

PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA

HISTÓRICO: PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA.

INTRODUÇÃO: O que é o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

OBJETIVO: Qual a finalidade do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

BENEFÍCIOS: Como o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA pode auxiliar?

MECANISMO: Como funciona o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

COORDENAÇÃO: Como é coordenado o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA

PROGRAMAÇÃO: Que análises químicas e métodos de análises são programados no PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

PARTICIPANTES: Quem são, atualmente, os participantes do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

INTERPRETAÇÃO DE RESULTADOS: Meus resultados foram satisfatórios? Como vou receber as informações da coordenação do programa para saber se eles são satisfatórios? Tenho que realizar melhorias em meu sistema de medição?

CERTIFICADO DE PROFICIÊNCIA: Como demonstrar a qualidade dos trabalhos do laboratório?

CADASTRO: Como participar do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

INFORMAÇÕES: Como obter maiores informações a respeito do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

HISTÓRICO: PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA.

1. HISTÓRICO

Quando do início das atividades do Comitê Técnico da Qualidade, programas interlaboratoriais foram realizados, em 1973, de modo a permitir que participantes pudessem verificar a compatibilização de seus resultados com os dos seus pares técnicos. O critério utilizado era apenas a apresentação de tabelas com os dados fornecidos pelos participantes e estatísticas como média e desvio padrão calculados.

Em contato com o Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. - IPT em 1984, para consultoria ao programa, na parte estatística, de modo que uma avaliação mais consistente dos resultados dos participantes pudesse fornecer mais informações, principalmente para aqueles que tinham seus resultados discrepantes em relação aos demais, de modo que estes pudessem verificar eventuais problemas em seus laboratórios devido aos seus desvios em relação aos demais participantes e tomar as ações corretivas pertinentes. Passou-se então a fazer avaliações dos resultados dos programas interlaboratoriais até 1994, utilizando o critério da Elipse de Confiança Tradicional, considerando-se a rejeição de valores dispersos, e utilizando como parâmetros: média aritmética com rejeição de dispersos; desvio padrão com rejeição de dispersos e nível de confiança de 95%.

Com a saída do IPT e visando nova consultoria, contatos foram realizados com o Consultor Independente M.Sc. Eng^o Químico José Carlos Olivieri, em 1995, permitindo ao mesmo dar continuidade às avaliações dos resultados dos programas interlaboratoriais até 2002, utilizando ainda o mesmo critério da Elipse de Confiança Tradicional, considerando-se a rejeição de valores dispersos, utilizando como parâmetros: média aritmética com rejeição de dispersos; desvio padrão com rejeição de dispersos e nível de confiança de 95%.

Quando novas técnicas estatísticas surgiram para a avaliação dos resultados do Programa Interlaboratorial, deixou-se de considerar a Elipse de Confiança Tradicional, em 2003, e passou-se a considerar, até 2004, a Elipse de Confiança Robusta, utilizando-se então os parâmetros: Mediana, Intervalo Interquartilico Normalizado-IQN e nível de confiança de 95%.

Com a evolução destas novas técnicas, em 2005, a avaliação dos resultados do Programa Interlaboratorial passou a ser feita, até 2013, considerando-se a Elipse de Confiança Aceitável de Horwitz, utilizando-se os parâmetros: mediana, variabilidade aceitável de Horwitz e nível de confiança de 95%.

Com a mais recente alteração feita em 2014, a avaliação dos resultados do Programa Interlaboratorial vem sendo realizada até hoje (2018), considerando-se a Elipse de Confiança Aceitável de Thompson, utilizando-se os parâmetros: média robusta, variabilidade aceitável de Thompson e nível de confiança de 95%.

Certificados de Proficiência são emitidos aos laboratórios que apresentaram bom desempenho no ano, isto é, aos laboratórios que satisfazem os critérios que foram preestabelecidos pela ANDA.

Nota: Empresas que utilizam laboratórios terceirizados não recebem Certificado. O Certificado de Proficiência é encaminhado ao laboratório terceirizado que executou as análises químicas.

INTRODUÇÃO: O que é o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Desde 1973 a ANDA vem coordenando um Programa Interlaboratorial de Análise Químicas em Fertilizantes. Este programa consiste de reuniões bimestrais realizadas na sede da ANDA, onde são distribuídas amostras de produtos comerciais de fertilizantes, as quais são analisadas pelos participantes, por métodos oficiais ou não oficiais previamente estabelecidos. Os resultados obtidos pelos participantes do programa são enviados à coordenação que faz uma avaliação utilizando critério estatístico específico para programas interlaboratoriais e posterior apresentação de um relatório, em reuniões previamente agendadas. Nessas reuniões são abordados e discutidos também problemas e dificuldades analíticas, problemas de legislação, tolerâncias e outros relacionados à análise química de fertilizantes.

É importante o comparecimento dos participantes nas reuniões, porém não é imprescindível, uma vez que:

- Atas, planilhas de resultados, métodos de análises químicas, orientações e relatórios, bem como toda a documentação do planejamento do programa (Ficha de Inscrição; Protocolo; Calendário, Critério para emissão do Certificado de Desempenho) são disponibilizadas aos participantes, no Site da Anda (Sala Programa Interlaboratorial);
- Amostras preparadas pela Coordenação são disponibilizadas, na ANDA, e deverão ser retiradas pelos participantes no dia da reunião que é realizada conforme calendário de atividades anual aprovado. Para os participantes que não estejam presentes nas reuniões, as amostras são enviadas por correio, no dia imediatamente após a reunião.

Como as remessas de amostras via correio se realizam em períodos de dois meses é importante que o responsável pelo laboratório, esteja atento às datas estabelecidas no “Calendário de Atividades Anual” as quais deverão ser seguidas rigorosamente.

O Programa Interlaboratorial da ANDA, em 2018, estará distribuindo a cerca de noventa (90) laboratórios participantes, em cada uma das cinco (5) remessas, pares de amostras elaboradas, relativas a dez (10) produtos, sendo eles: Mistura NPK; Rocha Fosfatada; Superfosfato Simples; Fosfato Bicálcico; Mix de Micro Nutrientes e Contaminantes - Matérias Prima; Boro - Matéria Prima; Óxidos de Cobre; Óxido de Manganês; Óxido de Zinco e Ácido Fosfórico.

Análises químicas específicas a cada um destes produtos são realizadas, perfazendo um total de cerca de cinquenta (50) análises químicas em cada rodada do programa.

