

EPTIS

A nova base de dados europeia de esquemas de ensaios de aptidão para laboratórios analíticos

J. M. F. NOGUEIRA, C. A. NIETO DE CASTRO

NUM MUNDO CADA VEZ MAIS COMPETITIVO, a qualidade representa definitivamente um papel decisivo na credibilidade dos laboratórios analíticos. Neste contexto, o desempenho dos mesmos deve ser sistematicamente demonstrado através da participação em esquemas de ensaios de aptidão, coordenados por intermédio de entidades organizadoras independentes, que estabelecem as regras de execução e de interpretação dos resultados e desta forma, avaliam a competência técnica dos laboratórios analíticos.

A base de dados EPTIS, pretende fundamentalmente criar um importante elo de ligação entre todos os potenciais laboratórios participantes e os organizadores de esquemas de ensaios de aptidão, assim como sistematizar toda a informação europeia disponível.

Introdução

Na actual era da qualidade, qualquer laboratório analítico que pretenda ser acreditado tem de demonstrar periodicamente que desempenha o mais correctamente possível as funções a que se propõe, podendo desta forma evidenciar maior credibilidade e competitividade com a mais directa concorrência. Assim, os laboratórios que efectuem análises de rotina, devem ser alvo de uma verificação regular da rastreabilidade dos métodos assim como da competência dos analistas envolvidos.

Uma forma pertinente de avaliar o desempenho dos laboratórios analíticos consiste na participação em estudos interlaboratoriais. No entanto e apesar de muito úteis, o número de participantes envolvidos, por vezes inferior a dez,

não é estatisticamente consistente podendo introduzir distorções na avaliação dos resultados.

De acordo com o guia ISO 43, define-se esquemas de ensaios de aptidão (PTS: "proficiency testing schemes"), como sendo comparações interlaboratoriais organizadas regularmente e destinados a avaliar a competência dos laboratórios assim como do pessoal analítico. A grande maioria dos PTS operam no campo da química analítica sobretudo em ensaios ambientais e alimentares, mas também no domínio da física e da tecnologia em geral, sendo concebidos, executados e avaliados por organizadores privados e institutos governamentais. Consistem genericamente na distribuição continua de amostras aos vários laboratórios participantes, no sentido de serem efectuadas análises a diversos parâmetros, recorrendo para tal aos métodos analíticos que usualmente adoptam ou previstos pelo organizador.

Há basicamente dois tipos de PTS, que são os destinados a verificar a competência de um dado grupo de laboratórios para efectuar uma análise muito específica (ex. chumbo no ar) e os destinados a julgar a competência dum laboratório numa determinada área ou numa técnica analítica em particular (ex. análise vestigial de metais por espectrofotometria de absorção atómica).

Independentemente do tipo, os PTS são habitualmente organizados numa sequência de passos bem definidos, sendo o "z-score" ($z = (x - V) / D$) o sistema de classificação mais amplamente utilizado para avaliação da competência dos laboratórios, consistindo no cálculo da razão entre a diferença do valor

medido (x) com o valor verdadeiro (V) de um dado parâmetro e o correspondente desvio padrão (D).

Neste contexto, houve necessidade de desenvolver uma nova base de dados, fundamentalmente para conhecer todo o tipo de PTS organizados ao nível europeu, com o intuito de qualquer laboratório analítico ter a possibilidade de participar em circuitos apropriados, podendo desta forma criar condições para uma avaliação mais consistente da respectiva competência a custo reduzido.

A base de dados EPTIS

Desde a década de oitenta que a Comissão Europeia, através do programa de Normas, Medições e Ensaios – SMT (1994-1998), tem vindo a financiar diversos tipos de projectos de investigação e desenvolvimento relacionados por exemplo, com a implementação dos materiais de referência certificados (CRM's) e de novos métodos de medida, bem como na tentativa do levantamento de informação relativa aos PTS em alguns estados membros. As principais conclusões retiradas até então, foi a inexistência de informação suficiente em sintonia com as necessidades da procura, a utilização de sistemas diferenciados de avaliação por parte dos organizadores dos países em questão, bem como uma limitada participação internacional. Foi no sentido de colmatar todas as deficiências constatadas, que se elaborou e desenvolveu uma base de dados relativa aos PTS, acessível via Internet e sem restrições aos potenciais utilizadores, capaz de sistematizar toda a informação europeia.



figura 1 Países participantes na construção da base de dados EPTIS.

