

PROTOCOLO 003/2024

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES AMBIENTAIS



Matrizes: água bruta, água tratada e efluente industrial

Última atualização: 07/02/2024 – Edição 01

ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - PORTO ALEGRE – RS

CEP 91030-330 - FONE: (51) 2200-3988 - e-mail: interlab@redemetrologica.com.br

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA.....	3
2.	COORDENAÇÃO.....	3
3.	PARTICIPANTES	4
4.	CERTIFICADOS	4
5.	ITENS DE ENSAIO E RODADA	5
6.	PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO	7
7.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	8
8.	ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO	9
9.	ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO	10
10.	REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS	14
11.	CONFIDENCIALIDADE.....	15
12.	INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS.....	15
13.	INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO	15
14.	POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA.....	16
15.	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS.....	17
16.	AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO	19
17.	RELATÓRIOS DO PROGRAMA.....	20
18.	COMO SE INSCREVER.....	20
19.	CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2024.....	21
20.	REFERÊNCIAS NORMATIVAS	23
21.	PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA	23
22.	HISTÓRICO DE EDIÇÃO.....	23

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA

Este protocolo apresenta o programa denominado como “PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES AMBIENTAIS 2024”. A Rede Metrológica RS é acreditada pela Cgcre, cadastrada no EPTIS e segue as diretrizes da ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

Este programa foi estruturado, integralmente, com base nos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528. Existem vários propósitos típicos de ensaio de proficiência, conforme descrito na ABNT NBR ISO/IEC 17043. Listamos abaixo os principais objetivos deste PEP:

- avaliação de desempenho dos laboratórios para os ensaios propostos;
- identificação de problemas nos laboratórios que possam estar, por exemplo, relacionados aos métodos de ensaio, à eficácia do treinamento e a supervisão do pessoal ou à calibração de equipamentos;
- estabelecimento da eficácia de métodos de ensaio e da comparabilidade de resultados de ensaios;
- provimento de confiança adicional aos usuários dos resultados de ensaios;
- identificação de diferenças em ensaios;
- educação dos laboratórios participantes baseada nos resultados dessas comparações;

2. COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do grupo técnico de análises ambientais.

Integrantes do grupo técnico de análises ambientais:

Nome	Entidade	E-mail
Andréa dos Anjos	Conformità	contato@conformita-rs.com.br
Aline Alves	Corsan DECER	aline.alves@corsan.com.br
Patrícia Furtado		patricia.furtado@corsan.com.br
Aline Garcia	NSF Brasil	agarcia@nsf.org
Rodrigo Santos		rsantos@nsf.org
Eliane Lemos Santos	Corsan DEAL	eliane.lemos@corsan.com.br

CESAMA
1709/2024

Página 37 de 164

Lucilena Monteiro	CNEN/IPEN	luciremo@uol.com.br
Ricardo Zimmer*	Zimmer Gestão e Desenvolvimento	ricardo@zimmergestao.com.br
Filipe Albano	IPR	filipe.albano@pu.rs.br
Fernanda Amarante	Hidrobrasil	laboratorio@hidrobrasil.com
Michele Beza		controlededequalidade@hidrobrasil.com

* Responsável pelo GT

Contatos:

Vinícius Silveira Almeida (Gerente Técnico) – interlab@redemetrologica.com.br

Verônica Fantinel (Analista da Qualidade) – bonus@redemetrologica.com.br

Lauren Ramos (Gerente da Qualidade) – qualidade@redemetrologica.com.br

3. PARTICIPANTES

O [programa de ensaio de proficiência em análises ambientais](#) da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes de ensaios que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site www.redemetrologica.com.br link Interlaboratoriais, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes por bloco será de 12 e o máximo será de 150. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

4. CERTIFICADOS

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (via sistema) a todos os participantes.

Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho, em pdf, evidenciando o desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação via e-mail à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório. Este certificado possui um custo adicional de R\$ 20,00.

