

ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA PIPA

Nº DA RODADA: **202/24**

TIPO DE RODADA: **AMOSTRAGEM**



ATENÇÃO: ESSA RODADA SERÁ PRESENCIAL, OU SEJA, NAS DEPENDÊNCIAS DO PROVEDOR, EM FRANCA/SP.

1 ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

Ensaios de Proficiência PIPA Ltda

Endereço: Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 - Pq. Progresso - Franca/SP

CEP: 14403-099

Telefone: (16) 3432-0590

E-mail: pipaep@pipaep.com.br

Coordenador geral: Rafael Carbone Cintra

2 MATRIZES

- Água bruta
- Água tratada
- Água residual

3 ESCOPO DOS PARÂMETROS

- Cloro residual livre
- Condutividade
- Oxigênio dissolvido
- pH
- Potencial de oxirredução (ORP)
- Temperatura da amostra
- Temperatura ambiente
- Turbidez

4 CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

O cronograma a seguir poderá sofrer alterações. Se esse for o caso, todos os inscritos serão informados via e-mail, com antecedência à data de execução da Rodada (coletas e ensaios):

- | | | |
|-----|--------------------------------------|---|
| 4.1 | Inscrições: | até 11/10/2024 (sexta-feira) |
| 4.2 | Pagamento das inscrições: | até 14/10/2024 (segunda-feira) |
| 4.3 | Coletas e ensaios das amostras: | 22/10/2024 (terça-feira), às 13h30 (Brasília) |
| 4.4 | Envio dos resultados (via-e-mail): | até 24/10/2024 (quinta-feira), veja item 8.3.3 |
| 4.5 | Envio dos relatórios e certificados: | até 09/12/2024 (segunda-feira) |

NOTA: A data limite para inscrição poderá ser prorrogada mediante à disponibilidade de vagas, entretanto,

haverá acréscimo de 20% no valor da taxa de inscrição em relação ao valor original.

5 INSCRIÇÕES E INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

- 5.1 As inscrições deverão ser realizadas exclusivamente no site: www.pipaep.com.br.
- 5.2 Preencher a inscrição criteriosamente, evitando erros nos endereços do laboratório e nos endereços de e-mail, pois os dados informados serão utilizados para contato e envio dos documentos pertinentes à Rodada.
- 5.3 **IMPORTANTE:** No formulário da inscrição, no campo “Nome Fantasia a ser impresso no certificado”, **descrever criteriosamente, de forma simplificada, como deverá ser expresso o nome do Laboratório no certificado**, formatado de forma a considerar letras maiúsculas, minúsculas e acentuações. Alterações de nome do laboratório, depois de emitido o certificado, terão custo adicional.
- 5.4 Após a inscrição e a aprovação desta pelo PEP PIPA, será encaminhado por e-mail o valor final e as informações para o pagamento, e o Laboratório deve confirmar ou rejeitar a participação na Rodada.
- 5.5 Essa Rodada foi elaborada para atender no mínimo 15 e no máximo 30 laboratórios inscritos. Caso a quantidade de participantes inscritos seja inferior ao mínimo, a Rodada será cancelada por inviabilidade financeira, sem qualquer prejuízo financeiro aos inscritos.
- 5.6 O PEP PIPA é aberto a todos os laboratórios que manifestarem interesse em participar do Programa.
- 5.7 O PEP PIPA é acreditado pela coordenação geral de acreditação do Inmetro (Cgcre) de acordo com os critérios da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 - Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência, sob o código de acreditação PEP 0020. Consulte o escopo acreditado no link: <https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/acreditacao/organismos-acreditados/Provedores-de-ensaios-de-proficiencia/escopos/pep0020.pdf>

6 INFORMAÇÕES SOBRE AS AMOSTRAS

- 6.1 A preparação das amostras será executada nas dependências do PEP PIPA, por pessoal capacitado e treinado.
- 6.2 As amostras serão coletadas e analisadas pelos próprios participantes, também nas dependências do provedor.
- 6.3 Serão disponibilizados os seguintes lotes de amostras:

Lote A - Amostra de **água bruta**, para ensaios de condutividade, ORP, oxigênio dissolvido, pH, temperatura e turbidez, armazenada em reservatório de aproximadamente 300 L.

