PROTOCOLO N° 001/26

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISE DE CARVÃO

Matriz: Carvão mineral

Última atualização: 28/09/2026 – Revisão 01

A revisão 01 cancela e substitui a revisão 00

ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - PORTO ALEGRE – RS

CEP 91030-330 - FONE: (51) 2200-3988 - e-mail: pep@redemetrologica.com.br

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA 4
2. ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO 4
3. INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO 5
4. INFORMAÇÕES SOBRE OS ITENS DE ENSAIO E RODADAS 5
4.1. ITENS DE ENSAIO, CONCENTRAÇÕES ESPERADAS E UNIDADES DE MEDIDA 5
4.2. MÉTODOS ANALÍTICOS 6
5. PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO 6
6. SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE 7
7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE 8
7.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE 8
7.1.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE 8
7.1.2. AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE 8
8. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS 9
9. CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE 9
10. RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS 10
11. FALSIFICAÇÕES E CONLUIO 11
12. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA 11
13. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO 12
13.1. VALOR DESIGNADO (Xpt) 12

13.2. DESVIO PADRÃO DESIGNADO (σpt) 12
13.2.1. DESVIO PADRÃO ROBUSTO 12
13.2.2. DESVIO PADRÃO DE HORWITZ 13
13.2.3. DESVIO PADRÃO TEÓRICO 13
13.3. INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(Xpt)$ 13
13.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS ($CVGrupo$). 14
13.5. ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO $CV_{INTERNO}$ 14
13.6. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO 15
13.7. CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA 16
14. CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA 16
15. CUSTOS E FORMAS DE PAGAMENTO 18
16. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS 18
17. POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO 19
18. REFERÊNCIAS NORMATIVAS 19
19. HISTÓRICO DE REVISÃO DO PROTOCOLO 20

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA

Este protocolo apresenta o programa denominado como **PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM AANÁLISE DE CARVÃO.**

Este programa foi estruturado, integralmente, com base nos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 e ISO 13528:2022. Existem vários propósitos típicos de ensaio de proficiência, listamos abaixo os principais objetivos deste PEP:

- avaliação de desempenho dos laboratórios para os ensaios propostos;
- identificação de problemas nos laboratórios que possam estar, por exemplo, relacionados aos métodos de ensaio, à eficácia do treinamento e a supervisão do pessoal ou à calibração de equipamentos;
- estabelecimento da eficácia de métodos de ensaio e da comparabilidade de resultados de ensaios;
- provimento de confiança adicional aos usuários dos resultados de ensaios;
- identificação de diferenças em ensaios;
- educação dos laboratórios participantes baseada nos resultados dessas comparações;

2. ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

A Rede Metrológica RS é acreditada na ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 pela Cgcre sob o número PEP 0002.

O escopo acredita está disponível no link: Escopo acreditado Rede Metrológica RS – PEP 0002.

A coordenação deste Programa de Ensaio de Proficiência será realizada pela Gerência Técnica da Rede Metrológica RS, com o apoio do Grupo Técnico da área, formado por especialistas convidados que atuam na área de interesse do programa.

Integrantes do Grupo Técnico:

Nome	Empresa	E-mail
Cletson Menegon	SATC	cletson.menegon@satc.edu.br
Josiane da Rocha Silvano das Neves*		josiane.neves@satc.edu.br
Daniela Costa Pereira		daniela.pereira@satc.edu.br

* Responsável pelo GT

Contatos:

Vinícius Silveira Almeida (Gerente Técnico) – interlab@redemetrologica.com.br

Verônica Fantinel (Coordenadora de Operações) – tecnico@redemetrologica.com.br

Lauren Ramos (Gerente da Qualidade) – qualidade@redemetrologica.com.br

3. INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análise de Carvão da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes que manifestarem interesse em participar. As inscrições devem ser realizadas exclusivamente pelo site: Ensaios de Proficiência | Rede Metrológica RS.

