

PROTOCOLO DO PEP DE ENSAIOS nº 09/2026

Nome do PEP: PEP em Águas – Matrizes: água residual e água reagente fortificada

1. OBJETIVOS

Este Programa tem o propósito de:

- determinar o desempenho dos participantes para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos participantes;
- propiciar subsídios aos participantes para a identificação e solução de problemas analíticos;
- Identificar diferenças interlaboratoriais;
- agregar valor ao controle da qualidade dos participantes; e
- fornecer confiança adicional aos clientes dos participantes.

2. COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Conformità – Avaliação de Conformidade, CNPJ 27524069/0001-70, cujo endereço fiscal é Av. Dr. Nilo Peçanha, nº 3228, 2º andar, sala 14 Bairro Jardim Europa, Porto Alegre.

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa
Marília Rodrigues (Gerente de PEP)	pep@conformita-rs.com.br/ Whatsapp: 51 99977-9964	Conformità

A equipe Conformità 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	Conformità
Djan Porrua de Freitas	djanfreitas@qmcsaneamento.com.br	QMC Saneamento
Fernanda Beckhauser de Barros	fernanda@labb.com.br	LABB

3. ACREDITAÇÃO

A Conformità é acreditada na ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 pela Cgcre sob o número PEP 0031.

O escopo acreditado está disponível no link:

<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/acreditacao-reconhecimento-bpl/organismos-acreditados/provedores-de-ensaios-de-proficiencia/escopos/PEP0031.pdf>

4. ACORDOS DE CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE COM O PARTICIPANTE

A Conformità 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;
- não 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.

5. 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.

6. CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO NO PEP

O Programa 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 e o número máximo de inscritos será de 59 participantes.

7. ITENS DE ENSAIO E RODADA:

O PEP em Águas será realizado em 01 rodada e contará com os seguintes parâmetros para serem medidos:

7.1 ENSAIOS

Matriz	Parâmetro	Unidade de medida
Água reagente fortificada (Frasco 100mL âmbar)	Cianeto total ¹	mg/L CN ⁻
Água reagente fortificada (Frasco 100mL âmbar)	Sulfeto total ¹	mg/L S ²⁻
Água residual, se necessária fortificada (Frasco 125 mL)	DBO ¹	mg/L O ₂
Água residual, se necessária fortificada (Frasco 125mL)	DQO ¹	mg/L O ₂
Água residual, se necessária fortificada (Frasco 125mL)	Nitrogênio amoniacal ¹	mg/L NH ₃ -N
Água residual, se necessária fortificada (Frasco 125mL)	Fósforo total ¹	mg/L P
Água residual (Frasco 125mL)	pH a 25°C ^{1,2}	-
Água residual (Frasco 125mL)	Condutividade a 25°C ^{1,2} (Refrigeração)	µS/cm
Água residual (Frasco 125mL)	Ferro, Alumínio ¹ , Manganês, Zinco e Níquel - (água reagente fortificada) – Metais totais ²	mg/L Fe, Al, Mn, Zn e Ni
Água residual fortificada (Frasco boca larga 500mL)	OG vegetal + OG mineral = OG total ^{1,2}	mg/L
Água reagente fortificada (Frasco 100mL)	Cloro total ^{1,2}	mg/L
Água reagente fortificada (Frasco 125mL)	Sólidos totais ^{1,2} , Sólidos dissolvidos ^{1,2} e Sólidos Suspensos ^{1,2}	mg/L de Cl ²
Água reagente fortificada (Frasco 125mL)	Sólidos sedimentáveis ^{1,2}	mg/L

¹ Ensaio onde serão feitos os testes de homogeneidade definido pelo Grupo Consultivo.

² parâmetro fora do escopo de acreditação.

** 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 form* (informações nas instruções da rodada).

Para OG serão enviados dois frascos de 500mL para o participante, caso o laboratório queira repetir o ensaio. O laboratório deverá registrar 01 via de análise.

Informação do volume das amostras:

As amostras que serão preparadas e embaladas em frascos de 125 mL com, no mínimo, 100 mL de volume, para que sejam recuperadas no laboratório participante em 1L de água deionizada (100 → 1000mL), conforme instruções que serão fornecidas.

