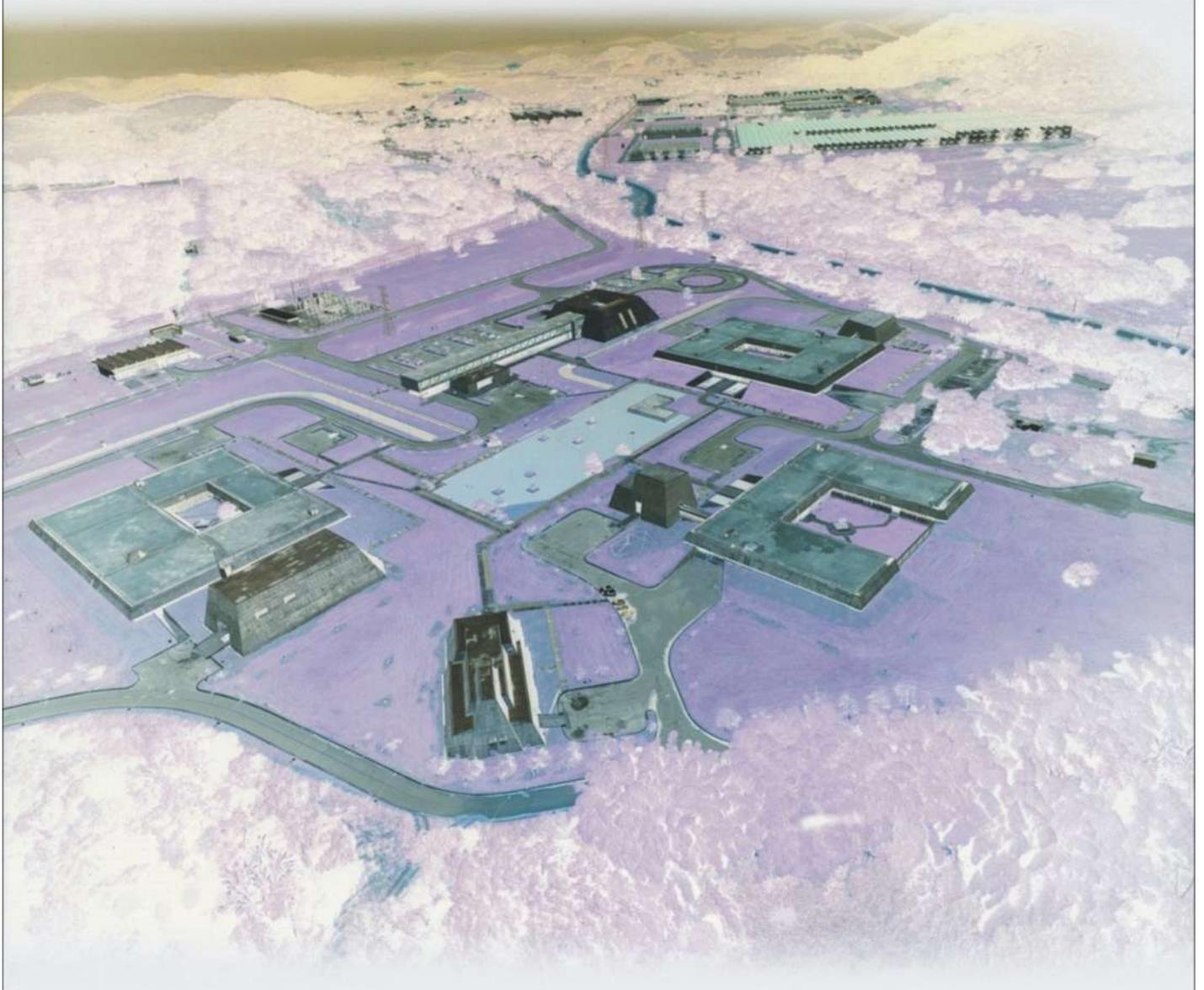


Relatório Final do Ensaio de Proficiência em Medição de pH 6^a Rodada



Inmetro
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

PEP-Inmetro

Programa de Ensaios de Proficiência do Inmetro

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM MEDIÇÃO DE pH – 6ª RODADA

Período de inscrição: 19/09/16 a 07/10/16

RELATÓRIO FINAL Nº 001/2017

ORGANIZAÇÃO PROMOTORA DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA



Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro
Diretoria de Metrologia Científica e Tecnologia - Dimci
Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias
RJ – Brasil – CEP: 25250-020
E-mail para contato: pep-inmetro@inmetro.gov.br

COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO

Adelcio Rena Lemos (Inmetro/Dimci/Dicep)
Fabiano Barbieri Gonzaga (Inmetro/Dimci/Dimqt)
José Ricardo Bardellini da Silva (Inmetro/Dimci)
Neivaldo Silva Nonato (Inmetro/Dimci)
Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci) - Coordenador PEP-Inmetro
Valnei Smarçaro da Cunha (Inmetro/Dimci/ Dimqt)

COMITÊ TÉCNICO

Fabiano Barbieri Gonzaga (Inmetro/Dimci/ Dimqt)
Neivaldo Silva Nonato (Inmetro/Dimci)

SUMÁRIO

1. Introdução	3
2. Materiais e Métodos	4
2.1. Preparação do Item de Ensaio	4
2.2. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio	4
2.3. Análise Estatística dos Resultados dos Participantes	4
2.3.1. Índice z	4
2.3.2. Índice zeta	5
3. Resultados e Discussão	6
3.1. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio	6
3.2. Resultados dos Participantes	6
3.2.1. Índice z	9
3.2.2. Índice zeta	10
4. Confidencialidade	11
5. Conclusões	12
6. Participantes	13
7. Referências Bibliográficas	17

1. Introdução

A medição de pH consiste em determinar o potencial do íon hidrogênio em uma solução, a qual indica seu nível de acidez ou alcalinidade. O conhecimento do valor de pH é importante em diferentes áreas, sendo a medição de pH uma das mais realizadas em laboratórios de análises clínicas, centros de pesquisas, universidades, indústrias, entre outros. Devido ao impacto direto na vida dos cidadãos, é de suma importância que as medições de pH sejam realizadas de forma correta, com qualidade e confiabilidade.