Os participantes são codificados e apenas a Coordenação e o próprio laboratório conhece o seu código, o que permite a confidencialidade do programa.

Ao término das cinco (5) remessas das amostras do programa interlaboratorial anual, Certificados de Desempenho são emitidos aos laboratórios que apresentaram bom desempenho no ano, isto é, aos laboratórios que satisfazem o critério ANDA estabelecido pelo Comitê Técnico da Qualidade da ANDA em comum acordo com os participantes do programa.

Nota: Empresas que utilizam laboratórios terceirizados para a realização de suas análises químicas não recebem Certificado. O Certificado de Desempenho é emitido em nome do laboratório terceirizado que executou as análises químicas.

OBJETIVO: Qual a finalidade do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

O objetivo principal do Programa Interlaboratorial ANDA é prover os laboratórios das empresas participantes de um mecanismo, por meio do qual um determinado laboratório possa, periodicamente, comparar os seus resultados obtidos em análises químicas, com os resultados de laboratórios de outras empresas que atuam em um mesmo setor tecnológico, verificando assim a precisão e exatidão de seus resultados e avaliando desta forma os procedimentos e estudos utilizados em seu controle da qualidade.

Essa comparação permite identificar, se desvios cometidos pelo laboratório são significativos e se são devidos a erros aleatórios ou sistemáticos, possibilitando detectar eventuais problemas e realizar ações corretivas necessárias, obtendo assim uma maior confiabilidade metrológica nos resultados de suas análises químicas e uma melhoria contínua na realização de suas análises químicas.

O Programa Interlaboratorial ANDA visa, ainda, o aprimoramento das técnicas operacionais, orientando os laboratórios participantes a atentarem à metodologia, à calibração dos equipamentos e ao treinamento do analista. Este aprimoramento permite um melhor entendimento entre fornecedores, transformadores, e consumidores, refletindo-se inclusive nos fabricantes de equipamentos para laboratórios.

BENEFÍCIOS: Como o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA pode auxiliar?

Os Programas Interlaboratoriais da ANDA permitem:

- Determinar o desempenho individual de laboratórios para as medições propostas;
- Monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios;
- Identificar diferenças interlaboratoriais;
- Detectar e Identificar problemas nas medições e possibilitar ações corretivas;
- Possibilitar a melhoria contínua de seus processos metrológicos
- Fornecer evidências agregando valor ao Controle da Qualidade dos serviços e
- Fornecer confiança adicional aos clientes do laboratório.

Com a participação efetiva nos Programas Interlaboratoriais ANDA, os laboratórios podem alcançar os seguintes benefícios:

- *Redução do custo de calibração.*
A calibração do equipamento ou instrumental analítico a intervalos regulares é custosa e pode ser desnecessária. Uma verificação regular por meio da participação no Programa Interlaboratorial ANDA mostrará, tão economicamente quanto possível, se um determinado equipamento necessita de calibração ou manutenção.
- *Verificação simultânea do equipamento e do analista.*
A calibração de um equipamento restringe-se apenas ao aparelho, enquanto que os resultados podem ser afetados por técnicas inadequadas de operação ou por erros do analista. O Programa Interlaboratorial ANDA verifica ambos, o equipamento e o analista, sob as condições efetivas de análise.
- *Redução dos custos de produção.*
Um resultado de análise química, consideravelmente alto ou baixo, ou ainda a sua incerteza com relação ao valor mais provável, pode aumentar o custo de fabricação

ao requerer quantidades adicionais de matérias-prima caras para assegurar a obtenção de níveis satisfatórios.

- *Melhoria contínua dos processos metrológicos.*
O Programa Interlaboratorial ANDA evitará que resultados errôneos sejam emitidos possibilitando sua detecção, correção e prevenção visando uma melhoria contínua da precisão/exatidão dos resultados de suas análises químicas.
- *Aperfeiçoamento da uniformidade de fornecimento*
Os transformadores, por meio de participação própria no Programas Interlaboratorial ANDA ao lado dos fornecedores de matérias-prima, podem assegurar-se de um controle mais uniforme da qualidade dos materiais recebidos.
- *Comparação do nível de precisão nas análises químicas, com o de seus competidores*
A interpretação de dados obtidos no programa interlaboratorial ANDA permite a comparação de seus resultados com a média da indústria setorial, bem como um posicionamento relativo quanto ao seu desempenho.
- *Manutenção da confiança de clientes.*
O risco de um desentendimento com clientes, devido a erros em análises químicas, pode ser minimizado por meio da participação no programa interlaboratorial ANDA.
- *Obtenção da documentação quanto a sua capacitação de realização de análises químicas.*
Laboratórios independentes podem documentar sua capacitação na realização de análises químicas perante seus clientes potenciais, e fabricantes podem assegurar a consumidores em perspectivas, seu rigor na observância das especificações.

MECANISMO: Como funciona o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Cabe ao Comitê Técnico da Qualidade, com a colaboração da Consultoria, o planejamento do Programa Interlaboratorial.

O Planejamento é definido em função da necessidade de melhoramento de uma ou mais análises químicas fundamentais para o setor de fertilizantes.

O esquema de funcionamento do programa interlaboratorial ANDA é o seguinte:

DIVULGAÇÃO DO PROGRAMA

- A Coordenação inicia a divulgação de um Programa Interlaboratorial Anual (**geralmente em outubro**) estabelecendo as análises químicas e suas metodologias, fazendo a divulgação às empresas atuantes no setor, enviando/disponibilizando uma Ficha de Inscrição.

PARTICIPAÇÃO NO PROGRAMA

- As empresas interessadas em participar do Programa Interlaboratorial Anual, selecionam as análises químicas de sua preferência, dentro da listagem apresentada na ficha de inscrição e preestabelecida pela coordenação em comum acordo com os participantes.

Nota: A empresa deve selecionar e cadastrar apenas as análises químicas que terá condições de realizar no período previsto (Ver calendário de atividades). A data limite não será modificada devido a falta de tempo para a realização das mesmas.