Para os parâmetros **pH à 25°C**, **Condutividade a 25°C**, **Sulfeto** e **Cloro total** os frascos de 125 mL/100mL estarão prontos para serem ensaiados, não sendo necessárias diluições.

7.2 FAIXAS DE CONCENTRAÇÃO

Tabela - Faixas de concentração				
Matriz	Parâmetro	Mínima - Máximo	Unidade de medida	Preservação da amostra
Água reagente fortificada	Cianeto total ¹	0,05 – 2,00	mg/L CN ⁻	NaOH e pH >12 e Refrigeração
Água reagente fortificada	Sulfeto total ¹	0,10 – 4,00	mg/L S ²⁻	Acetato de zinco 2N com NaOH, pH > 9 e Refrigeração
Água residual, se necessária fortificada	DBO ¹	50 - 500	mg/L O ₂	Refrigeração
Água residual, se necessária fortificada	DQO ¹	100 - 700	mg/L O ₂	H ₂ SO ₄ e pH < 2 e refrigeração
Água residual, se necessária fortificada	Nitrogênio amoniacal ¹	10,0 – 25,0	mg/L NH ₃ -N	H ₂ SO ₄ , pH <2 e refrigeração
Água residual, se necessária fortificada	Fósforo total ¹	0,50 – 10,00	mg/L P	H ₂ SO ₄ , pH <2 e refrigeração)
Água residual	pH a 25°C ^{1,2}	2 - 12	-	Refrigeração
Água residual	Condutividade a 25°C ^{1,2}	5 - 500	µS/cm	Refrigeração
Água residual	Ferro, Alumínio ¹ , Manganês, Zinco e Níquel - (água reagente fortificada) – Metais totais ²	0,10 – 1,00	mg/L Fe, Al, Mn, Zn e Ni	HNO ₃ e refrigeração
Água residual fortificada	OG vegetal + OG mineral = OG total ^{1,2}	50 - 200	mg/L	H ₂ SO ₄ , pH < 2 e refrigeração
Água reagente fortificada	Cloro total ^{1,2}	0,5 – 5,0	mg/L	Refrigeração
Água reagente fortificada	Sólidos totais ^{1,2} , Sólidos dissolvidos ^{1,2} e Sólidos Suspensos ^{1,2}	200 - 1000	mg/L de Cl ²	Refrigeração
Água reagente fortificada	Sólidos sedimentáveis ^{1,2}	1 - 50	mg/L	Refrigeração

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 1 (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

7.3 MÉTODOS EQUIVALENTES

Tabela – Métodos equivalentes		
Matriz	Parâmetro	Técnicas/Métodos
Água reagente fortificada	Cianeto total¹	Espectrofotométrico/Colorimétrico Fotométrico Referência: SMWW 24ª edição – 4500-CN-E
Água reagente fortificada	Sulfeto total¹	Espectrofotométrico Fotométrico Iodométrico Eletrodo íon seletivo Referências: SMWW 24ª edição – 4500-S ² -B, SMWW 4500-S ² - F ou SMWW 4500-S ² -G
Água residual, se necessária fortificada	DBO¹	Ensaio 5 dias Respirométrico Referências: SMWW 24ª edição – 5210 -B ou SMWW 5210 -D
Água residual, se necessária fortificada	DQO¹	Método refluxo aberto - titulométrico Método refluxo fechado – titulométrico Método refluxo fechado – espectrofotométrico Referências: SMWW 24ª edição – 5220 -B, SMWW 5220 -C ou SMWW 5220 -D
Água residual, se necessária fortificada	Nitrogênio amoniacal¹	Espectrofotométrico Titulométrico Íon seletivo Referências: SMWW 24ª edição – 4500-NH3 -F e G, SMWW 24ª edição – 4500-NH3 -C ou SMWW 24ª edição – 4500 -NH3 -D e E
Água residual, se necessária fortificada	Fósforo total¹	Espectrofotométrico Fotométrico ICP-OES Referências: SMWW 24ª edição – 4500-P -C, SMWW 24ª edição – 3120 -B ou EPA Method 6010 -D
Água residual	pH a 25°C^{1,2}	Elétrico Referência: SMWW 24ª edição – 4500 H ⁺ -B
Água residual	Condutividade a 25°C^{1,2}	Medição direta Referência: SMWW 24ª edição – 2510 -B
Água residual	Ferro, Alumínio ¹ , Manganês, Zinco e Níquel - (água reagente fortificada) – Metais totais²	ICP-OES Espectrometria Absorção Atômica Espectrofotométrico Fotométrico Referências: SMWW 24ª edição – 3500, SMWW 24ª edição – 3120 -B, EPA Method 6010 -D ou SMWW 24ª edição – 3111.
Água residual fortificada	OG vegetal + OG mineral = OG total^{1,2}	Gravimétrico - Soxhlet Gravimétrico – LL

