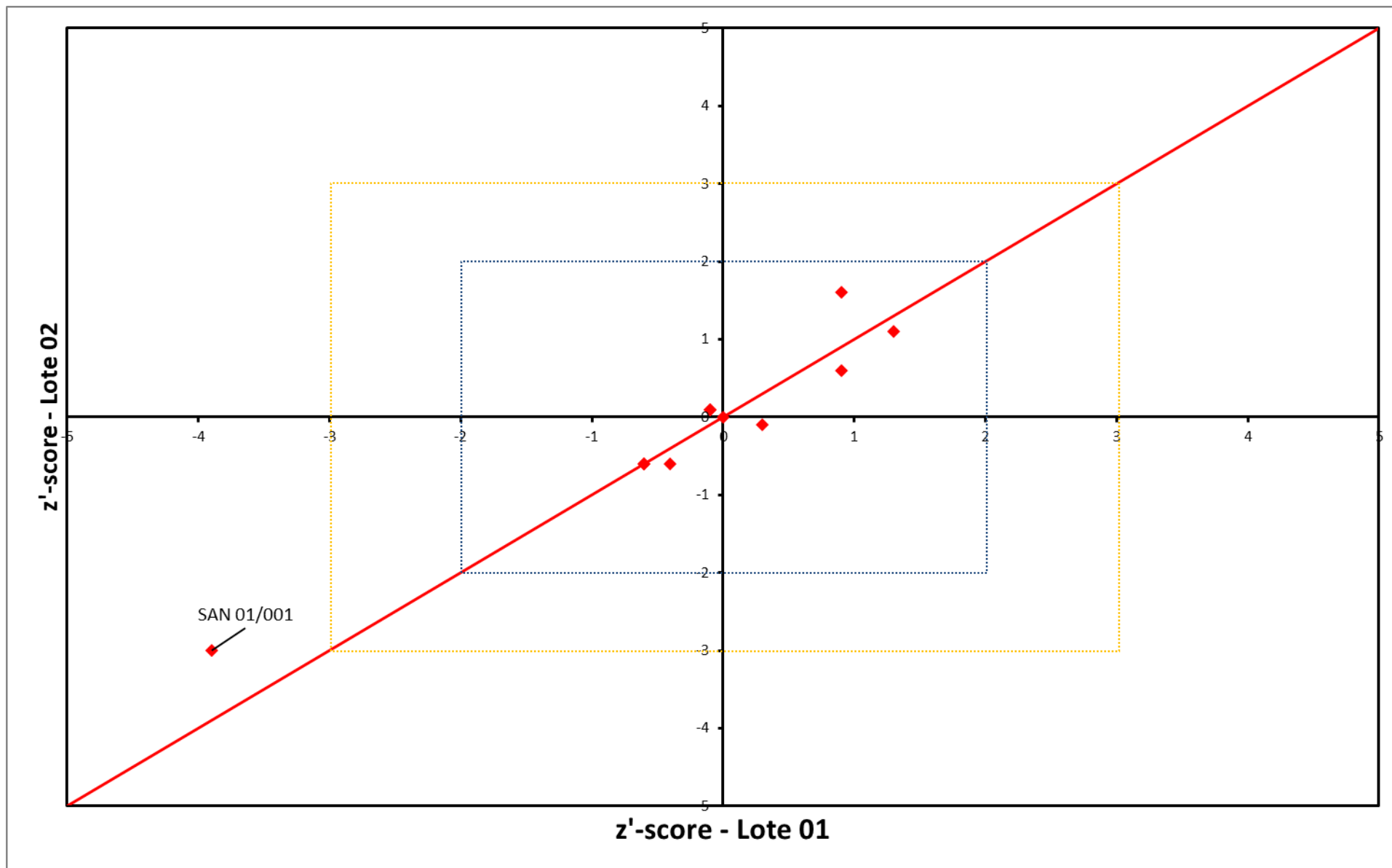
