

**PROTOCOLO DO PEP DE ENSAIOS nº 01/2024**

Nome do PEP: PEP em Ensaios Físico-Químicos em Águas

Este Protocolo apresenta as atividades a serem realizadas no Programa de Ensaios de Proficiência (PEP) da empresa Conformita – Avaliação de Conformidade, provedora deste PEP. O Programa foi elaborado de acordo com a ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

**1. OBJETIVOS**

Este Programa tem o propósito de:

- avaliar o desempenho dos laboratórios participantes;
- cumprir o requisito 7.7.2 da ABNT NBR ISO/IEC 17025;
- identificar possíveis erros analíticos;
- comparar laboratórios da mesma da área de atuação;
- implementar melhorias.

**2. COORDENAÇÃO**

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Conformita – Avaliação de Conformidade, CNPJ 27524069/0001-70, cujo endereço fiscal é Av. Dr. Nilo Peçanha, nº 3228, 2º andar, sala14 Bairro Jardim Europa, Porto Alegre.

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa
Marília Rodrigues (Gerente de PEP)	pep@conformita-rs.com.br / Whatsapp: 51 9 99846-3926	Conformita

A equipe Conformita possui um Grupo Consultivo de Especialistas de provedores externos da área para suporte técnico. Segue:

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa ou Instituição
Andréa Vidal dos Anjos	contato@conformita-rs.com.br	Conformita
Djan Porrua Freitas	djanfreitas@qmcsaneamento.com.br	QMC Saneamento
Ana Maria Decker Garbari	gestaobromatologia@freitag.com.br	Laboratório Freitag
Jader David Klug	gestaomatrizes@freitag.com.br	
André Ribeiro Prado	inovacao@freitag.com.br	

**3. ACORDOS DE CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE COM O PARTICIPANTE**

A Conformita mantém a confidencialidade em relação aos resultados dos participantes através da definição de um código único e exclusivo no Programa de Ensaio de Proficiência, que garantirá a confidencialidade do

laboratório no Programa. Somente o laboratório e a Coordenação do PEP da Conformità conhecerão este código. Caso a Conformità seja obrigada por Lei, deverá disponibilizar para as Autoridades Reguladoras ou Ministério Público todas as informações do participante ou cliente.

Os relatórios do PEP não são documentos públicos, estando disponíveis (através do envio ou disponibilizado no sistema) apenas para os participantes do Programa.

Os dados do PEP, assim como as análises estatísticas, poderão ser utilizados pela Conformità para fins acadêmicos, como por exemplo, artigos técnicos e científicos. Nestas situações, a Conformità assegura a total confidencialidade em relação a identificação dos participantes e a correlação dos dados.

A Conformità não identifica (nomeia) os Laboratórios participantes, assegurando, também, desta forma a confidencialidade em relação à sua identificação. Caso seja realizada Reunião de Discussão Técnica do Programa após o encerramento do Programa e o Laboratório deseje participar, o mesmo renuncia à confidencialidade do seu nome.

Todas as atividades da Conformità são realizadas de forma imparcial e, afim de assegurar a equidade dos participantes, assume como compromissos:

- não aceitar o envio de resultados após o prazo estabelecido neste documento, assim como qualquer alteração dos resultados após o envio;
- não aceitar qualquer tipo de pressão comercial ou financeira indevida;
- divulgar qualquer tipo de resultado relacionado à homogeneidade e estabilidade dos itens para qualquer cliente, participante ou membro do Grupo Consultivo;
- divulgar resultados individuais de forma preliminar a respeito do programa para qualquer cliente, participante ou membro do Grupo Consultivo.

\*Cabe ressaltar que o Grupo Consultivo receberá o Relatório finalizado do PEP para realizar a análise crítica do conjunto de dados antes da emissão para os participantes.

#### 4. CONLUIO

É de responsabilidade de cada participante do Programa agir de forma imparcial ao longo de todas as atividades relacionadas ao EP.

A Conformità toma todas as medidas possíveis para evitar o conluio entre os participantes, conforme as especificidades de cada PEP.