		Gravimétrico - infra vermelha Referência SMWW 24ª edição: 5520-B, 5520-C ou 5520-D
Água reagente fortificada	Cloro total ^{1,2}	Colorimétrico DPD Titulométrico/Iodométrico Referência: SMWW 24ª edição 4500-CI G e 4500-CI B
Água reagente fortificada	Sólidos totais ^{1,2} , Sólidos dissolvidos ^{1,2} e Sólidos Suspensos ^{1,2}	Gravimétrico Referência: SMWW 24ª edição 2540-B (ST), 2540-C (SD) e 2540-D (SS)
Água reagente fortificada	Sólidos sedimentáveis ^{1,2}	Gravimétrico Referência: SMWW 24ª edição 2540-F

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 ambiental, sendo aprovadas pela equipe da Conformità. Todas as medidas necessárias para garantir a similaridade, são tomadas antes da realização do EP e estão definidas no FG 017 do Programa. Após a análise estatística do desempenho dos participantes, poderá ocorrer a separação por técnicas, desde que o n de participantes seja adequado.

8. 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 7.3.

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

9. PREPARAÇÃO/PRODUÇÃO, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DE ITENS DE ENSAIO

A preparação dos itens de ensaio é de responsabilidade da Conformità, contando, se necessário, com o apoio do Grupo Consultivo de especialistas da área. Os analitos de interesse serão preparados na estrutura do provedor externo subcontratado Laboratório QMC Saneamento (Rua Monsenhor Topp, 99 – Florianópolis/SC), conforme orientação e supervisão da coordenação da Conformità, e adicionados às amostras de água reagente e água residual, quando aplicável. As bombonas serão homogeneizadas 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 Conformità 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.

10. 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.

Parâmetros Voláteis ou Instáveis:

Estes ensaios exigem cuidado extremo na coleta e preservação, pois a perda do analito ocorre rapidamente.

- Cianeto Total: Perda por volatilização como HCN (se o pH baixar); interferência de agentes oxidantes (como cloro); complexação incompleta durante a destilação.
- Sulfeto Total: Oxidação rápida pelo oxigênio dissolvido; perda por volatilização; precipitação inadequada no campo.
- Cloro Total: Altamente instável; degradação por exposição à luz e agitação; interferência de cor e turbidez no método colorimétrico.

Parâmetros Orgânicos e Biológicos:

Focam na atividade microbiana e no consumo de oxigênio.

- DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio): Qualidade da água de diluição; falta de sementeira (seed) adequada em águas residuais; presença de substâncias tóxicas que inibem microrganismos; bolhas de ar nos frascos Incubation.
- DQO (Demanda Química de Oxigênio): Oxidação incompleta de compostos orgânicos complexos; interferência de cloretos (que consomem o oxidante); erros na digestão térmica (temperatura e tempo).
- Óleos e Graxas (OG): Perda de material nas paredes dos frascos de coleta; evaporação excessiva do solvente na pesagem; extração incompleta da fase aquosa.

Parâmetros Físico-Químicos Básicos:

Geralmente relacionados à calibração e interferências físicas.

- pH a 25°C: Efeito da temperatura (não compensação); contaminação do eletrodo por óleos em águas residuais; calibração com tampões vencidos ou contaminados.
- Condutividade a 25°C: Presença de bolhas de ar na célula; eletrodo sujo; erro na correção de temperatura (caso o equipamento não faça automaticamente).
- Sólidos (Totais, Dissolvidos, Suspensos): Filtração incompleta; temperatura de secagem oscilante na estufa; saturação do dessecador (reabsorção de umidade durante o resfriamento).
- Sólidos Sedimentáveis: Leitura incorreta da interface sólido/líquido no Cone Imhoff; formação de "bolhas" ou aderência de sólidos nas paredes do cone.

