PROTOCOLO 012/2025

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM BIODISEL

Matriz: Biodiesel

Última atualização: 22/10/2025 – Revisão 01

A revisão 01 substitui e cancela 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: interlab@redemetrologica.com.br

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA 4

2. COORDENAÇÃO 4

3. INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO 5

4. ITENS DE ENSAIO E RODADA 6

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

6. SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE 8

7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO) 8

7.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE 8

7.1.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE 8

7.1.2. AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE 9

8. MÉTODOS ANALÍTICOS 10

9. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS 12

10. CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE 12

11. INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS 13

12. INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO 14

13. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA 14

14. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO 15

14.1. VALOR DESIGNADO (Xpt) 15

14.2. DESVIO-PADRÃO DESIGNADO (σpt) 16

14.3. INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(Xpt)$ 17

14.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS ($CVGrupo$) 18

14.5. ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO $CV_{INTERNO}$ 18

14.6. AVALIAÇÃO PARA VARIÁVEIS QUALITATIVAS 19

14.7. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO 19

14.8. CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA 21

15. CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA 22

16. CUSTOS E FORMAS DE PAGAMENTO 22

17. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS 23

18. POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO 23

19. REFERÊNCIAS NORMATIVAS 24

20. PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA 24

21. HISTÓRICO DE EDIÇÃO 24

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA

Este protocolo apresenta o programa denominado como PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM BIODIESEL. A Rede Metrológica RS é acreditada pela Cgcre e cadastrada no EPTIS.

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, conforme descrito na ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024. 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. COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Grupo técnico em Biodiesel.

Integrantes do Grupo Técnico de Biodiesel:

Nome	Entidade	E-mail
*Fabiana de Medeiros	Bianchini	fabiana.medeiros@bianchinisa.com.br
Alana Schilling		laboratorio.canoas@bianchinisa.com.br
Catia Larissa Minetto	Três Tentos Agroindustrial	catia.minetto@3tentos.com.br

* Responsável pelo GT

Contatos:

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

Veronica Fantinel (Coordenadora de Operações) – bonus@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 Biodiesel da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes que manifestarem interesse em participar. As inscrições devem ser realizadas exclusivamente pelo site: Interlaboratoriais – Rede Metrológica RS (redemetrologica.com.br).

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. ITENS DE ENSAIO E RODADA

O Programa de Ensaio de Proficiência em Biodiesel será realizado, em 2025, em rodada única e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada Única			
Cinzas sulfatadas	% massa	0,001 – 0,007	01 Frasco de Biodiesel 1 L escuro
Corrosividade ao Cobre	Qualitativo		
Diacilglicerol	% massa	0,050 – 0,300	
Estabilidade à oxidação a 110°C	h	5,0 – 20,0	
Glicerol livre	% massa	0,001 – 0,03	
Glicerol total	% massa	0,05 – 0,30	
Índice de acidez	mg KOH/g	0,1 – 1,0	
Massa específica à 20°C	kg/m^3	800,0 – 900,0	
Metanol e/ou Etanol	% massa	0,01 – 0,40	
Monoacilglicerol	% massa	0,100 – 1,000	
Ponto de fulgor	°C	90,0 – 160,0	
Teor de água	mg/kg	50 – 250	
Triacilglicerol	% massa	0,001 – 0,300	
Teor de éster	% massa	90,0 – 100,0	
Viscosidade cinemática a 40°C	mm^2/s	4,000 - 5,000	
*Aspecto	Qualitativo		01 Frasco de Biodiesel 1 L escuro
*Teste de filtração por imersão a frio	s	20-360 (qualitativo)	
Ponto de entupimento de filtro a frio	°C	-6 até 10	
Enxofre Total	mg/kg	0,5 – 15	01 Frasco de 100 mL escuro
Cálcio	mg/kg	0,5 – 10,0	
Potássio	mg/kg	0,5 – 10,0	
Sódio	mg/kg	0,5 – 10,0	
Fósforo	mg/kg	0,5 – 10,0	
Magnésio	mg/kg	0,5 – 10,0	

*Parâmetros fora do escopo de Acreditação do provedor.

