

REDE METROLÓGICA RS

Provedor de Ensaio de Proficiência · PEP 0002

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES DE SOLOS

MATRIZ: Solo



PROTOCOLO Nº: 011/2026

Data de emissão: 02/10/2026

Revisão: 01 – substitui e cancela a revisão 00.

Responsável: Vinícius Silveira Almeida – Gerente Técnico

REDE.....
METROLÓGICA
.....RS

Rede Metrológica RS · Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 · Porto Alegre – RS · CEP 91030-330
Fone: (51) 2200-3988 · interlab@redemetrologica.com.br

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA	4
2.	ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO	4
3.	CRONOGRAMA DE ATIVIDADES – PRAZOS.....	5
4.	CUSTOS E FORMA DE PAGAMENTO	6
5.	INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO.....	6
6.	INFORMAÇÕES SOBRE OS ITENS DE ENSAIO, RODADAS E MÉTODOS	7
6.1.	ITENS DE ENSAIO, CONCENTRAÇÕES ESPERADAS E UNIDADES DE MEDIDA	7
6.2.	MÉTODOS ANALÍTICOS SUGERIDOS PELO PROVEDOR.....	7
7.	PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO	8
7.1.	PREPARAÇÃO	8
7.2.	CONTROLE DE QUALIDADE	9
7.3.	ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO	9
8.	SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE	10
9.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	10
9.1.	AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	10
9.1.1.	HOMOGENEIDADE.....	10
9.1.2.	ESTABILIDADE	11
10.	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO.....	11
10.1.	VALOR DESIGNADO (X_{pt}).....	11
10.2.	DESVIO PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt}).....	12
10.2.1.	DESVIO PADRÃO ROBUSTO.....	12
10.2.2.	DESVIO PADRÃO DE HORWITZ.....	12
10.2.3.	DESVIO PADRÃO TEÓRICO	13
10.3.	INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(X_{pt})$	13

10.4.	ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS (<i>CVGrupo</i>)	14
10.5.	ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO CV_{INTERNO}	14
10.6.	AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO	15
10.7.	CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	16
11.	REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS	16
12.	CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE.....	17
13.	RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS	18
14.	FALSIFICAÇÕES E CONLUIO.....	18
15.	POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA.....	19
16.	CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA	19
17.	POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO	20
18.	REFERÊNCIAS	21
18.1.	BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR	21
19.	HISTÓRICO DE REVISÃO	22

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA

Este protocolo apresenta o programa denominado como **PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES DE SOLOS**.

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 de acreditação 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
Taciane Fulcher Ribeiro	LQFS - Fundação Universidade de Caxias do Sul (UCS)	tfribeiro@ucs.br
Luiz Alfredo Bedin Motter		labmotter@ucs.br
Caroline de Sene de Vargas	LAPAM - Fundação Universidade de Caxias do Sul - UCS	csvargas4@ucs.br
Karen Petyele Loreno*		kploreno@ucs.br
Ricardo Zimmer	Zimmer Gestão e Desenvolvimento	ricardo@zimmergestao.com.br
Stefanie Manoela Paim Piana	Terranálises	qualidade@terranalises.com.br

* Responsável pelo GT

Contatos:

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

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

3. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES – PRAZOS

O cronograma abaixo descreve as etapas e os prazos estabelecidos para a execução das atividades relacionadas ao Ensaio de Proficiência.

Etapa / Atividade	Data / Horário
Prazo limite para inscrição	01/09/2026
Prazo limite cancelamento	02/09/2026
Pagamento	Até 30 dias após e-mail do financeiro
Envio dos itens de ensaio:	26/10/2026
Início dos ensaios:	29/10/2026
Envio dos resultados (dados), via portal	Até 19/11/2026
Divulgação do relatório preliminar	Até 11/12/2026
Considerações sobre relatório preliminar	Até 16/12/2026
Relatório final	Até 21/12/2026

4. CUSTOS E FORMA DE PAGAMENTO

Os participantes interessados em participar deste Ensaio de Proficiência deverão realizar sua inscrição por meio do site da Rede Metrológica RS e efetuar o pagamento da respectiva taxa, conforme as condições descritas abaixo.

Participantes	Investimento:
Participantes ASSOCIADOS à Rede Metrológica RS	R\$ 1.500,00
Participantes NÃO ASSOCIADOS à Rede Metrológica RS	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.
- Solicitações de condições especiais de pagamento, como depósito bancário ou parcelamento, deverão ser encaminhadas, no ato da inscrição, para o e-mail administrativo@redemetrologica.com.br, estando sujeitas à análise e aprovação.
- Os documentos de contratação (empenho, ordem de compra ou pedido de compra) deverão ser enviados 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).

5. INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO

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

6. INFORMAÇÕES SOBRE OS ITENS DE ENSAIO, RODADAS E MÉTODOS

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

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

1 frasco de aproximadamente 20 gramas de solos

Parâmetro	Unidade	Matriz	Faixa esperada
Alumínio Total	mg/kg	Solo	9500 a 9800
Arsênio Total			2 a 13
Bário Total			10 a 17
Cádmio Total			0 a 11
Chumbo Total			5 a 11
Cobre Total			1 a 17
Cromo Total			8 a 17
Ferro Total			5400 a 5700
Manganês Total			53 a 66
Molibdênio Total			1 a 9
Mercurio			0 a 9
Níquel Total			2 a 9
Zinco Total			8 a 17

As análises propostas deverão ser realizadas em **duplicatas**, devendo constar o registro dos **dois** 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.

6.2. MÉTODOS ANALÍTICOS SUGERIDOS PELO PROVEDOR

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

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

Parâmetro	Método de digestão	Método de leitura
Arsênio Total	EPA Método 3050 B EPA Método 3051 A	ICP-OES (Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente) ICP-MS (Espectrometria de Massa com Plasma Acoplado Indutivamente) AAS (Espectrômetro de Absorção Atômica)
Mercúrio Total		
Alumínio Total		
Bário Total		
Cádmio Total		
Chumbo Total		
Cobre Total		
Cromo Total		
Ferro Total		
Manganês Total		
Molibdênio Total		
Níquel Total		
Zinco Total		

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.

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

7.1. PREPARAÇÃO

Os itens de ensaio serão preparados a partir da utilização da matriz solo e padrões, no Laboratório Fundação Universidade de Caxias do Sul (Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130 Petrópolis – Caxias do Sul – RS). A obtenção do solo será realizada pelo Laboratório LAQFS da Universidade de Caxias do Sul.

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 Fundação Universidade de Caxias do Sul por pessoal capacitado e treinado, e analitos adicionados às amostras de solo, quando aplicável. As amostras serão devidamente homogeneizadas e, posteriormente, envasadas em frascos, os quais serão fechados, identificados e etiquetados de forma sequencial.

7.2. 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*.

7.3. ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO

Os itens de ensaio serão mantidos em refrigeradores, para posterior distribuição conforme o cronograma da rodada.

As amostras sairão do provedor refrigeradas sob temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$.

O armazenamento será dado por meio de caixas térmicas, 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 (sem abrir as mesmas) 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

8. SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE

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

- Transporte dos itens de ensaio até os laboratórios participantes, realizado por empresa contratada pela Rede Metrológica RS;
- Execução dos ensaios referentes às avaliações de homogeneidade e estabilidade, realizados pelos laboratórios:
LAPAM Universidade de Caxias do Sul – CRL 0440
Terranálises Laboratório de Análises Ambientais – CRL 1325
- Serviços de apoio operacional, incluindo: coleta da matriz e fortificação pelo Laboratório LQFS, disponibilização de local para preparação e preservação dos itens de ensaio pelo Laboratório Fundação Universidade de Caxias do Sul.

A Rede Metrológica RS assume total responsabilidade pelas atividades executadas por laboratórios e prestadores de serviço externos envolvidos neste programa, em conformidade com o item 6.6 da ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024.

9. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

9.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

9.1.1. HOMOGENEIDADE

Para a avaliação da homogeneidade, serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022. Assim, serão coletadas 10 amostras ao longo do envase dos itens de ensaio.

Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas homogêneas se 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

Quando o critério não for atendido, o desvio padrão entre amostras (s_s) será incorporado quadraticamente ao desvio padrão designado, resultando em um desvio padrão corrigido (σ'_{pt}), conforme demonstrado a seguir:

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

9.1.2. ESTABILIDADE

Para avaliação da estabilidade, também serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022. Assim, 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

Quando o critério não for atendido, a incerteza padrão da média do teste de estabilidade $u(\bar{y}_2)$ será incorporada quadraticamente ao desvio padrão designado, resultando em:

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

10. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

A análise dos dados reportados pelos participantes será conduzida pela Gerência Técnica da Rede Metrológica RS, em conformidade com a norma ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. Os itens a seguir descrevem a metodologia adotada para o cálculo do valor designado, do desvio padrão designado, das métricas de desempenho e dos critérios de avaliação aplicados nesta rodada.

10.1. 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 $N \geq 6$ 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 determinou o valor designado (X_{pt}).