- Ao preencher a Ficha de Inscrição, a empresa deverá completar todos os campos apresentados, e indicando sua participação ou não nas análises químicas programadas, conforme orientação dada na própria ficha, ou seja, digitando respectivamente 1 ou 0 nos campos correspondentes da coluna cadastrar.
- A Ficha de Inscrição devidamente preenchida (todos os campos devem ser preenchidos) deve ser enviada, no período outubro-dezembro, à Coordenação do Programa: barbi@anda.org.br para se inscreverem no programa sendo assim cadastrados.
- As empresas devem fazer cadastramento entregando a Ficha de Inscrição e indicando um responsável pelo programa na empresa, bem como um substituto em suas eventuais ausências. Por questões de confidencialidade, somente o responsável pelo programa na empresa receberá uma senha para ter acesso a toda documentação gerada pelo programa e disponibilizada no Site da Anda na página Sala Programa Interlaboratorial (Protocolo; Ficha de Inscrição; Planilhas de Resultados; Relatórios de Avaliação; Erratas; Comunicações; Atas; etc.). Se houver alteração do responsável ou do substituto, ou ainda das análises inscritas no programa, a empresa deverá atualizar seu cadastro, enviando nova ficha de inscrição atualizada, caso contrário não terá acesso ou não receberá a documentação pertinente.
- Toda empresa que efetuar sua inscrição no programa interlaboratorial, concorda com os termos, bem como com a sistemática do programa apresentada neste protocolo.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

- Com base nas fichas de inscrição recebidas, são estabelecidos os produtos e quantidades necessárias para a preparação das amostras necessárias a serem distribuídas aos participantes.
- A Coordenação solicita aos participantes produtos específicos comercializados pelas empresas do setor, moídos passando em peneiras adequadas, e providencia a preparação, utilizando processo de mistura já estabelecido, garantindo a homogeneidade do material a ser envazado, de dois materiais para cada análise química, os quais são distribuídos pela Coordenação, a cada dois meses, em cinco ocasiões (fevereiro, abril, junho, agosto e outubro).
- Produtos: Mistura NPK; Rocha Fosfatada; Superfosfato Simples; Fosfato Bicálcico; Mix de Micro Nutrientes e Contaminantes - Matérias Prima; Boro - Matéria Prima; Óxidos de Cobre; Óxido de Manganês; Óxido de Zinco e Ácido Fosfórico.

VALORES PROGRAMADOS

- Informações referentes aos produtos específicos, fornecidas pelos fabricantes e recebidas pela coordenação, são tomadas como base para a apresentação de “Valores Programados”, os quais devem ser utilizados apenas como referência na tomada de amostras para realização das análises, quando pertinentes.

HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DAS AMOSTRAS

- A Coordenação estabeleceu, com base em estudos prévios e materiais similares fornecidos para o programa, um processo de preparação das amostras constituído pela moagem (definindo a granulometria) e procedimento de mistura, para a preparação das amostras a serem distribuídas aos participantes, garantindo assim a homogeneidade e estabilidade das mesmas durante a execução do programa.
- Para a realização dos testes de homogeneidade e estabilidade forma utilizadas, respectivamente as referências, The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report - International Union Of Pure And Applied Chemistry) e ISO Guide 35: 2006 - Reference Materials - General and Statistical Principles for Certifications.
- Os participantes ao receberem as amostras a serem analisadas, devem se certificar que as mesmas se apresentem com aspecto homogêneo, antes de realizar as análises químicas, ou seja:
 - **se a amostra for sólida** ela deve se apresentar em pó, finamente dividido e com aspecto visual homogêneo. Caso ela não se apresente homogênea, **diferentes granulometrias, segregação, com presença de grumos, aglomeração ou empedramento**, que se formaram no intervalo de tempo entre o envasamento e a abertura do frasco para a realização das análises, o participante deverá trabalhar esse material, moendo e homogeneizando toda a quantidade recebida até que todo o material passe na peneira indicada, antes de retirar as alíquotas da amostra para análise.
 - **se a amostra for líquida** (suspensão ou emulsão) ela deve se apresentar homogênea. Caso ela não se apresente homogênea, **com sedimentação, ou separação de fases**, o participante deverá trabalhar esse material, agitando o recipiente com a quantidade recebida até que todo o material se apresente homogêneo, antes de retirar as alíquotas da amostra para análise.

PLANILHAS DE RESULTADOS

- Planilhas de Resultados a serem preenchidas e contendo instruções (que devem ser seguidas rigorosamente em suas instruções) são preparadas pela coordenação e disponibilizadas aos participantes, no site da Anda na página Sala Programa Interlaboratorial.

DATA LIMITE

- O Programa Interlaboratorial da ANDA consta de cinco (5) rodadas, exigindo que os prazos sejam cumpridos com certo rigor (período de dois meses), caso contrário, não haverá tempo físico para a realização das análises químicas previstas, bem como para a emissão de relatório apresentando a avaliação dos resultados.
- Portanto, uma **“Data Limite”** é estabelecida, em cada rodada, para que os participantes possam entregar as planilhas de resultados preenchidas após a realização das análises químicas.

Deve ficar claro que, a “Data Limite” não é a data na qual a planilha com os resultados deve ser enviada à Coordenação, mas sim a data a partir da qual a planilha de resultados, se enviada, não mais será considerada, uma vez que estará sendo iniciada a avaliação, a interpretação dos resultados, bem como a elaboração do relatório da rodada em questão. O calendário de atividades apresentado no item 7 estabelece o período para a realização das análises químicas.

ANÁLISES QUÍMICAS

- Os participantes devem realizar **duas determinações independentes** e apenas duas em cada um dos materiais do par recebido, nas análises químicas para as quais se cadastrou, de acordo com os métodos prescritos, conforme instruções fornecidas, preencher a planilha de resultados e enviar a mesma, **até a data limite** estabelecida, ao Consultor em Metrologia (jcolivieri@gmail.com), para avaliação dos dados.

ENVIO DAS PLANILHAS DE RESULTADOS PREENCHIDAS

- Os participantes quando do envio das planilhas de resultados **devem considerar imprevistos** como: ausências devido a reuniões, férias e outras; problemas com sinal da internet; demora do provedor; esquecimento de envio dos resultados; envio de resultados para outro destino, etc. e, portanto, se programar para que a entrega da planilha de resultados seja feita com uns dias de antecedência à data limite, de modo que, neste período, possa receber do consultor metrológico um email com a confirmação do recebimento, e se isto não ocorrer, possa ligar à ao consultor metrológico para verificar o problema, como acima mencionado.