A base de dados EPTIS (European Proficiency Testing Information System) disponível em inglês, foi justamente desenvolvida numa acção concertada dos coordenadores nacionais dos PTS de dezasseis países europeus, nomeadamente, Alemanha, Áustria, Bélgica, Dinamarca, Espanha, Finlândia, França, Grécia, Holanda, Irlanda, Itália, Noruega, Portugal, Reino Unido, Suécia e Suíça. Esta acção foi financiada pela Comissão Europeia ao abrigo do programa de Normas, Medições e Ensaios (SMT) – 4.º Programa Quadro (Contrato SMT4-CT98-8002) como é apresentado na figura 1 e teve o apoio da "European co-operation for Accreditation" (EA), da "European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories" (EUROLAB) e da "Analytical Chemistry in Europe" (EURACHEM).

A implementação da EPTIS (ORACLE Database – EURING), cujo logotipo é reproduzido na figura 2, contém informação relativa aos organizadores de PTS que operam regularmente na União Europeia em vários campos de verificação, nomeadamente química analítica, física e tecnologia em geral, tendo sido coordenada pela BAM (Federal Institute for Materials Research and Testing – Alemanha) entre 1998 e 2000. Desde 1 de Março de 2000, que toda a informação relativa aos PTS europeus pode ser consultada na Internet, através do endereço <http://www.eptis.bam.de/>, sendo o acesso gratuito. A estrutura da EPTIS possibilita desta forma a pesquisa relativa aos PTS europeus, tendo toda a informação sido disponibilizada pelos correspondentes organizadores e baseada

num questionário uniforme em sintonia com o guia ISO / IEC 43-1.

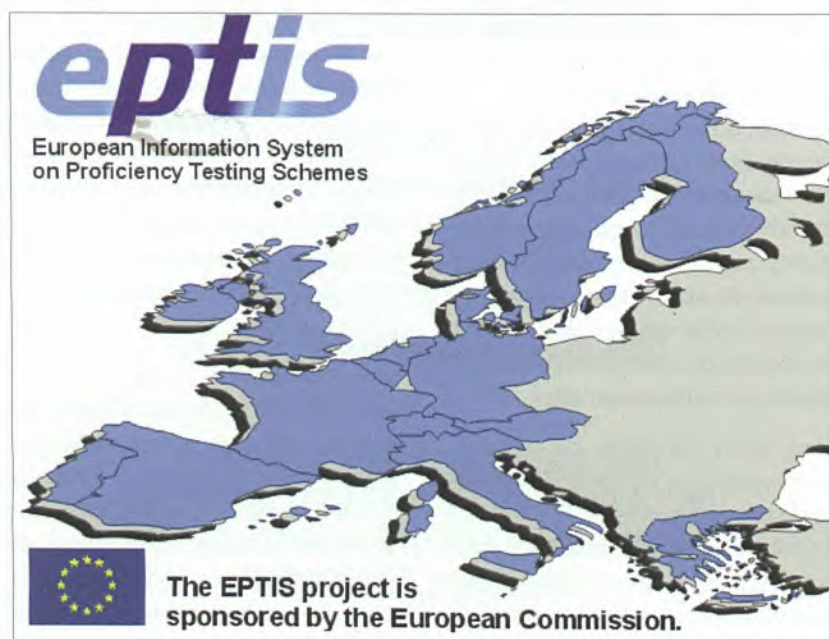
O acesso à base de dados é de fácil manipulação, podendo a consulta ser efectuada aos grupos de produtos e/ou aos campos de verificação de cada país envolvido. Por exemplo, se a escolha do país for Alemanha, o produto for água e o campo de verificação for química analítica, surgem todos os PTS organizados por entidades alemãs (ex. AQS–Leitstelle Bayern), assim como a designação (ex. "Intercomparison No. 3 – Herbicides"), objectos testados (ex. água de consumo humano), propriedades testadas (ex. atrazina), métodos de ensaio (ex. HPLC) e normas adoptadas (ex. DIN 38407). Neste contexto, a informação base relativa a cada PTS demonstra ser uma ferramenta de consulta de grande utilidade para todos os laboratórios analíticos.

