

PROTOCOLO DE PLANEJAMENTO DO PEP nº 04/2023

Nome do PEP: PEP Piloto em Amostragem com ensaios subsequentes, Fitoplâncton e Sedimentos (Matriz: água bruta)

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 ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

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.

COORDENAÇÃO

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

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa
Marília Rodrigues (Coordenadora PEP)	pep@conformita-rs.com.br / Cel: 51 9 9994-9673	Conformita
Andréa Vidal dos Anjos	contato@conformita-rs.com.br	
Etiene Benini Mendes		

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

Nome do colaborador	E-mail/telefone	Empresa ou Instituição
Mirella Rocha	Tommasi Ambiental	m.rocha@tommasiambiental.com.br
Juliê Rosemberg Sartoretto		j.rosemberg@tommasiambiental.com.br

PARTICIPANTES DO PROGRAMA DO PEP

O Programa Piloto de Ensaio de Proficiência em Amostragem com ensaios subsequentes, Fitoplâncton e Sedimentos da Conformita está aberto a todos os laboratórios de ensaios com atuação na área do programa que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site em Serviços – Ensaios de Proficiência, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 15 laboratórios e o número máximo de inscritos será de 28 laboratórios. Cada laboratório receberá um código para identificação no programa que garantirá a confidencialidade do laboratório no PEP. Somente o laboratório e a Coordenação do PEP da Conformita saberão este código e, se for solicitado oficialmente por algum órgão regulador da área.

ITENS DE ENSAIO E RODADA:

O PEP Piloto em Amostragem com ensaios subsequentes, Fitoplâncton e Sedimentos será realizado em 01 rodada e contará com os seguintes parâmetros para serem medidos:

1.1 ENSAIOS

Matriz	Tabela 1			
	Parâmetro	Número casas decimais para cada parâmetro	Critério CV interno	Unidade de medida
Água bruta (As coletas serão realizadas por 01 técnico de cada laboratório embarcado)	1ª coleta: Amostragem com ensaios subsequentes			
	pH	1	5%	-
	Condutividade à 25°C*	Nº inteiro	5%	µS/cm
	Temperatura da água*	2	5%	°C
	Temperatura do ar	2	5%	°C
	OD	Nº inteiro	10%	mg/L de O ₂
	ORP*	Nº inteiro	10%	mV
	Turbidez*	Nº inteiro	15%	NTU
	Salinidade*	2	15%	PSU
	Transparência*	1	15%	m
	2ª coleta: amostras para Fitoplâncton (malha 20 micras)			
	Fitoplâncton* (Qualitativo e Quantitativo)	Nº inteiro (quantitativo)	15%	cel/mL
	3ª coleta: amostras de Sedimentos			
	pH*	1	15%	-
	ORP*	Nº inteiro	15%	mV
	COT*	1	15%	%
	Alumínio total	1	15%	mg/kg
	Chumbo total	1	15%	mg/kg
	Ferro total	1	15%	mg/kg
	Manganês	1	15%	mg/kg
Cromo*	1	15%	mg/kg	
Zinco total*	1	15%	mg/kg	
Vanádio	1	15%	mg/kg	

*Ensaio onde serão feitos os testes de homogeneidade.

As análises propostas deverão ser realizadas em 02 vias, devendo constar o registro dos dois resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados.

O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP (via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

1.2 FAIXAS DE CONCENTRAÇÃO

Tabela 2 – Faixas de concentração			
Matriz	Parâmetro	Mínima - Máximo	Unidade de medida
Água bruta	1ª coleta: Amostragem com ensaios subsequentes		
	pH	4,0 - 10,0	-
	Condutividade à 25°C	30 - 300	µS/cm
	Temperatura da água	15,00 – 35,00 °C	°C
	Temperatura do ar	10,00 – 40,00 °C	°C
	OD	5 - 12	mg/L de O ₂
	ORP	- 400 a 400	mV
	Turbidez	0 a 50	NTU
	Salinidade	0,00 a 1,00	PSU
	Transparência	0,0 - 10,0	m
	2ª coleta: amostras para Fitoplâncton		
	Fitoplâncton (Qualitativo e Quantitativo)	1000 - 200000	cel/mL
	3ª coleta: amostras de Sedimentos		
	pH	5,0 - 9,0	-
	ORP	-300 até 300	mV
	COT	0,0 – 10,0	%
	Alumínio total	500,0 – 70000,0	mg/kg
	Chumbo total	0,5 – 100,0	mg/kg
	Ferro total	1000,0 – 70000,0	mg/kg
	Manganês	1000, - 70000,0	mg/kg
	Cromo	0,5 – 100,0	mg/kg
	Zinco total	1000,0 – 70000,0	mg/kg
Vanádio	0,5 – 100,0	mg/kg	

