

Protocolo nº 004/2016 (Dimci/GT-PEP) – Revisão nº 01

Ensaio de Proficiência em Água – 6ª Rodada Medição de Metais em Água

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Tecnologia - Dimci

Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - 25250-020

Telefone e fax: +55 21 2679-9745

E-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br / Site: www.inmetro.gov.br/metcientifica/ensaioProficiencia.asp

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o desempenho de laboratórios para o ensaio proposto;
- Identificar eventuais problemas de medição na referida grandeza;
- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos laboratórios;
- Contribuir para a melhoria contínua das técnicas de medição de cada laboratório.

PARTICIPAÇÃO

Poderá participar deste EP qualquer laboratório que realize medições de metais em água ou matrizes similares. O número máximo é de 60 (sessenta) participantes que serão inscritos levando-se em consideração a ordem de chegada da ficha de inscrição.

Se o número de inscrições ultrapassar o limite acima, será dada preferência aos laboratórios acreditados pelo Inmetro com base na ABNT NBR ISO/IEC 17025 para o escopo deste EP, seguidos dos laboratórios em fase de acreditação e por último os laboratórios não acreditados que realizem este tipo de ensaio.

Para participar é necessário fazer a inscrição no *site* do Inmetro (www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiAgua.asp). Na ficha de inscrição o laboratório deverá informar se irá participar analisando 1, 2, 3, 4 ou 5 analitos. Os laboratórios que optarem por analisar os 5 parâmetros terão prioridade de inscrição, respeitando-se os critérios estabelecidos no parágrafo anterior.

Ressaltamos que a participação neste EP é gratuita, sendo o prazo de inscrição até 24/08/16.

ITEM DE ENSAIO

Frasco contendo aproximadamente 200 mL de água mineral fortificada com os analitos arsênio, cádmio, chumbo, manganês e níquel. Cada frasco será devidamente identificado, contendo no rótulo o nome do EP e o número da rodada.

A faixa de fração mássica esperada para cada analito encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 - Faixa de fração mássica esperada para cada analito

Metal	Faixa de Fração Mássica ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)
As (Arsênio)	10 – 200
Cd (Cádmio)	1 – 20
Mn (Manganês)	20 – 400
Ni (Níquel)	10 – 200
Pb (Chumbo)	10 – 100

PREPARO DO ITEM DE ENSAIO

O Laboratório de Análise Inorgânica da Divisão de Metrologia Química e Térmica do Inmetro é o responsável pela preparação, envase e estudos de homogeneidade e estabilidade (conforme *ABNT ISO GUIA 35:2012*) das amostras que serão fornecidas como item de ensaio.

O item de ensaio será preparado a partir de água mineral fortificada com materiais de referência certificados. A solução será acidificada com ácido nítrico de alta pureza e sua concentração final será de aproximadamente 1,5 % (v/v).

O item de ensaio será envasado em frasco de polietileno de alta densidade contendo aproximadamente 200 mL da solução. Serão disponibilizadas 60 amostras para os participantes e adicionalmente 10 amostras serão reservadas para os casos de perda ou danos durante o transporte.

ENVIO DO ITEM DE ENSAIO

Na data estabelecida no cronograma, será enviada para cada participante 1 (uma) caixa de isopor (3 L), devidamente lacrada, contendo 1 (um) frasco com o item de ensaio a ser analisado. A caixa de isopor será preenchida com material adequado para evitar danos ao frasco. A coordenação deste EP é responsável pelo envio do item de ensaio aos laboratórios participantes. O envio será feito via serviço postal.

Cada participante receberá apenas um frasco para medição. Para tanto os participantes devem avaliar se seus métodos são adequados para o volume de amostra disponibilizado.

No ato do recebimento do item de ensaio, o participante deverá realizar uma inspeção para verificar a existência de algum vazamento ou dano ao frasco que possa invalidar os resultados das medições. O resultado da inspeção deve ser registrado no formulário de recebimento do item de ensaio. O formulário deverá ser preenchido e enviado diretamente através do site do Inmetro (www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiAgua.asp).