Lote B - Amostra de **água residual**, para ensaios de pH, temperatura, ORP e turbidez, armazenada em reservatório de aproximadamente 300 L.

ATENÇÃO: O manuseio destas amostras deve ser realizado com EPIs adequados, de forma a evitar contaminações biológicas e químicas pelos técnicos envolvidos.

Lote C - Amostra de **água tratada**, para ensaios de cloro residual livre, pH e temperatura, armazenada em reservatório de aproximadamente 300 L.

Lote D - Ambiente atmosférico, para ensaios de temperatura ambiente.

NOTA 1: Os ensaios de temperatura ambiente serão realizados antes das coletas e dos ensaios das amostras dos lotes A, B e C, em um mesmo ambiente e em um mesmo instante (estipulado pelo provedor).

NOTA 2: As amostras coletadas deverão ser tratadas da mesma forma que as amostras de rotina do laboratório.

7 REGULAMENTO DA RODADA

7.1 Todos os materiais e equipamentos julgados necessários pelo participante para a coleta das amostras e para os ensaios subsequentes, deverão ser trazidos pelo respectivo e deverão ser de **uso exclusivo**. Exemplos: frascos, bandejas, mesas dobráveis, banquetas, água purificada, papel higiênico macio, papel toalha, reagentes, padrões de calibração e checagem, seringas, etc.

ATENÇÃO: NÃO SERÁ PERMITIDO O USO DE MATERIAIS E/OU EQUIPAMENTOS DO PROVEDOR OU DE OUTRO PARTICIPANTE!

7.2 Não poderá haver qualquer tipo de comunicação entre os participantes de laboratórios diferentes a partir do início da etapa de coleta das amostras.

7.3 Não será permitido atraso no horário marcado para o início das atividades (veja **item 4.3**).

7.4 Cada laboratório participante terá a responsabilidade de organizar e limpar o local na conclusão das atividades.

7.5 **ATENÇÃO:** O não cumprimento de um dos itens acima, eliminará o participante da Rodada, e o Provedor não se responsabilizará por quaisquer custos envolvidos.

8 MÉTODOS ANALÍTICOS, REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS, CONCENTRAÇÕES E UNIDADES DE MEDIDA

8.1 Os métodos e técnicas a serem utilizados para a realização da amostragem, não farão parte dos critérios de avaliação do ensaio de proficiência. Ou seja, ficará a critério de cada laboratório a escolha desses métodos e técnicas.

8.2 Métodos analíticos

8.2.1 Os métodos analíticos que serão considerados tecnicamente equivalentes e aceitos para a determinação dos analitos, serão os seguintes:

Analito	Métodos
Cloro residual livre	- Colorimétrico
Condutividade	- Condutivimétrico
ORP	- Potenciométrico
Oxigênio dissolvido	- Eletrodo de membrana - Luminescência
pH	- Potenciométrico
Temperatura da amostra	- Medição direta
Temperatura ambiente	
Turbidez	- Nefelométrico

NOTA: Resultados originados de ensaios realizados por métodos diferentes dos estabelecidos acima, não serão considerados no tratamento estatístico.

8.3 Realização dos ensaios

8.3.1 Será coletada apenas uma amostra de cada lote, e em cada amostra, o participante deverá realizar 2 ensaios (em réplica) para cada parâmetro que se inscreveu, em local definido pelo provedor. Assim, serão gerados 2 resultados por participante para cada parâmetro.

IMPORTANTE: Apenas Laboratórios que procederem com os ensaios conforme acima, terão os desempenhos dos seus resultados avaliados, portanto, resultados únicos não serão interpretados, devendo haver, impreterivelmente, 2 resultados por participante.

8.3.2 Caso o Laboratório encontre um valor menor que o seu limite de quantificação (LQ), o valor do LQ deve ser

reportado como o resultado encontrado, e essa informação deve constar no campo de observações da planilha de registro de resultados.