CONFIRMAÇÃO DO RECEBIMENTO DAS PLANILHAS DE RESULTADOS

- Ao receber a planilha de resultados preenchida, o consultor em metrologia emite um email confirmando, individualmente, o recebimento das planilhas de resultados enviadas pelos participantes.
- ***Se o participante não receber o email de confirmação de recebimento de sua planilha de resultados, até a Data Limite, ele deve entrar em contato com o Consultor Metrológico pelo telefone (11) 5071 2307 ou (11) 2387 6134, para verificar o problema que possa ter ocorrido.***

AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS

- **Início da avaliação dos resultados.** O consultor inicia a avaliação dos resultados recebidos nas planilhas, no dia seguinte à **data limite** estabelecida.
- **Não serão consideradas** na avaliação e elaboração do relatório, as planilhas de resultados enviadas **após a Data Limite**, nem as planilhas de resultados de dois ou mais participantes que apresentarem resultados **exatamente iguais**.

RELATÓRIOS

- O consultor metrológico, após a avaliação e interpretação dos dados, elabora um relatório da rodada contendo as estatísticas calculadas e um gráfico com a posição dos participantes, e encaminha a ANDA a qual **disponibiliza** o mesmo para as empresas participantes. O relatório indica as empresas cujos laboratórios obtiveram resultados considerados dispersos, ou seja, resultados que se afastam

significativamente dos demais e apresenta comentários quanto ao provável motivo do desvio, indicando ações corretivas direcionadas ao eventual problema em questão.

AÇÕES CORRETIVAS

- A Coordenação solicita aos laboratórios, que não apresentaram desempenho satisfatório, que detectem o eventual problema, tomem uma ação corretiva, e que repitam as análises químicas, se necessário, para verificarem se suas ações corretivas foram eficazes.
- Um relatório preliminar é apresentado em reunião pré-estabelecida conforme calendário de atividades e após esta reunião a coordenação aguardará, dentro de um período de duas semanas, por informações e comentários dos participantes para eventuais alterações pertinentes. O relatório final de cada rodada é então emitido, não mais sendo possível a realização de eventuais alterações mesmo que pertinentes.

Portanto, solicitamos aos participantes mesmo que não presentes nas reuniões, fiquem atento ao calendário de atividades do programa (item 7), de modo a não serem eventualmente prejudicados, principalmente quanto à emissão do Certificado de Desempenho, certificado este que demonstra a qualidade dos trabalhos do laboratório da empresa.

- Anualmente são realizadas seis reuniões, uma em fevereiro para distribuição das amostras e as demais a cada dois meses (abril, junho, agosto, outubro e dezembro), para a apresentação dos relatórios emitidos em cada rodada e distribuição das amostras das rodadas subsequentes.

CONTESTAÇÕES

- É comum que participantes de um programa interlaboratorial, ao receberem o relatório preliminar com a avaliação dos resultados, percebam que: cometeram erros; enganos; transcrições erradas; trocas de resultados; lançamento dos resultados incorretos na planilha; não preencheram alguma célula, etc..
- Geralmente procuram detalhar o que realmente aconteceu e solicitam então, ao Coordenador do programa, que faça as alterações e correções necessárias, considerando o “fato explicado”, refazendo os cálculos com os novos dados, “agora corretos”, de tal forma que com tal correção seus erros não apareçam no relatório final. Porém, tal fato explica, mas não justifica tais não conformidades.
- A Coordenação **não faz correção** de valores para nenhum participante, independentemente do tipo de erro cometido. **O relatório do programa apresenta exatamente os resultados originais recebidos até a data limite estabelecida, detectando, registrando e mostrando os laboratórios com seus eventuais problemas.** Cabe aos participantes **registrarem suas ações corretivas**, documentando tais fatos, demonstrando assim sua preocupação na melhoria da qualidade de suas medições, anexando tais registros ao relatório em questão.

CERTIFICADO DE DESEMPENHO

- Adotando um critério próprio, previamente estabelecido pelo plenário, em reuniões do Comitê Técnico da Qualidade ANDA, a Coordenação elabora, ao término de cada

programa anual, um Certificado de Desempenho que é enviado às empresas que demonstraram qualidade e confiabilidade metrológica em suas medições.

- A obtenção de um Certificado de Desempenho, conforme o Critério Anda, indica a qualidade dos trabalhos do laboratório na realização das análises químicas, mostrando que seus resultados são compatíveis com os resultados obtidos pelos demais laboratórios atuantes na área e se apresentam dentro de variabilidades aceitáveis demonstrando que o mesmo as executa com competência e confiabilidade metrológica.
- Empresas que não apresentarem planilhas de resultados em três rodadas consecutivas ou não, poderão ser automaticamente descadastrados do programa.

Nota Importante: O atendimento do acima descrito no item 6 - Planejamento é muito importante e faz parte da qualidade dos trabalhos do participante.

COORDENAÇÃO: Quem Coordena o PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

A Coordenação de programas interlaboratoriais vem sendo feita pela ANDA – Associação Nacional para Difusão de Adubos, a cerca de quarenta e cinco (45) anos. Para tal, conta com o apoio da Administração da ANDA, de um Coordenador do Comitê Técnico da Qualidade e de Consultoria externa em Metrologia:

- Secretaria da ANDA: Irene Barbi
Email: barbi@anda.org.br - Tel: (11) 3218 2807 – Fax: (11) 3214 2831
- Coordenador do Comitê Técnico da Qualidade: Prof. Arnaldo A. Rodella
Email: aarodell@usp.br - Tel: (19) 3343 7665
- Consultor em Metrologia: M.Sc. Engº. Químico José Carlos Olivieri.
Email: jcolivieri@gmail.com - Tel: (11) 2387 6134 - (11) 5071 2307

Portanto:

- Dúvidas, informações e esclarecimentos com respeito à participação no programa, como: ficha de inscrição; alteração de dados cadastrais; entrega/disponibilização de planilhas de resultados; entrega/disponibilização de relatório de cada rodada; entrega/disponibilização de amostras; erratas; Atas, etc., devem ser enviadas a Irene Barbi, na secretaria da ANDA, para serem esclarecidas. Email: barbi@anda.org.br .
- Dúvidas, informações e esclarecimentos com respeito à preparação das amostras, sua homogeneização, valores de referência das amostras, bem como quanto aos métodos de análises químicas utilizados, devem ser enviadas ao Prof. Arnaldo A. Rodella, para serem esclarecidas. Email: aarodell@usp.br .
- Dúvidas, informações e esclarecimentos com respeito às técnicas estatísticas utilizadas para a avaliação dos resultados; elaboração do relatório, recebimento de planilhas preenchidas, interpretação dos resultados, bem como a emissão do Certificado de Desempenho ao término do programa, devem ser enviadas ao M.Sc. Eng. José Carlos Olivieri, para serem esclarecidas. Email: jcolivieri@gmail.com .