A figura 3 reproduz o número de PTS contabilizados em cada país europeu envolvido na concepção e desenvolvimento da base de dados EPTIS. Os 670 PTS actualmente disponíveis são organizados por 248 fornecedores de diferentes tipos de laboratórios, instituições públicas e privados, organismos e corpos de acreditação de dezasseis países europeus. Os correspondentes 520 objectos teste subdividem-se em 52 grupos de produtos, sendo os cinco

mais importantes: comida e bebida (210), águas (134), solos, lamas e locais contaminados (66), agricultura (58) e materiais de construção, agentes acessórios e produtos de construção (54). Distribuem-se por 25 campos de verificação, sendo os principais: química analítica (444), protecção/condições ambientais (207), microbiologia (85), avaliação de materiais (80) e física (30). Globalmente, a base de dados EPTIS inclui 1.120 propriedades testadas, 334 métodos de ensaio e 552 normas.

Informação complementar, relativa às características de qualidade observadas nos PTS organizados na Europa está igualmente disponível na EPTIS, fundamentalmente no que diz respeito às condições requeridas para participação, à documentação e sistemas de gestão da qualidade, à caracterização dos objectos teste, à análise dos resultados dos ensaios e avaliação dos laboratórios, assim como à troca de informação entre o organizador e os respectivos participantes, possibilitando igualmente o acesso ao contacto dos correspondentes fornecedores envolvidos para esclarecimentos adicionais. A base de dados propõe igualmente as características de qualidade a que têm de obedecer os PTS em ensaios no futuro, em sintonia com o guia ISO 43.

figura 2 Logotipo referente à base de dados EPTIS.



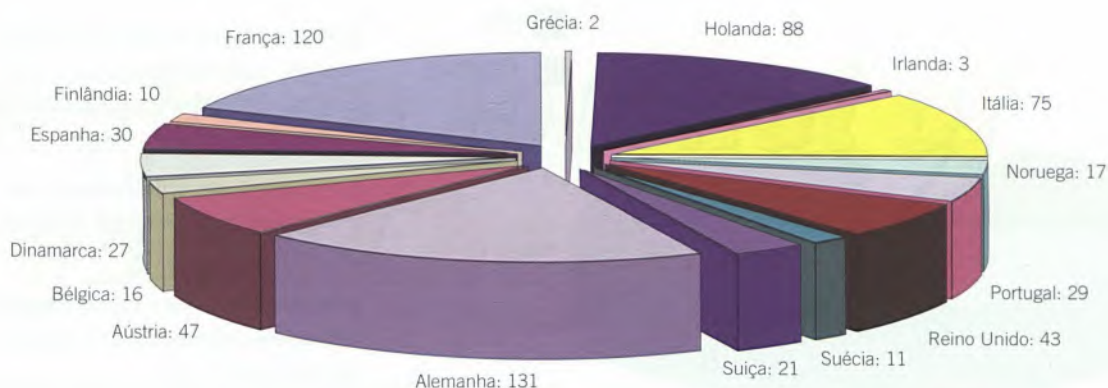


figura 3 Relação do número de PTS organizados em cada país europeu envolvido no desenvolvimento da base de dados EPTIS.

Foi com este objectivo que se elaborou a EPTIS, tendo sido já divulgada na base de dados CORDIS da União Europeia, na secção relativa aos projectos de investigação e desenvolvimento, estando a actualização sistemática, o alargamento a outras áreas de ensaio e a outros países igualmente prevista no futuro.

A base de dados EPTIS representa assim uma poderosa ferramenta para pesquisa de todo o tipo de ensaios de comparação na Europa, enquadrando-se claramente no conceito de harmonização da Comissão Europeia, promovendo igualmente acordos comerciais tanto no espaço europeu como entre a Europa e o resto do mundo.

Situação nacional

Portugal participou no desenvolvimento da base de dados EPTIS através do Departamento de Química e Bioquímica da FCUL (coordenador nacional dos PTS), tendo numa primeira fase efectuado um inquérito exaustivo.

A recolha de toda a informação nacional, evidenciou a existência efectiva de quatro organizadores de PTS, nomeadamente, o Instituto Português da Qualidade (IPQ), a Rede de Laboratórios Acreditados (RELACRE), a Associação da Indústria Papeleira (CELPA) e o Instituto Nacional de Saúde Dr. Ricardo Jorge (INSRJ). Como é reproduzido na figura 4, verifica-se a existência de vinte e nove PTS, sendo vinte e dois organizados pelo IPQ (76,0%), cinco pela RELACRE (17,0%), um pela CELPA (3,5%) e um pelo INSRJ (3,5%).

