

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PROÁGUA AMBIENTAL - PIPANº DA RODADA: **138/19****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 TIPO DE MATRIZ

- Água residual (efluente doméstico).

3 ESCOPO DA RODADA

- DBO_{5,20} – Demanda Bioquímica de Oxigênio;
- DQO – Demanda Química de Oxigênio;
- pH à 25°C;
- Fósforo Total;
- Turbidez.

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 27/11/2019 (quarta-feira) |
| 4.2 | Pagamento das inscrições: | até 28/11/2019 (quinta-feira) |
| 4.3 | Envio das amostras: | 02/12/2019 (segunda-feira) |
| 4.4 | Abertura das amostras para início dos ensaios: | 05/12/2019 (quinta-feira), às 08:00h (Brasília) |
| 4.5 | Envio dos resultados (via-e-mail): | até 13/12/2019 |
| 4.6 | Envio dos relatórios com certificados: | até 15/02/2020 |

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: <https://www.proaguaambiental.com.br/Programa/Index#5>

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

- 5.3 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 exposto 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 15 e no máximo 100 laboratórios inscritos. Caso a quantidade de participantes inscritos seja inferior a 15, 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 Serão preparados 2 lotes com amostras em duplicatas identificadas como Amostra 1 e Amostra 2, com as características a seguir:
- 6.4 **Lote A** – Amostras de efluente doméstico tratado em ETE com processo de lodo ativado, para ensaios de DBO, DQO, pH (25°C) e Turbidez, armazenadas em frascos de plástico, com capacidade para 1200 mL. Sem preservação.
- 6.5 **Lote B** – Amostras de efluente doméstico tratado em lagoa facultativa, para ensaio de Fósforo Total, armazenadas em frascos de plástico, com capacidade para 350 mL. Preservação com H₂SO₄ até pH < 2,0.
- 6.6 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 dos 2 lotes.”

“Participaremos apenas do lote B.”

- 6.7 **OBSERVAÇÃO:** Os volumes oferecidos são suficientes para realização de ensaios convencionais previstos no Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23ª 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 (por cada lote que for solicitado o acréscimo de volume).

7 TRANSPORTE DAS AMOSTRAS

- 7.1 O transporte das amostras será de responsabilidade dos Laboratórios 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 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, como transporte aéreo. 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 mesmas.
- 8.2 Caso ocorra danos às amostras que inviabilize a execução dos ensaios, a participação do laboratório inscrito poderá ser 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 fornecida pelo laboratório, 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, **NÃO ARMAZENAR EM GELADEIRA** (condição de igualdade a todos os participantes) antes do prazo estabelecido no item 4.4. A partir desse prazo, fica a critério do laboratório a forma de armazenamento das amostras, considerando que os analitos possuem diferentes prazos máximos para serem analisados (conforme tabela do item 9.4).
- 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 estabelecido no <u>item 4.4</u>
DBO após 5 dias de incubação a 20°C	30 horas
DQO	30 horas
pH à 25°C	8 horas
Fósforo Total	28 horas
Turbidez	8 horas

NOTA 1: Resultados de ensaios realizados fora dos prazos, não contribuirão para o conjunto de dados a ser utilizado para o tratamento estatístico.

NOTA 2: Se após a abertura das caixas no momento estabelecido, o laboratório prorrogar o início dos ensaios (dentro do prazo), é sugerido a preservação das amostras em geladeira.

10 METODOLOGIAS ANALÍTICAS, UNIDADES DE MEDIDA E CONCENTRAÇÕES

10.1 Metodologias analíticas e unidades de medidas

10.1.1 As metodologias analíticas poderão ser critério de cada participante, desde que tenham seus limites de quantificação não superiores aos informados na tabela a seguir. As unidades estabelecidas para apresentarem os resultados se encontram na terceira coluna da tabela.

Analito	Limite de Quantificação (LQ)	Unidade de medida
DBO após 5 dias de incubação a 20°C	5	mg/L
DQO	10	mg O ₂ /L
Fósforo Total	0,15	mg/L
Turbidez	0,20	NTU

- 10.1.2 **OBSERVAÇÃO:** Ensaios realizados com metodologias com LQ's maiores que os estabelecidos, não contribuirão para o tratamento estatístico dos resultados entre os participantes. Entretanto, as avaliações de seus resultados serão realizadas a partir do conjunto de resultados fornecidos por laboratórios que atenderem aos LQ's.
- 10.1.3 Será feito um estudo de equivalência entre as metodologias utilizadas, a fim de se observar se todos os resultados reportados podem ser tratados em único conjunto de dados, ou se devem ser separados de acordo com cada metodologia.