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

OBS: A análise do parâmetro aspecto será realizada pelo método visual no qual o participante deverá reportar os resultados como conforme ou não conforme de acordo com os seguintes critérios:

Límpido e isento de impurezas → conforme

Turvo, com partículas visíveis, → não conforme

Para o teste de filtração por imersão a frio será realizada a avaliação quantitativa e qualitativa, ou seja, deverá ser reportado o resultado em segundo e informar se o tempo de filtração excedeu ou não o tempo de 720 segundos.

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.

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 Biodiesel, a matriz será da produção da mesma empresa, no laboratório Bianchini (Rua Antônio João Bianchini, 1800 – Canoas RS).
A preparação das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. No tanque ou tambor o lote será homogeneizado e após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados. Estes serão mantidos em temperatura ambiente para posterior envio, conforme o cronograma da rodada. Para os metais o mesmo procedimento será realizado em tambor menor.

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 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, após o preparo, serão mantidos em temperatura ambiente para posterior distribuição aos laboratórios participantes de acordo com o cronograma da rodada. A distribuição das caixas com as amostras será realizada por Correios, via SEDEX.

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;
- Preparação dos itens de ensaio pelo laboratório:

Laboratório Bianchini – CRL 0731 – Rua Antônio João Bianchini, 1.800 – Canoas – RS

- Execução dos ensaios referentes às avaliações de homogeneidade e estabilidade pelo laboratório é:

Laboratório Três Tentos Agroindustrial – CRL 1541 - Estrada BR 285 ,461,5 – Ijuí – RS

Laboratório Olfar – CRL 0975 – Rodovia Br 153, km 53, S/Nº - Erechim - RS

Laboratório ADM do Brasil – CRL 0772 - Avenida Santa Terezinha, 2049 – Joaçaba - SC

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

7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO)

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. O provedor externo para estes ensaios são:

Laboratório Três Tentos Agroindustrial – CRL 1541 - Estrada BR 285 ,461,5 – Ijuí – RS

Laboratório Olfar – CRL 0975 – Rodovia Br 153, km 53, S/Nº - Erechim - RS

Laboratório ADM do Brasil – CRL 0772 - Avenida Santa Terezinha, 2049 – Joaçaba - SC

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

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. Os parâmetros avaliados foram os mesmos descritos no item 7.1.1, nas mesmas matrizes e pelo mesmo provedor externo.

Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas estáveis se o seguinte critério for atendido:

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0{,}3\sigma_{PT}$$

Onde:

$\bar{y}_1$ = média dos resultados obtidos no teste de homogeneidade;

$\bar{y}_2$ = média dos resultados obtidos no teste de estabilidade;

σ_{PT} = desvio-padrão designado

8. MÉTODOS ANALÍTICOS

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

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

Parâmetro	Nº de casas para reporte dos resultados	Método/técnica sugerido e equivalente
Aspecto	Conforme/Não conforme	Visual
Cinzas sulfatadas	3	ABNT NBR 6294 ASTM D874 EN ISO3987
Corrosividade ao Cobre	Qualitativo	ABNT NBR 14359 - Método da lâmina de cobre, ASTM D130, EN ISO 2160
Diacilglicerol	3	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Estabilidade à oxidação a 110ºC	1	EN 14112, EN 15751
Glicerol livre	3	ABNT NBR 15771 - Método Volumétrico, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105, EN 14106
Glicerol total	3	ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Índice de acidez	2	ABNT NBR 14448 - Método de titulação Potenciométrico, ASTM D664 - Titulação Potenciométrico, EN 14104
Massa específica à 20ºC	1	ABNT NBR 7148 - Método do densímetro, ABNT NBR14065 - Densímetro digital, ASTM D1298 – Densidade API por Hidrômetro, ASTM D4052 – Dosímetro digital, EN ISO3675 – Método do hidrômetro, EN ISO 12185
Metanol e/ou Etanol	2	ABNT NBR 15343 cromatografia gasosa, EN 14110
Monoacilglicerol	3	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa,