PROGRAMAÇÃO: Que produtos, análises químicas e métodos de análises são programados no PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Atualmente o Programa Interlaboratorial da ANDA contempla os seguintes produtos, análises químicas e métodos de análises químicas utilizados da IN 3/2015 (sujeito a alterações conforme decisões do Comitê Técnico da Qualidade):

Produto: Mistura NPK

N - Total - Macrométodo Liga de Raney, Oficial - %
N - Total - Micrométodo Liga de Raney, Oficial - %
K₂O - Fotometria de Chama, Oficial - %
P₂O₅ - Água + Citrato Direto "Quimociac", Oficial - %
P₂O₅ - Água + Citrato Direto Colorimétrico, Oficial - %
B Total - Colorimetria Azometina, Oficial - %
Zn Total - Absorção Atômica, Oficial - %
Zn Total - Colorimetria Zincon - %
Cu Total - Absorção Atômica, Oficial - %
Mn Total - Absorção Atômica, Oficial - %

Produto: Superfosfato Simples

Umidade - %
Água Livre - %
Acidez Livre - % H₃PO₄
S Total - Cloreto de Bário, Oficial - %

Produto: Mix Micro - Matéria Prima

Zn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %
Zn Sol. Ac.Citr. 2% - Absorção Atômica - %
Cu Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %
Cu Sol. CNA (1+1)-Absorção Atômica, Oficial - %
Mn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %
Mn Sol. CNA (1+1)-Absorção Atômica, Oficial - %

Produto: Mix Micro - Matéria Prima

Pb - Absorção Atômica - mg/kg ou ppm
Cd - Absorção Atômica - mg/kg ou ppm
Cr - Absorção Atômica - mg/kg ou ppm
Hg - Absorção Atômica - mg/kg ou ppm
As - Absorção Atômica - mg/kg ou ppm

Produto: Boro Matéria Prima

B Total - Volumetria Manitol, Oficial - %
B Total - Colorimetria Azometina, Oficial - %
B Sol. Ac.Citr. 2%-Colorim. Azometina, Oficial - %

Produto: Rocha Fosfatada

P₂O₅ Total - "Quimociac", Oficial - %
P₂O₅ Total - Colorimétrico, Oficial - %
P₂O₅ - Ácido Cítrico 2% "Quimociac", Oficial - %
P₂O₅ - Ácido Cítrico 2% Colorimétrico, Oficial - %
CaO Total - EDTA, Oficial; - %
CaO Total - Absorção Atômica, Oficial; - %
MgO Total - Absorção Atômica, Oficial - %
Fe₂O₃ Total - Absorção Atômica, Oficial - %
Al₂O₃ Total - Absorção Atômica - %
F Total - Eletrodo Seletivo - %

Produto: Fosfato Bicálcico

CaO Total - EDTA, Oficial; - %
CaO Total - Absorção Atômica, Oficial; - %
P Total - "Quimociac", oficial - %
P Total - Colorimétrico, Oficial - %

Produto: Óxido de Cobre

Cu Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %

Produto: Óxido de Manganês

Mn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %

Produto: Óxido de Zinco

Zn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %

Produto: Ácido Fosfórico

P₂O₅ Total - "Quimociac", Oficial - %
P₂O₅ Total - Colorimétrico, Oficial - %
SO₄- Total - Turbidimetria - %
Fe Total - Absorção Atômica, Oficial - %
F Total - Eletrodo Seletivo - %

PARTICIPANTES: Quem são, atualmente, os participantes do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Atualmente o Programa Interlaboratorial da ANDA conta com a participação de noventa e um (91) laboratórios cadastrados constituídos por empresas sócias efetivas e correspondentes da ANDA, universidades, institutos, fundações, etc..

Qualquer empresa pode participar do Programa Interlaboratorial da ANDA, e para tal basta contatar a Coordenação Administrativa do Programa.

Mais detalhes no link "**INFORMAÇÕES**"

CERTIFICADO DE PROFICIÊNCIA: Como demonstrar a qualidade dos trabalhos do laboratório?

Emissão de certificado de proficiência

A Associação Nacional para Difusão de Adubos - ANDA, com a finalidade de estimular a participação em Programas Interlaboratoriais, e ainda com o intuito de reconhecer o esforço e a dedicação destes laboratórios, associado à qualidade de seus trabalhos, estabeleceu um critério para a emissão de um certificado de proficiência.

O critério utilizado pela ANDA, para a emissão de um certificado de proficiência aos laboratórios que participam efetivamente do "Programa Interlaboratorial de Metodologia de Análise", aprovado em 1998, revisado anualmente e mais recentemente, em reunião de outubro de 2017, é o seguinte:

A obtenção de um Certificado de Proficiência, conforme o critério Anda, indica a qualidade dos trabalhos do laboratório na realização das análises químicas, mostrando que o mesmo as executa com competência e confiabilidade metrológica, demonstrando ainda, que seus resultados são compatíveis com os resultados obtidos pelos demais laboratórios atuantes na área e se apresentam dentro de variabilidades aceitáveis.