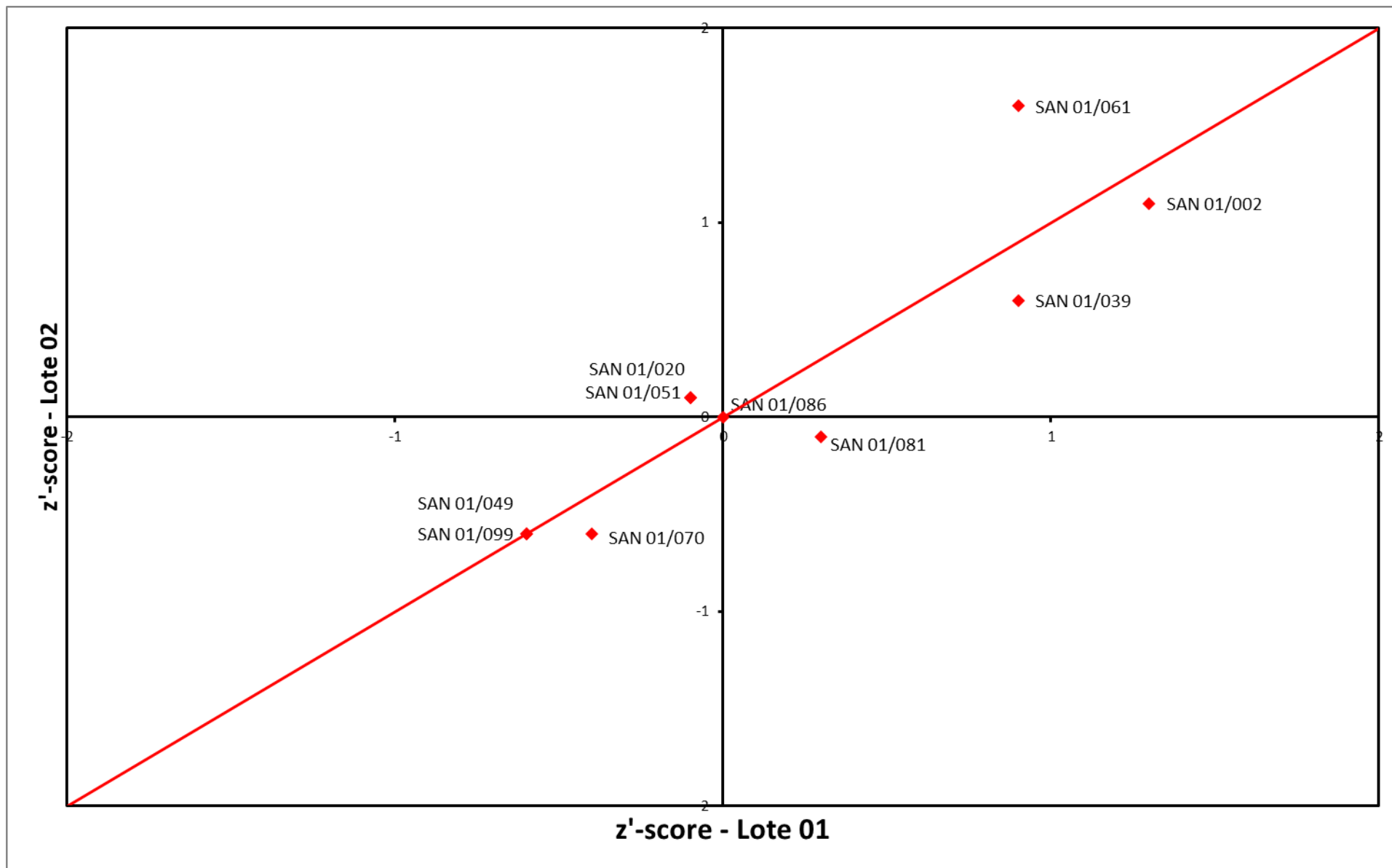