O número mínimo de participantes será de 12 e o máximo será de 60. Caso a rodada não atinja ao número mínimo de participantes, a rodada será cancelada.

4. INFORMAÇÕES SOBRE OS ITENS DE ENSAIO E RODADAS

4.1. ITENS DE ENSAIO, CONCENTRAÇÕES ESPERADAS E UNIDADES DE MEDIDA

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análise de Carvão será realizado, em 2026, em rodada única e possui os seguintes itens de ensaio:

Parâmetro	Concentração esperada	Unidade de medida
Rodada única – 1 Frasco de aproximadamente 60 gramas		
Umidade de higroscopia	0,50 - 3,00	%
Cinzas	40,00 - 50,00	%/base seca
Enxofre total	1,00 – 3,00	%/base seca
Matéria volátil	15,00 - 30,00	%/base seca
Carbono fixo	25,00 - 40,00	%/base seca
Poder calorífico superior	15000 – 25000	J/g/base seca

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

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 vão ficar dentro das faixas de concentração citadas na tabela acima.

4.2. MÉTODOS ANALÍTICOS

Os participantes Programa de Ensaio de Proficiência em Análise de Carvão devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticos ***sugeridos e equivalentes*** para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
Umidade de higroscopia	ASTM D 7582-24 e D3173M – 17a
Cinzas	ASTM D 7582-24 e D 3174 -12
Enxofre total	ASTM D 4239/18 E1 Método A
Matéria volátil	ASTM D 7582-24 e D 3175-18
Carbono fixo	ASTM D 7582-24 e D 3172-13
Poder calorífico superior	D5865M – 19; DIN 51900-1

Informamos que 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 do valor e do desvio designado, mas terá seu desempenho avaliado.

5. PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO

Preparação: os itens de ensaio serão preparados a partir da utilização da matriz carvão mineral, no Laboratório LABSATC da SATC (Rua Pascoal Meller, 73 – Criciúma/SC). A obtenção do carvão mineral será realizada nas jazidas do Estado do Santa Catarina da Carbonífera Belluno (localizada na Estrada Geral, 247 - Rocinha de Baixo - Lauro Müller/SC). O carvão mineral será coletado e pulverizado por funcionários da própria mineradora.

O preparo dos itens de ensaio é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio de pessoal treinado. Os analitos de interesse serão preparados no laboratório LABSATC da SATC, por pessoal capacitado e treinado. O lote de amostras será homogeneizado com a ajuda de quarteadores, logo após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados.

Controle de qualidade: com o objetivo de garantir que os itens de ensaio permaneçam homogêneos e estáveis durante este ensaio de proficiência, será feita a avaliação da homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio durante o período da realização deste programa por meio de ensaios realizados por um

laboratório acreditado na ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 e análises estatísticas de tais dados que serão realizadas pela gerência da Rede Metrológica RS, conforme as diretrizes da ISO 13528:2022 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.*

Armazenamento e distribuição: Os itens de ensaio serão mantidos em temperatura ambiente, para posterior distribuição conforme o cronograma da rodada. O armazenamento será dado por meio de caixas de isopor, sendo estas etiquetadas com a identificação do programa, da rodada, do remetente e do destinatário.

A distribuição das caixas com as amostras será realizada por Correios, via SEDEX.

Em data definida previamente pelo provedor o laboratório deve receber as amostras e manter as mesmas em condições de caixa para garantir que as condições de transporte e armazenamento sejam as mesmas para todos os laboratórios participantes da rodada de comparação. O objetivo é garantir que as alterações nas amostras, caso ocorram, não tenham diferenças significativas entre os laboratórios.

Após recebimento das amostras o laboratório deverá conferir e preencher o formulário FR-75 Controle de recebimento de amostras, de acordo com as instruções da rodada, que estará disponível em link online informado previamente. Caso o laboratório não envie nenhuma informação sobre as condições de recebimento, a Coordenação do EP irá considerar que os itens de ensaio chegaram em condições adequadas.

6. SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE

Os serviços providos externamente neste programa de ensaio de proficiência são:

- Transporte dos itens de ensaio até os laboratórios por empresa contratada pela Rede Metrológica RS;
- Execução dos ensaios referentes às avaliações de homogeneidade e estabilidade pelo laboratório:

LABSATC da SATC – CRL 1440 – Rua Pascoal Meller, 73 – Criciúma/SC

- Serviços de apoio operacional, como: local para preparação e preservação dos itens de ensaio.

NOTA: A Rede Metrológica RS tem total responsabilidade pelas atividades do laboratório provedor externo.

7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

7.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

7.1.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE

Para a avaliação da homogeneidade, serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022.
Serão coletadas 10 amostras ao longo do envase dos itens de ensaio.
Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas homogêneas o seguinte critério for atendido:

$$s_s \leq 0{,}3\sigma_{PT}$$

Onde:

s_s = desvio-padrão entre as amostras avaliadas no teste de homogeneidade;

σ_{PT} = desvio-padrão designado

Caso o analito seja classificado como "não homogêneo" na avaliação — ou seja, quando o critério estabelecido não for atendido —, o desvio padrão entre amostras (s_s) será ser incorporado ao desvio padrão designado (σ_{PT}), resultando em um novo desvio padrão designado corrigido (σ'_{PT}), conforme demonstrado a seguir:

$$\sigma'_{PT} = \sqrt{{\sigma_{PT}}^2 + {s_s}^2}$$

7.1.2. AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE

Para avaliação da estabilidade, também serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022. Serão coletadas 3 amostras ao longo do envase dos itens de ensaio.
Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas estáveis se o seguinte critério for atendido:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0{,}3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(\bar{y}_1) + u^2(\bar{y}_2)}$$

Onde:

$\bar{y}_1$ = média geral dos testes de homogeneidade

$\bar{y}_2$ = média geral dos testes de estabilidade

σ_{pt} = desvio padrão designado

$u(\bar{y}_1)$ = incerteza padrão da média do teste de homogeneidade

$u(\bar{y}_2)$ = incerteza padrão da média do teste de estabilidade

Caso o analito seja classificado como "não estável" na avaliação — ou seja, quando o critério estabelecido não for atendido —, a incerteza padrão da média do teste de estabilidade $u(\bar{y}_2)$ será ser incorporada ao desvio padrão designado (σ_{PT}), resultando em um novo desvio padrão designado corrigido (σ'_{PT}), conforme demonstrado a seguir:

$$\sigma'_{PT} = \sqrt{{\sigma_{PT}}^2 + \ u^2(\bar{y}_2)}$$

8. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via site em um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada participante receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o participante deverá entrar no portal que será informado pela Rede, visando manter a confidencialidade do processo. Em caso de dúvida entrar em contato com a coordenação do EP até a data estipulada para envio de resultados no cronograma.

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 (somente na via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

9. CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE

A Rede Metrológica RS se compromete em assegurar a confidencialidade quanto às informações identificadas pelos participantes. Os resultados de cada participantes serão apresentados no relatório de cada rodada através de um código/senha de identificação único. Apenas o laboratório terá acesso a este código e deverá mantê-lo em sigilo. A Rede Metrológica RS não identifica individualmente os laboratórios participantes, assegurando também desta forma a confidencialidade em relação à sua identificação.

Todas as atividades da Rede Metrológica RS são realizadas de forma imparcial e o provedor adota algumas políticas para manter este compromisso, como:

- Não aceitar resultados após o prazo estabelecido no cronograma, nem permitir a alteração destes;
- Não aceitar qualquer tipo de pressão comercial ou financeira;
- Não divulgar previamente resultados de homogeneidade e estabilidade para algum participante ou membro do grupo técnico;

- Não divulgar resultados antecipados (antes do relatório preliminar) de forma individual para qualquer participante.

