

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES DE SOLOS



Produto: Solo Agrícola

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2022
MOD04 rev20

Última atualização: 26/05/2022

Apoio:



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - CEP 91030-330 PORTO ALEGRE - RS – BRASIL

FONE: (0XX51) 2200-3988 - CNPJ: 97.130.207/0001-12

e-mail: interlab@redemetrologica.com.br - Internet: <http://www.redemetrologica.com.br>



• INTRODUÇÃO

Este Plano apresenta as atividades a serem realizadas no Ensaio de Proficiência em Análises de Solos da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O Programa de Ensaios de Proficiência em Análises de Solos tem o propósito de:

- determinar o desempenho individual dos participantes para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos participantes;
- propiciar subsídios aos participantes para a identificação e solução de problemas analíticos;
- identificar diferenças interlaboratoriais;
- agregar valor ao controle da qualidade dos participantes; e
- fornecer confiança adicional aos clientes dos participantes.

• COORDENAÇÃO

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

Integrantes do Grupo Técnico de Solos:

Nome	Entidade	E-mail
Denise Peresin	UCS	dperesin@ucs.br
Edinéia Tomazi Stroeher*	UCS	etomazi@ucs.br
Fabiano Martinello	Terranálises	fabiano@terranalises.com.br>
Julia Bordignon	NSF	jmallmann@nsf.org
Karen Petyele Loreno	UCS	kploreno@ucs.br
Iraci Lucinda Fenner Stedile	UCS	ilfstedi@ucs.br
Taciane Fulcher Ribeiro*	UCS	tfribeiro@ucs.br

* Responsável pelo GT

Contatos na Secretaria Executiva:

João Carlos Guimarães Lerch (Secretario Executivo) – redemetrologica@terra.com.br
 Marília Rodrigues (Coordenadora dos EP ou PI)– interlab@redemetrologica.com.br

• RECONHECIMENTOS

A Rede Metrológica RS é uma das maiores provedoras da América do Sul de Ensaios de Proficiência, cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) desde novembro de 2006.

O FEPAM/DPRES n.º 130/2022 e PORTARIA FEPAM Nº 57/2018 – DPRES determinam que, para tomada de decisões nos processos de licenciamentos ambientais, somente serão aceitos pela FEPAM, laudos de laboratórios com resultados, na matriz Solos, atestados em Ensaio de proficiência promovido pela Associação Rede de Metrologia e Ensaios do Rio Grande do Sul.

• PARTICIPANTES

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de solos da Rede Metrológica RS está aberto a todos os laboratórios participantes de ensaios com atuação em solos que desejarem participar,



mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site www.redemetrolologica.com.br link Interlaboratoriais, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 12 laboratórios para metais e 08 para os demais ensaios. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

• **CERTIFICADOS**

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

• **ITENS DE ENSAIO E RODADA**

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Solos será realizado, em 2022, em rodada única e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Critério CV interno	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada 1 – Opção 1 (Análises de Metais em solo)				
Arsênio	mg/kg	15 a 150	5%	20 g
Bário	mg/kg	150 a 750		
Cádmio	mg/kg	1,3 a 20		
Cromo Total	mg/kg	75 a 400		
Zinco	mg/kg	75 a 400		
Cobre	mg/kg	75 a 400		
Níquel	mg/kg	30 a 130		
Cromo Hexavalente	mg/kg	15 a 150		
Rodada 1 – Opção 2 (Análises Físico-Químicas em Solo)				
Índice SMP	-	4 a 8,5	5%	200 g
Cálcio	Cmolc/dm ³	0,2 a 20	10%	
Magnésio	Cmolc/dm ³	0,2 a 15		
Potássio	mg/dm ³	20 a 300		
Alumínio	Cmolc/dm ³	0 a 7		
pH	-	4,0-8,5	5%	
Condutividade elétrica	uS/cm	10-80	10%	
Fósforo	mg/dm ³	1 a 100		
Carbono orgânico total	%	0,2 a 5		
Boro	mg/dm ³	0,1 a 3		
Enxofre	mg/dm ³	1 a 50		

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

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

• **LOCAL DA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO, OBTENÇÃO DA MATRIZ PARA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (SUBCONTRATADO)**



As amostras serão preparadas a partir da utilização de matriz de solo agrícola e padrões, no Laboratório de solos da Universidade de Caxias do Sul - UCS (Porto Alegre – RS).

• PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (ADIÇÃO E FORMULAÇÃO)

A preparação das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. Os analitos de interesse serão preparados no laboratório. O preparo será realizado a partir de solo do tipo agrícola, com composição intermediária de argila, sendo contaminado com os metais de interesse (na opção 1). A contaminação será realizada a partir de padrões em solução aquosa. Após o preparo, as amostras serão armazenadas em frascos de plástico vedados, sendo etiquetados com as informações do programa de solos.

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. O mesmo será enviado por e-mail e deverá retornar preenchido para o e-mail interlab@redemetrologica.com.br.

• TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (SUBCONTRATADO)

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade ou estabilidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Para estas amostras, a Rede Metrológica designará um laboratório reconhecido, de acordo com a ISO/IEC 17025, para a realização dos ensaios em questão. Os laboratórios que vão fazer os testes são o LAPAM e o LQFS da UCS (endereço citado acima). Os testes de homogeneidade e estabilidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência.

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia.