10.2 Concentrações

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

11 SERVIÇOS SUBCONTRATADOS

O PIPA não subcontratará atividades complementares para essa rodada. Os ensaios necessários para o controle de qualidade dos lotes serão realizados no Laboratório da PROÁGUA Ambiental, acreditado pela Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (CGCRE) - CRL nº 0798.

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 O PIPA procura mitigar ao máximo a comunicação entre os participantes, evitando que eles saibam da existência de um ou de outro antes da divulgação do relatório final.
- 13.2 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 Após o despacho das amostras, será enviado aos participantes o documento "INFORMAÇÕES TÉCNICAS", contendo informações esclarecedoras sobre os critérios técnicos da rodada.
- 14.2 Faixa de concentrações

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

Analito (unidade)	Faixa de concentração esperada
DBO (mg/L)	5 – 100
DQO (mg O ₂ /L)	10 – 300
pH à 25°C	4,5 – 9,5
Fósforo total (mg/L)	0,1 – 15
Turbidez (NTU)	5 – 150

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;
- 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

Os resultados apresentados pelos laboratórios participantes serão tratados com critérios estatísticos da seguinte forma:

- 16.1 Definição do valor designado e do desvio padrão de proficiência:
 - 16.1.1 Para os parâmetros que apresentarem quantidade de resultados válidos maior ou igual a 12, o método estatístico a ser utilizado para a definição do valor designado e do desvio padrão de proficiência 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 Para os parâmetros que apresentarem quantidade de resultados válidos entre 5 e 12, será, primeiramente, excluído os valores dispersos (“outliers”), e posteriormente, calculado a média aritmética e o desvio padrão para a determinação do valor designado e do desvio padrão de proficiência, respectivamente.

16.2 Definição da incerteza do valor designado:

16.2.1 O cálculo da incerteza do valor designado será realizado segundo o que preconiza a ISO 13528:2015 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons* para a estatística robusta ou de acordo com a incerteza do tipo A.

16.3 Elipses de confiança:

16.3.1 Para a avaliação de resultados quanto a possíveis problemas analíticos, serão disponibilizadas elipses de confiança, construídas com pares de resultados (analisados em duplicata).

16.4 Avaliação dos desempenhos dos resultados

16.4.1 Se a incerteza do valor designado for menor ou igual a 30% do valor do desvio padrão de proficiência, os desempenhos dos resultados serão avaliados em função do z-score, calculado pela razão entre a diferença do resultado médio da duplicata analisada pelo laboratório participante e o valor designado, e o desvio padrão de proficiência, ou seja:

$$z_i = \frac{(x_i - X)}{\sigma}$$

Onde:

X = valor designado;

x_i = resultado médio do laboratório participante;

σ = desvio padrão de proficiência.

16.4.2 Se a incerteza do valor designado for maior do que 30% do valor do desvio padrão de proficiência, os desempenhos dos resultados serão avaliados em função do z'-score, calculado pela razão entre a diferença do resultado médio da duplicata analisada pelo laboratório participante e o valor designado, e a raiz quadrada da soma do quadrado do desvio padrão de proficiência com o quadrado da incerteza do valor designado, ou seja:

$$z_i' = \frac{(x_i - X)}{\sqrt{\sigma^2 + u^2(X)}}$$

16.4.3 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	$1,40 < z\text{-score} \leq 2,00$
QUESTIONÁVEL	$2,00 < z\text{-score} \leq 3,00$
INSATISFATÓRIO	$ z\text{-score} > 3,00$

OBSERVAÇÃO: Todos os resultados com $|z\text{-score}| \leq 2,00$ 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:

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

- 17.1.1 Taxa com direito a participar nos dois lotes: **R\$ 900,00**
17.1.2 Taxa com direito a participar em apenas um lote: **R\$ 650,00**

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 quando a quantidade de resultados válidos de um ou mais parâmetros for insuficiente (<5), de forma a não permitir a interpretação e/ou tratamento estatístico pelos métodos mencionados no item **16.1**.

21.2 Neste caso, 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 cobrada 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

Assuntos técnicos: Rafael Cintra (gerente técnico): (16) 3432-0590 ou (16) 99143-5017.

E-mail: rafaelcintra@proaguaambiental.com.br

Assuntos gerais: Larissa Novais (gerente da qualidade): (16) 3432-0590 ou (16) 99708-8717.

E-mail: larissa@proaguaambiental.com.br

Coordenação Geral: Orlando Cintra: (16) 3432-0590 ou (16) 99123-2230.

E-mail: orlandocintrafilho@gmail.com