5. ITENS DE ENSAIO E RODADA

O programa de ensaio de proficiência em análises ambientais será realizado, em 2024, em 06 rodadas e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Critério de aceitação CV _{interno}	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
BLOCO A (Metais TOTAIS – sem refrigeração) – 02 rodadas				
Alumínio	mg de Al/L	0,100 – 2,000	5%	Água tratada (frasco 500mL – Amostra concentrada (com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 1L).
Antimônio	mg de Sb/L	0,001 - 0,005		
Arsênio	mg de As/L	0,010 – 0,100		
Bário	mg de Ba/L	0,200 – 2,000		
Berílio	mg de Be/L	0,020 - 0,200		
Cádmio	mg de Cd/L	0,005 – 0,500		
Cálcio	mg de Ca/L	30 – 150		
Chumbo	mg de Pb/L	0,0100 – 0,1000		
Cromo	mg de Cr/L	0,050 – 0,500		
Ferro	mg de Fe/L	0,20 – 2,00		
Magnésio	mg de Mg/L	1,50 – 20,00		
Manganês	mg de Mn/L	0,100 – 0,500		
Níquel	mg de Ni/L	0,050 – 0,500		
Potássio	mg de K/L	0,25 – 5,00		
Selênio	mg de Se/L	0,001 – 2,000		
Sódio	mg de Na/L	10,0 – 100,0		
Zinco	mg de Zn/L	0,100 – 0,500		
Boro	mg de B/L	0,500 – 4,000		Efluente industrial (frasco 500mL – Amostra concentrada com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 1L).
Cobalto	mg de Co/L	0,1000 – 2,0000		
Cobre	mg de Cu/L	0,500 – 5,000		
*Estanho	mg de Sn/L	0,10 - 5,00		
Estrôncio	mg de Sr/L	0,100 – 2,000		
Lítio	mg de Li/L	0,100 – 2,000		
Molibdênio	mg de Mo/L	0,500 – 5,0000		
Urânio	mg de U/L	0,500 – 3,000		
Vanádio	mg de V/L	0,100 – 2,000		
Prata	mg de Ag/L	0,001 - 0,100		Água tratada (frasco 200mL – Amostra concentrada com volume de aproximadamente 200mL para recuperação 500mL).

BLOCO B (Íons – Com refrigeração) – 02 rodadas**

Bromato	mg BrO ₃ /L	0,01 - 1,00	5%	Água tratada (frasco 200mL – Amostra concentrada com volume de aproximadamente 200mL para recuperação 2L)
Brometo	mg Br ⁻ /L	0,01 - 1,00		
*Clorato	mg ClO ₃ ⁻ /L	0,05 – 0,7		
Cloreto	mg Cl ⁻ /L	1,00 - 50,00		
*Clorito	mg Cl O ₂ ⁻ /L	0,01 - 0,7		
Fluoreto	mg F ⁻ /L	0,30 – 3,00		
Fosfato – P	mg P-PO ₄ ³⁻ /L	0,10 – 1,00		
Nitrato – N	mg N-NO ₃ ⁻ /L	1,50 – 20,0		
Nitrito – N	mg N-NO ₂ ⁻ /L	0,10 - 2,00		
Sulfato	mg SO ₄ ²⁻ /L	1,00 – 50,00		

BLOCO C (Com refrigeração) – 02 rodadas

DQO	mg de O ₂ /L	30 – 500	5%	Água tratada (frasco 500mL – Amostra concentrada (com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 2L + 1L – conforme instruções).
Fósforo total	mg de P/L	0,2 – 2,0	10%	
Nitrogênio amoniacal	mg de N/L	2,0 – 10,0	5%	
*Nitrogênio Total (Nit; orgânico + Nit. Amoniacal) I	mg de N/L	2,0 – 10,0	5%	
Mercurio	mg de Hg/L	0,00100 – 0,01000	10%	Água tratada (frasco 200mL – Amostra concentrada com volume de aproximadamente 200mL para recuperação 500mL).
Surfactantes	mg de MBAS/L	0,300 – 3,000	20%	Água tratada (frasco 500mL – Amostra concentrada (com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 2L).
DBO ₅	mg de O ₂ /L	50 – 500	20%	Água tratada (frasco 500mL – Amostra concentrada (com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 2L).
Fenóis	mg de Fenóis/L	0,003 – 3,000	10%	Água tratada (frasco 500mL – Amostra concentrada (com volume de aproximadamente 500 mL para recuperação 2L).