O Sistema Primário de Medição de pH [1] do Inmetro, levando em consideração as recomendações estabelecidas pelo Grupo de Trabalho em pH da IUPAC [2], tem a função de caracterizar materiais de referência (MR) para medição de pH e, dessa forma, prover rastreabilidade e confiabilidade aos resultados das medições de pH realizadas nos laboratórios.

Para promover o aumento da confiabilidade e qualidade dos resultados das medições dos laboratórios, o Inmetro realiza Ensaio de Proficiência (EP). A participação em EP é uma das ferramentas necessárias aos laboratórios de ensaios e calibração para a manutenção da acreditação segundo a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [3]. A obtenção de resultados satisfatórios em ensaios de proficiência é, para o laboratório, uma evidência de sua competência analítica numa determinada medição.

Um EP, portanto, tem por finalidade comparar resultados de medições de diferentes laboratórios, realizadas sob condições similares, e, assim, obter uma avaliação do desempenho dos laboratórios participantes, fornecendo-lhes um mecanismo adequado para avaliar e demonstrar a confiabilidade de suas medições [4]. Os laboratórios, por sua vez, têm a oportunidade de rever seus procedimentos de análises, bem como implantar melhorias nas diferentes atividades em que atuam, caso seja necessário.

No presente relatório, certos equipamentos comerciais e materiais são identificados para especificar adequadamente o procedimento experimental. Em nenhum caso tal identificação implica recomendação do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro), nem que o equipamento ou material é necessariamente o melhor para o propósito.

Este EP teve como objetivo:

- 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.

2. Materiais e Métodos

2.1. Preparação do Item de Ensaio

O lote do item de ensaio consistiu de uma solução de dihidrogeno fosfato de potássio e hidrogeno fosfato de sódio, nas concentrações equimolares de 0,025 mol/kg, preparada gravimetricamente utilizando água desionizada com condutividade eletrolítica inicial menor do que 0,1 $\mu\text{S/cm}$.

A solução foi homogeneizada durante 2 dias, utilizando um agitador magnético, e envasada em frascos de 250 mL de polietileno de alta densidade, previamente lavados e secos em estufa. Após cada envase, os frascos foram etiquetados, fechados com tampa de rosca e lacrados com uma tira de filme de parafina.

2.2. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio

Os frascos do item de ensaio utilizados na caracterização e nos estudos de homogeneidade e estabilidade de longa duração foram selecionados aleatoriamente. Todas as medições foram realizadas a 25 °C.

Para a caracterização e o estudo de estabilidade do item de ensaio, foi utilizado o Sistema Primário de Medição de pH do Label/Dimqt/Inmetro, cuja metodologia de medição encontra-se publicada [1, 2]. Para o estudo de homogeneidade, foram utilizados um medidor de pH (Metrohm, modelo 713), um eletrodo combinado de pH com eletrólito interno de KCl 3 mol L⁻¹ (Metrohm, modelo 6.0234.100), um termômetro de resistência Pt 100 (Metrohm, modelo 6.1103.000) e um recipiente de vidro encamisado, através do qual circulava água proveniente de um banho termostático.

Os estudos foram realizados de acordo com a ABNT ISO GUIA 35 [5] e, para a identificação de valores dispersos ou *outliers* entre os resultados obtidos, foi utilizado o Teste de Grubbs [6]. No estudo de homogeneidade, os resultados das medições foram avaliados por meio de análise da variância (ANOVA) com fator único. No estudo de estabilidade, os resultados das medições de pH foram avaliados através da regressão linear em função do tempo de armazenagem [5].

Mais informações sobre os estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade podem ser encontradas em relatórios de EP de pH realizados anteriormente pelo Inmetro [7].

2.3. Análise Estatística dos Resultados dos Participantes

2.3.1. Índice z

Representa uma medida da distância do resultado apresentado por um laboratório específico em relação ao valor de referência do ensaio de proficiência e, portanto, serve para verificar se o resultado da medição de cada participante está em conformidade com o valor designado. O índice z [4, 6, 8, 9] é calculado conforme a Equação 1.

$$z_i = \frac{x_i - X}{\hat{\sigma}} \quad (1)$$

Onde,

x_i : é o resultado médio das cinco medições do i-ésimo participante;

X : é o valor designado pelo Laboratório de Referência: Label/Dimqt/Inmetro;

$\hat{\sigma}$: é o desvio-padrão para o ensaio de proficiência, que neste EP será considerado o valor da incerteza-padrão do item de ensaio (u_x).

