

	PROTOCOLO DE PEP EM ENSAIOS	FG 018 REVISÃO 03 02/10/2024
		Página 1 de 15

PROTOCOLO DO PEP DE ENSAIOS nº 06/2026

Nome do PEP: PEP em Biodiesel

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 ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

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 Conformita – 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 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
Cristiane Teresinha Garcia	quimica.bio@fugacouros.com.br	Biofuga
Lia Trentin	certificacao.bio@fugacouros.com.br	
Camila Gava Tedesco	certificacao2.bio@fugacouros.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 Conformita conhecerão este código. Caso a Conformita 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.

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 Biodiesel 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 30 laboratórios.

6. ITENS DE ENSAIO E RODADA:

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

6.1 ENSAIOS

Matriz	Parâmetro/Preservação	Unidade de medida
Frasco polietileno 1 L – Matriz: Biodiesel de gordura animal + vegetal	Massa específica a 20°C	kg/m ³
	Viscosidade cinemática a 40°C	mm ² /s
	*Teor de água	mg/kg
	*Ponto de fulgor	°C
	Teor de éster	% massa
	Cinzas sulfatadas	% massa
	Enxofre total	mg/kg
	Ponto de entupimento de filtro a frio	°C
	*Índice/Número de acidez	mg KOH/g
	Glicerol livre	% massa
	Glicerol total	% massa
	Monoacilglicerol	% massa
	Diacilglicerol	% massa
	Triacilglicerol	% massa
	Metanol	% massa
	*Estabilidade à oxidação a 110°C	h
	Corrosividade ao Cobre	1A a 4C
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Teste de filtração por imersão a frio	s
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Contaminação total	mg/kg
Frasco de 100mL âmbar de vidro - Biodiesel de origem animal + vegetal fortificados	*Fósforo	mg/kg
	Cálcio	mg/kg
	Magnésio	mg/kg
	Potássio	mg/kg
	Sódio	mg/kg

*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 02 vias, com exceção de Contaminação total que deverá ser informado apenas em 01 via, devendo constar o registro dos resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados gerada pelo *Google form* (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
Matriz: Frasco polietileno 1 L – Matriz: Biodiesel de gordura animal + vegetal	Massa específica a 20°C	800,0 - 900,0	kg/m ³	Amostra natural
	Viscosidade cinemática a 40°C	4,000 - 6,000	mm ² /s	
	*Teor de água	30 - 1000	mg/kg	
	*Ponto de fulgor	60,0 à 190,0°C	°C	
	Teor de éster	90,0 – 100,0	% massa	
	Cinzas sulfatadas	0,001 – 0,008	% massa	
	Enxofre total	0,5 – 20,0	mg/kg	

	Ponto de entupimento de filtro a frio	-4 até 10	°C	
	*Índice/Número de acidez	0,1 – 1,0	mg KOH/g	
	Glicerol livre	0,001 – 0,030	% massa	
	Glicerol total	0,050 – 0,400	% massa	
	Monoacilglicerol	0,100 – 1,000	% massa	
	Diacilglicerol	0,050 – 0,400	% massa	
	Triacilglicerol	0,001 – 0,400	% massa	
	Metanol	0,01 – 0,40	% massa	
	*Estabilidade à oxidação a 110°C	5,0 – 25,0	h	
	Corrosividade ao Cobre	Qualitativo	1A a 4C	
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Teste de filtração por imersão a frio	0 - 720	s	Amostra natural
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Contaminação total	5 - 27	mg/kg	Amostra natural
Metais: frasco 100mL âmbar de vidro - Biodiesel de origem animal + vegetal fortificados	*Fósforo	0,5 – 15,0	mg/kg	Amostra natural
	Cálcio	0,5 – 15,0	mg/kg	
	Magnésio	0,5 – 15,0	mg/kg	
	Potássio	0,5 – 15,0	mg/kg	
	Sódio	0,5 – 15,0	mg/kg	

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

6.3 MÉTODOS EQUIVALENTES

Tabela 1 – Métodos equivalentes		
Matriz	Parâmetro	Técnicas/Métodos
Matriz: Frasco polietileno 1 L – Matriz: Biodiesel de gordura animal + vegetal	Massa específica a 20°C	ABNT NBR 7148 – Método do densímetro, ABNT NBR14065 – Densímetro digital, ASTM D1298 – Densidade API por Hidrômetro, ASTM D4052 – Desímetro digital, EN ISO3675 – Método do hidrômetro, EN ISO 12185.
	Viscosidade cinemática a 40°C	ABNT NBR 10441 – Viscosímetro (cálculo), ASTM D 445 – Viscosímetro (cálculo), EN ISO 3104 – Viscosímetro (cálculo)
	*Teor de água	ASTM D 6304 – Titulação colorimétrica de Karl Fisher, DIN EN 12937 – Coulométrico de Karl Fisher
	*Ponto de fulgor	ABNT NBR 14598 – Aparelho de vaso fechado Pensky-Martens, manual ou automatizado, ASTM D93 – copo fechado Pensky-Martens, EN ISO 3679 – Método de copo fechado de equilíbrio rápido.
	Teor de éster	ABNT NBR 15764 – Cromatografia gasosa, DIN EN 14103 - Cromatografia gasosa,