*Cromo Hexavalente	mg de Cr/L	0,010 - 0,100	15%	Água tratada (frasco 200mL – Amostra concentrada com volume de aproximadamente 200mL para recuperação 500mL)
Alcalinidade	mg de CaCO ₃ /L	5 - 40	5%	Água Bruta (frasco 1.750mL)
Condutividade à 25°C	µS/cm	60 - 600	5%	
Cor aparente	mg Pt-Co/L	2 – 150	10%	
*Cor verdadeira	mg Pt-Co/L	2 – 150	10%	
Dureza	mg de CaCO ₃ /L	15 - 350	5%	
pH	-	2 - 10	5%	
Turbidez	NTU	5 – 70	5%	

*parâmetro fora do escopo de acreditação.

As análises propostas deverão ser realizadas em triplicata, devendo constar o registro dos três resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados. O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP (via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

6. PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO

Preparação: os itens de ensaio serão preparados a partir da utilização de água tratada, água bruta, efluente industrial e padrões, no Laboratório NSF Brasil (R. Palermo, 257 - Parque Índio Jari, Porto Alegre - RS, 94480-775). A obtenção da água tratada é realizada no Laboratório Corsan DECER (Av. Eng. Irineu Carvalho Braga, 3100B - Bairro Fátima, Canoas - RS, 92200-380). A água bruta é coletada pelo laboratório NSF Brasil nas instalações do Laboratório Central de Águas – DEAL da Corsan. O efluente industrial é coletado pela Corsan DECER. Todas as coletas e produção de água são serviços providos externamente.

O preparo das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do grupo técnico da área. Os analitos de interesse serão preparados no laboratório NSF Brasil pelo responsável do GT, Ricardo Zimmer (que não faz parte de nenhum laboratório participante do programa) e adicionados às amostras de água bruta, água tratada e efluente industrial, quando

aplicável. Os barriletes serão homogeneizados e após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados.

Controle de qualidade: com o objetivo de garantir que os itens de ensaio permaneçam homogêneos e estáveis durante este ensaio de proficiência, será feita a avaliação da homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio durante o período da realização deste programa por meio de ensaios realizados por um laboratório acreditado na ABNT NBR ISO/IEC 17025 e análises estatísticas de tais dados que serão realizadas pela gerência da Rede Metrológica RS, conforme as diretrizes da “ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison”.

A água tratada utilizada para preparo dos itens de ensaio será de condutividade inferior a 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$. As amostras do bloco A são preservadas com ácido nítrico, com $\text{pH} < 2$. As amostras do bloco C são preservadas, conforme cada parâmetro, de acordo com a recomendação do SMWW, 24ed. Estes dados ficam registrados nos FR 85 (Blocos A e C) e FR 117 (Bloco B). Na ficha de instruções técnicas, encaminhada por e-mail, é descrita de forma detalhada a preservação realizada para cada parâmetro.

Armazenamento e distribuição: Os itens de ensaio do bloco A são mantidos em temperatura ambiente, enquanto os itens dos blocos B e C serão mantidos em refrigeradores, para posterior distribuição conforme o cronograma de cada rodada.

7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade ou estabilidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Os testes de homogeneidade e estabilidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência.

Os laboratórios que irão realizar os ensaios em questão são:

Eurofins | Ambiental Rio Claro – CRL 0267 – R. Vinte e Um, 470 - Estádio, Rio Claro – SP - Blocos A e C;

Hidrolab – CRL 1362 – Rua Ary Dias Ferreira, 260 – Niterói – Canoas / RS – Bloco B;

LABSATC – CRL 1440 – Rua Pascoal Meller, 73 – Universitário – Criciúma / SC – Blocos A e C.