Caso seja constatada qualquer situação que possa evidenciar uma tentativa de conluio, a Conformità entrará em contato com as partes envolvidas para esclarecimentos.

Nas situações em que se confirmar os atos de má-fé, a Conformità se reserva ao direito de excluir o(s) participante(s) do Programa e desconsiderar os dados informados por eles. Nestas situações, não caberá reembolso dos valores do Programa.

#### 5. CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO NO PEP

O PEP em ensaios físico-químicos em águas da Conformità está aberto a todos os laboratórios de ensaios com atuação na área que realizem os ensaios de acordo com os “métodos/técnicas sugeridas e equivalentes” do programa que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site <https://www.conformita-rs.com.br> em Serviços – Ensaio de Proficiência e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 12 participantes por ensaio e o número máximo de inscritos será de 59 participantes.

## 6. ITENS DE ENSAIO E RODADA:

O PEP em ensaios físico-químicos em águas será realizado em 01 rodada e contará com os seguintes parâmetros para serem medidos:

### 6.1 ENSAIOS

Matriz	Parâmetro/Preservação	Unidade de medida
125 mL de amostra água reagente fortificada	Cianeto total*	mg/L CN <sup>-</sup>
125 mL de amostra água reagente fortificada	Sulfeto total*	mg/L S <sup>2-</sup>
125 mL de amostra água reagente fortificada	Ferro, Alumínio*, Manganês, Zinco e Níquel - Metais totais	mg/L Fe, Al, Mn, Zn e Ni
125 mL de amostra água residual (se necessário fortificada)	DBO*	mg/L O <sub>2</sub>
125 mL de amostra água residual (se necessário fortificada)	DQO*	mg/L O <sub>2</sub>
125 mL de amostra água residual	pH a 25°C*	-
125 mL de amostra água residual	Condutividade a 25°C*	μ S/cm
125 mL de amostra água residual (se necessário fortificada)	Nitrogênio amoniacal*	mg/L NH <sub>3</sub> -N
125 mL de amostra água residual (se necessário fortificada)	Fósforo total*	mg/L P

\*Ensaio onde serão feitos os testes de homogeneidade definido pelo Grupo Consultivo.

\*\* Com relação ao número de casas decimais, o laboratório deverá reportar de acordo com seus procedimentos internos. O provedor realizará os cálculos em Excel sem truncar valores, porém no reporte de resultados poderá informar e truncar valores ao designar os valores e reportar o Z- escore ou Z'-escore com duas casas decimais. A sistemática de arredondamento será adotada conforme o Excel.

As análises propostas deverão ser realizadas em 01 via, devendo constar o registro do resultado na ficha eletrônica de registro dos resultados gerada pelo *Google forms* (informações nas instruções da rodada).

### 6.2 FAIXAS DE CONCENTRAÇÃO

Tabela 1 – Faixas de concentração				
Matriz	Parâmetro	Mínima - Máximo	Unidade de medida	Preservação da amostra
água reagente fortificada	Cianeto total	0,05 – 2,00	mg/L CN <sup>-</sup>	NaOH e pH >12 Refrigeração <6°C
água reagente fortificada	Sulfeto total	0,10 – 2,00	mg/L S <sup>2-</sup>	Acetato de zinco 2N com NaOH e pH > 9 Refrigeração <6°C Referência: Tabela 1060:1 – SMWW 24 <sup>a</sup>
água reagente fortificada	Ferro, Alumínio, Manganês, Zinco e Níquel - Metais totais	0,10 – 1,00	mg/L Fe, Al, Mn, Zn e Ni	HNO <sub>3</sub> Refrigeração <6°C

água residual (se necessário fortificada)	DBO	50 - 500	mg/L O <sub>2</sub>	Refrigeração <6°C
água residual (se necessário fortificada)	DQO	100 - 700	mg/L O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e pH < 2 Refrigeração <6°C
água residual	pH a 25°C	2 - 12	-	Refrigeração <6°C
água residual	Condutividade a 25°C	5 - 500	μ S/cm	Refrigeração <6°C
água residual (se necessário fortificada)	Nitrogênio amoniacal	10,0 – 25,0	mg/L NH <sub>3</sub> -N	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e pH < 2 Refrigeração <6°C
água residual (se necessário fortificada)	Fósforo total	0,50 – 3,00	mg/L P	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e pH < 2 Refrigeração <6°C