Critério ANDA para emissão de Certificado de Proficiência - 2018

- **Programa Interlaboratorial:** O Programa Interlaboratorial de Metodologias de Análises de Fertilizantes da Associação Nacional para Difusão de Adubos – ANDA é realizado anualmente e consta do envio de cinco remessas, de pares de amostras de referência, nos meses de fevereiro, abril, junho, agosto e outubro.
- **Análises Químicas:** As seguintes análises químicas foram selecionadas pela Coordenação visando a emissão de Certificado de Proficiência:
 - Para a Mistura NPK :** N - Total - Macrométodo Liga de Raney, Oficial; N - Total - Micrométodo Liga de Raney, Oficial; P₂O₅ - Água + Citrato Direto "Quimociac", Oficial; P₂O₅ - Água + Citrato Direto Colorimétrico, Oficial; K₂O - Fotometria de Chama, Oficial; B Total - Colorimetria Azometina, Oficial; Zn Total - Absorção Atômica, Oficial; Zn Total - Colorimetria Zincon, Oficial; Cu Total - Absorção Atômica, Oficial; Mn Total - Absorção Atômica, Oficial.
 - Para a Rocha Fosfatada:** P₂O₅ Total - "Quimociac", Oficial; P₂O₅ Total - Colorimétrico, Oficial; P₂O₅ - Ácido Cítrico 2% "Quimociac", Oficial; P₂O₅ - Ácido Cítrico 2% Colorimétrico, Oficial; CaO Total - EDTA, Oficial; CaO Total - Absorção Atômica, Oficial; MgO Total - Absorção Atômica, Oficial; Fe₂O₃ Total - Absorção Atômica, Oficial; Al₂O₃ Total- Absorção Atômica; F Total - Eletrodo Seletivo.
 - Para o Super fosfato Simples:** S total – Método simplificado do cloreto de bário, Oficial.
 - Para o Fosfato Bicálcico:** P Total - "Quimociac", Oficial; P Total - Colorimétrico, Oficial; CaO Total - EDTA, Oficial; CaO Total - Absorção Atômica, Oficial.
 - Para o Mix Micro Matéria-Prima:** Zn Total - Absorção Atômica, Oficial; Zn Sol.Ac.Citr.2% - Absorção Atômica, Oficial; Cu Total - Absorção Atômica, Oficial; Cu Sol. CNA (1+1) - Absorção Atômica, Oficial; Mn Total - Absorção Atômica, Oficial; Mn Sol. CNA (1+1) - Absorção Atômica, Oficial.
 - Para o Boro Matéria-Prima:** B Total - Volumetria Manitol, Oficial; B Total - Colorimetria Azometina; B Sol. Ac. Citr.2% - Colorimetria Azometina H, Oficial.
 - Para os Óxidos:** Cu Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - % ; Cu Sol. CNA (1+1) - Absorção Atômica, Oficial - %; MnSol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - % ; Mn Sol. CNA (1+1) - Absorção Atômica, Oficial - % ; Zn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %; Zn Sol. Ac. Cítrico 2% - Absorção Atômica, Oficial - %
 - Para o Ácido Fosfórico:** P₂O₅ Total - "Quimociac", Oficial; P₂O₅ Total - Colorimétrico, Oficial ; SO₄- Total - Turbidimetria; Fe Total - Absorção Atômica, Oficial; F Total - Eletrodo Seletivo.
- **Atribuição do Pontos:** A atribuição de pontos, para as análises acima estabelecidas, durante o ano em vigência, será realizada de acordo com a avaliação feita com base na elipse de confiança aceitável. Fica estabelecida a seguinte pontuação:

0	(zero)	Não houve participação
+	40 (quarenta)	Participantes que apresentaram resultados fora da Elipse de Confiança Aceitável.
o	100 (cem)	Participantes que apresentaram resultados dentro da Elipse de Confiança Aceitável.
- **Nota Final:** A nota final a ser atribuída, a cada laboratório, para cada análise, após as cinco rodadas durante o ano em vigência, é a soma dos pontos dados na avaliação de resultados de cada rodada, dividida por cinco (5).

Obs: No caso em que o material distribuído for considerado heterogêneo, em uma das cinco remessas, os laboratórios participantes recebem pontuação máxima nas análises realizadas, independentemente do posicionamento na elipse de confiança. Se o material distribuído for considerado heterogêneo, em mais do que uma das cinco remessas, não será emitido o Certificado de Proficiência para as análises químicas em que este fato ocorrer.
- **Certificado de Proficiência:** O Certificado de Proficiência será fornecido à empresa que, após avaliação final tiver nota maior ou igual a 85.

A COORDENAÇÃO

CADASTRO: Como participar do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Àqueles que desejarem se inscrever no Programa Interlaboratorial da ANDA, podem efetuar seu cadastro preenchendo uma Ficha de Inscrição conforme o formulário abaixo e enviando à Secretaria da ANDA.

Solicitar, via email, a Ficha de Inscrição atualizada para a Secretaria da ANDA: Irene Barbi-email: barbi@anda.org.br.

FICHA DE CADASTRAMENTO - A N D A
PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA

Razão Social Atual da Empresa:

Unidade (Unidade): Código (*):

Responsável:

Email:

Telefone:

Substituto:

Email:

Telefone:

(* Se estiver participando pela primeira vez, deixe o código em branco.
Na coluna cadastrar, indicar com S (Sim) ou N (Não) quanto a sua participação nos materiais/análises químicas/metodologias abaixo apresentadas.

Enviar este arquivo preenchido para barbi@anda.org.br, até: 30/11

Material	Análise Química/Metodologia	Cadastrar
Mistura NPK	N Total Macrométodo Liga Raney, Oficial - %	
	N Total, Micrométodo Liga Raney, Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Água+Citrato "Quimociac", Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Água+Cittrato Colorimétrico, Oficial - %	
	K ₂ O Fotometria de Chama, Oficial-%	
	B Colorimetria Azometino, Oficial - %	
	Zn Absorção Atômica, Oficial - %	
	Zn Total - Colorimetria Zincon, Oficial - % (S)	
	Cu Absorção Atômica, Oficial - %	
	Mn Absorção Atômica, Oficial - %	
Rocha Fosfatada	P ₂ O ₅ , Total "Quimociac", Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Total Colorimétrico, Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Acido Cítrico 2% "Quimociac", Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Acido Cítrico 2%, Colorimétrico, Oficial - %	
	CaO EDTA, Oficial - %	
	CaO Absorção Atômica, Oficial - %	
	MgO Absorção Atômica, Oficial - %	
	Fe ₂ O ₃ Absorção Atômica, Oficial - %	
	Al ₂ O ₃ Absorção Atômica, Oficial - %	
	F Eletrodo Seletivo - %	
SuperFosfato Triplo	Umidade - %	
	Água Livre - %	
	Acidez Livre - %H ₂ PO ₄	
	S Total - método simplificado do cloreto de bário, Oficial - %	
Fosfato Bifosfórico	CaO Total - EDTA, Oficial - %	
	CaO Total - Absorção Atômica, Oficial - %	
	P Total "Quimociac", Oficial - %	
Mix Micro	P Total Colorimetria, Oficial - %	
	Zn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %	
	Zn Sol. Ac. Citr. 2% - Absorção Atômica - %	
	Cu Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %	
	Cu Sol. CNA (1+1) - Absorção Atômica, Oficial - %	
Mix Micro Contaminantes	Mn Sol. HCl - Absorção Atômica, Oficial - %	
	Pb Absorção atômica - mg/kg	
	Cd Absorção atômica - mg/kg	
	Cr Absorção atômica - mg/kg	
	As Absorção atômica - mg/kg	
Boro Matéria Prima	Hg Absorção atômica - mg/kg	
	B Sol. HCl - Volumetria Nantol Oficial - %	
	B Sol. HCl - Colorim. Azometina, Oficial - %	
	B Sol. Ac. Citr. 2% Colorim. Azometina, Oficial - %	
Óxido de Cobre	Cu Absorção Atômica - %	
Óxido de Manganês	Mn Absorção Atômica - %	
Óxido de Zinco	Zn Absorção Atômica - %	
Acido Fosfórico	P ₂ O ₅ , Total "Quimociac", Oficial - %	
	P ₂ O ₅ , Total Colorimetria, Oficial - %	
	SO ₄ , Total Turbidimetria. - %	
	Fe Total Absorção Atômica Oficial - %	
	F Total Eletrodo Seletivo - %	