Os laboratórios citados acima são provedores de serviços externos e realizam os ensaios conforme as metodologias previstas como equivalentes para o EP em questão, disponíveis na seção **escolha do método de ensaio**.

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida pela gerência técnica da Rede Metrológica RS. A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade e estabilidade é a **ISO 13528** - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma **ABNT NBR ISO/IEC 17043**. Os detalhes sobre a parte estatística do PEP estão no RM85.

8. ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

Em data previamente determinada será realizado o envio e cada laboratório receberá em suas instalações as amostras para análise dos itens de ensaio. Este envio será realizado mediante a contratação de serviços de transporte com esta finalidade. Os custos de transporte já estão incluídos no valor da inscrição.

Em data definida previamente pelo provedor o laboratório deve receber as amostras e manter as mesmas em condições de caixa (sem abrir as mesmas e sem acrescentar gelo) para garantir que as condições de transporte e armazenamento sejam as mesmas para todos os laboratórios participantes da rodada de comparação. O objetivo é garantir que as alterações nas amostras, caso ocorram, não tenham diferenças significativas entre os laboratórios.

Após recebimento das amostras o laboratório deverá conferir e preencher o formulário FR-75 Controle de recebimento de amostras, de acordo com as instruções da rodada, que estará disponível em link online informado previamente. Caso o laboratório não envie nenhuma informação sobre as condições de recebimento, a Coordenação do EP irá considerar que os itens de ensaio chegaram em condições adequadas.

9. ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

Os participantes do programa de ensaio de proficiência em análises ambientais 2024 devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticos **sugeridos e equivalentes** para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
BLOCO A – ÁGUA TRATADA	
Alumínio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit; Espectrofotometria
Antimônio	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: forno de grafite
Arsênio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: chama, geração de vapor ou Forno de grafite. Colorimétrico.
Bário	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Cromatografia Iônica.
Berílio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama
Cádmio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit; Fotometria de chama.
Cálcio	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica – Chama; Titulométrico; Fotometria chama.
Chumbo	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit.
Cromo	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite. Espectrofotométrico; Colorimétrico; Fotometria chama.
Ferro	ICP: OES ou MS; Colorimétrico: Absorção molecular por Ortofenantrolina ou kit; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Espectrofotométrico;

	Fotometria de chama.
Magnésio	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: chama ou forno de grafite; Colorimetria; Espectrofotometria Cromatografia Iônica;
Manganês	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit. Espectrofotométrico; Fotometria chama.
Níquel	ICP: OES ou MS; Colorimétrico: kit Hach ou Dimetilglioxima; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Espectrofotométrico; Fotometria de chama.
Potássio	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: chama ou forno de grafite; Fotometria chama; Cromatografia Iônica; Colorimetria: kit; Espectrofotometria.
Selênio	ICP: OES ou MS Absorção Atômico: forno de grafite
Sódio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Cromatografia Iônica; Fotometria de chama.
Zinco	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit. Espectrofotométrico; Fotometria chama.
BLOCO A – EFLUENTE INDUSTRIAL	
Boro	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama; Colorimétrico; Espectrofotometria
Cobalto	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: chama ou forno de grafite; Colorimétrico
Cobre	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite; Colorimétrico: kit; Espectrofotometria
**Estanho	ICP: OES e MS;