Informação aos participantes:

Caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o Laboratório deve informar como resultado o próprio LQ para a via (por exemplo, se o resultado encontrado for 8 u.m.\* e o LQ for 10 u.m., o valor a ser relatado é de 10 u.m.). No campo de observações deve ser relatado que o valor registrado é menor que 10 u.m. (< LQ). Quando isso ocorrer, o provedor não inclui o valor informado pelo participante na determinação dos valores designados, porém o Laboratório terá seu desempenho avaliado.

\*u.m. = unidade de medição

### 6.3 MÉTODOS EQUIVALENTES

Tabela 1 – Métodos equivalentes		
Matriz	Parâmetro	Técnicas/Métodos
água reagente fortificada	Cianeto total	Espectrofotométrico/Colorimétrico (SMWW 24 <sup>a</sup> – 4500-CN- .E ou kits comerciais)
água reagente fortificada	Sulfeto total	Espectrofotométrico/Colorimétrico - azul metileno (SMWW 4500-S <sup>2-</sup> .B ou kits comerciais) Iodométrico (SMWW 4500-S <sup>2-</sup> .F) Eletrodo íon seletivo (SMWW 4500-S <sup>2-</sup> .G)
água reagente fortificada	Ferro, Alumínio, Manganês, Zinco e Níquel - Metais totais	ICP-OES (SMWW 3120 .B ou EPA Method 6010 D) Espectrofotométrico/Colorimétrico (SMWW 3500 ou kits comerciais) EAA (SMWW 3111)
água residual (se necessário fortificada)	DBO	Ensaio 5 dias (SMWW 5210 .B) Respirométrico = Oxitop (SMWW 5210 .D)
água residual (se necessário fortificada)	DQO	Método refluxo aberto - titulométrico (SMWW 5220 .B) Método refluxo fechado – titulométrico (SMWW 5220 .C) Método refluxo fechado – espectrofotométrico (SMWW 5220 .D ou kits comerciais)
água residual	pH a 25°C	Pontenciométrico/Eletrométrico (SMWW 4500H)
água residual	Condutividade a 25°C	Condutivimétrico (SMWW 2510 .B)
água residual (se necessário fortificada)	Nitrogênio amoniacal	Espectrofotométrico/Colorimétrico (SMWW 4500-NH <sub>3</sub> .F e G ou kits comerciais)

		Titulométrico (SMWW 4500-NH <sub>3</sub> .C) Íon seletivo (SMWW 4500 -NH <sub>3</sub> .D e E)
água residual (se necessário fortificada)	Fósforo total	Espectrofotométrico/Colorimétrico (SMWW 4500-P .C ou kits comerciais) ICP-OES (SMWW 3120 .B ou EPA Method 6010 D)

**ATENÇÃO:** Se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, este não será considerado nos resultados do grupo para definição dos valores designados. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Consultivo do programa na área, sendo aprovadas pela equipe da Conformita. Os métodos/técnicas ainda são verificados antes das análises estatísticas, assim é constatada a normalidade dos dados reportados.

## 7. ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

Os participantes do PEP deverão utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio. Os métodos/técnicas analíticos sugeridos e equivalentes para o programa estão relacionados na tabela 1 do item 6.3.

As amostras do Programa devem ser tratadas pelos laboratórios como amostras de rotina.

## 8. PREPARAÇÃO/PRODUÇÃO, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DE ITENS DE ENSAIO

A preparação dos itens de ensaio é de responsabilidade da Conformita, contando com o apoio do Grupo Consultivo de especialistas da área. Os analitos de interesse serão preparados na estrutura do provedor externo subcontratado QMC Saneamento (Rua Monsenhor Topp, 99 - Centro, Florianópolis/SC – CRL 0922 e PMR 011), conforme orientação e supervisão da coordenação da Conformita, e adicionados às amostras de água reagente e água residual. O recipiente será homogeneizado e após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados. Estes serão mantidos em geladeiras para posterior envio, conforme o cronograma de cada rodada.