10.2. DESVIO PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt})

O desvio padrão designado para a avaliação do desempenho dos laboratórios participantes será calculado por uma das três abordagens descritas a seguir:

10.2.1. DESVIO PADRÃO ROBUSTO

O desvio padrão designado calculado a partir dos resultados dos participantes por meio do Algoritmo A (Anexo C da ISO 13528:2022), conforme descrito no item 7.7 da norma.

10.2.2. 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 $c > 0,138$:

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

10.2.3. 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.

10.3. 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} = 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:

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

Caso este critério não seja atendido, a incerteza será 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.

10.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS (CV_{Grupo})

O Coeficiente de Variação do grupo de laboratórios participantes (CV_{Grupo}) é um parâmetro que representa a dispersão entre os resultados dos laboratórios participantes. O CV_{Grupo} será calculado para cada parâmetro realizado na rodada.

Para o cálculo do coeficiente de variação será utilizada a equação:

$$CV_{Grupo}(\%) = \frac{\sigma_{pt}}{X_{pt}} * 100$$

Onde:

σ_{pt} é o desvio padrão designado;

X_{pt} é o valor designado

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

O Coeficiente de Variação interno ($CV_{interno}$) representa a repetibilidade das análises realizadas pelo laboratório participante, calculado a partir das vias de análise reportadas na rodada.

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

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 (repetibilidade):

Para todos os parâmetros avaliados o CV interno será de 10%

10.6. 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:

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

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 reportado para cada parâmetro 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 tenha sido atendido, a avaliação de desempenho não será realizada, assim como não será informado os dados de média e desvio robustos do parâmetro não avaliado.

Após análise crítica dos resultados, o provedor pode optar por não reportar a avaliação de desempenho de determinado parâmetro, caso este apresente problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade, ou

eventuais problemas técnicos. Quando aplicável, a justificativa estará descrita nas considerações finais do relatório.

10.7. 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 X_{pt} e do σ_{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.

11. 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.

12. CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE

A Rede Metrológica RS se compromete em assegurar a confidencialidade quanto às informações identificadas pelos participantes. Os resultados de cada participante 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.

13. 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.

14. FALSIFICAÇÕES E CONLUÍO

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.

15. 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;

16. 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@redemetrológica.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 também disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet, preservando integralmente a confidencialidade dos participantes.

17. POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO

Os laboratórios inscritos poderão solicitar o cancelamento da participação no Programa de Ensaio de Proficiência até a data limite estabelecida no cronograma oficial.

Para solicitações realizadas até essa data, não haverá cobrança de quaisquer custos ao contratante.

Para solicitações de cancelamento realizadas após o prazo estabelecido no cronograma, será aplicada uma taxa administrativa correspondente a 50% do valor total contratado, em função dos custos operacionais já incorridos para a execução do programa.

Após o envio das amostras aos participantes, não haverá reembolso dos valores pagos, considerando a execução parcial do serviço e os custos logísticos e técnicos já realizados.

O cancelamento deverá ser formalizado por meio de solicitação enviada para o e-mail pep@redemetrologica.com.br.

Casos excepcionais poderão ser analisados pelo provedor, mediante justificativa formal apresentada pelo contratante.

18. REFERÊNCIAS

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

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

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

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

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories. **Pure and Applied Chemistry**, London, v. 78, n. 1, p. 145-196, 2006.

18.1. BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

MONTGOMERY, Douglas C. **Introdução ao controle estatístico da qualidade**. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2004.
PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA. **Guide to Proficiency Testing Australia**. Revisado em fev. 2024. Disponível em: <https://www.pta.asn.au>. Acesso em: 07/06/2026

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, 2022.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). Method 3050B: Acid Digestion of Sediments, Sludges, and Soils. In: Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods (SW-846). Revision 2. Washington, DC: USEPA, 1996.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). Method 200.7: Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry. Revision 4.4. Cincinnati, OH: USEPA, 1994.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). SW-846 Chapter One: Project Quality Assurance and Quality Control. In: Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods (SW-846). Washington, DC: USEPA, Revision 2, July 2014.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). SW-846 Chapter Three: Inorganic Analytes. In: Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods (SW-846). Update VI, Revision 6. Washington, DC: USEPA, 2018.

19. HISTÓRICO DE REVISÃO

Revisão	Data	Histórico de Alteração e Justificativa
00	10/08/2026	Publicação inicial do protocolo de planejamento
01	02/10/2026	Alterações: faixas de trabalho alteradas no item 6.1, atualização do local de preparação dos itens de ensaio no item 7.1 e atualização no cronograma da rodada no item 3. Justificativa: as faixas de trabalho foram adequadas para refletir melhor a expectativa de cada analito na amostra e o local de preparo precisava ser atualizado conforme o escopo do provedor externo.

FIM DO PROTOCOLO