- 8.3.3 Aos participantes, serão distribuídas planilhas para o registro dos resultados dos ensaios. O provedor tirará uma foto dessas planilhas, ao término dos ensaios, para que o participante possa ter posse dos seus registros brutos. Posteriormente, e de acordo com o prazo definido no **item 4.4**, o participante deverá entregar a planilha ao provedor, eletronicamente preenchida, via e-mail.

IMPORTANTE: Se caso houver alguma divergência entre o resultado bruto e o resultado enviado eletronicamente, para qualquer que seja o ensaio, é política do Programa fazer com que prevaleça o dado bruto, originado no dia da Rodada.

8.4 Concentrações esperadas e unidades de medida

- 8.4.1 A tabela a seguir informa a faixa de concentração esperada e a unidade de medida para cada um dos analitos contemplados na Rodada:

Analito	Faixa de concentração esperada	Unidade de medida
Cloro residual livre	0,2 a 3,0	mg/L
Condutividade	50 a 250	µS/cm
Oxigênio dissolvido	3,0 a 9,0	mg/L
pH	5,0 a 9,5	-
Potencial de oxirredução (ORP)	0 a +500	mV
Temperatura da amostra	15 a 30	°C
Temperatura ambiente	20 a 35	°C
Turbidez	0,5 a 15	NTU

NOTA: Por se tratar de amostras originadas de matrizes naturais, com a presença de interferentes, nem sempre, e não necessariamente, os resultados encontrados pelos participantes acabam por ficar dentro das faixas de concentração esperadas acima.

9 SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE

- 9.1 O PEP PIPA subcontratará o Laboratório da Proágua Ambiental, acreditado pela coordenação geral de acreditação do Inmetro (Cgcre), para a execução dos ensaios referentes às avaliações de homogeneidade e estabilidade.
- 9.2 Também está prevista a subcontratação do mesmo Laboratório para a realização de serviços de apoio operacional, incluindo: organização física da Rodada e serviços administrativos/financeiros.
- 9.3 As demais atividades, serão executadas diretamente pela equipe do PEP PIPA, em suas dependências.

10 HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DOS ITENS DE ENSAIO

As avaliações de homogeneidade e de estabilidade serão realizadas segundo critérios internos e da norma ISO 13528:2022 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

11 FALSIFICAÇÃO DE RESULTADOS

Caso o Programa receba alguma denúncia ou houver suspeita de mancomunação de resultados, o Provedor investigará e tomará as devidas providências, podendo desconsiderar os resultados apresentados pelos Laboratórios envolvidos.

12 PRINCIPAIS FONTES DE ERROS ANALÍTICOS PARA A RODADA

- 12.1 Método de ensaio inadequado;
- 12.2 Falta de treinamento/capacitação do técnico envolvido nos ensaios;
- 12.3 Falta de uso de materiais de referência;
- 12.4 Equipamentos não calibrados e não checados;
- 12.5 Falta de homogeneização adequada das amostras antes dos ensaios;
- 12.6 Condições ambientais do ensaio inadequadas;
- 12.7 Erros na unidade de medida;
- 12.8 Fator diluição não considerado;
- 12.9 Contaminação da água reagente do laboratório;
- 12.10 Desvios nas orientações estabelecidas pelo Provedor.

13 CORRESPONDÊNCIAS ELETRÔNICAS

- 13.1 Durante a Rodada, as correspondências da coordenação serão enviadas exclusivamente ao(s) e-mail(s) indicado(s) no ato da inscrição. Portanto, será de grande importância a informação correta dos endereços de e-mails, e que estes tenham espaço suficiente na caixa de entrada para recebimento de correspondências eletrônicas com arquivos anexados.
- 13.2 É sugerido, no ato da inscrição, indicar três alternativas de e-mail para receber as correspondências.
- 13.3 Para Laboratórios que possuem critérios de filtros para bloqueios de e-mails, sugerimos providências para liberar o e-mail pipaep@pipaep.com.br, inclusive quando for acompanhado de anexos e downloads.