As amostras serão despachadas em caixas de térmicas, acondicionadas com gelo reciclável. Instruções sobre armazenamento e manuseio das amostras serão enviadas junto com a caixa e/ou por e-mail para cada participante.

As caixas serão despachadas, conforme cronograma, via Sedex ou Sedex 10. Caso seu laboratório tenha problema com a logística dos Correios, a Conformita solicita que seja realizado contato antes da inscrição para que seja verificada a viabilidade de atendimento por outra transportadora. Neste caso, custos adicionais serão por conta do laboratório.

## 9. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste PEP o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, deverá investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As potenciais fontes de erro podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, condições ambientais da análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

Principais fontes de erro em PEP em ensaios físico-químicos em águas:

- erro no reporte das unidades de medida pelo laboratório participante,
- diluição das amostras,

- uso de equipamentos não calibrados,
- ensaio realizado por técnico não treinado,
- método não verificado/validado,
- controles de garantia da validade dos resultados não implementados ou monitorados,
- manuseio dos itens de ensaio inapropriados.

#### 10. ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

As amostras para os ensaios da Tabela 1, do item 6.1, serão preparadas em laboratório provedor externo com supervisão da Conformità e enviada aos laboratórios participantes, conforme o cronograma.

#### 11. ATRASOS, PERDAS OU DANOS DOS ITENS DE ENSAIO

Quando, antes do envio, houver qualquer tipo de atraso na distribuição dos itens de ensaio, os participantes serão comunicados.

Ocasionalmente, problemas em itens de ensaios podem ser identificados somente após a sua distribuição. Nestas circunstâncias, isto é levado em conta na avaliação dos resultados dos participantes. As ações a serem tomadas nesta situação podem variar, como, por exemplo, orientações sobre o manuseio dos itens de ensaio, envio de novos itens de ensaio, avaliação de desempenho apenas para fins informativos, ou outras medidas adequadas para a situação. Nestes casos, todos os detalhes serão fornecidos aos participantes.

Os itens de ensaios são enviados em embalagens e condições ambientais adequadas afim de garantir a integridade dos mesmos durante o transporte.

Cada participante receberá, de forma individualizada, o código de rastreio da transportadora. É de responsabilidade do participante indicar o endereço completo e correto para recebimento dos itens de ensaios.

No momento do recebimento dos itens de ensaio, os participantes deverão registrar no link específico, indicado no FG 012 – Orientações para participação PEP, as condições de recebimento do item. Nas condições fora do especificado, o envio de evidências fotográficas pode auxiliar na investigação das causas do problema e ações a serem tomadas pelo provedor.

Após o recebimento dos itens, é de responsabilidade do participante a manutenção e armazenamento adequado dos mesmos, conforme estabelecido na metodologia de ensaio.

Caso o Laboratório não receba os itens de ensaio, deverá entrar em contato com o provedor através do e-mail [pep@conformita-rs.com.br](mailto:pep@conformita-rs.com.br) informando o ocorrido.

#### 12. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os resultados ao provedor serão enviados pelos laboratórios participantes através de link que será disponibilizado pela Conformità conforme será indicado nas instruções/orientações do PEP. O laboratório será identificado com o código que será enviado para cada participante.

#### 13. TESTES DE HOMOGENEIDADE E/OU ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO COMPETENTE)

A Conformità realiza análise estatística em relação à homogeneidade e/ou estabilidade. A homogeneidade verifica se há variabilidade significativa entre as amostras para os parâmetros relacionados na Tabela 1, do item 6.3, e assinalados com \*. Os ensaios para evidenciar a homogeneidade serão realizados na data a ser agendada pelo laboratório designado como provedor externo o laboratório Freitag acreditado – CRL 0687 (Rua Hermann Berndt, 505 – Distrito Industrial Timbó, SC C). Já a estabilidade verifica se as amostras possuem degradação ao longo da rodada e são analisadas na data final do envio dos resultados.