SUGERIR OUTRAS ANÁLISES QUÍMICAS DE INTERESSE A SEREM INCLuíDAS NO PI ANDA 2014

MATERIAL	Elemento a ser analisado e método de análise	Cadastrar

QUANDO UTILIZAR LABORATÓRIO TERCEIRIZADO INFORMAR:

Razão Social da Empresa:

Cidade (Unidade):

Responsável:

Email:

Telefone:

Data:

A Empresa ao se cadastrar no PI ANDA, concorda com os termos do Protocolo ANDA.

Nome do Responsável pela Empresa Junto ao Pro:

Qualquer alteração da Ficha Cadastral, durante a realização do programa, informar a ANDA pelo email: barbi@anda.org.br.

Este formulário é apenas ilustrativo.

O Formulário atualizado para o Programa atual poderá ser solicitado à Administração.

INTERPRETAÇÃO DE RESULTADOS: Meus resultados foram satisfatórios? Como vou receber as informações da coordenação do programa para saber se eles são satisfatórios, ou se tenho que realizar melhorias em meu sistema de medição?

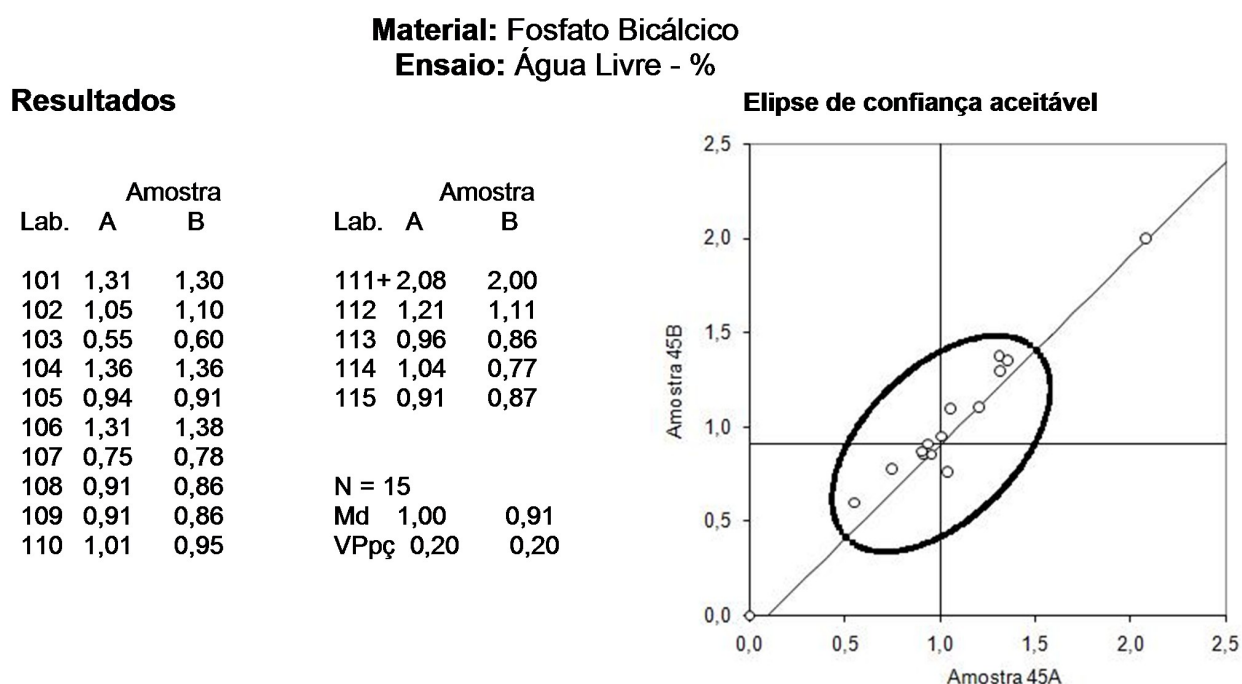
A interpretação de resultados é feita de modo muito simples, apresentando os resultados do grupo em uma tabela, estatísticas e um gráfico contendo uma região de confiança aceitável que é mostrada por uma elipse.

Cada laboratório, que enviou um par de resultados (A,B) à coordenação, é representado neste gráfico por um ponto. Se o ponto representativo do laboratório estiver dentro da elipse então seu desempenho é satisfatório, caso contrário ele apresenta desvios, do tipo aleatório ou sistemático, que são apresentados nos comentários e cujas causas podem e devem ser detectadas.

Em função do posicionamento do ponto, referente ao laboratório, podemos inferir uma eventual causa de desvios significativos, que são mostrados pelos pontos fora da elipse, indicando se são erros de caráter sistemáticos ou aleatórios.

Exemplo:

É apresentado na figura 1 a seguir a avaliação dos resultados de Água Livre - %, em Fosfato Bicálcico de um programa interlaboratorial para compatibilização de resultados, segundo o critério da Elipse de Confiança Aceitável.