No Serviço de Acreditação do IPQ, os produtos testados distribuem-se nos materiais de construção, agentes acessórios e produtos de construção, revestimento e tratamento de superfícies, componentes eléctricos / electrónicos, dispositivos e equipamento, engenharia de fluidos, comida e bebida, gás, laboratório e equipamento científico, instrumentos de medição, solos, lamas e locais contaminados e águas. Os Ensaio de Comparação Interlaboratorial da RELACRE, distribuem os produtos testados nos componentes eléctricos / electrónicos, dispositivos e equipamento, comida e bebida, instrumentos de medição, pasta e papel, solos, lamas e locais contaminados, têxtil e vestuário e águas. O Protocolo CELPA / pastas da CELPA, contempla necessariamente os PTS relativos à pasta e papel, enquanto as Análises Médicas do INSRJ os enquadra na tecnologia de cuidados de saúde.

Desta forma, os PTS que actualmente são organizados no território nacional, enquadram-se em termos dos campos de verificação na acústica, química analítica, electrotecnia e electrónica, emissão de gases e vapores, protecção ambiental, dinâmica de fluidos, geologia, avaliação de materiais, mecânica, análises médicas, ensaios de materiais não destrutivos, física, amostragem e termodinâmica. Toda a informação nacional referente à base de dados EPTIS inclui, 29 objectos teste, 53 propriedades testadas, mais de 7 métodos de ensaio e 18 normas.

A maioria dos PTS nacionais os quais se iniciaram na década de oitenta, adoptam genericamente normas e alguns evidenciam intenção na validação dos métodos de ensaio, sendo a execução efectuada semestral / anualmente. Somente participação nacional está envolvida o qual é por vezes obrigatória por imposição legal e em certos casos os participantes são responsáveis pelo pagamento dos custos associados aos PTS.

Os sistemas de gestão da qualidade são baseados no guia ISO / IEC 43, sendo de realçar a existência de grupos de aconselhamento para a supervisão de cada PTS e a garantia da confidencialidade dos mesmos.

Do inquérito efectuado, constatou-se igualmente que os valores atribuídos às quantidades testadas são geralmente determinados de diversas formas, nomeadamente, pelo processo de preparação (ex. valor pesado,...), por medições de um laboratório seleccionado rastreável a referências estabelecidas, pelos resultados de diversos laboratórios seleccionados e também através dos resultados dos participantes nos PTS. A incerteza, porém, é determinada de acordo com o guia ISO GUM, guia EA-4/02 ou através do desvio padrão dos resultados (incerteza tipo A). A distribuição dos objectos teste é usualmente administrada em cadeia e/ou estrela (ex. materiais de referência, soluções

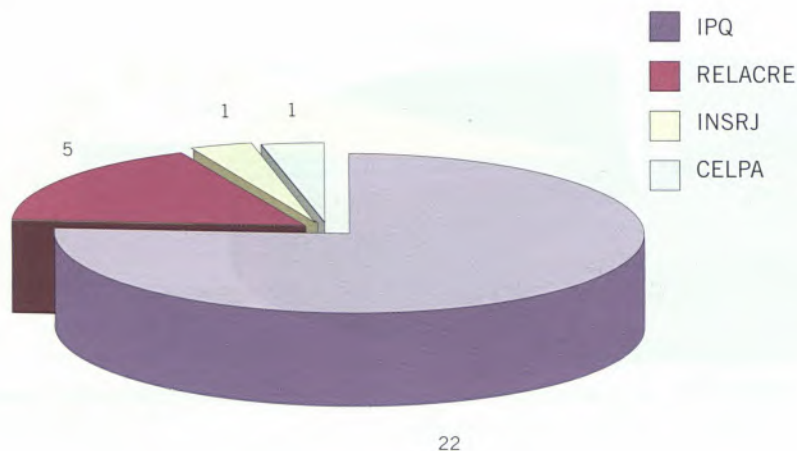


figura 4 Entidades organizadoras e número de PTS nacionais.

calibrantes e padrões) e a estabilidade e homogeneidade dos mesmos é sempre estudada. A análise estatística dos resultados nos PTS nacionais está genericamente de acordo com o descrito na literatura ou através de normas e são em certos casos usados procedimentos de robustez, no sentido de minimizar a influência de valores anómalos.

Os critérios ou seriações estatísticas usadas na avaliação dos laboratórios são sobretudo o "z-score", sendo o desempenho considerado satisfatório quando é obtido um valor compreendido entre -3 e 3. O período no qual os laboratórios participantes apresentam os resultados pode ir desde as duas às dezasseis semanas e a entrega posterior dos correspondentes relatórios por parte dos organizadores, onde toda a informação é compilada, está geralmente compreendida entre um e três meses.