Figura 4: Ampliação do gráfico ( $z'$  -2 à +2) da Figura 3.



## 8. Conclusões

A análise dos dados gerados neste EP sugere:

- Desempenho dos laboratórios: pode-se considerar como excelente, uma vez que nove (90,9%) dos laboratórios participantes obtiveram resultados satisfatórios;
- O gráfico tipo *Youden*, [Figura 3](#), indica que o laboratório SAN 01/001 apresenta erro sistemático para menos, na determinação do teor de cloro ativo em água sanitária;
- Ações corretivas: para o laboratório que obteve resultados insatisfatórios, ações corretivas devem ser adotadas para o aprimoramento das suas medições, particularmente quando resultados insatisfatórios foram também obtidos em rodada anterior a esse EP. Uma avaliação detalhada, desde o recebimento do material e seu armazenamento, até o preenchimento do Formulário para Registro dos Resultados, e a avaliação de todos os passos da metodologia de análise, serão importantes para a identificação dos pontos críticos.

Finalmente, é importante ressaltar que o estabelecimento de ações corretivas e a contínua participação em ensaios de proficiência desta natureza são ferramentas de grande contribuição para o aprimoramento das medições realizadas pelos laboratórios.

## 9. Confidencialidade

Os resultados deste EP são confidenciais, isto é, cada laboratório é identificado por código individual que é conhecido apenas por ele e pela Coordenação deste EP. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo INCQS respeitando-se a confidencialidade.

## 10. Referências Bibliográficas

ABNT ISO GUIA 35 – Materiais de Referência – Princípios Gerais e Estatísticos para Certificação, **2020**.

ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, **2017**.

ABNT NBR ISO/IEC 17043. “Avaliação de Conformidade — Requisitos Gerais para Ensaios de Proficiência” Rio de Janeiro: ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, **2011**.

BRASIL, ANVISA. Resolução – RDC n° 59 de 17 de dezembro de 2010. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, **2010**.

BRASIL, ANVISA. Resolução – RDC n° 698 de 13 de maio de 2022. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, **2022**.

Horwitz, W; Kamps, L.R; Boyer, K.W; “Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents”; *J. Assoc. off Anal. Chem.*; 63(6); 1344-1354; **1980**.

International Organization for Standardization – ISO 13528 – “*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*”, Geneve, **2015**.

Thompson, M; “Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing”; (DOI: [10.1039/b000282h](https://doi.org/10.1039/b000282h)) *Analyst*; 125; 385-386; **2000**.

## 11. Laboratórios Participantes

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação do Programa é apresentada na [Tabela 4](#).

Tabela 4: Laboratórios participantes da 1ª Rodada do Ensaio de Proficiência em Produtos Saneantes – Cloro Ativo em Água Sanitária.

<b>Laboratórios Participantes</b>
<b><i>Indeba Indústria e Comércio LTDA</i></b>
<b><i>IOC / Lacen MA</i></b>
<b><i>Laboratório Ecolyzer LTDA</i></b>
<b><i>Lacen BA</i></b>
<b><i>Lacen DF</i></b>
<b><i>Lacen MG - FUNED</i></b>
<b><i>Lacen RN</i></b>
<b><i>Lacen TO</i></b>
<b><i>NFQC – Núcleo de Ensaio Físicos e Químicos em Cosméticos e Saneantes – IAL</i></b>
<b><i>Noel Nutels - Lacen RJ</i></b>
<b><i>Pharmacontrol Laboratório de Controle de Qualidade LTDA</i></b>

- ✓ Total de participantes: 11 laboratórios.
- ✓ O código de cada participante **não** está associado à ordem da lista de participantes.



## Anexo A – Homogeneidade Segundo a Norma ISO 13528

Primeiramente, seleciona-se aleatoriamente um número  $g$  (onde  $g \geq 10$ ) de amostras do lote de itens de ensaio preparado. Retiram-se duas porções de teste de cada item de ensaio e realizam-se as análises de todas as porções ( $2g$ ) de forma aleatória, completando-se todas as séries de medição sob condições de repetitividade.

Calcula-se a média,  $x_t$ , entre as duas porções de teste ( $x_{t,1}$  e  $x_{t,2}$ ), para cada amostra, e em seguida, calcula-se a média geral,  $\bar{X}$ , definida como a média das médias de cada amostra. A partir destes valores, calcula-se o desvio padrão das médias das amostras,  $s_x$ , conforme a Equação 3 e as diferenças entre as porções de teste,  $w_t$ , também para cada amostra, a partir da Equação 4.

$$s_x = \sqrt{\sum (x_{t..} - \bar{x})^2 / (g-1)} \quad (3)$$

$$w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}| \quad (4)$$

A partir dos valores definidos acima, calcula-se o desvio padrão dentro das amostras  $s_w$  e o desvio padrão entre as amostras  $s_s$ , conforme as Equações 5 e 6, a seguir:

$$s_w = \sqrt{\sum w_t^2 / (2g)} \quad (5)$$

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_w^2 / 2)} \quad (6)$$

As amostras podem ser consideradas adequadamente homogêneas para este ensaio de proficiência, se for atendido o critério definido na Equação 7:

$$s_s \leq 0,3 \times \sigma_H \quad (7)$$

onde,  $\sigma_H$  é o desvio padrão alvo, obtido através da equação de [Horwitz](#)<sup>1</sup>, da concentração média obtida no estudo de homogeneidade.

Caso este critério não seja alcançado, a norma [ISO 13528](#) permite ainda a inclusão da variação existente entre as amostras, no desvio padrão para avaliação de proficiência, conforme a Equação 8:

$$\sigma_M = \sqrt{(s^*)^2 + S_s^2} \quad (8)$$

Esta inclusão permite que possíveis variações na homogeneidade entre os itens de ensaio com relação aos valores de concentração, não influenciem diretamente na avaliação de desempenho do laboratório participante do EP.