A interpretação do valor do índice z está descrita a seguir:

$|z| \leq 2,0$ - indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$2,0 < |z| < 3,0$ - indica desempenho “questionável” e gera um sinal de alerta;

$|z| \geq 3,0$ - indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

2.3.2. Índice zeta

É utilizado para avaliar a consistência entre os valores (estimativa do valor e da incerteza) do material obtidos por um laboratório e os valores de referência do material. O índice zeta [8, 9] é calculado conforme a Equação 2.

$$\zeta_i = \frac{(x_i - X)}{\sqrt{u_{x_i}^2 + u_X^2}} \quad (2)$$

Onde,

x_i : é o resultado médio das cinco medições do i-ésimo participante;

X : é o valor designado pelo Laboratório de Referência: Label/Dimqt/Inmetro;

u_{x_i} : é o valor de incerteza-padrão relatada pelo i-ésimo participante;

u_X : é o desvio-padrão para o ensaio de proficiência, que neste EP será considerado o valor da incerteza-padrão do item de ensaio.

A interpretação do índice zeta é semelhante ao índice z tradicional:

$|\zeta| \leq 2,0$ - indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$2,0 < |\zeta| < 3,0$ - indica desempenho “questionável” e gera um sinal de alerta;

$|\zeta| \geq 3,0$ - indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

3. Resultados e Discussão

3.1. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio

A Tabela 1 apresenta o resultado da caracterização e as incertezas resultantes da caracterização e dos estudos de homogeneidade e estabilidade para o item de ensaio deste EP.

Tabela 1 - Resultados dos estudos de certificação para o item de ensaio (temperatura de 25,0 °C).

Estudo	pH	Incerteza Padrão (k=1)
Caracterização	6,863	0,0017
Homogeneidade		0,0005
Estabilidade		0,0035

A Tabela 2 apresenta o valor de pH designado para este EP, proveniente da caracterização, e sua incerteza, que constitui a incerteza padrão combinada do item de ensaio, obtida através das incertezas provenientes da caracterização e dos estudos de homogeneidade e estabilidade [5, 10].

Tabela 2 - Valor de pH designado e incerteza para o item de ensaio (temperatura de 25,0 °C).

pH	Incerteza Padrão Combinada (u_x)
6,863	0,004

3.2. Resultados dos Participantes

Os resultados das medições de pH reportados pelos laboratórios participantes desse EP são mostrados na Tabela 3. **Os participantes são identificados nos gráficos, tabelas e textos deste relatório pelos três últimos caracteres do seu código de identificação.**

Tabela 3 - Resultados das medições de pH reportados pelos participantes.

Código do Participante	Alíquota 1	Alíquota 2	Alíquota 3	Alíquota 4	Alíquota 5	Incerteza Exp. (U)	Fator de Abrang. (k)
001	6,880	6,910	6,880	6,910	6,890	0,07	2
002	6,960	6,940	6,950	6,950	6,940	0,05	2
004	6,880	6,860	6,860	6,870	6,880	0,07	2
007	6,901	6,891	6,885	6,884	6,883	0,007	2,78
012	6,890	6,890	6,890	6,880	6,890	0,27	2,37
013	6,940	6,890	6,900	6,920	6,700	0,04	2
014	6,830	6,810	6,850	6,830	6,850	0,0317911	2,07
016	7,040	7,030	7,010	7,050	7,020	0,077	2,52
018	6,970	6,930	6,920	6,940	6,960	0,061	2
020	6,867	6,860	6,864	6,866	6,860	0,03	2
021	6,850	6,890	6,840	6,880	6,850	0,019	2
022	6,920	6,910	6,880	6,880	6,880	0,1	2
027	6,870	6,870	6,880	6,880	6,880	0,05	2

Tabela 3 - Continuação

Código do Participante	Alíquota 1	Alíquota 2	Alíquota 3	Alíquota 4	Alíquota 5	Incerteza Exp. (U)	Fator de Abrang. (k)
028	6,887	6,886	6,889	6,888	6,888	0,029	2
030	6,920	6,910	6,910	6,910	6,910	0,14	2
031	6,920	6,910	6,900	6,890	6,880	2,29%	2,78
032	6,900	6,800	6,900	6,900	6,800	0,1	2
035	6,780	6,700	6,650	6,670	6,650	0,19	2,05
036	6,920	6,930	6,920	6,920	6,910	0,16	2
037	6,970	6,980	6,970	6,970	6,980	0,047	2,12
042	6,870	6,870	6,870	6,870	6,870	0,02	2,01
045	6,860	6,870	6,870	6,860	6,880	0,05	1,972
046	6,820	6,810	6,800	6,800	6,800	0,13	2
051	6,869	6,865	6,871	6,867	6,866	0,028	2
052	6,845	6,845	6,844	6,846	6,845	0,028	2
053	6,800	6,680	6,720	6,710	6,750	1,07	2,1
054	6,874	6,875	6,874	6,874	6,875	0,006	2
056	6,878	6,878	6,879	6,878	6,878	0,021	2
057	6,900	6,900	6,900	6,890	6,890	0,44	2
058	6,880	6,880	6,880	6,880	6,880	0,1	2
059	6,860	6,880	6,880	6,880	6,870	0,07	2
061	6,870	6,870	6,870	6,870	6,860	0,6249	2
062	6,950	6,920	6,930	6,910	6,910	0,05	2
063	6,860	6,830	6,850	6,860	6,850	0,034	2
065	6,860	6,860	6,860	6,860	6,860	0,06	2
067	6,730	6,710	6,710	6,710	6,700	0,04	2
071	6,850	6,855	6,843	6,838	6,847	0,04	2
072	6,870	6,869	6,869	6,869	6,869	0,016	2
074	6,900	6,890	6,900	6,890	6,900	0,14	2
076	7,090	7,060	7,050	7,050	7,040	0,04	2
079	6,820	6,820	6,820	6,820	6,820	0,1	2,05
081	6,860	6,860	6,880	6,860	6,900	---	---
085	6,910	6,960	6,970	6,960	6,920	0,2	2
086	6,970	7,000	6,970	6,980	6,980	0,18	1,96
087	6,870	6,860	6,860	6,860	6,870	0,03	2
088	6,889	6,888	6,888	6,888	6,889	0,031	2
090	6,848	6,845	6,847	6,848	6,848	0,02	2