	Absorção atômica – Geração de Hidretos
Estrôncio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou Forno de grafite.
Lítio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica: Chama ou forno de grafite; Colorimétrico: kit; Espectrofotometria
Molibdênio	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: chama ou forno de grafite; Colorimétrico
Urânio	ICP: OES ou MS. Absorção atômica: Chama
Vanádio	ICP: OES ou MS. Absorção atômica: Chama
BLOCO A – ÁGUA TRATADA	
Prata	ICP: OES ou MS; Absorção Atômica: chama ou forno de grafite; Colorimetria.
BLOCO B – ÁGUA TRATADA	
Bromato	Cromatografia Iônica
Brometo	Cromatografia Iônica
**Clorato	Cromatografia Iônica
Cloreto	Titulométrico: Nitrato de prata ou Nitrato de mercúrio; Potenciométrico – Nitrato de prata; Cromatografia Iônica; Íon Seletivo; Espectrofotometria; Colorimétrico
**Clorito	Cromatografia Iônica
Fluoreto	Cromatografia Iônica; Íon seletivo; Potenciométrico; Colorimétrico SPADNS; Espectrofotometria.
Fosfato – P	ICP: OES ou MS; Colorimétrico: Kit ou Ácido ascórbico ou de Fluxo contínuo ou Espectrofotometria de Abs. Molecular. Espectrofotométrico; Cromatografia Iônica
Nitrato – N	Colorimétrico: fenoldissulfônico ou Salicilato de Sódio ou Coluna de Cádmio; Espectrofotometria: UV ou UV ou Varredura espectrofotométrica UV; Cromatografia Iônica; Íon Seletivo.

Nitrito – N	Espectrofotometria; Cromatografia Iônica; Íon Seletivo; Colorimétrico.
Sulfato	Turbidimetria; Cromatografia Iônica; Gravimétrico; Espectrofotometria; Colorimétrico; ICP: OES ou MS
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
DQO	Colorimétrico refluxo fechado; Titulométrico refluxo fechado Titulométrico refluxo aberto. Espectrofotométrico.
Fósforo total	ICP: OES ou MS; Colorimétrico: Kit ou Ácido ascórbico ou de Fluxo contínuo ou Espectrofotometria de Abs. Molecular; Espectrofotometria
Nitrogênio amoniacal	Colorimétrico: Nesslerização; kit ou Fenato ou Espectrofotometria UV; Titulométrico: Potenciométrico; Íon seletivo; Cromatografia Iônica; Eletrométrico.
**Nitrogênio Total	Colorimétrico: Nesslerização; kit ou Fenato ou Espectrofotometria UV; Titulométrico: Potenciométrico; Íon seletivo; Eletrométrico.
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
Mercúrio	ICP: OES ou MS; Absorção atômica – Geração de Hidretos ou Vapor a frio/geração de hidreto; Amalgamação; Fluorescência.
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
Surfactantes	Colorimétrico ou Colorimétrico Kit. Espectrofotometria
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
DBO ₅	Teste DBO 5 dias; Respirométrico
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
Fenóis	Espectrofotométrico com extração com clorofórmio; Colorimétrico – aminoantipirina; Cromatografia Iônica.
BLOCO C – ÁGUA TRATADA	
**Cromo Hexavalente	Espectrofotométrico;

CESAMA

1709/2024

Página 47 de 164

	Colorimétrico; Cromatografia Iônica.
BLOCO C – ÁGUA BRUTA	
Alcalinidade	Titulométrico: com ácido sulfúrico ou Acidimetria; Potenciométrico; Eletrométrico.
Condutividade à 25°C	Condutivimétrico
Cor aparente	Comparação Visual
Cor aparente	Espectrofotométrico/Colorimétrico; Espectrofotométrico Tristímulos.
**Cor verdadeira	Espectrofotométrico/Colorimétrico; Espectrofotométrico Tristímulos.
Dureza	ICP: OES ou MS; Titulométrico: EDTA
pH	Potenciométrico; Eletrométrico
Turbidez	Nefelométrico; Turbidimétrico.

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, este será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo grupo técnico do programa na área análises ambientais, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

10. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via site em um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada participante receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o participante deverá entrar no portal que será informado pela Rede, visando manter a confidencialidade do processo.

Em caso de dúvida entrar em contato com a coordenação do EP até a data estipulada para envio de resultados no cronograma.

11.CONFIDENCIALIDADE

A Rede Metrológica RS se compromete em assegurar a confidencialidade quanto às informações identificadas pelos participantes. Os resultados de cada participantes serão apresentados no relatório de cada rodada através de um código/senha de identificação único. Apenas o laboratório terá acesso a este código e deverá mantê-lo em sigilo.

