

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PROÁGUA AMBIENTAL - PIPANº DA RODADA: **129/19****1 ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**

PROÁGUA AMBIENTAL LTDA – EPP

Endereço: Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 - Pq. Progresso - Franca-SP - CEP 14403-099

Telefone: (16) 3432-0590

E-mail: interlaboratorial@proaguaambiental.com.br

Coordenador geral: Orlando A. Cintra Filho

2 TIPOS DE MATRIZES

- Água residual.

3 ESCOPO DOS PARÂMETROS

- DBO_{5,20} – Demanda Bioquímica de Oxigênio;
- DQO – Demanda Química de Oxigênio;
- pH à 25 °C;
- Sólidos Totais;
- Sólidos Totais Suspensos;
- Sólidos Totais Fixos;
- Sólidos Totais Voláteis;
- Sólidos Sedimentáveis;
- Óleos e Graxas;
- Óleos Minerais;
- Fenóis.

4 CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

O Cronograma a seguir poderá sofrer alterações. Nesse caso, será informado via e-mail, a todos os inscritos, com antecedência à data prevista para o envio das amostras.

- | | | |
|-----|--|--|
| 4.1 | Inscrições (veja antes o item 5.1): | até 13/03/2019 (Quarta-feira) |
| 4.2 | Pagamento das inscrições: | até 14/03/2019 (Quinta-feira) |
| 4.3 | Envio das amostras: | 18/03/2019 (Segunda-feira) |
| 4.4 | Abertura das amostras p/ início dos ensaios: | 21/03/2019 (Quinta-feira) às 10:00h (Brasília) |
| 4.5 | Envio dos resultados (via-e-mail): | até 01/04/2019 |
| 4.6 | Envio dos relatórios com certificados: | até 20/05/2019 |

PROÁGUA Ambiental Ltda EPP.

Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 – Parque Progresso – Franca-SP – CEP 14403-099

CNPJ: 11.402.521/0001-91 - Fone: (16) 3432 0590 ou 3702-6724

5 INSCRIÇÕES E INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

- 5.1 **IMPORTANTE:** Antes de fazer a inscrição de participação no PIPA, o Laboratório deve consultar o Correios sobre o prazo de entrega via Sedex entre Franca-SP e o Município onde se localiza o Laboratório. Caso esse seja superior ao prazo limite para realizar os ensaios (veja item 9.4), e não haja outra alternativa para entrega no prazo, sugerimos NÃO FAZER A INSCRIÇÃO NO PIPA.
- 5.2 As inscrições deverão ser realizadas exclusivamente no site www.proaguaambiental.com.br ou direto no link:
<http://www.proaguaambiental.com.br/programa-interlaboratorial-proagua-inscricao-tabela.asp#programa5>
- 5.3 Preencher a inscrição criteriosamente, evitando erros nos endereços do laboratório e de e-mail, pois os dados lá informados serão utilizados para entrega das amostras, contato e envio de documentos.
- 5.4 **IMPORTANTE:** No formulário da inscrição, no campo “Nome Fantasia a ser impresso no certificado”, **descrever criteriosamente, de forma simplificada, como deverá ser expresso o nome do laboratório no certificado**, formatado de forma a considerar letras maiúsculas, minúsculas e acentuações. Alterações de nome do laboratório, depois de emitido o certificado, terá custo adicional.
- 5.5 Após a inscrição e a aprovação da mesma pelo PIPA, será encaminhado por e-mail o valor final e as informações para o pagamento, e o Laboratório confirma ou rejeita a participação na rodada.
- 5.6 Essa rodada foi elaborada para atender no mínimo 11 e no máximo 100 laboratórios inscritos. Caso a quantidade de participantes inscritos seja inferior a 11, a rodada será cancelada, sem prejuízo financeiro aos inscritos.
- 5.7 O PIPA é aberto a todos os laboratórios que manifestarem interesse em participar do programa.
- 5.8 O PIPA é planejado de acordo com os critérios das Normas ABNT NBR ISO/IEC 17043 - Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência e NBR ISO/IEC 17025:2017 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

6 INFORMAÇÕES SOBRE AS AMOSTRAS

- 6.1 A preparação das amostras é executada nas dependências da PROÁGUA AMBIENTAL, por pessoal capacitado e treinado.
- 6.2 Os frascos com amostras serão devidamente identificados com etiqueta contendo: a identificação do programa, lote, número da amostra e parâmetro a ser analisado.
- 6.3 As amostras serão entregues em duplicatas de quatro lotes com as características a seguir:

Lote A - Ensaios de DBO, DQO e pH à 25°C. Frascos A1 e A2 de plástico, cap. 1100 mL. O lote será composto de mistura de efluentes de laticínios e indústrias de refrigerantes. Não serão adicionados produtos preservantes.