Tabela 3 - Continuação

Código de identificação	Alíquota 1	Alíquota 2	Alíquota 3	Alíquota 4	Alíquota 5	Incerteza Exp. (U)	Fator de Abrang. (k)
094	6,870	6,860	6,840	6,850	6,880	0,02	2
098	6,920	6,910	6,900	6,910	6,910	0,01	2
099	6,869	6,869	6,869	6,869	6,868	0,045	2
100	6,870	6,860	6,870	6,870	0,000	0,08	1,96
101	6,860	6,880	6,880	6,890	6,870	0,03	2
105	6,860	6,850	6,860	6,870	6,880	0,04	2,12
112	6,890	6,880	6,870	6,870	6,900	0,03	2
117	6,840	6,840	6,870	6,860	6,870	0,09	2
118	6,860	6,870	6,870	6,870	6,850	0,2	2
119	6,910	6,910	6,910	6,920	6,910	0,2	2
121	6,870	6,870	6,880	6,880	6,880	---	---
122	6,910	6,910	6,900	6,880	6,880	0,34	2
124	6,880	6,880	6,880	6,880	6,890	0,292	2
125	6,810	6,800	6,810	6,810	6,800	---	---
127	6,901	6,900	6,901	6,901	6,901	0,02	2
129	6,836	6,843	6,838	6,836	6,834	0,036	2
133	6,900	6,890	6,870	6,870	0,000	0,03	2
137	6,871	6,870	6,870	6,872	6,870	0,064	2
138	6,990	6,990	6,980	6,980	6,980	0,2	2
141	7,000	6,990	6,980	6,980	6,980	0,2	2
142	6,860	6,860	6,880	6,840	6,860	---	---
144	6,868	6,869	6,868	6,868	6,867	0,03	2
148	6,872	6,864	6,869	6,872	6,872	0,02	2

O laboratório de código 31 informou o valor de incerteza expandida em porcentagem, assim, o Comitê Técnico teve que calcular o valor absoluto da incerteza levando-se em consideração a porcentagem informada e o resultado médio do laboratório para o cálculo do desempenho deste laboratório. O resultado encontrado foi 0,16.

Através das informações enviadas pelos laboratórios por meio do formulário de registro de resultados, foi definido qual índice de desempenho (índice z ou zeta) seria utilizado na avaliação dos resultados de cada laboratório participante, de acordo com as regras definidas previamente no protocolo deste EP. Assim, definiu-se que os resultados dos laboratórios 004, 012, 031, 032, 035, 036, 046, 053, 057, 058, 061, 071, 074, 076, 079, 081, 085, 086, 098, 100, 117, 188, 119, 121, 122, 124, 125, 138, 141 e 142 seriam avaliados pelo índice z.

Destes, os participantes 081, 121, 125 e 142 não informaram o valor de incerteza expandida de medição.

Os participantes 071, 076 e 098 não informaram o valor da incerteza expandida do medidor/sensor de temperatura.

Finalmente, os participantes 004, 012, 031, 032, 035, 036, 046, 053, 057, 058, 061, 074, 079, 085, 086, 100, 117, 118, 119, 122, 124, 138 e 141 informaram um valor de incerteza expandida de medição que parece superestimado em comparação com o valor de incerteza tipo A e com os valores de incerteza do MRC e dos medidores utilizados pelos laboratórios.

Para a avaliação dos resultados dos demais laboratórios, foi definida a utilização do índice zeta.

3.2.1. Índice z

A Tabela 4 e Figuras 1 e 2 apresentam os resultados do índice z, para os participantes que tiveram seus desempenhos avaliados através deste índice.

Tabela 4 - Resultados do índice z referente à medição de pH do item de ensaio.

Cód. do Laboratório	Índice z	Cód. do Laboratório	Índice z	Cód. do Laboratório	Índice z
004	1,7	061	1,2	117	-1,8
012	6,2	071	-4,1	118	0,25
031	9,2	074	8,2	119	12
032	-0,75	076	48	121	3,2
035	-43	079	-11	122	8,2
036	14	081	2,2	124	4,7
046	-14	085	20	125	-14
053	-33	086	29	138	30
057	8,3	098	12	141	31
058	4,2	100	1,1	142	-0,75