12.INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação, apelação ou sugestão sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de clientes disponível no *link* “Downloads” filtrar por Qualidade no site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaio de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrologica.com.br. O prazo para apelação é de 15 dias corridos após a emissão do relatório final. A Rede Metrológica RS tem como política avaliar, e em caso de procedência, atender todas as reclamações, apelações e sugestões.

Caso o participante apresente alguma perda, dano ou atraso nas amostras enviadas pelo provedor, deve entrar em contato por email em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito na comparação.

13.INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUÍO

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a fornecer uma falsa impressão otimista sobre suas capacidades. Fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiramente independentes não sejam apresentados. É fundamental que a participante analise criticamente seus resultados, verificando as informações nas instruções do programa e no site para envio de resultados. Embora seja recomendável que todas as medidas razoáveis sejam tomadas pelos coordenadores para

prevenir fraudes, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las. Cada laboratório participante deverá se comprometer a não compartilhar seus resultados com outros laboratórios, mantendo sigilo até o recebimento do relatório final.

O procedimento, caso o provedor suspeite de conluio ou falsificação, pode ser cancelar o parâmetro analítico ou excluir o laboratório da rodada de comparação. Caso haja a suspeita de conluio ou falsificação por parte dos laboratórios participantes, estes terão a oportunidade de se explicar antes de ser tomada qualquer decisão. Caso seja realmente evidenciado conluio e/ou falsificação, o laboratório será excluído do EP.

14. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As principais fontes de erros analíticos para este ensaio de proficiência são:

- Ensaio realizado fora do prazo estabelecido pelo PEP;
- Falta ou problemas de uso relacionados aos materiais de referência;
- Utilização de equipamentos não calibrados;
- Falta de treinamento dos analistas envolvidos;
- Problemas na diluição das amostras;
- Não cumprimento das orientações estabelecidas pelo PEP;
- Erro de unidade de medida;
- Problemas na diluição das amostras;

15. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

O método estatístico utilizado será o da **estatística robusta**. A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*). A análise dos dados será executada pela gerência técnica da Rede Metrológica RS. A análise estatística será realizada utilizando a norma ISO 13528 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

- A avaliação de desempenho será realizada através do Z-Score. Caso a incerteza do valor designado seja menor do que $0,3 \times \text{desvio padrão}$, a fórmula utilizada para avaliação será:

$$Z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Onde:

Z = Z-Score obtido pelo participante "i";

x_i = média aritmética dos resultados obtidos pelo participante "i";

x_{pt} = valor designado (média robusta);

σ_{pt} = desvio robusto.

- Caso a incerteza do valor designado seja maior do que $0,3 \times \text{desvio padrão}$, a fórmula utilizada será:

$$Z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

Onde:

Z' = Z'-Score obtido pelo participante "i";

x_i = média aritmética dos resultados obtidos pelo participante "i";

x_{pt} = valor designado (média robusta);

σ_{pt} = desvio robusto.

A avaliação dos laboratórios em relação a sua precisão é realizada através do Coeficiente de Variação Interno (CV_{Interno}). A fórmula e os critérios para interpretação dos resultados estão descritos a seguir:

- Fórmula para o Cálculo do CV_{Interno} :

$$CV_{\text{Interno}}(\%) = \frac{(s_{\text{Lab}})}{\bar{X}_{\text{Lab}}} \times 100\%$$

Onde: $\bar{X}_{\text{Lab}}$ é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

s_{Lab} Desvio padrão das vias do laboratório participante.

- Classificação dos Desempenhos dos participantes para precisão (repetitividade):

Se $CV_{\text{Interno}}(\%) < 10\%$ = Resultado Satisfatório

Se $CV_{\text{Interno}}(\%) \geq 10\%$ = Resultado Insatisfatório

Nota: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados.

Outras opções para designação do valor de referência (Desvio Padrão – Equação de Horwitz):

O valor do desvio padrão da rodada do EP (σ_{PT}) será determinado usando as equações de Horwitz, descritas a seguir. O valor a ser utilizado como referência no nível de concentração a ser utilizado na equação de Horwitz será obtido através do procedimento de estimativa do valor de consenso ou através de um valor designado por laboratório especialista (valor de amostras analisadas do lote produzido ou valor dos testes de homogeneidade realizados).