CONFIDENCIALIDADE

Os resultados do EP serão confidenciais. Cada participante será identificado por códigos individuais (por analito) que será conhecido somente pelo próprio participante e pela coordenação do EP, com exceção dos laboratórios acreditados e em fase de acreditação, que terão seus códigos de identificação disponíveis para conhecimento da Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre). O participante receberá, via e-mail, os seus códigos de identificação (por analito) correspondente à sua participação no EP. Estes códigos deverão ser utilizados como identificação do participante no preenchimento do formulário de registro de resultados. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo Inmetro respeitando-se a confidencialidade.

Conforme estabelecido no item 4.10.4 da ABNT ISO/IEC 17043:2011, em circunstâncias excepcionais, uma autoridade reguladora pode requerer os resultados do EP ao provedor. Quando isto ocorrer, o provedor do EP notificará esta ação aos participantes.

Ao final deste EP, será fornecido certificado de participação aos participantes que enviaram seus resultados. Neste certificado constarão os códigos de identificação do participante.

APELAÇÕES OU RECLAMAÇÕES

Caso o participante deseje formalizar uma reclamação ou apelação referente ao ensaio de proficiência deverá enviar e-mail para pep-inmetro@inmetro.gov.br.

INFORMAÇÕES ADICIONAIS

Através do protocolo deste EP os participantes terão as informações e regras. O contato com a Coordenação ou Comitês deste EP poderá ser feito pelo telefone (21) 2679-9745 ou através do e-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br.

DOCUMENTOS DO PROGRAMA

No *site* do Inmetro (www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiAgua.asp) estarão disponíveis todos os documentos deste EP, que são:

- Ficha de inscrição (*online*).
- Formulário de recebimento do item de ensaio.
- Formulário de registro de resultados.

CRONOGRAMA

Descrição	Responsável	Data de Início	Data de Término/ Data limite
Período de inscrições.	GT-PEP	16/08/16	24/08/16
Envio dos códigos dos participantes inscritos.	GT-PEP		29/08/16
Envio dos itens de ensaio aos participantes.	GT-PEP	-	29/08/16
Envio dos resultados.	Participantes	-	19/09/16
Análise estatística dos resultados.	Neivaldo	26/09/16	30/09/16
Envio do relatório preliminar por e-mail aos participantes.	Ricardo	-	14/11/16
Envio das considerações do relatório preliminar à Coordenação deste EP.	Participantes	-	28/11/16
Aprovação do relatório final.	Paulo e Valnei	19/12/16	22/12/16
Solicitação de Disponibilização do relatório final no <i>site</i> do Inmetro para <i>download</i> .	Ricardo	-	22/12/16
Envio do certificado de participação no ensaio.	Ricardo	-	23/12/16

MÉTODOS DE MEDIÇÃO

Os participantes do EP deverão utilizar seus métodos de medição rotineiros na análise da amostra. A amostra deve ser conservada na temperatura de $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ e a temperatura das amostras durante as medições deverão estar na faixa de temperatura de 20 a 25 °C.

Para cada analito, deverão ser analisadas 3 (três) alíquotas independentes da amostra enviada. Os resultados (fração mássica dos analitos) devem ser reportados pelo laboratório em $\mu\text{g/kg}$. Será informada aos participantes a massa específica do item de ensaio.

Observação 1: É obrigatório a realização de 3 (três) medições da amostra (uma alíquota da amostra para cada medição), os resultados reportados na unidade solicitada, caso contrário, o participante será EXCLUÍDO do EP.

Observação 2: Conforme o item 7.2.6 do Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM2008, o valor numérico da incerteza expandida pode ser expresso com até dois algarismos significativos.

Observação 3: Os laboratórios acreditados de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 devem estabelecer e demonstrar a rastreabilidade de suas medições, bem como, reportar a incerteza associada aos seus resultados.

Os participantes que reportarem resultados menores que os limites de detecção ou quantificação dos métodos analíticos não serão avaliados e seus resultados não serão considerados no EP.

