

PIPA - ENSAIOS DE PROFICIÊNCIANº DA RODADA: **153/21**TIPO DE RODADA: **ÁGUA RESIDUAL****1 ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**

PIPA – Ensaios de Proficiência

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 MATRIZES

- Água residual (efluente industrial).

3 ESCOPO DOS PARÂMETROS

- DBO – Demanda Bioquímica de Oxigênio;
- DQO – Demanda Química de Oxigênio;
- pH à 25°C;
- Sólidos Totais;
- Sólidos Suspensos Totais (SST);
- Sólidos Sedimentáveis;
- Óleos e Graxas;
- 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 17/02/2021 (terça-feira)
4.2	Pagamento das inscrições:	até 18/02/2021 (quinta-feira)
4.3	Envio das amostras:	22/02/2021 (segunda-feira)
4.4	Abertura das amostras e início dos ensaios:	25/02/2021 (quinta-feira) às 10:00 h (Brasília)
4.5	Prazo para realização dos ensaios	veja item 9.4
4.6	Envio dos resultados (via-e-mail):	até 01/03/2021 (segunda-feira)
4.7	Envio dos relatórios com certificados:	até 30/04/2020 (sexta-feira)

5 INSCRIÇÕES E INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

- 5.1 **IMPORTANTE:** Antes de fazer a inscrição de participação no PIPA, o Laboratório deve consultar a melhor alternativa de transporte (veja sugestões na tabela a seguir), considerando o prazo de entrega entre Franca/SP e o Município onde se localiza o Laboratório. Na falta de alternativa para entrega no prazo (consulte item 9.4), sugerimos NÃO FAZER A INSCRIÇÃO NO PIPA.

Transportadoras sugeridas	Contato
Correios (Sedex)	Agência local
Transportadora Nova Express	Agência Ribeirão Preto – (16) 3627 4827 ou (16) 98231-3298
Azul Cargo Express	Agência Franca – (16) 3721 4300

NOTA: No ato da inscrição, campo “observações” deve ser informado a transportadora desejada. Caso não conste essa informação, o provedor irá entender que as amostras deverão ser enviadas pelo Correios - SEDEX.

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>

5.3 Preencher a inscrição criteriosamente, evitando erros nos endereços do laboratório e de e-mail, pois os dados 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, terão 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 ao mínimo, 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, considerando as características e lotes a seguir:

Lote A - Amostra composta com efluentes de laticínios e de indústria de refrigerantes, para ensaios de DBO, DQO e pH à 25°C, armazenada em frascos plásticos de 1100 mL. Sem preservação química.

Lote B - Amostra composta com efluentes de laticínios e de indústria de refrigerantes, para ensaios de Sólidos Totais e Sólidos Suspensos Totais (SST), armazenada em frascos plásticos de 350 mL. Sem preservação química.

Lote C - Amostra com simulação de efluentes de laticínios, para ensaios de Óleos e Graxas, armazenada em frascos de vidro âmbar de 1000 mL. Preservada com HCl para pH < 2,0.

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

Lote D - Amostra de água residual com suspensão de polpa de papel, para ensaio de Sólidos Sedimentáveis, armazenada em frascos plásticos de 1100 mL. Sem preservação química.

Lote E - Amostra composta com efluentes de laticínios e de indústria de refrigerantes, para ensaios de Fenóis, armazenada em frascos plásticos de 600 mL. Preservada com H₂SO₄ para pH < 2,0.

OBSERVAÇÃO: Os volumes oferecidos serão 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 lote com acréscimo de volume).

6.4 O prazo para execução dos ensaios não poderá ultrapassar a data estabelecida no item **4.5**.

7 TRANSPORTE DAS AMOSTRAS

7.1 As amostras serão disponibilizadas no endereço do provedor, em Franca/SP.

7.2 O transporte das amostras será de responsabilidade dos Laboratórios participantes.

7.3 O pagamento do transporte poderá ser realizado pelo provedor ou pelo próprio laboratório.

7.4 Como procedimento padrão, o provedor envia as amostras ao endereço informado no momento da inscrição do laboratório. O pagamento é feito pelo provedor. Será cobrado juntamente com a taxa da inscrição, o custo desse transporte + 10% de taxa administrativa.

7.5 Caso a opção seja o pagamento do transporte pelo próprio laboratório, deve ser informado no ato da inscrição (campo "observações").

7.6 Na véspera da entrega, recomendamos fazer contato a transportadora com o objetivo de prevenir atraso por problema de comunicação. Se necessário, consulte o provedor para informação do código de rastreamento (falar com Larissa (16) 99708 8717 ou (16) 3432 0590 - ramal 203)

8 PROVIDÊNCIAS EM CASO DE DANOS OU EXTRAVIOS OU ATRASOS DE ENTREGA DE AMOSTRAS

8.1 Como já informado em **7.2**, O TRANSPORTE DAS AMOSTRAS SERÁ DE RESPONSABILIDADE DO LABORATÓRIO PARTICIPANTE.

8.2 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.

8.3 Atrasos de entrega pela transportadora, **NÃO** SERÃO DE RESPONSABILIDADE DO PROVEDOR. (veja item **5.1**)

8.4 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.

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, antes do prazo estabelecido no item **4.4** para abertura das caixas, manter a caixa em local fresco, porém, **NÃO ARMAZENAR EM GELADEIRA** (condição de igualdade a todos os participantes). A partir do prazo de abertura, fica a critério do laboratório a forma de armazenamento das amostras, considerando que os analitos possuem diferentes prazos máximos para serem analisados (conforme mostra a 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):

Analitos	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	07 horas
Sólidos Totais e SST	30 horas
Óleos e Graxas	24 horas
Fenóis	24 horas
Sólidos Sedimentáveis	30 horas

9.5 **OBSERVAÇÃO:** Resultados de ensaios realizados fora do prazo, serão excluídos do conjunto de dados a ser utilizado para o tratamento estatístico.