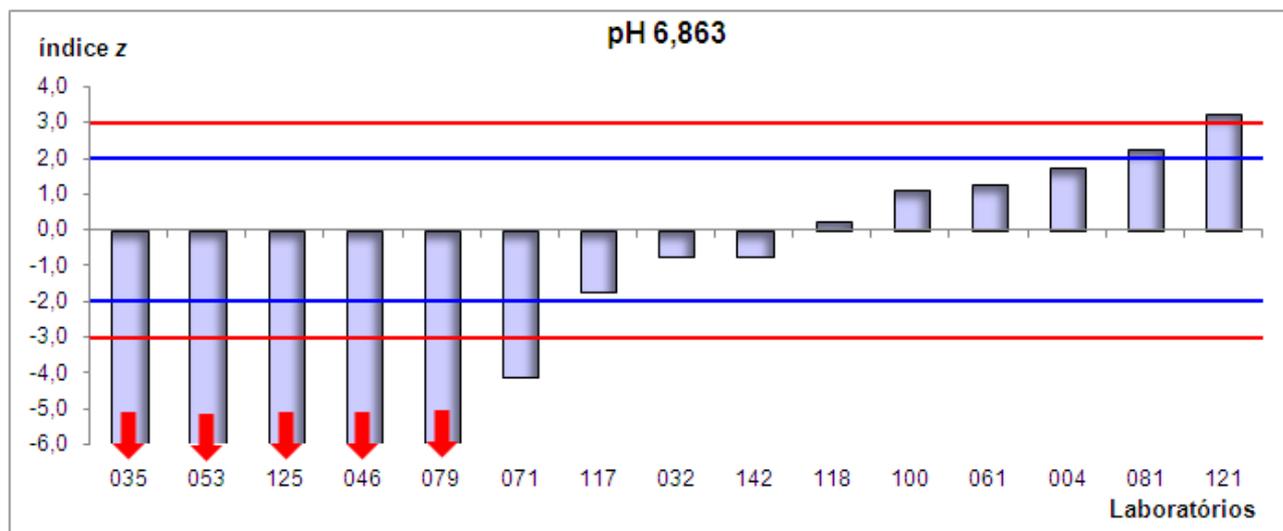


Figura 1 - Gráfico do índice z referente à medição de pH do item de ensaio (Parte 1).

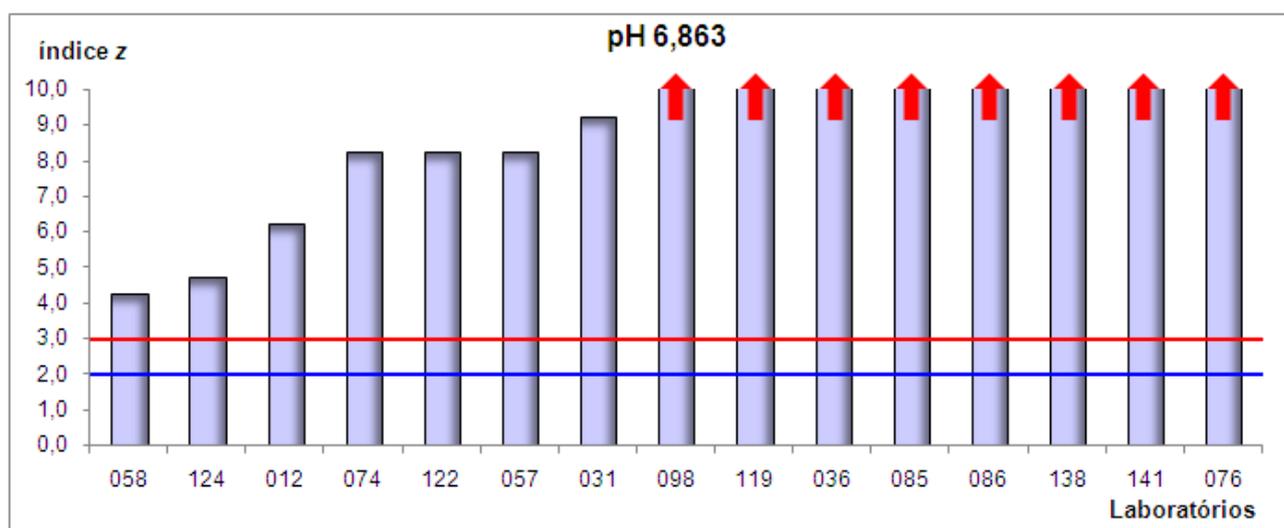


Figura 2 - Gráfico do índice z referente à medição de pH do item de ensaio (Parte 2).

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que:

- 22 participantes (aproximadamente 73%) apresentaram resultado insatisfatório, ou seja, $|z| \geq 3$;
- 1 participante (aproximadamente 3%) apresentou resultado questionável, ou seja, $2,0 < |z| < 3,0$; e
- 7 participantes (aproximadamente 23%) apresentaram resultado satisfatório, ou seja, $|z| \leq 2,0$.

3.2.2. Índice zeta

A Tabela 5 e as Figuras 3 e 4 apresentam os resultados do índice zeta, para os participantes que tiveram seus desempenhos avaliados através deste índice.

Tabela 5 - Resultados do índice zeta referente à medição de pH do item de ensaio.

Código de identificação	Índice zeta	Código de identificação	Índice zeta	Código de identificação	Índice zeta
001	0,88	042	0,65	090	-1,5
002	3,4	045	0,19	094	-0,28
007	5,5	051	0,32	099	0,25
013	0,34	052	-1,2	101	0,84
014	-1,8	054	2,3	105	0,052
016	5,4	056	1,4	112	1,2
018	2,6	059	0,31	127	3,5
020	0,026	062	2,4	129	-1,4
021	-0,097	063	-0,74	133	1,3
022	0,62	065	-0,099	137	0,24
027	0,51	067	-7,4	144	0,32
028	1,6	072	0,69	148	0,63
030	0,7	087	0,064		
037	4,9	088	1,6		