O grupo técnico recebe o relatório preliminar antes da emissão oficial para análise crítica e técnica dos dados.

O provedor não altera resultados após o envio do relatório para o grupo técnico.

O laboratório deve comprometer-se a não tornar públicas as análises realizadas, os resultados de outros laboratórios e a manter sigilo sobre os resultados das medições realizadas para esse programa até a emissão do certificado de participação individual.

A Rede Metrológica RS não divulgará nenhuma informação confidencial a qualquer organismo de terceira parte, a menos que o laboratório participante renuncie formalmente sua confidencialidade. Caso se faça necessário, os resultados dos laboratórios poderão ser divulgados para uma autoridade reguladora, os participantes ficarão cientes de tal prática com antecedência. Os resultados do programa poderão, também, ser utilizados para compor dados para publicação de artigos científicos.

10. RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação, apelação ou sugestão sobre o Ensaio de Proficiência, deverá utilizar o formulário eletrônico disponível no site da Rede Metrológica RS, na aba “Fale Conosco”. Esse formulário permite que os participantes registrem reclamações gerais ou apelem contra a avaliação de seu desempenho nos programas de ensaio de proficiência.

Após o recebimento, a solicitação será registrada e analisada pela equipe responsável, garantindo que todas as etapas do processo sejam conduzidas de forma estruturada e documentada. O participante receberá confirmação do recebimento em até 5 dias úteis, com a informação do prazo de resposta final. A conclusão do processo será comunicada formalmente ao participante em até 30 dias corridos.

As apelações são analisadas por pessoal com competência técnica, mas independente das atividades originais do programa, assegurando imparcialidade e transparência. Quando a avaliação de desempenho for baseada exclusivamente em critérios estatísticos (ISO 13528:2022), não serão aceitas apelações, sendo essa condição informada previamente nos protocolos.

A Rede Metrológica RS tem como política avaliar todas as manifestações recebidas e, quando procedentes, implementar as ações necessárias.

Em casos de perda, dano ou atraso no recebimento de amostras enviadas pelo provedor, o participante deve comunicar o ocorrido por e-mail em até **5 dias úteis** após o prazo de entrega previsto. Se confirmado que a responsabilidade é do provedor, novas amostras serão enviadas ao responsável técnico inscrito no programa, sem ônus adicional.

11. FALSIFICAÇÕES E CONLUIO

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a 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 site para 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. Cada laboratório participante deverá se comprometer a não compartilhar seus resultados com outros laboratórios, mantendo sigilo até o recebimento do relatório final.

O procedimento, caso o provedor suspeite de conluio ou falsificação, pode ser cancelar o parâmetro analítico ou excluir o laboratório da rodada de comparação. Caso haja a suspeita de conluio ou falsificação por parte dos laboratórios participantes, estes terão a oportunidade de se explicar antes de ser tomada qualquer decisão. Caso seja realmente evidenciado conluio e/ou falsificação, o laboratório será excluído do EP.

12. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou não aceitável. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As principais fontes de erros analíticos para este ensaio de proficiência são:

- Ensaios realizados fora do prazo estabelecido pelo PEP;
- Falta ou problemas de uso relacionados aos materiais de referência;
- Utilização de equipamentos não calibrados;

- Falta de treinamento dos analistas envolvidos;
- Problemas na diluição das amostras;
- Não cumprimento das orientações estabelecidas pelo PEP;
- Erro de unidade de medida;

13. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

A análise dos dados reportados pelos participantes será conduzida pela Gerência Técnica da Rede Metrológica RS. A avaliação estatística será realizada de acordo com a norma ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