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, (exceto para o ensaio de xxxxxxxx, o qual terá que ser, **obrigatoriamente**, realizado pelo método xxxxxxxxxxxx).

10.1.2 Será feito 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 e unidades de medidas

10.2.1 A tabela a seguir informa as concentrações esperadas e as unidades de medidas para expressão dos resultados para os analitos contemplados na rodada:

Analitos	Faixa de concentração esperada	Unidade de medida
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 Suspensos Totais (SST)	100 a 1000	mg/L
Óleos e Graxas	50 a 1.500	mg/L
Fenóis	0,01 a 1,00	mg/L
Sólidos sedimentáveis	5 a 50	mL/L

NOTA 1: Por se tratar de amostras originadas de matrizes naturais, com a presença de interferentes, nem sempre, e não necessariamente, os resultados encontrados pelos participantes acabam por ficar dentro das faixas de concentração esperadas acima.

NOTA 2: Por se tratar de amostras de efluentes, o manuseio das amostras deve ser realizado com EPI's necessários de forma a evitar contaminações biológicas e químicas pelos técnicos envolvidos.

11 SERVIÇOS SUBCONTRATADOS

Para essa rodada, o PIPA subcontratará a Proágua Ambiental para execução dos ensaios para avaliação da homogeneidade e estabilidade. O Laboratório da PROÁGUA Ambiental é acreditado pela Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (CGCRE).

12 HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DOS ITENS DE ENSAIO, 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 e refrigerados, inicialmente, em temperatura entre 0°C e 6°C, 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

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 FI-022 - INFORMAÇÕES TÉCNICAS, que será enviado por e-mail, após as amostras serem despachadas.
- 14.2 Principais fontes de erros analíticos para essa rodada
 - 14.2.1 Metodologia de ensaio inadequada;
 - 14.2.2 Não tratamento de interferentes;
 - 14.2.3 Ensaios realizados fora do prazo estabelecido pelo provedor;
 - 14.2.4 Falta de habilidade dos técnicos envolvidos nos ensaios;
 - 14.2.5 Falta de uso de materiais de referência;
 - 14.2.6 Equipamentos não calibrados;
 - 14.2.7 Falta de homogeneização adequada das amostras antes dos ensaios;
 - 14.2.8 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:

- 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 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 11, será, primeiramente, excluído os valores dispersos (“outliers”), e posteriormente, calculado a média aritmética para a determinação do valor designado, desde que restem, pelo menos, 5 resultados válidos após a eliminação dos discrepantes.
- 16.1.3 Para os parâmetros que apresentarem quantidade de resultados inferior a 5, não haverá tratamento estatístico.

16.2 Definição do desvio padrão de proficiência:

- 16.2.1 Serão calculados 3 desvios padrão: desvio padrão advindo da análise robusta do Algoritmo A, desvio padrão após a eliminação de “outliers” e desvio padrão de Horwitz. O valor intermediário entre os 3, será o valor do desvio padrão de proficiência.

16.3 Definição da incerteza do valor designado:

- 16.3.1 O cálculo da incerteza do valor designado será realizado, segundo a sugestão da ISO 13528:2015, para a estatística robusta ou de acordo com a incerteza do tipo A, dependendo do tratamento estatístico a ser utilizado.

16.4 Elipses de confiança:

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

16.5 Avaliação dos desempenhos dos resultados

- 16.5.1 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:

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

Onde:

X = valor designado;

x_i = resultado médio do laboratório participante;

σ = desvio padrão de proficiência.

- 16.5.2 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:

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

Onde:

$u(X)$ = incerteza do valor designado.

16.5.3 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:

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 (veja o item 7).

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

IMPORTANTE: No ato da inscrição deverão ser informados, no campo de OBSERVAÇÕES, os lotes em que o laboratório irá participar.

Exemplos:

“Participaremos apenas nos ensaios envolvendo no lote A”.

“Participaremos apenas nos ensaios envolvendo os Lotes D e F”.

“Participaremos em todos os lotes”.

NOTA: Será critério do laboratório a escolha de parâmetros a serem ensaiados em cada lote (não é obrigatório participar em todos os parâmetros do lote).

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

PIPA – Ensaios de Proficiência.

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

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 ao 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, será acatada a desistência e devolução de 80% do valor da taxa referente à inscrição. O valor do transporte não será devolvido.

21 CANCELAMENTO DE PARÂMETRO DA RODADA

21.1 Poderá ocorrer o cancelamento de um ou mais parâmetros da rodada na seguinte situação:

21.1.1 Quantidade de resultados válidos de um ou mais parâmetros insuficientes (<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 A entrega dos relatórios e certificados poderá ser na forma digital ou impressa.

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.

22.7 **ATENÇÃO**: Após emitido o relatório não será permitido alterar seu conteúdo (tipo omissão de resultados)

23 CONTATOS

Assuntos técnicos: Rafael Carbone Cintra (Gerente Técnico): (16) 3432-0590 – ramal 202 ou (16) 99143-5017.
E-mail: rafaelcintra@proaguaambiental.com.br

Assuntos gerais: Larissa Novais (Gerente da Qualidade): (16) 3432-0590 – ramal 203).

E-mail: larissa@proaguaambiental.com.br

Coordenação Geral: Orlando Cintra: (16) 3432-0590 ramal 201 ou (16) 99123-2230.

E-mail: orlandocintrafilho@gmail.com