A seguir as equações que devem ser usadas conforme o nível de concentração do analito, sendo representado por sua fração mássica (c).

Quando $c < 1,2 \times 10^{-7}$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,22 \times c$$

Quando $1,2 \times 10^{-7} < c < 0,138$, utilizar (esta faixa é a mais usual):

$$\sigma_{PT} = 0,02 \times c^{0,8495}$$

Quando $c > 0,138$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,1 \times c^{0,5}$$

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS

CESAMA
1709/2024

Página 52 de 164

16. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

O desempenho de cada laboratório participante do Ensaio de Proficiência será avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor de consenso.

O Z-Score será reportado e os desempenhos dos participantes serão classificados como SATISFATÓRIO, QUESTIONÁVEL ou INSATISFATÓRIO, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = Resultado Satisfatório

Se $2 < |Z| < 3$ = Resultado Questionável

Se $|Z| \geq 3$ = Resultado Insatisfatório

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z-Score. A mesma lógica se aplica em caso de avaliação por Z'-Score.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por **consenso** será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 12 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada, assim como não será informado os dados de média e desvio robustos do parâmetro não avaliado.

O provedor após análise crítica dos resultados poderá não reportar avaliação de desempenho caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. A justificativa estará descrita nas considerações finais.

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS.

17. RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um relatório preliminar da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos participantes.

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet. O relatório final será enviado 10 dias corridos após o envio do relatório preliminar.

18. COMO SE INSCREVER

Os participantes que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Rede Metrológica RS, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

Valores por região	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Laboratórios do RS associados à RMRS	R\$ 3.000	R\$ 2.200	R\$ 3.300
Laboratórios do RS	R\$ 3.510	R\$ 2.575	R\$ 3.880
Laboratórios de SC, PR e Sudeste	R\$ 4.100	R\$ 3.100	R\$ 4.650
Laboratório região Centro-oeste	R\$ 4.300	R\$ 3.200	R\$ 4.900
Laboratório região Norte/Nordeste	R\$ 4.550	R\$ 3.600	R\$ 5.450

Para clientes associados à RMRS de fora do estado do RS o desconto é de R\$ 400,00 no valor total da inscrição.

Forma de pagamento:

Forma de pagamento: boleto bancário

Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.

Condições Especiais de Pagamento como depósito bancário e parcelamento uma solicitação deve ser encaminhada para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br no ato da inscrição, estando sujeita à aprovação.

Os empenhos/Ordem de compra/Pedido de Compra deverão ser encaminhados antes do envio das amostras para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br.

Cancelamento de notas fiscais devem ser solicitados no mesmo mês da emissão.

A inadimplência impossibilitará o acesso ao(s) certificado(s).

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte via sedex para as 02 rodadas de cada bloco.

19. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2024

- Prazo **Limite para Inscrição no Programa: 05 de abril de 2024.**
- Pagamento em 30 dias após emissão da NFe do PEP.
- Envio dos usuários via e-mail: até **19 de abril de 2024.**
- **Envio dos itens de ensaio** (para as 06 rodadas):

1ª Rodada (Bloco A): **22 de abril de 2024;**

2ª Rodada (Bloco B): **20 de maio de 2024;**

3ª Rodada (Bloco C): **24 de junho de 2024;**

4ª Rodada (Bloco A): **22 de julho de 2024;**

5ª Rodada (Bloco B): **19 de agosto de 2024;**

6ª Rodada (Bloco C): **30 de setembro de 2024.**

- O participante deverá **INICIAR os ensaios** somente após a data indicada abaixo, devendo manter os frascos no INTERIOR DA CAIXA, NAS MESMAS CONDIÇÕES, SEM ACRESCENTAR GELO OU GELO RECICLÁVEL, NEM COLOCÁ-LOS SOB REFRIGERAÇÃO. (ao receber as amostras deverá mantê-las nas condições de recebimento até a data dos ensaios citada abaixo, quando a caixa deve ser aberta e os ensaios iniciados):