13.1. VALOR DESIGNADO (X_{pt})

O valor designado para cada parâmetro será determinado com base na estatística robusta, conforme métodos descritos no Anexo C da ISO 13528:2022. Essa abordagem visa minimizar a influência de valores discrepantes (outliers) sobre as estimativas de média e desvio padrão. Adicionalmente, será realizada análise qualitativa dos dados para identificar e excluir, quando pertinente, valores considerados inconsistentes antes do cálculo do valor de referência. O valor designado (X_{pt}) será calculado para cada parâmetro com um N ≥ 6 participantes, de acordo com os métodos/técnicas sugeridas e equivalentes e após a retirada de valores considerados outliers. Para qualquer parâmetro com um N < 6 participantes o provedor não irá determinar o valor designado (X_{pt}).

13.2. DESVIO PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt})

O desvio padrão designado para a avaliação da proficiência dos laboratórios participantes poderá ser calculado de três maneiras diferentes:

13.2.1. DESVIO PADRÃO ROBUSTO

Considerando os resultados dos participantes e utilizando métodos recomendados pela norma ISO 13528:2022, conforme descrito no item 7.7, utilizando o algoritmo A apresentado no Anexo C da norma.

13.2.2. DESVIO PADRÃO DE HORWITZ

Alternativamente, o desvio padrão designado poderá ser estimado conforme o item 8.4.3 da ISO 13528:2022, por meio da equação de Horwitz, modificada por Thompson. Essa abordagem considera os níveis de concentração do analito expressos em fração mássica. As equações utilizadas são:

Se $c < 1{,}2 \times 10^{-7}$:

$$\sigma_H = 0{,}22c$$

Se: $1{,}2 \times 10^{-7} < c < 0{,}138$:

$$\sigma_H = 0{,}02c^{0{,}8495}$$

Se $c > 0{,}138$:

$$\sigma_H = 0{,}01c^{0{,}5}$$

13.2.3. DESVIO PADRÃO TEÓRICO

O desvio-padrão designado (σ_{pt}) poderá ser definido de forma teórica, com base em valores de reprodutibilidade estimados a partir de referências técnicas aplicáveis, publicações científicas ou normas específicas do ensaio em questão. Essa abordagem é utilizada quando a estimativa robusta proveniente dos resultados dos participantes não é estatisticamente representativa (baixo número de participantes) ou quando há justificativa técnica para adoção de um valor previamente estabelecido.

13.3. INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(X_{pt})$

A incerteza padrão do valor designado será estimada conforme item 7.7.7 da ISO 13528:2022, utilizando a seguinte fórmula:

$$u(X_{pt}) = \frac{1{,}25 * \sigma_{pt}}{\sqrt{n}}$$

Onde:

σ_{pt} é o desvio robusto.

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

u = incerteza padrão.

CRITÉRIO DA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO:

$$u(X_{pt}) < 0{,}3\ \sigma_{pt}$$

Nos casos em que esse critério não for atendido, a incerteza foi somada quadraticamente ao desvio padrão designado, conforme recomendado pela norma. Como a incerteza $u(X_{pt})$ já contempla, segundo a Nota 1 do item 7.7.7 da ISO 13528:2022, os efeitos de não homogeneidade e/ou instabilidade dos itens de ensaio, não será necessário considerar essas componentes separadamente.

13.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS ($\mathbf{CV_{Grupo}}$)

O Coeficiente de Variação do grupo de laboratórios participantes ($\mathbf{CV_{Grupo}}$) é um parâmetro que representa a dispersão entre os resultados dos laboratórios participantes. O $\mathbf{CV_{Grupo}}$ foi calculado para cada parâmetro realizado na rodada.
Para o cálculo do coeficiente de variação é utilizada a equação:

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

Onde:

σ_{pt} é o desvio-padrão designado;

X_{pt} é o valor designado

13.5. ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO $CV_{INTERNO}$

$$CV_{Interno}(\%) = \frac{(s_{Lab})}{\overline{X}_{Lab}} x100\%$$

Onde:

$\overline{X}_{Lab}$ 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 (repetibilidade):

O COEFICIENTE PARA TODOS OS PARÂMETROS AVALIADOS SERÁ DE 10%

13.6. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

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.