Lote B - Ensaios de Sólidos Totais, Sólidos Totais Suspensos, Sólidos Totais Fixos e Sólidos Totais

PROÁGUA Ambiental Ltda EPP.

Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 – Parque Progresso – Franca-SP – CEP 14403-099
CNPJ: 11.402.521/0001-91 - Fone: (16) 3432 0590 ou 3702-6724

Voláteis. Frascos B1 e B2 de plástico, cap. 350 mL. O lote será composto de mistura de efluentes de laticínios e indústrias de refrigerantes. Não serão adicionados produtos preservantes.

Lote C - Ensaios de Óleos e Graxas e Óleos Minerais. Frascos C1 e C2 de vidro âmbar, cap. 1000 mL. O lote será composto de mistura de efluentes de laticínios e indústrias de refrigerantes. As amostras serão preservadas com HCl para pH < 2,0.

OBSERVAÇÃO: Os frascos de vidro âmbar serão de boca estreita (condição de isonomia para todos os participantes).

Lote D - Ensaio de Sólidos Sedimentáveis. Frascos D1 e D2 de plástico, cap. 1100 mL. O lote será composto de mistura de água tratada e polpa de papel.

Lote E - Ensaio de Fenóis. Frascos E1 e E2 de plástico, cap. 600 mL. O lote será composto de mistura de efluentes de laticínios e indústrias de refrigerantes, com adição artificial de teor de fenol. As amostras serão preservadas com H₂SO₄ para pH < 2,0.

6.4 Será opção de cada laboratório a escolha do(s) lote(s) para participação, entretanto, o custo será diferenciado (veja o **item 17**).

ATENÇÃO: No ato da inscrição, os lotes de interesse de participação do laboratório deverão ser informados "obrigatoriamente" no campo de observações. Exemplos:

"Participaremos de todos os lotes."

"Participaremos dos lotes A e C."

"Participaremos apenas do B"

6.5 **OBSERVAÇÃO:** Os volumes oferecidos são suficientes para realização de ensaios convencionais previstos no Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23^a ed., no entanto, para laboratórios que desejarem um volume maior de amostras, os mesmos poderão solicitar pelo campo de observação no momento da inscrição, prevendo um acréscimo de 10% na taxa de inscrição.

7 TRANSPORTE DAS AMOSTRAS

7.1 O transporte das amostras será de responsabilidade dos Laboratório participantes.

7.2 O pagamento do transporte poderá ser realizado pela Proágua Ambiental ou pelo próprio laboratório.

7.3 Como procedimento padrão, as amostras serão enviadas pelo Correios, via SEDEX, ao endereço informado no momento da inscrição do laboratório, sendo cobrado o custo desse transporte + taxa administrativa (10% do custo do transporte) + taxa da inscrição.

7.4 Caso o Laboratório participante tenha interesse em assumir o pagamento (SEDEX a cobrar, por exemplo), deve ser informado no momento da inscrição, para que o provedor oriente nas ações necessárias.

7.5 Na véspera da entrega, recomendamos fazer contato com a agência local do Correios com o

PROÁGUA Ambiental Ltda EPP.

Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 – Parque Progresso – Franca-SP – CEP 14403-099

CNPJ: 11.402.521/0001-91 - Fone: (16) 3432 0590 ou 3702-6724

objetivo de prevenir o atraso por problemas de comunicação.

- 7.6 Quando o transporte for realizado por Correios, consulte a PROÁGUA AMBIENTAL, caso seja necessário, para informações sobre o código de rastreamento da entrega.
- 7.7 O Laboratório poderá, sob sua responsabilidade, optar por outra forma de entrega das amostras diferente do Correios via SEDEX normal, como exemplo: SEDEX 10, DHL, transporte aéreo ou rodoviário, retirada em Franca, etc. Nesse caso, informar com detalhes, no campo de observações da inscrição, qual será a forma pretendida.

IMPORTANTE: Caso seja opção do laboratório outra forma de transporte, diferente de SEDEX, será responsabilidade do laboratório o contato com a transportadora para negociação da entrega e forma de pagamento.