**Norma estatística utilizada:** A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade é a ISO 13528 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma ISO/IEC 17043.

Critério de aceitação da homogeneidade:  $s_s \leq 0,3 \times \sigma_{PT}$

Critério de aceitação da estabilidade:  $|\bar{x}_{...} - \bar{y}_{...}| \leq 0,3 \times \sigma_{PT}$

Caso os critérios de homogeneidade e/ou estabilidade não sejam satisfeitos, a Conformita pode não reportar os resultados de um determinado ensaio. Cabe análise crítica e de risco, quando aplicável, do provedor para inclusão da variação da não homogeneidade e/ou não estabilidade no desvio designado  $\sigma_{pt}$ , avaliando-se o desempenho através do Z'-escore.

#### 14. DEFINIÇÃO DE VALORES DESIGNADOS DO EP ( $X_{pt}$ ) e ( $\sigma_{pt}$ ).

Para designar os valores do PEP a Conformita baseia-se nas informações da norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. Sendo assim, seguem as opções e formas de designar o valor de referência ( $X_{pt}$ ) e o desvio padrão ( $\sigma_{pt}$ ).

##### 14.1 VALOR DESIGNADO ( $X_{pt}$ )

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta para determinar o valor de referência ( $X_{pt}$ ). A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*), mesmo assim o provedor analisa os dados reportados pelos participantes e quando apropriado estes resultados aberrantes/discrepantes não são considerados para designar valores.

O *valor de referência* ( $X_{pt}$ ) será avaliado para cada ensaio com um  $N > 6$  participantes, de acordo com os métodos/técnicas sugeridas e equivalentes e após a retirada de valores considerados aberrantes/discrepantes (ver nota). Para qualquer parâmetro com um  $N < 6$  participantes o provedor não determina o valor de referência ( $X_{pt}$ ), assim como o desvio padrão ( $\sigma_{pt}$ ).

Nota: Valores aberrantes/discrepantes (*Outliers*): Embora estimadores robustos sejam usados para minimizar a influência de resultados atípicos, extremos ou resultados identificáveis inválidos não devem ser incluídos na análise estatística dos dados. Por exemplo, podem ser resultados causados por erros de cálculo ou pelo uso de unidades. No entanto, tais resultados podem ser difíceis de identificar pelo provedor do EP. Por este motivo, a Conformita avalia a distribuição dos dados através do histograma. A média robusta e desvio padrão serão calculados como no Algoritmo A, mas o resultado que está fora da faixa do "(valor atribuído  $\pm$  (5 x Desvio atribuído))" será removido para estimativa de valores designados - média robusta e desvio padrão serão, então, recalculados. Esses valores recalculados serão usados como valores designados. Todos os participantes, incluindo aqueles com os resultados removidos, receberão avaliações de desempenho. Ainda se o provedor considerar conveniente pode realizar uma análise de GRUBBS para validação da remoção de *outliers*.

##### 14.2 INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO

Através dos dados dos participantes pode-se estimar a incerteza do valor designado. Este é o cálculo de incerteza do valor designado, conforme colocado a seguir.

$$u(x_{PT}) = 1,25 \times \sigma_{PT} / \sqrt{p}$$

Onde,

$\sigma_{PT}$  = desvio robusto

$p$  = número de participantes que forneceram resultados e foram considerados no cálculo.

Critério da avaliação da Incerteza do Valor Designado:

$$u(x_{PT}) < 0,3 \times \sigma_{PT}$$

Onde,

$u(x)_{PT}$  = incerteza padronizada do valor designado

$\sigma_{PT}$  = desvio robusto

Caso o critério não seja atendido o provedor poderá analisar o Z' escore com a inclusão da variabilidade da incerteza do valor designado e demonstrado que a variação CV do grupo amplia, aumentando a dispersão dos dados.