		EN14105
Ponto de fulgor	1	ABNT NBR 14598 - Aparelho de vaso fechado Pensky-Martens, manual ou automatizado, ASTM D93 - copo fechado Pensky-Martens, EN ISO 3679 - Método de copo fechado de equilíbrio rápido.
Teor de água	-	ASTM D 6304 - Titulação colorimétrica de Karl Fisher, EN 12937 - Titulação colorimétrica de Karl Fisher
Ponto de entupimento de filtro a frio	-	ABNT NBR 14747 ASTM D 6371 EN 116
Triacilglicerol	3	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Viscosidade cinemática a 40ºC	1	ABNT NBR 10441 – Viscosímetro (cálculo), ASTM D 445 - Viscosímetro (cálculo), EN ISO 3104 - Viscosímetro (cálculo)
Teor de éster	1	ABNT NBR 15764 - Cromatografia gasosa, EN 14103
*Teste de filtração por imersão a frio	Quantitativo (número inteiro em segundos)	ASTM D 7501:2022
Enxofre Total	1	ABNT NBR 15867 - Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES), ASTM D5453 – Método Fluorescência ultravioleta, EN ISO20846 – Método Fluorescência ultravioleta, EN ISO 20884 - Espectrometria de fluorescência de raio-X
Cálcio	1	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ABNT NBR 15556 - espectrometria de AA, EN 14538 – ICP-OES
Magnésio	1	
Potássio	1	ABNT NBR 15554 - espectrometria de AA, ABNT NBR 15555 - espectrometria de AA, ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ABNT NBR 15556 - espectrometria de AA, EN 14108 - espectrometria de AA, EN 14109 - espectrometria de AA, EN 14538 – ICP-OES.
Sódio	1	
Fósforo	1	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ASTM D 4951 - espectrometria de AA, EN 14107 – espectrometria acoplado ao ICP, EN 16294 – ICP-OES.

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 da média robusta e desvio robusto, mas terá seu desempenho avaliado. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa na área de Biodiesel, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

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

10. 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 item 17, 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.

11. INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação, apelação ou sugestão sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de clientes disponível no *link* “Downloads” filtrar por Qualidade no site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaio de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrologica.com.br. O prazo para apelação é de 15 dias corridos após a emissão do relatório final. A Rede Metrológica RS tem como política avaliar, e em caso de procedência, atender todas as reclamações, apelações e sugestões.

Caso o participante apresente alguma perda, dano ou atraso nas amostras enviadas pelo provedor, deve entrar em contato por email em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito na comparação.

12. INFORMAÇÕES SOBRE 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.

13. 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;
- Não cumprimento das orientações estabelecidas pelo PEP;
- Erro de unidade de medida;

14. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

A análise dos dados será executada pela gerência técnica da Rede Metrológica RS. A análise estatística será realizada utilizando a norma ISO 13528:2022 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.*

14.1. VALOR DESIGNADO (X_{pt})

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta para determinar o valor designado (X_{pt}). As técnicas de estatística robusta são utilizadas para minimizar influência de valores dispersos (*outliers*) sobre as estimativas de média e desvio-padrão, mesmo assim o provedor fará uma análise de dados e quando pertinente não considera estes outliers no cálculo do valor designado como referência. O cálculo do valor designado para cada parâmetro será realizado conforme previsto no Anexo C da norma ISO 13528:2022, norma específica de métodos estatísticos para uso em EP por comparações interlaboratoriais.

O valor de referência (X_{pt}) será avaliado 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 poderá não determinar o valor de referência (X_{pt}).

14.2. DESVIO-PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt})

O desvio-padrão designado para avaliação da proficiência dos laboratórios participantes será calculado como recomendado no item 7.7 da norma ISO 13528:2022. O desvio-padrão robusto será calculado a partir dos resultados dos participantes, usando o algoritmo A do anexo C desta norma.

Outra opção para cálculo do desvio-padrão (Equação de Horwitz):

O desvio designado para avaliação da proficiência dos laboratórios participantes poderá ser calculado como recomendado no item 8.4.3 da norma ISO 13528:2022. O desvio-padrão é calculado utilizando as equações propostas originalmente por Horwtiz e modificadas por Thompson, levando em considerações os níveis de concentração do analito expressos em fração mássica. As equações para realização dos cálculos são:

Se **c <1,2 x 10^{-7}**:

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

Se: **1,2 x 10^{-7} < c < 0,138**:

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

Se **c > 0,138**:

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

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

A incerteza de medição padrão (u) do valor designado será determinada, para cada parâmetro avaliado, por valor de consenso do grupo de participantes e calculada pela 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:

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

Onde:

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

σ_{pt} = desvio designado.