8 PROVIDÊNCIAS EM CASO DE DANOS OU EXTRAVIOS DE AMOSTRAS ENVIADAS

- 8.1 Para casos de extravios ou danos às amostras enviadas, NÃO será possível um novo envio de amostras, considerando as características de preservação e estabilidade das amostras.
- 8.2 Caso ocorra extravio ou danos às amostras, a participação do laboratório inscrito será cancelada e o valor da inscrição será restituído integralmente em prazo não superior a 30 dias.
- 8.3 Excepcionalmente, quando houver erro na informação do endereço do destinatário, será reembolsado 50% da taxa de inscrição.

9 ABERTURA DAS CAIXAS COM AMOSTRAS E PRAZO PARA REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS

- 9.1 A previsão para entrega das amostras aos laboratórios participantes será até a data e horário previstos no item 4.4. Portanto, orientar o pessoal da recepção sobre o recebimento das mesmas, de forma a evitar desencontros e comprometimento no prazo de entrega.
- 9.2 Ao receber as amostras, mesmo antes do prazo estabelecido no item 4.4, NÃO ARMAZENAR EM GELADEIRA (condição de igualdade a todos os participantes).
- 9.3 No recebimento e na abertura da caixa com as amostras, se houver alguma irregularidade com a embalagem ou com os frascos, registrar no campo de observações da planilha de resultados. Se possível, enviar fotos digitais para a coordenação, imediatamente após a abertura da caixa. Infelizmente, não teremos como sanar o problema, mas poderemos tomar ações preventivas para as próximas rodadas.
- 9.4 Os ensaios DEVERÃO ser realizados entre a data e o horário estabelecido para abertura das caixas (veja item 4.4) e os prazos máximos para realização dos ensaios (relacionados na tabela a seguir):

Parâmetro	Prazo máximo para realização dos ensaios após o horário de abertura das caixas
DBO após 5 dias de incubação a 20°C	30 horas
DQO	100 horas
pH à 25 °C	07 horas
Série de Sólidos Totais	120 horas
Óleos e Graxas e Óleos Minerais	120 horas
Fenóis	24 horas
Sólidos Sedimentáveis	140 horas

OBSERVAÇÃO: Resultados de ensaios realizados fora dos prazos não contribuirão para o conjunto de dados a ser utilizado para a determinação do valor designado e do desvio padrão entre os resultados dos participantes.

10 METODOLOGIAS ANALÍTICAS, UNIDADES DE MEDIDA E CONCENTRAÇÕES

10.1 Metodologias analíticas

10.1.1 Mesmo considerando que as metodologias para ensaios da rodada predominantemente serão realizadas de acordo com Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, o PIPA estabeleceu que não haverá restrições quanto às metodologias analíticas, ou seja, cada laboratório poderá utilizar a sua metodologia de rotina.

10.1.2 Equivalência de métodos: será avaliado, estaticamente, se as diferentes metodologias utilizadas pelos laboratórios poderão ser consideradas equivalentes e válidas para garantir que o valor designado e o desvio padrão a serem utilizados para a avaliação de desempenho dos resultados, não sejam influenciados.

10.2 Unidades de medida

10.2.1 Os resultados, obrigatoriamente, deverão ser apresentados nas unidades a seguir:

Analito	Unidade de medida obrigatória
DBO após 5 dias de incubação a 20°C, Série de Sólidos (exceto SS), Óleos e Graxas, Óleos Minerais e Fenóis	mg/L
pH à 25°C	-
DQO	mg O ₂ /L
Sólidos Sedimentáveis	mL/L

10.3 Concentrações

10.3.1 As faixas esperadas de concentrações dos analitos se encontram no item **14.2**.

11 SERVIÇOS SUBCONTRATADOS

O PIPA não subcontrata atividades complementares. Os ensaios necessários para o controle de qualidade dos lotes são realizados no Laboratório da PROÁGUA Ambiental, acreditado no INMETRO.

12 CONTROLE DE QUALIDADE DOS LOTES, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO

- 12.1 A avaliação da homogeneidade será realizada segundo os critérios dos itens B.2 e B.3 do Anexo B da norma ISO 13528/2015 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- 12.2 A avaliação da estabilidade será realizada segundo os critérios dos itens B.4, B.5 e B.6 do Anexo B da norma ISO 13528/2015 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
- 12.3 Os frascos com as amostras serão devidamente armazenados, sem refrigeração, em caixas adiabáticas (isopor) contendo flocos de isopor anti impacto, etiquetadas com identificação do destinatário e seladas com fita adesiva para serem distribuídos.