A fórmula para cálculo do z-score ou do z'-score é:

$$z = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sigma_{pt}} \; ou \; z' = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sqrt{\sigma^2{}_{pt} + u^2(X_{pt})}}$$

Onde:

z = z-score obtido pelo participante "i";

X_i = média aritmética dos resultados obtidos pelo participante "i";

X_{pt} = valor designado;

σ_{pt} = desvio designado;

$u(X_{pt})$ = incerteza padrão do valor designado;

z' = z'-Score obtido pelo participante "i";

ORIENTAÇÕES A RESPEITO DA INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE ESTATÍSTICA:

O z-score ou z'-score reportado para cada parâmetro avaliado e os desempenhos dos participantes serão classificados como ACEITÁVEL, QUESTIONÁVEL ou NÃO ACEITÁVEL, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = **RESULTADO ACEITÁVEL**

Se $2 < |Z| < 3$ = **RESULTADO QUESTIONÁVEL**

Se $|Z| \geq 3$ = **RESULTADO NÃO ACEITÁVEL**

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiveram **no mínimo 06 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada, assim como não serão informados os dados de média e desvio padrão robustos do parâmetro não avaliado.

O provedor após análise crítica dos resultados, o provedor poderá optar por não reportar avaliação de desempenho, caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou

eventuais problemas técnicos. Caso isso aconteça, a justificativa estará descrita nas considerações finais do relatório.

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS.

13.7. CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados serão avaliados segundo as recomendações das normas ABNT ISO/IEC 17043:2024 e ISO 13528:2022. Será realizada uma análise dos resultados enviados pelos participantes para identificação de *outliers*. Caso sejam encontrados valores aberrantes, estes serão excluídos da análise estatística para definição do valor designado, mas terão mantida a avaliação do desempenho. Portanto, todos os resultados numéricos reportados pelos laboratórios serão avaliados, independentemente de serem aberrantes ou de terem entrado no cálculo do $\boldsymbol{X_{pt}}$ e do $\boldsymbol{\sigma_{pt}}$.

Os algarismos significativos são importantes no momento de expressar o valor de uma dada grandeza medida experimentalmente. No caso deste ensaio de proficiência, recomendamos que os participantes reportem seus resultados com o número de casas decimais, conforme estabelecido na ficha de instruções técnicas disponibilizada pelo provedor. Resultados reportados como “abaixo do LQ” terão uma análise crítica realizada pelo provedor e serão avaliados.

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS.

14. CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Ao término do programa, a Rede Metrológica RS emitirá certificados de participação (disponibilizados via sistema eletrônico) a todos os laboratórios participantes.

Os laboratórios que desejarem obter certificado de desempenho individual, em formato digital (PDF), poderão solicitá-lo formalmente ao e-mail pep@redemetrologica.com.br, informando o código de identificação do laboratório. A emissão deste certificado possui custo adicional de R$ 300,00 e será encaminhada por e-mail ao solicitante.

Para cada rodada do ensaio de proficiência em questão será elaborado um relatório final, contendo as seguintes informações:

- Nome e contato do provedor (Rede Metrológica RS) e do(s) coordenadores;
- Data de emissão, número de revisão e assinatura digital da pessoa que autoriza a emissão do relatório;
- Número do relatório e identificação clara do código da rodada;
- Descrição do preparo das amostras e dos procedimentos de controle de qualidade aplicados;
- Lista de participantes codificados e respectivos resultados reportados;
- Sumário estatístico, incluindo os valores designados;
- Procedimentos utilizados para estabelecer os valores designados e os respectivos valores de desvio padrão alvo ou outro critério de avaliação;
- Procedimentos utilizados para a avaliação de desempenho dos participantes;
- Comentários a respeito do desempenho dos participantes;
- Recomendação sobre a interpretação estatística dos resultados;
- Comentários e recomendações com base nos resultados gerados na rodada do ensaio de proficiência;
- Considerações finais

O Relatório Final será enviado por e-mail a todos os participantes e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet, preservando integralmente a confidencialidade dos participantes.