Recomenda-se desta forma, uma consulta integral e mais aprofundada da base de dados EPTIS, para uma visualização mais ampla de toda a informação relativa aos PTS organizados quer a nível nacional quer europeu.

A divulgação alargada desta nova base de dados, fundamentalmente a laboratórios analíticos interessados em participar e a todos os organizadores de PTS, torna-se assim indispensável no sentido da melhoria da qualidade da medição na Europa.

Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa

Departamento de Química e Bioquímica
Centro de Ciências Moleculares e Materiais

Campo Grande Ed. C8 – 3.º Piso
1749-016 Lisboa
nogueira@fc.ul.pt
ccastro@fc.ul.pt

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Dr. M. Golze (BAM) toda a coordenação efectuada e o financiamento da Comissão Europeia (Contrato: SMT4-CT98-8002).

Referências

- Analytical Methods Committee, "Proficiency Testing of Analytical Laboratories – Organisation and statistical assessment", *Analyst* 117 (1992) 97.
- Analytical Methods Committee, "Robust Statistics – How not to reject outliers. Part 1: Robust Statistics", *Analyst*, 114 (1989) 1693.
- Analytical Methods Committee, "Robust Statistics – How not to reject outliers. Part 2: Inter-laboratory trials", *Analyst* 114 (1989) 1699.
- CD/ISO 13528. "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons", ISO, Geneva, 1998.

E. Prichard, *Quality Assurance for Chemical Analysis – QUACHA training course book*, EUR Report, 19088 EN, European Commission, Brussels – Belgium, 1998.

E. Prichard, *Quality in the Analytical Chemistry Laboratory*, John Wiley & Sons Ltd, UK, 1995.

European Co-operation for Accreditation of Laboratories guidance (EA-2/03) *Interlaboratory Comparisons*, 1996.

European Co-operation for Accreditation of Laboratories guidance (EA-4/02) – *Expressions of the Uncertainty of Measurements in Calibration*, 1999.

ISO & CEI & OIML & BIPM & IUPAC & IFCC & IUPAP. "Guide to the expression of uncertainty in measurement", International Organisation for Standardisation, 1992.

ISO & IUPAC & AOAC. "The International Harmonised Protocol for the proficiency testing of (chemical) analytical laboratories", ISO/REMCO n. 231, Geneva, 1992.

ISO/IEC Guide 43-1, *Proficiency testing by interlaboratory comparison – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes*, 1997.

J.M.F. Nogueira, C.A. Nieto de Castro, L. Cortez, *EPTIS: The New European Database of Proficiency Testing Schemes for Analytical Laboratories*, *Trends Anal. Chem.*, (2001), aceite para publicação.

J.M.F. Nogueira, C.A. Nieto de Castro, *Relatório sobre os Ensaios de Aptidão de Âmbito Nacional*, 1.º Congresso Nacional da Qualidade, Lisboa – Portugal, 2000.

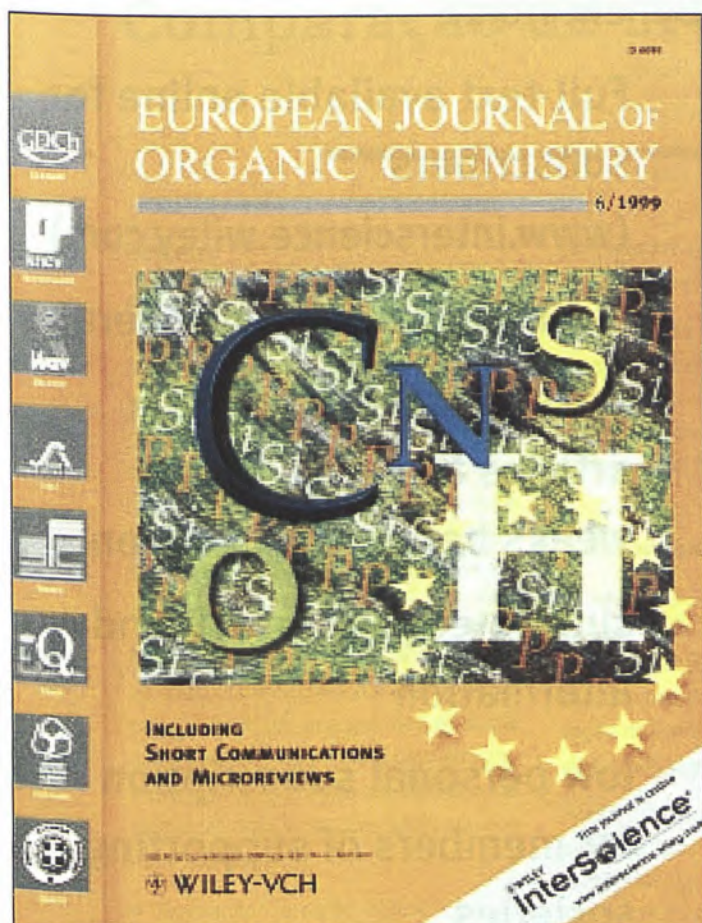
M. Golze, *Information Network and Qualifying Criteria for Proficiency Testing Schemes*, Final Report, STM4-CT98-8002, BAM, 2001.