13 FALSIFICAÇÃO DE RESULTADOS

- 13.1 Caso o programa receba alguma denúncia ou o mesmo suspeitar de mancomunação de resultados, o provedor investigará e tomará as devidas providências, podendo desconsiderar os resultados apresentados pelos laboratórios envolvidos.

14 INFORMAÇÕES TÉCNICAS

- 14.1 Informações referentes a prazos, procedimentos para armazenamento, ensaios e diluições serão descritas no documento "INFORMAÇÕES TÉCNICAS", que será enviado por e-mail, após as amostras serem despachadas da PROÁGUA AMBIENTAL.

14.2 Faixas esperadas de concentrações

A tabela a seguir informa as concentrações esperadas para os analitos contemplados na rodada:

Analito	Faixa de concentração esperada e unidades de medidas
DBO	500 a 3.000 mg/L
DQO	1.000 a 5.000 mgO ₂ /L
pH	3,0 a 7,0
Sólidos Totais	1.000 a 7.000 mg/L
Sólidos Totais Suspensos	100 a 1000 mg/L
Sólidos Totais Fixos	150 a 2.500 mg/L
Sólidos Totais Voláteis	800 a 3.000 mg/L
Óleos e Graxas	50 a 1.500 mg/L
Óleos Minerais	30 a 150 mg/L
Fenóis	0,05 a 1,00 mg/L
Sólidos sedimentáveis	5 a 50 mL/L

14.3 Principais fontes de erros analíticos para essa rodada

- 14.3.1 Metodologia de ensaio inadequada;
- 14.3.2 Não tratamento de interferentes;
- 14.3.3 Ensaios realizados fora do prazo estabelecido pelo provedor;
- 14.3.4 Falta de habilidade dos técnicos envolvidos nos ensaios;
- 14.3.5 Equipamentos não calibrados;
- 14.3.6 Falta de homogeneização das amostras antes dos ensaios;
- 14.3.7 Desvios nas orientações estabelecidas pelo provedor.

15 CORRESPONDÊNCIAS ELETRÔNICAS

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

16 TRATAMENTO DOS RESULTADOS

- 16.1 Os resultados apresentados pelos laboratórios participantes serão tratados com critérios estatísticos da seguinte forma:
 - 16.1.1 Definição do valor designado e desvio padrão de proficiência: o método estatístico utilizado será a análise robusta do Algoritmo A de acordo com o item C.3 do Anexo C da norma ISO 13528:2015 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
 - 16.1.2 Definição da incerteza do valor designado: segundo o item 7.7.3 da norma ISO 13528:2015 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
 - 16.1.3 Elipses de confiança: para a avaliação de resultados quanto a possíveis problemas analíticos, serão disponibilizadas elipses de confiança, construídas com pares de resultados (analisados em duplicata).
 - 16.1.4 Avaliação dos desempenhos dos resultados dos ensaios
 - 16.1.4.1 Os desempenhos dos resultados dos ensaios serão avaliados em função do Z-score, calculado pelo módulo da razão entre a diferença da média dos resultados válidos e do resultado médio da duplicata analisada no laboratório e o desvio padrão entre estes resultados logarítmicos válidos, ou seja:

$$Z = \frac{(x - X_m)}{\sigma}$$

Onde:

Xm = valor designado (média robusta entre os resultados válidos)

PROÁGUA Ambiental Ltda EPP.

Rua Hortêncio Mendonça Ribeiro, 1444 – Parque Progresso – Franca-SP – CEP 14403-099
CNPJ: 11.402.521/0001-91 - Fone: (16) 3432 0590 ou 3702-6724

x = resultado médio do laboratório

σ = desvio padrão robusto entre os resultados válidos

16.1.5 Interpretação da avaliação com base no Z-score:

Desempenho do resultado	Valor do Z-score
EXCELENTE	$ Z\text{-score} < 0,70$
BOM	$0,70 \leq Z\text{-score} \leq 1,40$
ACEITÁVEL	$1,40 < Z\text{-score} \leq 2,0$
QUESTIONÁVEL	$2,0 < Z\text{-score} \leq 3,0$
INSATISFATÓRIO	$ Z\text{-score} > 3,0$

OBSERVAÇÃO: Todos os resultados com $| Z\text{-score} | \leq 2$ serão considerados **SATISFATÓRIOS**.