#### 14.3 DESVIO DESIGNADO ( $\sigma_{pt}$ )

A Conformità pode optar entre as possibilidades abaixo para determinar do desvio designado, opções embasadas tecnicamente com o grupo consultivo do PEP. Abaixo estão relacionadas as possibilidades que serão avaliadas pelo provedor. A decisão do melhor desvio designado depende do número de participantes de cada parâmetro e da variação (CV do grupo) ser intermediária ou menor entre as opções possíveis de determinar o desvio designado. Por exemplo, se for possível, determinar o desvio designado de acordo com as 03 opções listadas, o provedor utilizará aquele com a variação (CV do grupo) intermediária. Seguem opções:

##### **Opção A:** Desvio designado Robusto ( $\sigma_{pt}$ )

Essa opção segue o cálculo do Algoritmo A previsto pela norma ISO 13528. Somente pode ser calculado para um N > 12 participantes com métodos sugeridos/equivalentes e após remoção de valores aberrantes/discrepantes. Após essa determinação verifica-se o critério da IM do valor designado e se avalia o Z escore ou Z' escore.

##### **Opção B:** Desvio designado por Horwitz ( $\sigma_{pt}$ )

O valor do desvio padrão da rodada do EP ( $\sigma_{PT}$ ) será determinado usando as equações de Horwitz, descritas abaixo. O valor a ser utilizado como referência no nível de concentração (massa/massa) a ser utilizado na equação de Horwitz será obtido através do procedimento de estimativa do valor de consenso.

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:

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



Verifica-se o critério da IM do valor designado e se avalia o Z escore ou Z' escore.

**Opção C:** Desvio designado de forma teórica ( $\sigma_{pt}$ )

Essa opção para designar o desvio padrão do EP é determinada com a avaliação do grupo consultivo, onde através das legislações dos ensaios e expertise do grupo são definidas as possibilidades de desvios aceitáveis para os parâmetros. Segue tabela abaixo com possíveis variações aceitas nos parâmetros.

Parâmetro/Ensaio	% de variação aceito (Coeficiente de variação fixo) ou $\sigma_{pt}$ teórico	Justificativa
Cianeto total	CV = 11%	SMWW 24º edição
Sulfeto total	CV = 15%	Critério provedor internacional
DBO	CV = 12%	SMWW 24º edição
DQO	CV = 11%	SMWW 24º edição
Nitrogênio amoniacal	CV = 20%	SMWW 24º edição
Fósforo total	CV = 20%	SMWW 24º edição
pH a 25°C	$\sigma_{pt}$ teórico = 0,1	SMWW 24º edição
Condutividade a 25°C	CV = 2%	SMWW 24º edição
Ferro	CV = 7,5%	Critério provedor internacional
Alumínio	CV = 7,5%	
Manganês	CV = 7,5%	
Zinco	CV = 7,5%	
Níquel	CV = 7,5%	

Verifica-se o critério da IM do valor designado e se avalia o Z-escore ou Z'-escore.

## 15 AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

### 15.1 ANÁLISE QUANTITATIVA

Após definição de valores designados o provedor avalia o desempenho de cada participante nos ensaios propostos. Seguindo o critério de desempenho pelo Z-escore para avaliação da exatidão é utilizada a fórmula **abaixo**:

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

Onde:

$x_i$  é o valor medido ou média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

$x_{pt}$  é o valor da média robusta dos participantes;

$\sigma_{pt}$  é o desvio designado definido pelo provedor

$\sigma_{pt}'$  é o desvio designado sendo  $\sigma_{pt}' = \text{raiz quadrada } ((\sigma_{pt}^2) + (u(x_{pt}))^2)$

O Z-escore é 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**

## 16. AVALIAÇÃO DA VARIABILIDADE DO GRUPO (CV)

Com as análises dos valores designados realizadas, o provedor consegue verificar o coeficiente de variação do grupo ( $CV_{\text{grupo}}$ ) que representa a dispersão entre os resultados dos laboratórios participantes. O  $CV_{\text{grupo}}$  é o quociente entre o desvio padrão designado e a estimativa do valor designado como referência (alvo), multiplicado por 100, sendo expresso como uma porcentagem.

$$CV_{\text{Grupo}} (\%) = \frac{\sigma_{PT}}{X_{PT}} \times 100\%$$

Onde:  $\sigma_{PT}$  é o desvio padrão designado estabelecido;

$X_{PT}$  Valor designado como referência (alvo)

### **OBSERVAÇÃO:**

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 06 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada.