1.3 MÉTODOS EQUIVALENTES

Tabela 3 – Métodos equivalentes		
Matriz	Parâmetro	
Água bruta	1ª coleta: Amostragem com ensaios subsequentes	
	pH	Eletrométrico ou Potenciométrico
	Condutividade à 25°C	Condutivimétrico
	Temperatura da água	Medição direta
	Temperatura do ar	Medição direta
	OD	Eletrométrico ou Luminescência
	ORP	Eletrométrico ou Potenciométrico
	Turbidez	Turbidimétrico ou Nefelométrico
	Salinidade	Eletrométrico
	Transparência	Disco de Secchi
	2ª coleta: amostras para Fitoplâncton (malla 20 micras)	
	Fitoplâncton (Qualitativo e Quantitativo)	Obrigatório utilizar os amostradores de profundidade, previstos no guia da CETESB (Garrafa de Van Dorn e Rede de Plâncton). Técnica de microscopia
	3ª coleta: amostras de Sedimentos	
	pH	Eletrométrico ou Potenciométrico
	ORP	Eletrométrico ou Potenciométrico
	COT	método de combustão catalítica em alta temperatura
	Alumínio total	ICP-OES
	Chumbo total	ICP-OES
	Ferro total	ICP-OES
	Manganês	ICP-OES
Cromo	ICP-OES	
Zinco total	ICP-OES	
Vanádio	ICP-OES	

ATENÇÃO: Se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, o mesmo não será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Consultivo do programa na área, sendo aprovadas pela equipe da Conformità.

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 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.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Neste PEP as amostras serão coletadas pelos técnicos de coleta em campo. Será o primeiro Programa de Ensaios de Proficiência realizado com técnicos embarcados para coleta. No dia agendado, conforme cronograma, os laboratórios inscritos deverão se direcionar, conforme horário com todo seu material de coleta (sondas, frascos, caixas térmicas, gelox, MRC, guarda-sol e demais equipamentos) para realizar as medições e coletas em campo. O provedor com o suporte técnico do Laboratório Tommassi Ambiental que disponibilizará os barcos para coleta. Os participantes devem levar coletes salva vidas e demais EPI's necessários para as coletas. No local da coleta, os laboratórios serão orientados por ordem de chegada, a um técnico por laboratório realizar todo o processo da amostragem com ensaios subsequentes, após coleta para Fitoplâncton e por último a coleta de sedimento, dentro do barco. Cada barco terá aproximadamente 1h para realizar todo o processo de amostragem. As coletas serão realizadas na Lagoa Nova em Linhares/ES (Localização: <https://maps.app.goo.gl/iboSRcPNEs1VmR37> - A lagoa nova fica a 10.5 km do centro de linhares. Siga na rodovia es-248, a entrada da rodovia fica na lateral esquerda da igreja matriz do centro).

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

A Conformità realiza análise estatística em relação à homogeneidade, para checar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade e/ou estabilidade das amostras é significativa ante a variabilidade total dos ensaios. Para os parâmetros relacionados na Tabela 1 e assinalados com *, os ensaios para evidenciar a homogeneidade/estabilidade (apenas para os ensaios de laboratório) serão realizados na data a ser agendada pelo laboratório designado como subcontratado Tommasi Ambiental acreditado – CRL 0442 (Rua Arara Azul, 187, Área 05, Galpão 03 – Serra/ES).

Norma estatística utilizada: A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia. 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 ABNT NBR ISO/IEC 17043.

ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

Não aplicável.

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 3.

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

REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os resultados serão enviados através de link que será disponibilizado pela Conformità para os laboratórios participantes nas instruções do PEP, identificando o laboratório com o código que será enviado para cada participante.

CONFIDENCIALIDADE

A política da Conformità visa manter confidencialidade sobre os resultados informados pelos participantes do PEP e declara Imparcialidade e Isenção no FG 008 – Termo de Imparcialidade e Confidencialidade - PEP.

INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES

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

ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta. A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*). A análise dos dados será executada por um profissional estatístico. A análise estatística será realizada utilizando a norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z score para avaliação da exatidão é utilizada a fórmula abaixo:

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

Onde:

x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

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

σ_{pt} é o desvio robusto.

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

- Fórmula para o Cálculo do CVInterno:

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

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

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

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

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

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

Nota 1: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados. Ver Tabela 1 com os critérios.

Outras opções para designação do valor de referência (ensaios de 06 até 11 participantes):

Os valores de consenso (X_{PT} e σ_{PT}) serão estimados por um ou mais laboratórios especialistas. Entende-se por laboratório especialista uma organização que seja reconhecida por sua expertise na área do EP, sendo preferencialmente acreditada e proficiente no ensaio realizado.

Valores designados por um Laboratório de Referência Único:

No caso de usar um laboratório especialista, o resultado de referência pode ser obtido dos testes de homogeneidade realizados (TH). As equações a seguir apresentam a estimativa dos valores designados neste caso.

$$X_{PT\ esp} = \frac{\sum Médias_{TH}}{n_{TH}}$$

$X_{PT\ esp}$ = Média das Médias dos Testes de Homogeneidade (TH)

$$\sigma_{PT} = \sqrt{(\sigma_{\bar{X}_{TH}})^2 + \left(\frac{R_{est}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{U_{Ref}}{k_{Ref}}\right)^2}$$

σ_{PT} = Desvio padrão do valor designado pelo laboratório especialista, sendo obtido através da combinação do desvio padrão das médias do teste de homogeneidade, amplitude dos testes de estabilidade (entre os dias avaliados) e a incerteza de medição do laboratório de referência (especialista). Existem casos onde a estabilidade é “não aplicável”.

Nota: convém realizar um teste de Grubbs para verificar se existem outliers nos dados que serão utilizados para gerar o valor de referência. O provedor deve avaliar se o(s) método(s) utilizado(s) para designar os valores de referência é(são) considerado(s) equivalente(s) aos métodos utilizados na rodada de comparação.

Caso a análise estatística seja 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.

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (Coordenadora PEP).

AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

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

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

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

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

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

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z escore.

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

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.

OBSERVAÇÃO:

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

Caso o provedor identifique ensaios de 06 até 11 participantes com distribuição normal dos dados avaliará a possibilidade de utilizar os dados dos testes de Homogeneidade e/ou estabilidade do Laboratório Subcontratado para determinar os Valores Designados através do Laboratório de Referência. Está sistemática será possível para os parâmetros avaliados em homogeneidade e/ou estabilidade.

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

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (Coordenadora PEP).

RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela Conformità Avaliação da Conformidade um Relatório rodada 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 a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos participantes.

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

INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação sobre o PEP deverá registrar sua insatisfação pelo email pep@conformita-rs.com.br em até 7 dias após o envio do relatório.

INSCRIÇÕES

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

<u>Opções</u>	<u>Valor</u>
Opção 1: Amostragem com ensaios subsequentes em água bruta + ensaios em sedimento	R\$ 900,00
Opção 2: Amostragem com ensaios subsequentes em água bruta + ensaios Fitoplâncton	R\$ 600,00
Opção 3: Amostragem com ensaios subsequentes em água bruta + ensaios em sedimento + ensaios Fitoplâncton	R\$ 1.050,00

*A taxa de inscrição **não inclui** as despesas de transporte de cada laboratório até o local de coleta, valor de diárias e alimentação dos técnicos de coleta e os EPI's de segurança.

**Disponibilizaremos águas e banheiro no local da coleta.

Ao realizar a inscrição o laboratório deverá informar as Opções de interesse e os ensaios que vão participar.

Forma de pagamento:

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

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.

CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **02 de junho de 2023** (ou até finalizarmos as vagas).
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas e demais informações: **19 de junho de 2023**
- Dia da coleta (todos os laboratórios deverão estar disponíveis 8h30 no local com seus equipamentos e materiais): **26 de junho de 2023 às 8h30 na lagoa Nova em Linhares/ES.**
- Envio dos resultados (dados), via formulário eletrônico: **11 de julho de 2023.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **17 de agosto de 2023.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa a coordenação do PEP da Conformità.

REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

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

ABNT ISO/IEC 17.043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência.

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

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

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

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

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2012.

Porto Alegre, 24 de maio de 2023.