Nutrientes e Metais:

Envolvem etapas de digestão e reações colorimétricas sensíveis.

- Nitrogênio Amoniacal: Perda por volatilização de NH_3 se o pH estiver alto; interferência de turbidez na amostra residual; contaminação cruzada pela atmosfera do laboratório.
- Fósforo Total: Hidrólise ou digestão incompleta (não convertendo todas as formas de fósforo em ortofosfato); contaminação por detergentes fosfatados nos vidros.
- Alumínio (Metal Total): Adsorção nas paredes do frasco (falta de acidificação); digestão ácida insuficiente; interferência de outros íons metálicos na leitura colorimétrica ou por absorção atômica.

ERROS adicionais:

- erro no reporte das unidades de medida pelo laboratório participante;
- erro no cálculo da diluição para reporte dos resultados;
- 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;
- atraso com o transporte;
- para o ensaio de DBO, a possibilidade de a incubadora não manter a temperatura estável durante os 5 dias;
- não realização de checagem de equipamentos envolvidos nos ensaios;
- ensaios com erros sistemáticos não percebidos pelo laboratório;
- resultados de DBO e DQO discrepantes entre si, sem que o laboratório perceba no reporte de resultados;
- possibilidade de erro pela não utilização de ácido na limpeza da vidraria utilizada nos ensaios dos metais e do fósforo;
- não realização de checagem prévia na amostra para definição da célula e da concentração do MRC, adequados à faixa de trabalho da amostra do PEP;
- não realização da agitação suave da amostra para o ensaio de sulfeto, visto que uma agitação vigorosa da amostra pode provocar o desprendimento do sulfeto da amostra com a introdução de oxigênio;
- possibilidade de erro pela não utilização de ácido na limpeza da vidraria utilizada nos ensaios dos metais, AMÔNIA e do fósforo.

11. ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

As amostras para os ensaios da Tabela 1, do item 7.1, serão preparadas em laboratório provedor externo com supervisão da Conformita e enviada aos laboratórios participantes, conforme o cronograma.

12. 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 informando o ocorrido.

13. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

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

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

A Conformita 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 subcontratado XYZ acreditado – CRL XXXX (colocar endereço). Já a estabilidade verifica se as amostras possuem degradação ao longo da rodada e são analisadas na data final do envio dos resultados.

Opção A:

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 σ_{pt} , avaliando-se o desempenho através do Z'-escore.

15. DEFINIÇÃO DE VALORES DESIGNADOS DO EP (X_{pt}) e (σ_{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 (σ_{pt}).

15.1 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 (σ_{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 Conformità 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*.

15.2 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,

σ_{PT} = desvio designado

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

σ_{PT} = desvio designado

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.

15.3 DESVIO DESIGNADO (σ_{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 (σ_{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 (σ_{pt})

O valor do desvio padrão da rodada do EP (σ_{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 analíto, 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 score ou Z' score.

Opção C: Desvio designado de forma teórica (σ_{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 σ_{pt} teórico	Justificativa
Cianeto total	CV = 11%	SMWW (BIAS)
Sulfeto total	CV = 15%	Provedor internaciona
DBO	CV = 20%	Critério de acordo com a experiência do provedor para o ensaio.
DQO	CV = 5,6%	SMWW (método refluxo fechado)
Nitrogênio amoniacal	CV = 20%	SMWW (erro no método Titulométrico)
Fósforo total	CV = 20%	SMWW (espectro/colorimétrico)
pH à 25°C	σ_{pt} teórico = 0,1	SMWW (BIAS)
Condutividade à 25°C	CV = 2%	SMWW (2510 B. Laboratory Method)
Ferro	CV = 7,5%	Provedor internacional
Alumínio	CV = 7,5%	
Manganês	CV = 7,5%	
Zinco	CV = 7,5%	
Níquel	CV = 7,5%	
OG vegetal + OG mineral = OG total	CV = 30%	Critério de acordo com a experiência do provedor para o ensaio.

Cloro total	CV = 10%	Critério de acordo com a experiência do provedor para o ensaio.
Sólidos totais, Sólidos dissolvidos e Sólidos Suspensos	CV = 30%	Critério de acordo com a experiência do provedor para o ensaio.
Sólidos sedimentáveis	CV = 20%	Provedor internacional.