O provedor, após análise crítica e de riscos 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: Marília Rodrigues (Gerente de PEP).

## 17. RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela Conformità Avaliação da Conformidade um Relatório rodado do PEP, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo as estimativas dos valores designados e os desempenhos dos participantes;
- comentários gerais sobre o desempenho dos participantes.

Este Relatório será enviado por e-mail ou sistema para todos os participantes do Programa.

## 18. INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÃO E/OU APELAÇÕES

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação ou apelação sobre o PEP deverá registrar sua insatisfação pelo e-mail [pep@conformita-rs.com.br](mailto:pep@conformita-rs.com.br) ou através de formulário disponível no site da Conformità em até 7 dias após o envio do relatório preliminar.

## 19. INSCRIÇÕES E VALORES

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

Opções	Valores
Cianeto total	R\$ 580,00
Sulfeto total	R\$ 540,00
Ferro, Alumínio, Manganês, Zinco e Níquel - Metais totais	R\$ 580,00
DBO	R\$ 690,00
DQO	R\$ 570,00
pH a 25°C	R\$ 482,00
Condutividade a 25°C	R\$ 515,00
Nitrogênio amoniacal	R\$ 540,00
Fósforo total	R\$ 564,00

### **Descontos no valor total:**

Desconto para 03 amostras	5% de desconto
Desconto para 04 amostras	10% de desconto
Desconto para 05 amostras	12% de desconto
Desconto para 06 amostras	15% de desconto
Desconto para 07 amostras	20% de desconto
Desconto para 08 amostras	25% de desconto
Desconto para 09 amostras	30% de desconto

Valores superiores à 3mil reais podem ser parcelados em até **5X no boleto**.

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte (Sedex).

Forma de pagamento:

A nota fiscal e o boleto bancário serão enviados por e-mail ao participante, após a confirmação da rodada.

CNAE utilizado pela Conformità para emissão de NFe:

8.02 / Instrução, treinamento, orientação pedagógica e educacional, **avaliação de conhecimentos de qualquer natureza.**

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

Condições Especiais de Pagamento (parcelamento): devem ser negociados por e-mail:

**[pep@conformita-rs.com.br](mailto:pep@conformita-rs.com.br)**.

## 20. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **15 de outubro de 2024**.
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.

- Envio das senhas: **19 de novembro de 2024**
- Envio dos itens de ensaio: **25 de novembro de 2024.**
- Início dos ensaios com as amostras em condição e caixa: **28 de novembro de 2024.**
- Envio dos resultados (dados), via formulário eletrônico: **13 de dezembro de 2024.**
- Divulgação do relatório preliminar aos participantes: até **14 de janeiro de 2025.**
- Reunião online de encerramento do PEP (**sem custo adicional**): prevista **24 de janeiro de 2025 das 10h às 12h.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pede-se a gentileza de contatar a gerente de PEP da Conformita. Além da participação do PEP, o laboratório terá direito a se inscrever (01 inscrição) para realizar o treinamento online “Avaliação de dados de Ensaios de Proficiência” em alguma das datas previstas no site da Conformita, **sem custo adicional.**

#### 21. REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

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

ISO/IEC 17043 – *Conformity assessment — General requirements for the competence of proficiency testing providers*

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, 2012.*

IUPAC - Protocolo Internacional Harmonizado para ensaios de proficiência de laboratórios analíticos (químicos)

**Porto Alegre, 17 de abril de 2024.**

<b>28/02/2024</b>	<b>Emissão inicial e publicação deste protocolo. Revisão 0</b>
<b>17/04/2024</b>	<b>Ajuste de cronograma e ajuste do termo água sintética para água reagente- Revisão 01</b>