	Cinzas sulfatadas	ABNT NBR 6294 ASTM D874 EN ISO3987
	Enxofre total	ABNT NBR 15867 – Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) ASTM D5453 – Método Fluorescência ultravioleta, EN ISO20846 – Método Fluorescência ultravioleta EN ISO 20884 – Espectrometria de fluorescência de raio-X
	Ponto de entupimento de filtro a frio	ABNT NBR 14747, STM D 6371 EN 116
	*Índice/Número de acidez	ABNT NBR 14448 – Método de titulação potenciométrica , ASTM D664 – Titulação potenciométrica, EN 14104
	Glicerol livre	ABNT NBR 15908 – Cromatografia gasosa, ASTM D6584 – Cromatografia gasosa EN14105
	Glicerol total	ABNT NBR 15908 – Cromatografia gasosa, ASTM D6584 – Cromatografia gasosa EN14105
	Monoacilglicerol	ABNT NBR 15908 – Cromatografia gasosa, ASTM D6584 – Cromatografia gasosa, EN14105
	Diacilglicerol	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ASTM D6584 – Cromatografia gasosa, EN14105
	Triacilglicerol	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ASTM D6584 – Cromatografia gasosa, EN14105
	Metanol	ABNT NBR 15343 - cromatografia gasosa , EN 14110
	*Estabilidade à oxidação a 110°C	DIN EN 14112, EN 15751
	Corrosividade ao Cobre	ABNT NBR 14359 – Método da lâmina de cobre, ASTM D130, EN ISO 2160
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Teste de filtração por imersão a frio	ASTM D 7501
Frasco polietileno de 1L: Biodiesel de origem animal + vegetal	*Contaminação total	NBR 15995, EN12662
Metais: frasco 100mL âmbar de vidro - Biodiesel de origem animal + vegetal fortificados	*Fósforo	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ASTM D 4951 - espectrometria de AA, EN 16294 – ICP-OES.
	Cálcio	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, EN 14538 – ICP-OES
	Magnésio	
	Potássio	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, EN 14538 – ICP-OES.
	Sódio	EN 14538 – ICP-OES.

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 de biodiesel, sendo aprovadas pela equipe da Conformita. Todas as medidas necessárias para garantir a similaridade, são tomadas antes da realização

	PROTOCOLO DE PEP EM ENSAIOS	FG 018 REVISÃO 03 02/10/2024
		Página 6 de 15

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.

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 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 Biofuga, conforme orientação e supervisão da coordenação da Conformità, e adicionados às amostras de biodiesel, quando aplicável. As bombonas serão homogeneizadas e após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados.

As caixas serão despachadas, conforme cronograma, via Sedex (apenas rodoviário). 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.

9. POTENCIAS 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, no geral, podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, uso de instrumentos, vidrarias contaminadas, condições ambientais da análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

Os erros mais comuns no ensaio de Teor de água em biodiesel incluem:

- Falta de solubilização adequada
- Reações secundárias por aditivos
- Amostra mal homogeneizada
- Problemas instrumentais (célula, reagente, desvio, forno)
- Contaminação por umidade ambiente
- Variações devido a logística e armazenamento

Os erros mais comuns no ensaio de Ponto de Fulgor incluem:

- Falhas na verificação/calibração do equipamento
- Presença de metanol/etanol residual
- Contaminantes voláteis de qualquer origem

- Purificação inadequada na produção (resíduos leves)
- Má conformidade com o método de ensaio.
- Armazenamento/estabilidade inadequados da amostra

Os erros mais comuns no ensaio de Índice de acidez incluem:

- Instabilidade da leitura de potencial do equipamento;
- Soluções titulantes muito diluídas;
- Solventes inadequados (alteram curva de titulação);
- Má padronização/manutenção de eletrodos;
- Amostras contaminadas, oxidadas ou mal preparadas
- Falhas na verificação/calibração do equipamento

Os erros mais comuns no ensaio de Estabilidade à Oxidação incluem:

- Armazenamento prévio da amostra inadequado
- Temperatura e fluxo de ar descalibrados do equipamento
- Interferências na leitura da curva de condutividade
- Falhas na verificação/calibração do equipamento

Os erros mais comuns no ensaio de Teste de Filtração à frio incluem:

- Níveis elevados de monoglicerídeos e metais
- Manuseio, transporte e armazenamento inadequados
- Limite de tempo TFIF (≤ 360 s) mal controlado ou mal medido.
- Falhas na verificação/calibração do equipamento
- Problemas de pressão/vácuo durante o ensaio.
- Temperatura da amostra e de filtragem inadequado.
- Má conformidade e/ou inconsistência com o método de ensaio.