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

16 AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

16.1 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:

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

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;

σ_{pt} é o desvio designado definido pelo provedor

σ_{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 = Resultado aceitável**

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

Se $|Z| \geq 3$ = **Resultado Insatisfatório = Resultado não aceitável**

17. AVALIAÇÃO DA VARIABILIDADE DO GRUPO (CV)

Com as análises dos valores designados realizadas, o provedor consegue verificar o coeficiente de variação do grupo (CV_{grupo}) que representa a dispersão entre os resultados dos laboratórios participantes. O CV_{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.

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

Onde: σ_{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).

18. 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.

19. 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 ou através de formulário disponível no site da Conformità em até 7 dias após o envio do relatório preliminar.

20. 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	Opções	Valores
1	Cianeto total	R\$ 774,00
2	Sulfeto total	R\$ 730,00
3	DBO	R\$ 870,00
4	DQO	R\$ 780,00

5	Nitrogênio amoniacal	R\$ 750,00
6	Fósforo total	R\$ 750,00
7	pH a 25°C	R\$ 540,00
8	Condutividade a 25°C	R\$ 570,00
9	Ferro, Alumínio, Manganês, Zinco e Níquel - Metais totais	R\$ 778,00
10	OG vegetal + OG mineral = OG total	R\$ 780,00
11	Cloro total	R\$ 1.170,00
12	Sólidos totais, Sólidos dissolvidos e Sólidos Suspensos	R\$ 690,00
13	Sólidos sedimentáveis	R\$ 580,00

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

Se o laboratório optar pelas 13 opções do PEP tem **30% de desconto** – Valor total: R\$ 6.833,40

Se o laboratório optar por até 06 opções tem desconto de **15% no valor total**.

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.

21. POLÍTICA DE CANCELAMENTO

O laboratório que optar por não participar da rodada deverá formalizar o cancelamento junto ao provedor. Caso ainda não tenha ocorrido a emissão de Nota Fiscal Eletrônica (NF-e) e/ou boleto bancário, não haverá qualquer custo de desistência.

Caso a NF-e e/ou o boleto bancário já tenham sido emitidos, o cancelamento poderá ser solicitado até 10 dias antes do envio das amostras ou da realização da coleta presencial. Nessa situação, não haverá restituição dos valores pagos; entretanto, será disponibilizado ao laboratório um crédito correspondente a 85% do valor contratado, para utilização futura.

Nos casos em que o cancelamento ocorrer com a rodada já em andamento - caracterizada pelo envio das amostras, proximidade da coleta ou no próprio dia de sua realização - e havendo emissão prévia de NF-e e/ou boleto bancário, não será concedida restituição ou crédito ao cliente.

Em situações de problemas com a amostra, como extravio, o provedor providenciará sua substituição. Caso a substituição não seja viável, será concedido ao cliente crédito integral correspondente a 100% do valor pago

22. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **04 de setembro de 2026.**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **09 de outubro de 2026.**
- Envio dos itens de ensaio: **19 de outubro de 2026.**
- Início dos ensaios (amostras em condição de caixa): **22 de outubro de 2026.**
- Envio dos resultados (dados), via formulário eletrônico: **09 de novembro de 2026.**
- Divulgação do relatório preliminar aos participantes: **14 de dezembro de 2026.**
- Reunião online de encerramento do PEP (sem custo adicional): prevista para **23 de dezembro de 2026**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pede-se a gentileza de contatar a gerente de PEP da Conformità. 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 ano vigente) no site da Conformità, **sem custo adicional.**

23. 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 a competência de provedores de ensaio de proficiência.

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.

Statistical Manual | Chemical Proficiency Testing – NMI North – CRV – Australia Reviewed Date: 26 February 2021

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

PG 03 - Modelos estatísticos

Outras referências pertinentes:

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SMEWW), 24ª ed. 2022

Protocolo Provedor Internacional LGC – AXIO Proficiency Testing - Water Chemistry (AQUACHECK)

- AQ641 Round 641, LG Aquacheck - Sample PT-AQ-12 e LGC Aquacheck - Sample PT-AQ-15

Porto Alegre, 26 de abril de 2026.

26/04/2025

Emissões para PEP acreditado. Revisão 0