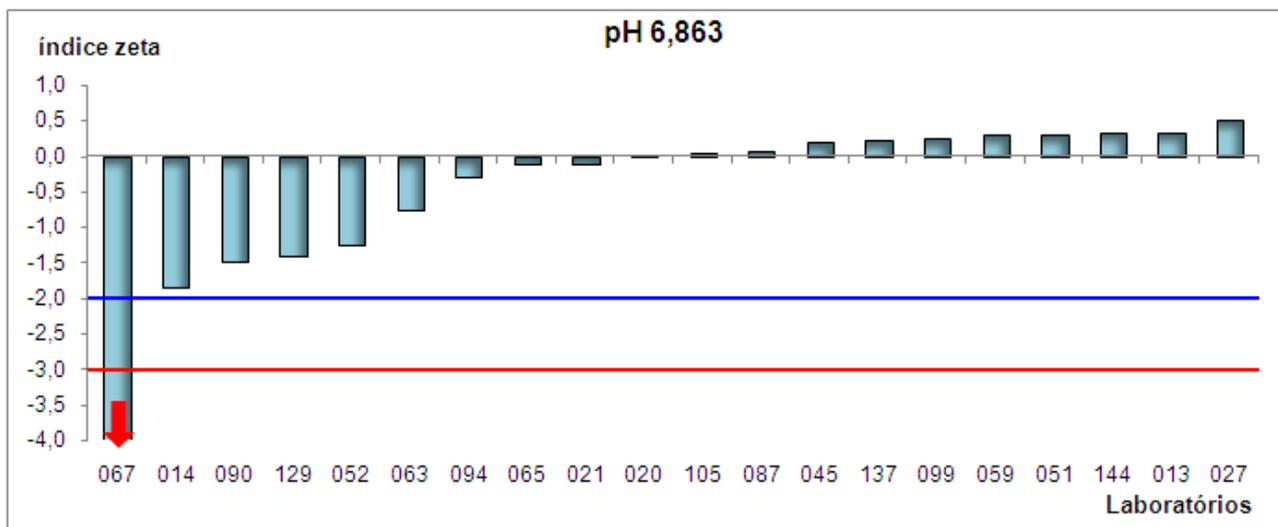


Figura 2 - Gráfico do índice zeta referente à medição de pH do item de ensaio (Parte 1).

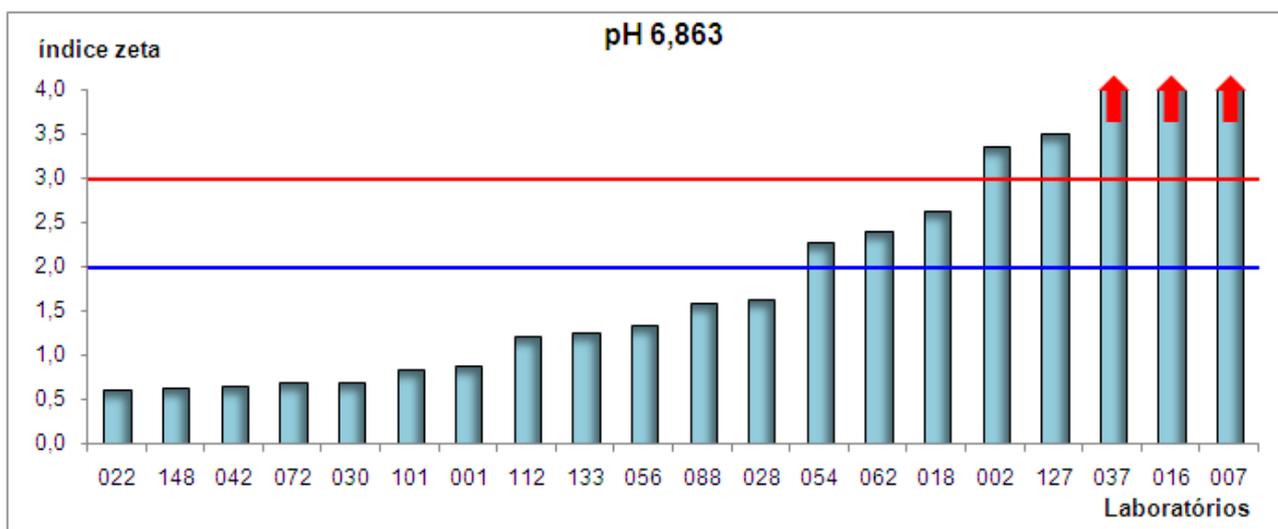


Figura 3 - Gráfico do índice zeta referente à medição de pH do item de ensaio (Parte 2).

Através da análise dos gráficos do índice zeta, pode-se observar que:

- 6 participantes (aproximadamente 15%) apresentaram resultado insatisfatório, ou seja, $|\zeta| \geq 3$;
- 3 participantes (aproximadamente 8%) apresentou resultado questionável, ou seja, $2,0 < |\zeta| < 3,0$; e
- 31 participantes (aproximadamente 77%) apresentaram resultado satisfatório, ou seja, $|\zeta| \leq 2,0$.

4. Confidencialidade

Cada participante foi identificado por código individual que é conhecido somente pelo próprio participante e pela coordenação do EP. O participante recebeu, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação no EP. Este código foi utilizado 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 de cada participante.

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.

5. Conclusões

Ao longo dos últimos anos, o Inmetro vem organizando diversos Ensaio de Proficiência para a medição de pH. Neste EP, que contou com a participação de 70 (setenta) laboratórios, a medição foi realizada em uma solução aquosa com valor de pH nominal de 6,86.

Os resultados dos laboratórios participantes deste EP foram avaliados por meio dos testes estatísticos índice z e índice zeta, de acordo com critérios estabelecidos previamente no protocolo do EP. Dos 70 (setenta) laboratórios participantes, 54,3% apresentaram desempenho satisfatório, 5,7% apresentaram desempenho questionável e 40% apresentaram desempenho insatisfatório.

Recomenda-se que os participantes que não apresentaram desempenho satisfatório analisem criticamente sua metodologia de medição e/ou revejam o seu cálculo para a estimativa da incerteza de medição. Os principais problemas analíticos observados através dos resultados reportados foram: falta de uso de banho termostático, falta de uso de MRC, expressão dos resultados com número incorreto de casas decimais (inferior à resolução informada para o medidor de pH) e cálculo incorreto de estimativa da incerteza de medição. Observações adicionais sobre problemas de medição e de registro de informações (formulário de registro de resultados) podem ser encontradas nos relatórios de EP de pH realizados anteriormente pelo Inmetro [7].