Ph. Quevauviller, *The BCR framework: 25 years of quality measurement within the European Union*, *Trends Anal. Chem.*, 18 (1999), 302.

R.E. Lawn, M. Thompson and R.F. Walker, *Proficiency Testing in Analytical Chemistry*, The Royal Society of Chemistry, UK, 1997.

W.P. Cofino, in: *Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry*, H. Günzler (Ed.), 209-227, 1996.

European Journal of Organic Chemistry



Benefit from:

- Full-text available online for subscribers (www.interscience.wiley.com)
- strong international coverage
- faster publication times: articles available online weeks before print edition
- cutting-edge research and information
- low personal subscription rate for members of supporting societies

**doubled publication frequency:
24 issues from 2000**

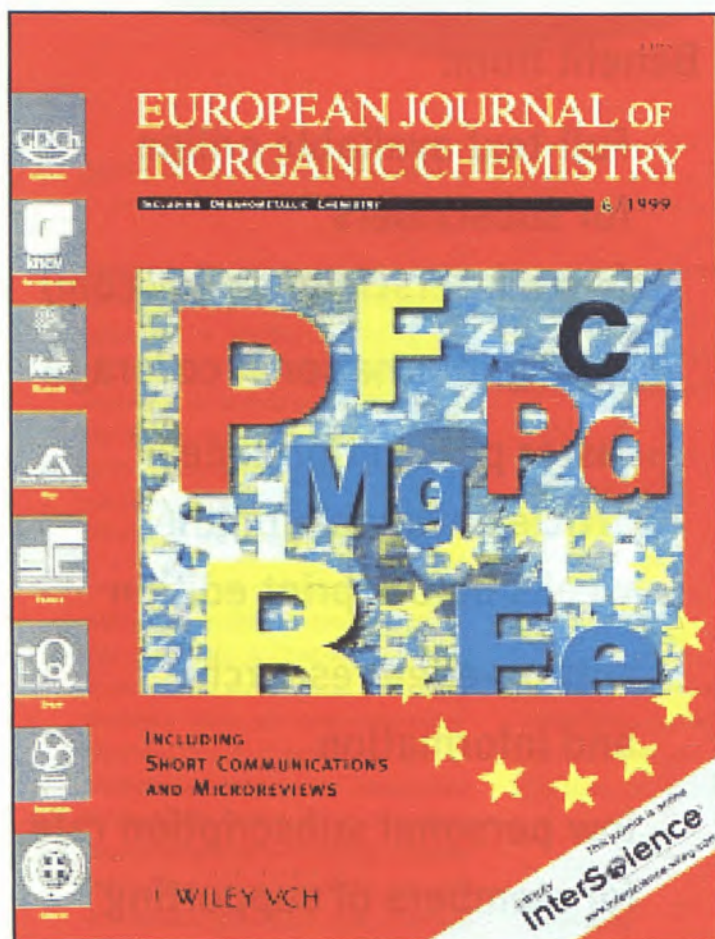
supported and owned by Chemical Societies from

B • D • E • F • GR • I • NL • P

To order please contact your society
or EJIC-EJOC@wiley-vch.de

 **WILEY-VCH**

European Journal of Inorganic Chemistry



Benefit from:

- Full-text available online for subscribers
(www.interscience.wiley.com)
- strong international coverage
- faster publication times:
articles available online
weeks before print edition
- cutting-edge research and
information
- low personal subscription rate
for members of supporting
societies

**12 % more pages
planned for 2000**

supported and owned by Chemical Societies from

B • D • E • F • GR • I • NL • P

To order please contact your society
or EJIC-EJOC@wiley-vch.de

 **WILEY-VCH**