Para os parâmetros em que incerteza não atenda ao critério de ser menor do que $0{,}3\ \sigma_{pt}$, a $u(X_{pt})$ será somada quadraticamente ao desvio-padrão designado. Como na $u(X_{pt})$ já estão incluídas as componentes de incerteza devido a não homogeneidade e/ou instabilidade (nota 1 do item 7.7.7 da ISO 13528:2022), a incerteza da não homogeneidade e/ou instabilidade não precisará ser incluída para estes parâmetros.

14.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS (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

14.5. 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):

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

Se $CV_{Interno}(\%) \geq 10\%$ = Resultado não aceitável (legenda: **)

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.

14.6. AVALIAÇÃO PARA VARIÁVEIS QUALITATIVAS

Para os ensaios qualitativos os valores de referências serão obtidos através da moda dos resultados dos participantes. A moda é o valor que aparece com maior frequência em um conjunto de dados.

O desempenho de cada laboratório, neste caso, será avaliado e classificado entre aceitável e não aceitável, comparando o resultado frente ao valor designado como referência, de acordo com a equação a seguir.

Se $x_i = X$; aceitável

Se $x_i \neq X$; não aceitável (legenda: **)

Onde:

x_i é o valor do participante;

X é o valor da moda do grupo de participantes.

14.7. 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.

- Se a incerteza do valor designado for menor do que 0,3*σ_{pt}, a fórmula utilizada será:

$$Z = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

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.

- Se a incerteza do valor designado for maior do que 0,3*σ_{pt}, a fórmula utilizada será:

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

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;

ORIENTAÇÕES A RESPEITO DA INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE ESTATÍSTICA:

O Z-Score reportado para cada parâmetro no item 4 e os desempenhos dos participantes serão classificados como ACEITÁVEL, QUESTIONÁVEL ou NÕ 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**

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-Score. A mesma lógica se aplica em caso de avaliação por Z'-Score.

CASO A ANÁLISE ESTATÍSTICA SEJA QUALITATIVA

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

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 será realizada, assim como não foi informado 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 (item 11).

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

14.8. 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.

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

15. CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (via sistema) a todos os participantes. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho, em pdf, evidenciando o desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação via e-mail à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório. Este certificado possui um custo adicional de R$ 200,00.

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um relatório da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- 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 e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet. O relatório final será enviado 10 dias corridos após o envio do relatório preliminar.

16. 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	Valor
Laboratórios Associados da Rede Metrológica RS	R$ 1.900,00
Laboratórios **NÃO** Associados da Rede Metrológica RS	R$ 2.300,00

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).

17. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **26 de setembro de 2025.**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **até dia 01 de outubro de 2025.**
- Envio dos itens de ensaio: **27 de outubro de 2025.**
- Abertura da caixa e início dos ensaios (amostras em condição de caixa): **30 de outubro de 2025.**
- Envio dos resultados (dados), via portal: **21 de novembro de 2025.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **23 de janeiro de 2025.**

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

18. 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, conforme descrito no item 18. 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.

19. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência.

ISO GUM - Guia para a Expressão da Incerteza de Medição.

ISO 5725 – 5 – *Accurancy (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 – *Accurancy (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, 2019.*

Inmetro. NIT-Dicla-026 - Requisitos para a Participação de Laboratórios em Atividades de Ensaio de Proficiência.

20. PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaios de Proficiência

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaios

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas

MOD13 – Diretrizes para o preparo de amostras do PEP Biodiesel

21. HISTÓRICO DE EDIÇÃO

Revisão	Data	Histórico de Alteração
00	16/06/2025	Publicação inicial do protocolo
01	22/10/2025	Alteração dos laboratórios que vão realizar os testes de homogeneidade e estabilidade no item 6 e 7.1.