14 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS RESULTADOS

Os resultados apresentados pelos Laboratórios participantes serão tratados com critérios estatísticos da seguinte forma:

- 14.1 Determinação do valor designado
 - 14.1.1 Para uma quantidade de resultados válidos maior ou igual a 6 ($n \geq 6$), o método estatístico a ser utilizado para a determinação do valor designado, será a análise robusta do Algoritmo A, de acordo com as diretrizes da Norma ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
 - 14.1.2 Para uma quantidade de resultados válidos inferior a 6 ($n < 6$), não haverá tratamento estatístico.
- 14.2 Determinação do desvio padrão de proficiência
 - 14.2.1 Para uma quantidade maior ou igual a 12 resultados válidos ($n \geq 12$), serão calculados 3 desvios padrão: desvio padrão pela análise robusta do Algoritmo A, desvio padrão após a eliminação de “outliers” pelo teste de Grubbs (a 95% de confiança) e desvio padrão de Horwitz. O valor intermediário entre os 3, será considerado o valor do desvio padrão de proficiência.

NOTA: Para os ensaios em que não for aplicável o cálculo do desvio padrão de Horwitz (condutividade, ORP, pH, temperatura e turbidez), o desvio padrão de proficiência será o que apresentar o menor valor entre os outros 2 desvios padrão calculados. Para pH, se este menor valor for maior que 0,30, o desvio padrão de proficiência será o próprio 0,30. Para temperatura, se este menor valor for maior que 1,0 °C, o desvio padrão de proficiência será o próprio 1,0 °C.
 - 14.2.2 Para uma quantidade de 6 a 11 resultados válidos ($6 \leq n < 12$), poderão ser utilizados os seguintes critérios para a determinação do desvio padrão de proficiência:

14.2.2.1 Desvio padrão relativo (DPR) predito a partir do nível de concentração do analito de interesse (mg/L), conforme tabela 7 do DOQ-CGCRE-008, Rev. 09;

14.2.2.2 Bom senso técnico e critérios internos do provedor, baseando-se na sua experiência em relação ao parâmetro em questão e no histórico de rodadas anteriores;

14.3 Determinação da incerteza do valor designado

14.3.1 O cálculo da incerteza do valor designado será realizado de acordo com a fórmula abaixo:

$$u(X) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{n}}$$

Onde:

$u(X)$ = incerteza do valor designado;

s^* = desvio padrão robusto, advindo da análise robusta do Algoritmo A;

n = número de resultados válidos utilizado para o cálculo do valor designado.

14.4 Elipses de confiança

14.4.1 Para a avaliação de resultados quanto a possíveis problemas analíticos no que diz respeito à precisão analítica, serão disponibilizadas elipses de confiança, construídas com os pares dos resultados de cada participante.

NOTA: As elipses de confiança não farão parte da avaliação de desempenho do resultado do participante, a qual será fundamentada no z-score, conforme **item 17.5.3**. Seu propósito é avaliar, única e exclusivamente, a repetibilidade analítica, verificando se a diferença entre os 2 resultados reportados por um determinado laboratório participante, é significativa quando comparada com as diferenças entre os 2 resultados dos demais.

14.5 Avaliação de desempenho dos resultados

14.5.1 Se a incerteza do valor designado for menor que 30% do valor do desvio padrão de proficiência, os desempenhos dos resultados serão avaliados em função do z-score:

$$z_i = \frac{(x_i - X)}{\sigma}$$

Onde:

z_i = z-score do i-ésimo laboratório participante;

x_i = resultado médio do i-ésimo laboratório participante;

X = valor designado;

σ = desvio padrão de proficiência.

14.5.2 Se a incerteza do valor designado for igual ou maior que 30% do valor do desvio padrão de proficiência, os desempenhos dos resultados serão avaliados em função do z'-score:

$$z_i' = \frac{(x_i - X)}{\sqrt{\sigma^2 + u^2(X)}}$$

Onde:

z_i' = z'-score do i-ésimo laboratório participante;

x_i = resultado médio do i-ésimo laboratório participante;

X = valor designado;

σ = desvio padrão de proficiência;

$u(X)$ = incerteza do valor designado.