1ª Rodada (Bloco A): **25 de abril de 2024;**

2ª Rodada (Bloco B): **23 de maio de 2024;**

3ª Rodada (Bloco C): **27 de junho de 2024;**

4ª Rodada (Bloco A): **25 de julho de 2024;**

5ª Rodada (Bloco B): **22 de agosto de 2024;**

6ª Rodada (Bloco C): **03 de outubro de 2024.**

- **Prazo limite para envio de resultados**, via SITE - O site será informado para todos os participantes na ficha de orientações que será enviada com as amostras (para as 06 rodadas):

1ª Rodada (Bloco A): **09 de maio de 2024;**

2ª Rodada (Bloco B): **06 de junho de 2024;**

3ª Rodada (Bloco C): **11 de julho de 2024;**

4ª Rodada (Bloco A): **08 de agosto de 2024;**

5ª Rodada (Bloco B): **05 de setembro de 2024;**

6ª Rodada (Bloco C): **17 de outubro de 2024.**

- **Prazo limite para divulgação dos relatórios preliminares** aos participantes (para as 6 rodadas):

1ª Rodada (Bloco A): **18 de junho de 2024;**

2ª Rodada (Bloco B): **16 de julho de 2024;**

3ª Rodada (Bloco C): **20 de agosto de 2024;**

4ª Rodada (Bloco A): **17 de setembro de 2024;**

5ª Rodada (Bloco B): **15 de outubro de 2024;**

6ª Rodada (Bloco C): **26 de novembro de 2024.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar a gerência da Rede Metrológica RS.

20.REFERÊNCIAS NORMATIVAS

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência.

ISO 5725 – 5 – *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.*

ISO 5725 – 6 – *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.*

ISO 13528 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.*

MONTGOMERY, D.C. (2004), Introdução ao controle estatístico da qualidade. LTC: Rio de Janeiro.

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). *Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2019.*

21.PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaio de Proficiência

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaio

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas

MOD13 – Diretrizes para o preparo de amostras do PEP de Análises Ambientais (Blocos A, B e C)

22.HISTÓRICO DE EDIÇÃO

Edição	Data	Histórico de Alteração
01	07/02/2024	Publicação inicial do protocolo

Assunto: PEP EM ANÁLISES AMBIENTAIS 2024 - Inscrições Abertas!!!!!!

De: Vinícius Almeida <interlab@redemetrologica.com.br>

Data: 09/02/2024, 10:43

CC: 'Vinícius Almeida' <interlab@redemetrologica.com.br>

Prezado(a), boa tarde!

O [PEP em Análises Ambientais 2024](#) da Rede Metrológica RS está com inscrições abertas.

Link para inscrição: [Interlaboratoriais – Rede Metrológica RS \(redemetrologica.com.br\)](#)

Atenciosamente,



Vinícius Almeida
Gerente Técnico

+55 51 2200-3988
Santa Catarina, nº 40 - Salas 801/802 - Santa Maria Goretti
Porto Alegre - RS - Brasil | Cep 91030-330
www.redemetrologica.com.br

— Anexos: —

MOD 04 rev 25 - Protocolo - PEP em Análises Ambientais 2024.pdf

679KB

ANÁLISE CRÍTICA: tomada de orçamento RC 119594

EMPRESA: Rede Metrológica Rio Grande de Sul (RMRS)

PROPOSTA: Protocolo 003/2024

- Protocolo baixado do email recebido da RMRS, conforme anexo
- Proposta atende aos parâmetros solicitados, porém não é de rodada única. Constitui-se de duas rodadas para todos os parâmetros distribuídas ao longo do ano. **NÃO ATENDE A ESPECIFICAÇÃO.**

Juiz de Fora, 03/04/2024

Vívian Nazareth Oliveira Fernandes
Assessora de Controle da Qualidade
Analista de Saneamento - Bioquímica
Assessoria de Controle da Qualidade (ACQ)
(32) 3692-9241