REGISTRO DAS MEDIÇÕES E ENVIO DOS RESULTADOS

Os participantes deverão fazer os registros das medições num arquivo Excel denominado “Formulário de registro de resultados”, contendo duas planilhas. **Antes de preencher as informações e os resultados na planilha “Registro dos resultados”, é importante ler as orientações na planilha “Instruções”.** Após o preenchimento dos dados, a planilha deverá ser protegida com uma senha. A senha é a assinatura digital do laboratório e garantirá a integridade dos dados. Se o laboratório utilizar o Office 2007 ou 2010, clicar na aba "Revisão" e depois em "Proteger Planilha". Irá abrir uma caixa de diálogo onde será necessário definir uma senha conhecida apenas pelo participante. Depois, clicar em "OK" e salvar a planilha. Se o participante utilizar uma versão do Office anterior à

2007, clicar no menu "Ferramentas", depois em "Proteger" e "Proteger Planilha". Definir uma senha na caixa de diálogo, conhecida apenas pelo participante o, clicar em "OK" e salvar a planilha.

Para que o Comitê Técnico possa acessar os dados enviados pelos participantes é importante seguir as instruções de proteção da planilha descritas acima. Em que caso de dúvida, entrar em contato com a coordenação do EP.

Os participantes devem conferir as informações reportadas no formulário de registro de resultados, pois não poderão ser corrigidas ou alteradas após o prazo limite para recebimento dos mesmos.

O arquivo, com a planilha protegida com senha, deverá ser enviado à coordenação do EP até **19/09/16**.

Observação:

Somente serão analisados os resultados reportados no formulário de registro de resultados, identificado com o código do laboratório (enviado pela coordenação do EP), protegidos com senha e dentro do prazo estabelecido no cronograma.

VALOR DESIGNADO

A determinação do valor designado deste EP será através do uso de valores de referência determinado pelo Laboratório de Análise Inorgânica (Labin) da Divisão de Metrologia Química e Térmica do Inmetro. O Labin será responsável pela preparação, envase, e estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade das amostras que serão fornecidas como item de ensaio.

AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

Para os laboratórios acreditados ou em fase de acreditação será utilizado o erro normalizado (E_n) para a avaliação de desempenho, já que eles devem informar a incerteza expandida (U) de suas medições e o fator de abrangência (k). Para os demais laboratórios será utilizado o índice z (z -score) para a avaliação de desempenho. Tanto o erro normalizado (E_n) quanto o índice z estão descritos no Anexo B da ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011.

Nota: Caso algum laboratório que não seja acreditado ou que não esteja em fase de acreditação, mas que nos informe a incerteza expandida (U) de suas medições e o fator de abrangência (k), a avaliação de desempenho será realizada através do erro normalizado (E_n).

RELATÓRIO FINAL

O Comitê Técnico irá elaborar o relatório preliminar e final deste EP. Na data estipulada no cronograma, os participantes receberão o relatório preliminar e terão até a data estipulada no cronograma para enviarem suas considerações (sugestões, dúvidas, etc.) à coordenação deste EP através do e-mail pep-inmetro@inmetro.gov.br. As considerações serão avaliadas pelo Comitê Técnico e, quando consideradas pertinentes, serão incorporadas ao relatório final. O relatório final será emitido pelo Inmetro e divulgado em sua página da internet (www.inmetro.gov.br/metcientifica/profiAgua.asp).

Os relatórios, preliminar e final, conterão informações como:

- Nome e detalhes de contato do provedor de ensaio de proficiência e do coordenador;
- Data de emissão e situação do relatório (por exemplo: preliminar ou final);
- Declaração da extensão da confidencialidade dos resultados;
- Identificação do item de ensaio, incluindo detalhes sobre sua preparação;
- Resultados dos participantes, identificados apenas por seus códigos, apresentados em tabelas e gráficos;
- Procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados, incluindo detalhes sobre os valores designados e faixas de resultados aceitáveis e representações gráficas;
- Procedimentos utilizados para estabelecer os valores designados, detalhes da rastreabilidade metrológica e das incertezas de medição;
- Relação com nomes de todas as Instituições participantes.

HISTÓRICO DA REVISÃO

Inserido o prefixo μ à unidade g na Faixa de Fração Mássica na tabela 1, na página 1.