14.5.3 A interpretação dos desempenhos dos resultados terá como base o valor do z-score (ou z'-score):

Desempenho do resultado	Valor do z-score (ou z'-score)
EXCELENTE	$ z\text{-score} \leq 0,70$
BOM	$0,70 < z\text{-score} \leq 1,40$
ACEITÁVEL	$1,40 < z\text{-score} \leq 2,00$
QUESTIONÁVEL	$2,00 < z\text{-score} < 3,00$
INSATISFATÓRIO	$ z\text{-score} \geq 3,00$

NOTA 1: Todos os resultados com $|z\text{-score}| \leq 2,00$ serão considerados **SATISFATÓRIOS**.

NOTA 2: O PEP PIPA não considera na avaliação de desempenho a incerteza de medição dos resultados dos participantes.

15 CUSTOS DO INVESTIMENTO

15.1 Taxa única de inscrição, independentemente da quantidade de lotes ou parâmetros inscritos: **R\$ 1.300,00 (mil e trezentos reais)**.

NOTA: Será critério do Laboratório a escolha dos lotes e parâmetros a serem ensaiados.

ATENÇÃO: Para inscrições realizadas após a data estabelecida no [item 4.1](#), mediante à disponibilidade de vagas, haverá um acréscimo de 20% no valor da taxa de inscrição em relação ao valor original.

15.2 Nas taxas de inscrição acima, **NÃO** está incluso o valor da logística do Laboratório participante ao local do provedor, onde ocorrerá a Rodada.

15.3 O envio do relatório e certificado, na forma eletrônica, está incluso na taxa de inscrição.

16 PAGAMENTOS

16.1 Após a aprovação da inscrição e a confirmação do Laboratório inscrito, será gerado um boleto com o valor da inscrição. O boleto será encaminhado ao e-mail informado na ficha de inscrição.

16.2 A data de vencimento do pagamento está descrita no [item 4.2](#).

16.3 Para empresas públicas e clientes interessados em efetuar o pagamento via depósito bancário, estes deverão solicitar autorização (disponível no site) para aprovação. O envio do comprovante de transferência é indispensável, devendo ser encaminhado ao seguinte e-mail: danielafernandes@pipaep.com.br.

16.4 **ATENÇÃO:** O não pagamento da taxa de inscrição até o prazo estabelecido, acarretará a exclusão do participante da Rodada.

17 CONFIDENCIALIDADE

17.1 O PEP PIPA se compromete em assegurar a confidencialidade quanto às informações identificadas dos participantes.

17.2 Os resultados de cada participante serão apresentados no relatório da Rodada por meio de códigos.

- 17.3 Cada Laboratório participante deve comprometer-se a não divulgar seus resultados a outros Laboratórios, mantendo o sigilo até o recebimento do relatório da Rodada.
- 17.4 O PEP PIPA não divulgará qualquer informação confidencial a qualquer organismo de terceira parte, a menos que o Laboratório participante renuncie formalmente sua confidencialidade.
- 17.5 Os resultados da avaliação de desempenho do participante serão divulgados exclusivamente a ele, com política de total confidencialidade.
- 17.6 Caso haja obrigação por lei ou autorização por compromissos contratuais para divulgação de informações confidenciais, o Cliente será notificado sobre as informações a serem fornecidas.

18 DESISTÊNCIA DE PARTICIPAÇÃO

- 18.1 Os Laboratórios inscritos poderão manifestar a desistência da participação na Rodada até 15 dias úteis antes da sua realização. Nesse caso, se a inscrição já tiver sido paga, o valor será restituído integralmente por meio de depósito bancário.
- 18.2 Se a desistência ocorrer a partir de 14 dias úteis antes da realização da Rodada, o valor da inscrição **NÃO** será devolvido, podendo esse **APENAS** ficar como crédito para a inscrição em uma próxima Rodada.