Vale ressaltar que neste EP a maioria dos laboratórios informaram os resultados da estimativa de incerteza de medição. Porém, 23 (vinte e três) laboratórios informaram valores de incerteza de medição que parecem superestimados (considerando-se o valor de incerteza tipo A e os valores de incerteza do MRC e do medidor de pH) e 4 (quatro) laboratórios não informaram o resultado da estimativa de incerteza de medição. A não informação ou a informação de um resultado de incerteza incorreto por um laboratório, incluindo resultados subestimados, pode levar a uma avaliação equivocada do seu desempenho.

Para maiores exatidão, precisão e confiabilidade, uma medição de pH deve ser realizada considerando certos cuidados metrológicos, tais como: calibrar o sistema de medição utilizando MRC de pH, ou seja, soluções tampão de pH certificadas (produzidas por Institutos Nacionais de Metrologia ou laboratórios acreditados para a produção deste tipo de material); monitorar e garantir o controle das condições ambientais do laboratório; avaliar a repetibilidade e reprodutibilidade das

medições; realizar as medições em temperatura adequada e constante, com o auxílio de um banho termostático e um sensor de temperatura calibrado e imerso na solução; e, finalmente, executar o cálculo de estimativa da incerteza de medição, considerando as principais fontes de incerteza que influenciam o resultado da medição [10].

Finalmente, deve-se ressaltar a importância da participação em exercícios de EP. Um EP constitui uma ferramenta útil para monitorar os procedimentos de análises usados na rotina e avaliar os resultados das medições, possibilitando a melhoria da qualidade dos resultados e garantindo maior confiabilidade às medições.

6. Participantes

Cento e quatro laboratórios se inscreveram na 6ª Rodada do Ensaio de Proficiência em Medição de pH. Como o número de inscrições foi limitado a setenta, conforme estabelecido no protocolo do EP, foi 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, laboratórios não acreditados que realizem este tipo de ensaio. Assim, tivemos um total de trinta e quatro laboratórios que não puderam participar.

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação desse EP é apresentada na Tabela 6. É importante ressaltar que a numeração da tabela é apenas indicativa do número de laboratórios participantes no EP, não estando, em hipótese alguma, associada à identificação dos laboratórios na apresentação dos resultados.

NOTA: Como se pode observar na tabela abaixo, existem Instituições que possuem mais de um laboratório com número de acreditação diferentes e por este motivo atenderam aos critérios pré-estabelecidos para seleção de inscrição recebida.

Tabela 6 - Participantes

Instituição	
1.	A3Q Laboratórios Ltda.
2.	Acqua Consulting Soluções Ambientais Ltda. Laboratório Acqua Consulting
3.	Aferitec Comprovações Metrológicas e Comércio Ltda. Laboratório LEQ
4.	Aquimisa Brasil Consultoria Ltda. Laboratório Aquimisa Brasil
5.	ASR Consultoria em Análises Científicas Laboratório ASR

Instituição	
6.	ASR Estudos e Análises Biológicas Laboratório ASR Biológica
7.	Bioagri Laboratórios Ltda. Laboratório Físico Químico
8.	Bioelementos Análises e Consultorias Ambientais Ltda. Laboratório Bioelementos Ambiental
9.	Centro de Qualidade Analítica Ltda. Laboratório CQA Laboratórios
10.	Cetesb - Companhia Ambiental do Estado de São Paulo Laboratório de Cubatão
11.	Cetesb - Companhia Ambiental do Estado de São Paulo Laboratório de Sorocaba
12.	Cetesb - Companhia Ambiental do Estado de São Paulo Laboratório Divisão de Laboratório de Taubaté
13.	Cetesb - Companhia Ambiental do Estado de São Paulo Laboratório EL - Departamento de Análises Ambientais /ELC- Divisão de Amostragem
14.	Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração Laboratório Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
15.	Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais Laboratório de Análises Minerais - RJ
16.	Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais Laboratório LAMIN-MA
17.	Companhia de Saneamento de Minas Gerais COPASA - Laboratório Central - DVQA
18.	Companhia de Saneamento de Minas Gerais Laboratório Regional Norte - SEF (Setor de Efluentes)
19.	Companhia de Saneamento de Minas Gerais Laboratório Regional Norte
20.	Competec Máquinas Indústria e Comércio Ltda. - ME Cmlab - LABORATÓRIO DE METROLOGIA DA COMPETEC
21.	Control Lab Controle de Qualidade para Laboratorio Ltda. Laboratorio de Calibração
22.	Controle Analítico Análises Técnicas Ltda. Laboratório Controle Analítico
23.	Controllab Controle de Qualidade para Laboratórios Ltda. Laboratório Físico Químico
24.	Corplab Serviços Analíticos Ambientais Ltda.
25.	CPRM - Serviço Geológico do Brasil Laboratório LAMIN-BH
26.	Digicrom Analítica Ltda. Laboratório Digimed
27.	Digicrom Analítica Ltda. Laboratório Digimed Digicrom Analítica Ltda.