15. CUSTOS E FORMAS DE PAGAMENTO

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

Participantes	Opção 1: 1 analista	Opção 2: 2 analistas	Opção 3: 3 analistas
Participantes **ASSOCIADOS** à Rede Metrológica RS	R$ 1.500,00	R$ 1.600,00	R$ 1.700,00
Participantes **NÂO ASSOCIADOS** à Rede Metrológica RS	R$ 1.600,00	R$ 1.700,00	R$ 1.800,00

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte.

Forma de pagamento:

- Forma de pagamento: boleto bancário
- Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.
- Condições Especiais de Pagamento como depósito bancário e parcelamento uma solicitação deve ser encaminhada para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br no ato da inscrição, estando sujeita à aprovação.
- Os empenhos/Ordem de compra/Pedido de Compra deverão ser encaminhados antes do envio das amostras para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br.
- Cancelamento de notas fiscais devem ser solicitados no mesmo mês da emissão.
- A inadimplência impossibilitará o acesso ao(s) certificado(s).

16. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS

Etapa	Prazo/ Data
Prazo limite para inscrição no Programa	06/07/2026
Pagamento	Até 30 dias após a confirmação por e-mail
Envio das senhas	Até 03/08/2026
Envio dos itens de ensaio	28/09/2026
Início da realização dos ensaios	01/10/2026
Envio dos resultados via portal	30/10/2026
Divulgação do relatório preliminar	Até 03/12/2026
Prazo final para considerações sobre o relatório preliminar	Até 08/12/2026
Envio do relatório final	Até 18/12/2026

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar a gerência da Rede Metrológica RS.

17. POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO

Os laboratórios inscritos poderão manifestar interesse no cancelamento da contratação do programa até a data do envio das senhas. Caso o cancelamento seja solicitado até essa data, o valor pago será reembolsado integralmente ao contratante.

Se o cancelamento for solicitado após o envio das senhas, será cobrada uma taxa de 50% do valor contratado para a efetivação do cancelamento da inscrição.

No caso de o cancelamento ser solicitado após o envio das amostras contratadas, o provedor não realizará reembolso de nenhum valor pago.

Para formalizar o cancelamento ou esclarecer dúvidas, entre em contato conosco por meio do e-mail pep@redemetrologica.com.br.

18. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 – Avaliação da conformidade — Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência. Rio de Janeiro, 2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO GUM:2003 – Guia para a expressão da incerteza de medição. Rio de Janeiro, 2003.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528:2022 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneva, 2022.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 5725-5:1998 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method. Geneva, 1998.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 5725-6:1998 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values. Geneva, 1998.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA – Inmetro. NIT-DICLA-026 – Requisitos para a participação de laboratórios em atividades de ensaio de proficiência. Revisão 15. Rio de Janeiro: Inmetro, abr. 2021.

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

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA – PTA. Guide to Proficiency Testing Australia. Revised February 2024. Disponível em: https://www.pta.asn.au. Acesso em: 28 Jul. 2025.

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY – IUPAC. Protocolo harmonizado para o projeto e interpretação de estudos de comparações interlaboratoriais para avaliação do desempenho de métodos analíticos. [S.l.]: IUPAC, 2006.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 24. ed. Washington, D.C.: APHA Press, 2023.

19. HISTÓRICO DE REVISÃO DO PROTOCOLO

Revisão	Data	Histórico de Alteração
00	12/02/2026	Publicação inicial do protocolo
01	28/09/2026	Atualização do item 4.2 referentes aos métodos analíticos. Revisão do ano da norma ASTM D 7582-24.