Norma utilizada e justificativa para escolha: A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade e estabilidade é a **ISO 13528** - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma **ISO/IEC 17043**. Os detalhes sobre a parte estatística do PEP estão no RM85.

Obs: "as amostras do PEP devem ser tratadas como amostras de rotina"

• ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO

Em data previamente determinada será realizado o envio e cada laboratório receberá em suas instalações as amostras para análise dos itens de ensaio. Este envio será realizado mediante a contratação de serviços de transporte com esta finalidade. Os custos de transporte já estão incluídos no valor da inscrição.

• ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO

Os participantes do Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Solo 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
-----------	---------------------------------------



Arsênio	EPA 3050B + EPA 6010D EPA 3051A + EPA 6010D EPA 6010 D SMWW 3030I e 3120B
Bário	
Cádmio	
Cromo Total	
Zinco	
Cobre	
Níquel	
Cromo Hexavalente	SMWW 3500-Cr B EPA 3060 A
Índice SMP	Tedesco, et al. (1995)/ROLAS Toledo, et al. (2011)/ROLAS
Cálcio	Tedesco, et al. (1995)/ROLAS
Magnésio	
Potássio	
Alumínio	
pH	
Condutividade elétrica	
Fósforo	
Carbono orgânico total	
Boro	
Enxofre	

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, o mesmo não será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa na área de Solos, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

• REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via portal, onde foi desenvolvido 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.

O manual de instrução para utilização do portal de registros de resultados ou instruções de como utilizar o site está disponível no site www.redemetrologica.com.br.

• CONFIDENCIALIDADE

A política da Rede Metrológica RS visa manter confidencialidade sobre os participantes do Ensaio de Proficiência. Portanto, os participantes inscritos recebem um código/senha de identificação. Apenas é identificada no relatório do programa uma lista com todos os participantes inscritos.

• INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de cliente disponível no *link* “documentos” do site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaios 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. Caso o participante apresente alguma perda ou dano nas amostras enviadas pelo provedor, o mesmo 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.

• 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. 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 exista suspeita, o provedor irá realizar uma análise crítica do fato e informar aos envolvidos.

• POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As potenciais fontes de erro podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, condições ambientais da análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

• ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

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

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

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

Onde:

x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

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

σ_{pt} é o desvio robusto.

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

- Fórmula para o Cálculo do $CV_{Interno}$:

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

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

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

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



Se $CV_{\text{Interno}}(\%) < 5\%$ = Resultado Satisfatório

Se $CV_{\text{Interno}}(\%) \geq 5\%$ = Resultado Insatisfatório

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

Responsáveis pelos cálculos: Marília Rodrigues (Rede Metrológica RS)

• AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

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

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

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

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

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

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

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 12 participantes com métodos equivalentes**. No caso dos parâmetros da opção 2 (**Físico-Químicas**) **o número mínimo será de 8 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada, assim como não será informado os dados de média e desvio robustos do parâmetro não avaliado.

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

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (Rede Metrológica RS).

• RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um Relatório Parcial 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.

• **COMO SE INSCREVER**

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:

	Opção 1: Análises Metais em Solo	Opção 2: Análises Físico- Químicas em Solo	Opção 3: Análises de Metais e Físico- Químicas em Solo
Associado RMRS	R\$ 850,00	R\$ 720,00	R\$ 1440,00
Não associado	R\$ 900,00	R\$ 800,00	R\$ 1600,00

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte. O pagamento poderá ser efetuado à vista, ou parcelado em duas vezes, de igual valor.

Forma de pagamento:

A nota fiscal e o boleto bancário serão enviados por e-mail ao participante.

Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.

Condições Especiais de Pagamento (depósito bancário e parcelamento): a solicitação deve ser realizada no ato da inscrição, estando sujeita a aprovação. No caso de depósitos bancários o comprovante deverá ser encaminhado para o e-mail administrativo@redemetrolologica.com.br

Cancelamento de boletos e notas fiscais devem ser solicitados no mês da emissão.

• **CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2022**

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **25 de julho de 2022**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **08 de agosto de 2022.**
- Envio dos itens de ensaio: **22 de agosto de 2022.**
- Envio dos resultados (dados), via portal: **05 de setembro de 2022.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **08 de novembro de 2022.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa Secretaria Executiva.

REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

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



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

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

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

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

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

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

PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA:

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaios de Proficiência

RM 36 - Procedimento para realização de Ensaios de Proficiência.

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

RM73 - Cartilha para Preparação de Amostras Sólidas

Rev.	Data	Alteração	Elaboração	Análise e Aprovação
16	JUL/2018	Inclusão do FR 75 – Formulário do controle de recebimento	Filipe Albano	João Lerch
17	AGO/2018	Inclusão da citação do RM85 nos testes de homogeneidade e estabilidade. Inclusão da opção do uso da equação de Horwitz e também do uso de laboratórios especialistas para designar os valores de referência do PEP.	Filipe Albano	João Lerch
18	AGO/2019	Inclusão do anexo e do logo acreditação em todas as páginas (utilizar o logo quando o PEP for acreditado)	Filipe Albano	João Lerch
19	MAR/2021	Ajuste do escopo acreditado com informação do link para escopo. E ajuste nas observações sobre as avaliações por consenso com menos de 12 participantes com métodos sugeridos/equivalentes.	Marília Rodrigues	João Lerch
20	JUL/2021	Ajuste do logo da CGCRE e retirada de 02 referências normativas (GUM e Guia 35).	Marília Rodrigues	João Lerch