Instituição	
28.	Ecolabor Comercial Consultoria e Análises Ltda. Laboratório Ecolabor
29.	Ecosystem Preservação do Meio Ambiente Ltda. Ecosystem - Laboratório Físico Químico
30.	Elus Serviços de Instrumentação Eireli ME Laboratório Elus Instrumentação
31.	Escala Produto e Serviço de Calibração LTDA
32.	Evagon - Calibração, Manutenção e Venda de Equipamentos Industriais Ltda. Laboratório Evagon Gestão Analítica
33.	Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa Laboratório de Ensaios de Combustíveis da UFMG - LEC-UFMG
34.	Fundação Ezequiel DIAS - FUNED - IOM Laboratório Serviço de Medicamentos, Saneantes e Cosméticos
35.	Fundação Paulista de Tecnologia e Educação Laboratório CETEC/LACI
36.	Fundação Universidade de Caxias do Sul Laboratório de Análises e Pesquisas em Alimentos
37.	Fundação Vale do Taquari de Educação e Desenvolvimento Social Laboratório Unianálises
38.	Gero Comércio e Serviços Ltda. Laboratório Gero
39.	ICF Instituto de Ciências Farmacêuticas de Estudos e Pesquisas Laboratório ICF
40.	Indústria e Comércio Eletro Eletrônica GEHAKA Ltda. Laboratório Gehaka Laboratório de Ensaio e Calibração
41.	Instituto de Tecnologia do Paraná Laboratório CMI
42.	Instituto de Tecnologia em Imunobiológicos Laboratório Seção de Calibração
43.	Instituto Lab System de Pesquisas e Ensaios Ltda. Laboratório Lab System
44.	JBS S/A - Divisão Higiene e Limpeza Laboratório de Controle de Qualidade
45.	Johnson Controls PS do Brasil Ltda. Laboratório Johnson Controls PS do Brasil Ltda.
46.	Labor Três Laboratórios e Consultoria Técnica Ltda. Laboratório Labor3
47.	Laboratório Analítico Farmacêutico Ltda. ME Laboratório Lafarm
48.	Laboratório Brasileiro de Análises Ambientais e Agrícolas Ltda Laboratório LABRAS
49.	Laboratório Osvani Análises e Medições Ambientais Ltda.

Instituição	
50.	Lamesp Manutenção e Comércio de Equipamentos de Medição Ltda. LAMESP - Laboratório de Metrologia de São Paulo
51.	Mettler-Toledo Indústria e Comércio Ltda. Laboratório Mettler Toledo
52.	Miller Consultoria Ambiental Ltda. Laboratório Miller Ambiental
53.	Laboratório NSF Bioensaios - Prestação de Serviços de Análises e Certificação Ltda.
54.	Orgânica Laboratório de Análises Químicas Ltda.
55.	Plantec P.T.A Ltda. Plantec Laboratórios
56.	Resicontrol Soluções Ambientais S. A. Laboratório Resicontrol - Unidade Sorocaba
57.	SABESP - Companhia Saneamento Básico Estado São Paulo Laboratório de Controle e Qualidade de Água e Esgoto - RGOC
58.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial Laboratório CTS Ambiental
59.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial Laboratório de Análises de Alimentos, Bebidas e Meio Ambiente
60.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - SENAI Laboratório de Meio Ambiente
61.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (Senai) Laboratório Centro de Inovação e Tecnologia Senai Fiemg - Campus Cetec
62.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial - SENAI Laboratório SENAI CIC
63.	Setting Comércio, Industrialização e Serviços de Calibrações Laboratório Setting Calibrações
64.	Tasqa Serviços Analíticos Ltda. Laboratório Tasqa Serviços Analíticos Ltda.
65.	TECMA - Tecnologia em Meio Ambiente Laboratório TECMA - Tecnologia em Meio Ambiente
66.	TÜV Rheinland do Brasil Ltda TÜV Rheinland do Brasil - Laboratório de Ensaios
67.	TÜV SÜD SFDK Laboratório de Análise de Produtos Ltda. Laboratório TÜV SÜD SFDK
68.	União Brasileira de Educação e Assistência – PUC-RS Laboratório Labelo-Pucrs
69.	Universidade Federal de Pernambuco Laboratório de Combustíveis
70.	Visomes Comercial Metrológica Ltda. EPP Laboratório Visomes Metrologia

Total de participantes: 70.

7. Referências Bibliográficas

- [1] F.B. Gonzaga, J.C. Dias, Long-term stability monitoring of pH reference materials using primary pH method, *Anal. Bioanal. Chem.* 407 (2015) 3249-3252.
- [2] R.P. Buck, S. Rondinini, A.K. Covington, F.G.K. Baucke, C.M.A. Brett, M.F. Camões, M.J.T. Milton, T. Mussini, R. Naumann, K.W. Pratt, P. Spitzer, G.C. Wilson, Measurement of pH. Definition, Standards and Procedures, *Pure Appl. Chem.* 74 (2002) 2169-2200.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC 17025, Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração, ABNT, Rio de Janeiro, 2005.
- [4] M. Thompson, S.L. Ellison, R. Wood, The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, *Pure Appl. Chem.* 78 (2006) 145-196.
- [5] ABNT ISO GUIA 35, Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação, ABNT, Rio de Janeiro, 2012.
- [6] ISO 5725 (E), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results, ISO, Geneva, 1994.
- [7] <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/ensaio-proficiencia/profiPH.asp>
- [8] ABNT NBR ISO/IEC 17043, Avaliação de conformidade — Requisitos gerais para ensaios de proficiência, ABNT, Rio de Janeiro, 2011.
- [9] ISO 13528, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, ISO, Geneva, 2005.
- [10] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement – GUM 2008*, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
-



Programa de Ensaio da Proficiência do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - PEP-Inmetro
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - Brasil CEP: 25250-020
Tel/Fax: +55 21 2679-9745 - www.inmetro.gov.br - E-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br