<sup>1</sup> A equação de [Horwitz](#) é modelo empírico geral baseado em observações de ensaios colaborativos de muitos parâmetros durante um período prolongado. Ele foi aprimorado por [Thompson](#).

## Anexo B – Valor Designado Segundo a Norma ISO 13528

A Norma [ISO 13528](#) é um documento complementar à [ABNT NBR ISO/IEC 17043](#) e fornece os métodos estatísticos a serem empregados nos ensaios de proficiência. Este documento descreve a análise robusta envolvendo o emprego da estimativa do algoritmo A para o cálculo do valor designado e do desvio padrão.

Inicialmente, todos os valores objetos da análise (valores enviados pelos laboratórios participantes) foram colocados em ordem crescente. A seguir, foram calculados os valores da mediana de  $x_i$  ( $x^*$ ) e do desvio padrão ( $s^*$ ), conforme as Equações 9 e 10.

$$x^* = \text{medianade } x_i \quad (9)$$

$$s^* = 1,483 \times \text{med} |x_i - x^*| \quad (10)$$

Onde: *med* é a mediana;  $x_i$  valor de concentração reportado pelo laboratório.

Em seguida, foi calculado o valor de  $F_i$  segundo a Equação 11, e a partir da estimativa de  $F_i$ , calculou-se o novo valor inferior (concentração inferior), e o novo valor superior (concentração superior), através das Equações 12 e 13.

$$F_i = 1,5s^* \quad (11)$$

$$\text{Novo Valor Superior} = x^* + F_i \quad (12)$$

$$\text{Novo Valor Inferior} = x^* - F_i \quad (13)$$

Os novos valores, superior e inferior, foram comparados a cada um dos resultados individuais dos laboratórios participantes, e os que estavam acima do valor superior ou abaixo do valor inferior foram descartados, ou seja, foram considerados valores dispersos ou discrepantes e substituídos pelos novos valores superiores e inferiores. Este procedimento compreende a um ciclo ou **Ciclo 0**.

Iniciou-se um novo ciclo, a partir do cálculo da média robusta ( $x^*$ )<sup>2</sup> e do desvio padrão ( $s$ ) dos novos valores encontrados, e a seguir calculou-se o novo desvio padrão robusto ( $s^*$ )<sup>3</sup>. O novo valor de  $s^*$  foi calculado pela Equação 14:

$$S^* = 1,134s \quad (14)$$

Em seguida, calculou-se novamente o valor de  $F_i$ , os novos valores superiores e inferiores, conforme descrito, respectivamente, nas Equações 11, 12 e 13, sendo os valores discrepantes substituídos pelos novos limites. Este procedimento corresponde a outro ciclo ou **Ciclo 1**.

O ciclo é reiniciado até o momento em que os valores da nova média robusta ( $x^*$ ) e do novo desvio

<sup>2</sup> Na [ISO 13528](#) quando se inicia o **Ciclo 1**,  $x^*$  passa a ser denominado como média robusta, uma vez que advém de um algoritmo robusto.

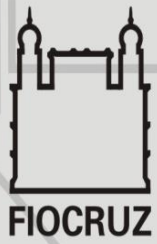
<sup>3</sup> Na [ISO 13528](#) quando se inicia o **Ciclo 1**,  $s^*$  passa a ser denominado como desvio padrão robusto, uma vez que advém de um algoritmo robusto.

padrão robusto ( $s^*$ ) convergirem, ou seja, até que não haja nos ciclos, diferença entre eles. Neste momento o ciclo é finalizado e os novos valores de  $x^*$  e  $s^*$ , que são os valores da média robusta (valor designado do EP) e do desvio padrão robusto.

Para a incerteza do valor designado descrito, será adotada a fórmula apresentada no item 7.7.3 da norma [ISO 13528](#), específica para valores designados obtidos a partir do algoritmo A. A incerteza padrão será calculada pela Equação 15:

$$u_{x^*} = 1,25 \times s^* / \sqrt{p} \quad (15)$$

Onde,  $s^*$  é o desvio padrão robusto e  $p$  é o número de laboratórios



**FIOCRUZ** - Fundação Oswaldo Cruz  
**INCQS** - Instituto Nacional de Controle da Qualidade em Saúde

---

Av. Brasil 4365 • Manguinhos • CEP 21040 900  
Rio de Janeiro • RJ • Brasil  
[www.incqs.fiocruz.br](http://www.incqs.fiocruz.br)