19 CANCELAMENTO DE PARÂMETRO DA RODADA

- 19.1 Poderá ocorrer o cancelamento de um ou mais parâmetros da Rodada nas seguintes situações:
- 19.1.1 Quantidade insuficiente de resultados válidos (< 6), de forma a não permitir a determinação do valor designado pelo método mencionado no **item 14.1**.
- 19.1.2 Problema técnico com algum parâmetro que inviabilize o tratamento dos dados.
- 19.2 Em ambos os casos, os participantes serão informados.
- 19.3 Caso ocorra o cancelamento de algum parâmetro, **NÃO HAVERÁ RESTITUIÇÃO PARCIAL OU INTEGRAL** da taxa de inscrição, exceto quando a quantidade de parâmetros cancelados ultrapassar 50% dos parâmetros inscritos pelo Laboratório na Rodada.

20 ENTREGA DOS RELATÓRIOS E CERTIFICADOS

- 20.1 Serão emitidos relatórios e certificados com símbolo da acreditação.
- 20.2 Veja informações no **item 5.4** sobre o nome do Laboratório a ser impresso no certificado.
- 20.3 A entrega dos relatórios e certificados será feita na forma digital.
- 20.4 Quando solicitado, os relatórios e certificados poderão ser enviados por correios com custos sob responsabilidade do solicitante. Para os interessados, será fundamental que, no momento da inscrição, seja informado esse interesse no campo de observações.
- 20.5 Na falta de informação no campo de observações, a organização do Programa entenderá que o relatório e certificado deverão ser enviados na forma digital.
- 20.6 Para envio do relatório nas duas formas (digital e impresso), será cobrado taxa adicional de R\$ 50,00 mais a tarifa de transporte.
- 20.7 2ª via de relatório ou certificado: serão fornecidos diante de solicitação e pagamento das respectivas taxas.
- ATENÇÃO:** Após emitido o relatório, não será permitido alterar seu conteúdo, independente do motivo.

21 RECLAMAÇÕES

- 21.1 É política do PEP PIPA atender todas as reclamações recebidas pelos seus participantes.
- 21.2 Os Laboratórios inscritos podem reclamar ao PEP PIPA quando não concordarem com quaisquer aspectos do Programa.

21.2.1 Em resumo, o processo para atendimento a reclamações consiste em:

- a) Acatar todas as reclamações originárias de telefonemas, e-mail ou outras formas de comunicação.
- b) Registrar todo o processo de reclamação e a investigação dos fatos ocorridos, decidir quais ações devem ser tomadas e monitorá-las;
- c) Assegurar que qualquer ação apropriada seja tomada dentro do prazo de 10 dias úteis após o registro da reclamação e, após devidas tratativas, retornar ao reclamante com a conclusão.

22 APELAÇÕES

22.1 É política do PEP PIPA atender todas as apelações recebidas pelos seus participantes.

22.2 Os Laboratórios inscritos podem apelar ao PEP PIPA quando não concordarem com quaisquer aspectos do Programa relacionados aos resultados finais da rodada.

22.3 As apelações deverão ser encaminhadas, preferencialmente, via e-mail, com prazo de até **10 dias** após a data de envio do Relatório Final.

22.3.1 Em resumo, o processo para atendimento a apelações consiste em:

- a) Acatar todas as apelações que forem formalizadas por e-mail dentro do prazo de 10 dias após o envio dos relatórios aos participantes.
- b) Registrar todo o processo de apelação e a investigação dos fatos ocorridos, decidir quais ações devem ser tomadas e monitorá-las;
- c) Assegurar que qualquer ação apropriada seja tomada dentro do prazo de 10 dias úteis após o registro da apelação e, após devidas tratativas, retornar ao apelante com a conclusão.

23 CONTATOS

Assuntos Técnicos: Rafael Carbone Cintra (Coordenador Geral).

Telefones: (16) 3432-0590 – ramal 202 ou (16) 99143-5017.

E-mail: rafaelcintra@pipaep.com.br

Assuntos Gerais: Larissa Novais (Gerente da Qualidade).

Telefones: (16) 3432-0590 – ramal 203 ou (16) 99708-8717.

E-mail: qualidade@pipaep.com.br