17 CUSTOS DO INVESTIMENTO

17.1 A taxa de inscrição varia em função da quantidade de lotes que o Laboratório irá participar:

17.1.1 Taxa com direito a participar em todos lotes:	R\$ 1.400,00
17.1.2 Taxa com direito a participar em dois lotes:	R\$ 1.000,00
17.1.3 Taxa com direito a participar em somente um lote:	R\$ 750,00

17.2 Consulte o item **6.4** para orientação quanto à escolha dos lotes para participação.

17.3 Nos custos, NÃO ESTÁ INCLUSO O TRANSPORTE DAS AMOSTRAS, que será calculado de acordo com o valor do transporte definido pelo participante entre Franca-SP e o local do laboratório.

17.4 O envio do relatório e certificado impressos ou eletrônicos está incluso na taxa de inscrição.

18 PAGAMENTOS

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

18.2 A data de vencimento do pagamento das taxas de inscrições está descrita no **item 4.2**.

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

18.4 O não pagamento da taxa de inscrição no prazo estabelecido acarretará no não envio das amostras.

19 CONFIDENCIALIDADE

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

- 19.2 Os resultados de cada participante serão apresentados no relatório da rodada com divulgação de código único para cada laboratório.
- 19.3 Cada laboratório participante deve comprometer-se a não divulgar seus resultados a outros laboratórios, mantendo o sigilo até o recebimento do relatório final da rodada.
- 19.4 O PIPA não divulgará qualquer informação confidencial a qualquer organismo de terceira parte, ao menos que o laboratório participante renuncie formalmente sua confidencialidade.

20 DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO

- 20.1 Os Laboratórios inscritos poderão manifestar a desistência da participação na rodada até um dia útil antes do envio das amostras. Nesse caso, se a inscrição foi paga, o valor será restituído integralmente por meio de depósito bancário.
- 20.2 Se a desistência acontecer após o envio das amostras, haverá duas considerações:
- 20.2.1 Se o laboratório recebeu as amostras, entretanto desistiu da participação, será acatada a desistência e devolução de 80% do valor da taxa referente à inscrição. O valor do transporte não será devolvido.
- 20.2.2 Se o Laboratório não recebeu as amostras no prazo esperado (que foi previamente divulgado pelo Correios), o mesmo poderá desistir, entretanto, NÃO RECEBER AS AMOSTRAS ATRASADAS DOS CORREIOS, ou seja, devolver as mesmas no ato da entrega. Nesse caso, será devolvido o valor do transporte e 80% do valor da inscrição.

21 CANCELAMENTO DE PARÂMETRO DA RODADA

- 21.1 Poderá ocorrer o cancelamento de um ou mais parâmetros na rodada nas seguintes situações:
- 21.1.1 Quantidade de resultados válidos de um ou mais parâmetros insuficientes, de forma a não permitir a interpretação e/ou tratamento estatístico para avaliação do(s) desempenho(s) do(s) resultado(s).
- 21.1.2 Constatação de não homogeneidade ou instabilidade das amostras distribuídas.
- 21.2 Em ambos os casos, os participantes serão informados.
- 21.3 Caso ocorra o cancelamento de algum parâmetro, **NÃO HAVERÁ RESTITUIÇÃO PARCIAL OU INTEGRAL** da taxa de inscrição, exceto quando a quantidade de parâmetros cancelados ultrapassar a 50% dos parâmetros inscritos pelo Laboratório na rodada.

22 ENTREGA DOS RELATÓRIOS E CERTIFICADOS

- 22.1 Veja informações do **item 5.4** sobre o nome do laboratório a ser impresso nos certificados.
- 22.2 As entregas dos relatórios e certificados poderão ser na forma digital ou impressos.
- 22.3 Para os interessados em receber o relatório e certificado impressos será fundamental que, no momento da inscrição, seja informado esse interesse no campo de observações.
- 22.4 Na falta de informação no campo de observações, a organização do programa entenderá que o relatório e certificado deverão ser enviados na forma digital.
- 22.5 Para envio do relatório nas duas formas (digital e impresso), será cobrado taxa adicional de R\$

40,00 mais a tarifa de transporte.

22.6 2ª via de relatório ou certificado: serão fornecidos diante de solicitação e pagamento das respectivas taxas.

23 CONTATOS

23.1 Assuntos gerais: Rafael Carbone Cintra (gestor da qualidade): (16) 3432-0590 ou (16) 99143 5017.
E-mail: rafaelcintra@proaguaambiental.com.br.

23.2 Assuntos técnicos: Orlando Cintra: (16) 3432-0590 ou (16) 99123-2230. E-mail: orlandocintrafilho@gmail.com.