Comentários

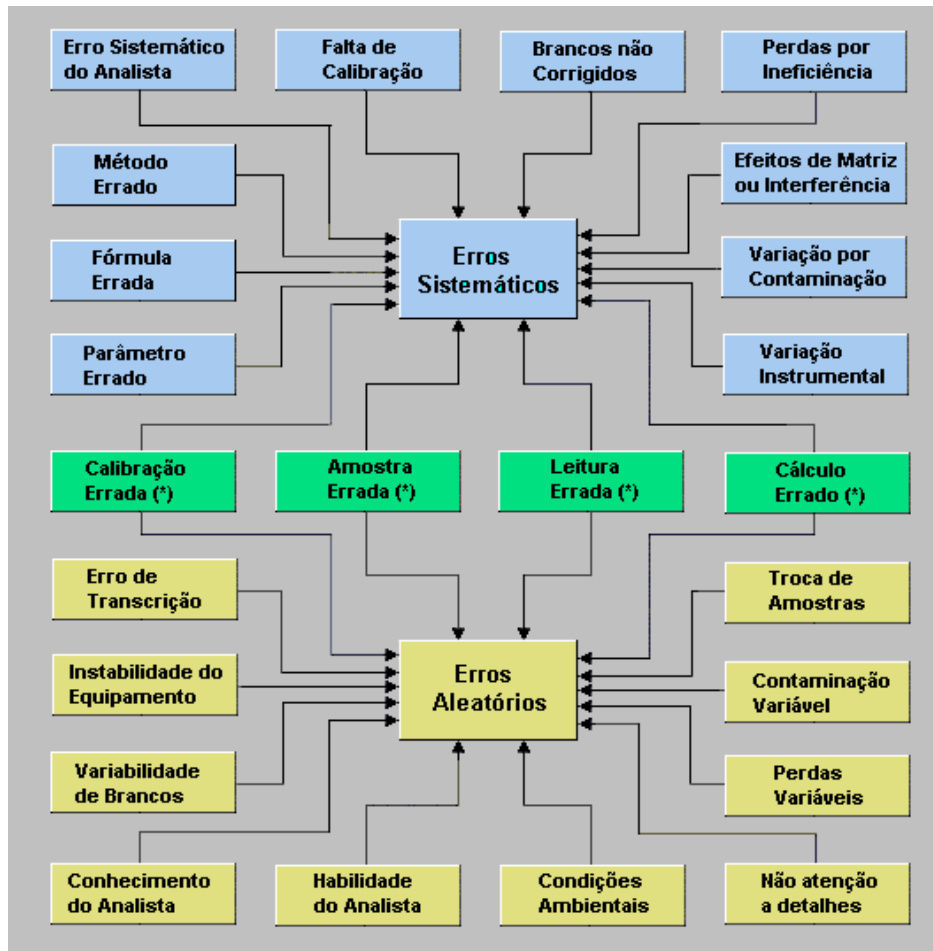
Laboratórios: 111. Erro Sistemático.

Figura 1 - Elipse de confiança Aceitável

São fornecidos, também, comentários específicos aos laboratórios que não se compatibilizaram, segundo este critério, de modo a fornecer informações para direcionar as ações corretivas a serem tomadas.

Muito provavelmente o laboratório codificado como Lab. 111 vem cometendo este desvio de caráter sistemático nas análises que vem realizando em seu dia a dia.

O laboratório em questão deve utilizar as informações fornecidas pelos comentários e utilizar a Figura 2 – Fontes de Erros, para verificar as prováveis causas responsáveis pelo desvio apresentado.



(*) As fontes de erros indicadas com um asterisco podem ser aleatórias ou sistemáticas, dependendo da forma como tais erros foram cometidos.

Figura 2 - Fontes de erros

Após a eventual detecção do problema e tomada de ações corretivas pertinentes, o laboratório deverá repetir as análises e verificar se seu novo posicionamento, utilizando o par de resultados obtidos, se situa dentro ou fora da elipse apresentada.

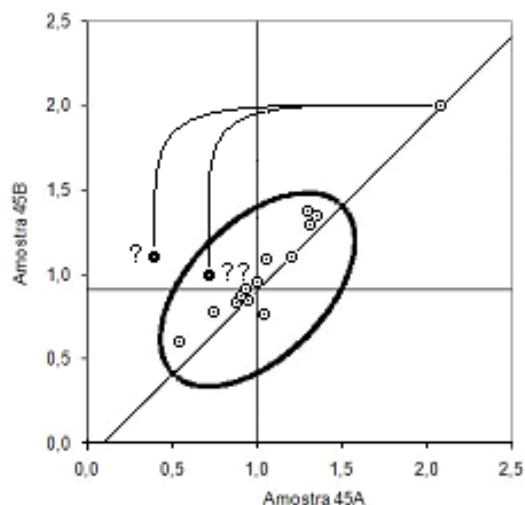
Dependendo da ação corretiva tomada, os resultados da repetição podem se posicionar agora dentro da elipse de confiança (??), ou ainda, continuar a cair fora de elipse de confiança (?), conforme figura 3 a seguir.

Material: Fosfato Bicálcico
Ensaio: Água Livre - %

Resultados

Lab.	Amostra		Lab.	Amostra	
	A	B		A	B
101	1,31	1,30	111+	2,08	2,00
102	1,05	1,10	112	1,21	1,11
103	0,55	0,60	113	0,96	0,86
104	1,36	1,36	114	1,04	0,77
105	0,94	0,91	115	0,91	0,87
106	1,31	1,38			
107	0,75	0,78			
108	0,91	0,86			
109	0,91	0,86			
110	1,01	0,95			
			N =	15	
			Md	1,00	0,91
			VP _{pc}	0,20	0,20

Elipse de confiança aceitável



Comentários

Laboratórios: 111. Erro Sistemático.

Figura 3 – Elipse de Confiança: Novo posicionamento após ação corretiva

Se o ponto representativo do laboratório, após a repetição, ainda estiver fora da elipse (?), então sua ação corretiva não foi eficaz e o laboratório deverá então reavaliar sua sistemática de trabalho passo a passo procurando eventuais falhas em seus procedimentos (metodologias, equipamentos e analistas).

Se o ponto representativo do laboratório, após a repetição, estiver dentro da elipse (??), sua ação corretiva foi eficaz e nas próximas remessas, com certeza o laboratório deverá apresentar seus resultados compatibilizados com os demais.

Cabe ao laboratório, conforme orientações da Norma ISO/IEC 17025 – “General Requirements For The Competence of Testing and Calibration Laboratories”, identificar os problemas, tomar as ações corretivas pertinentes e documentá-las. Este documento deverá ser anexado ao Relatório do Programa Interlaboratorial, como evidência objetiva de melhoria contínua em seu sistema de medição.

INFORMAÇÕES: Como obter maiores informações a respeito do PROGRAMA INTERLABORATORIAL ANDA?

Para maiores informações, contatar:

ANDA ASSOCIAÇÃO NACIONAL PARA DIFUSÃO DE ADUBOS

Praça Dom José Gaspar, 30 – 9º andar – São Paulo – 01047-901 – Tel.: (11) 3218 2807 – Fax (11) 3214-2831

A COORDENAÇÃO