Os erros mais comuns no ensaio de Contaminação Total incluem:

- Níveis elevados de monoglicerídeos, metais, fósforo, sabões e gomas.
- produtos de oxidação,
- falhas de manuseio e armazenamento.
- Falhas na verificação/calibração do equipamento
- Problemas de pressão/vácuo durante o ensaio.

- Temperatura da amostra e de filtragem inadequado.
- Má conformidade e/ou inconsistência com o método de ensaio.

Os erros mais comuns no ensaio de Teor de metais e fósforo incluem:

- Catalisadores residuais (Na/K)
- Impurezas naturais do óleo (Ca/Mg/P)
- Fosfolipídios mal removidos (fonte direta de fósforo)
- Contaminação por equipamentos e armazenagem
- Falhas na verificação/calibração do equipamento
- Preparação inadequada da amostra
- Contaminação de vidrarias e reagentes
- Variações de nebulização/plasma

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 Conformita 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 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 Conformita 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 subcontratado Laboratório Biofuga acreditado – CRL 1859 (RS 132 Km 7,5 – Camargo/RS). 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 Conformità 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.

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

Para designar os valores do PEP a Conformità 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}).

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 (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*.

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,

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.

14.3 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
Massa específica a 20°C	Desvio de repro = 0,5 kg/m ³	Critério NBR ISO 14065
Viscosidade cinemática a 40°C	CV = 0,37%	Critério NBR ISO 10441
Teor de água	-	-
Ponto de fulgor	Desvio de repro = 14,7 °C	Critério NBR ISO 14598
Teor de éster	Desvio da repro = 2,45 % massa	Critério DIN EM 140103
Cinzas sulfatadas	Desvio da repro = 0,0021 % massa	Critério NBR 6294
Enxofre total	-	-
Ponto de entupimento de filtro a frio	-	-
Índice/Número de acidez	Desvio de repro = 0,06 mg KOH/g	Critério DIN EM 14104
Glicerol livre	CV = 30%	Valor máximo de variabilidade aceito pelo provedor.
Glicerol total	CV = 17%	Valor máximo da variabilidade do último PEP realizado.
Monoacilglicerol	CV = 14%	Valor máximo da variabilidade do último PEP realizado.
Diacilglicerol	CV = 20%	Valor máximo da variabilidade do último PEP realizado.
Triacilglicerol	CV = 30%	Valor máximo de variabilidade aceito pelo provedor.
Metanol	CV = 30%	Valor máximo de variabilidade aceito pelo provedor.
Estabilidade à oxidação a 110°C	-	-
Corrosividade ao Cobre	-	-
Teste de filtração por imersão a frio	CV = 30%	Valor máximo de variabilidade aceito pelo provedor.
Contaminação total	-	-
Fósforo	Desvio da repro = 1,4 mg/kg	Critério NBR 15553

Cálcio	-	-
Magnésio	-	-
Potássio	-	-
Sódio	-	-

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;

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**

15.2 ANÁLISE QUALITATIVA

O método estatístico utilizado será o da estatística descritiva, utilizando a MODA para avaliação de desempenho. Em estatística descritiva, a moda é o valor que detém o maior número de observações, ou seja, o valor ou valores mais frequentes. A moda não é necessariamente única, ao contrário da média ou da mediana. É especialmente útil quando os valores ou observações não são numéricos.

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

	PROTOCOLO DE PEP EM ENSAIOS	FG 018 REVISÃO 03 02/10/2024
		Página 13 de 15

A avaliação de desempenho será realizada pela MODA e serão classificados como resultados **CONFORME** ou **NÃO CONFORME**, dependendo da maior quantidade de resultados do grupo.

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_{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.

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

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).

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 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 Conformita, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

<u>Região</u>	<u>Valor</u>
Inscrição	R\$ 1.975,00

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

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 Conformita 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.

20. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **10 de abril de 2026.**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **23 de abril de 2026.**
- Envio dos itens de ensaio (via sedex – rodoviário): **06 de maio de 2026.**
- Início dos ensaios: **13 de maio de 2026.**
- Envio dos resultados (dados), via formulário eletrônico: **08 de junho de 2026.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **até 14 de julho de 2026.**
- Reunião online de encerramento do PEP (sem custo adicional): **prevista para 31 e julho de 2026.**

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

	PROTOCOLO DE PEP EM ENSAIOS	FG 018 REVISÃO 03 02/10/2024
		Página 15 de 15

treinamento online “Avaliação de dados de Ensaios de Proficiência” em alguma das datas previstas no site da Conformità, **sem custo adicional**.

21. 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 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.

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

Porto Alegre, 05 de março de 2026.

05/03/2026	Emissão inicial e publicação deste protocolo. Revisão 0
-------------------	--