



## **Protocolo de EP Dimci/Lapep nº 001/2024 – Revisão nº 01**

### **Ensaio de Proficiência em Condutividade Eletrolítica** **8ª rodada**

#### **ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO**

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Tecnologia – Dimci

Laboratório de Programas de Ensaio de Proficiência - Lapep

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

Telefone: +55 21 2145-3002

E-mail: [pep-inmetro@inmetro.gov.br](mailto:pep-inmetro@inmetro.gov.br)

Site: <https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>

#### **OBJETIVOS**

- Determinar o desempenho de laboratórios para o ensaio proposto;
- Contribuir para o aumento da confiança nos resultados das medições dos participantes;
- Contribuir para a melhoria contínua das técnicas de medição de cada laboratório.

#### **PARTICIPAÇÃO**

Esse EP será direcionado aos laboratórios que realizam medições de condutividade eletrolítica. O número máximo será de 100 (cem) participantes.

Para participar é necessário fazer a inscrição no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>).

**Ressaltamos que a participação neste EP será cobrada, conforme descrito no item “Critérios para Inscrição” abaixo.**

Ao se inscrever, o laboratório concorda com os termos seguintes e assume formalmente os compromissos abaixo:

- Concordar com a divulgação dos resultados pelo Inmetro em relatórios ou artigos, respeitando-se a confidencialidade do laboratório;
- Para o caso de laboratórios acreditados, concordar que sua identificação (código do laboratório) será conhecida pela Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre).

#### **CRITÉRIOS PARA INSCRIÇÃO**

- É indispensável ler atentamente todos os itens contidos no Protocolo.
- **Período de inscrição: 16/04/2024 a 21/05/2024.**
- Caso haja um número de inscrições que ultrapasse 100 participantes, serão convocados os 100 primeiros inscritos no EP.
- Caso o número de inscritos seja inferior a 35 participantes, o Comitê de Organização decidirá sobre a viabilidade de sua realização.
- **O valor para participação neste EP é de R\$ 1.134,61 (hum mil, cento e trinta e quatro reais e sessenta e um centavos), com pagamento à vista.**

- Em até 10 dias após o encerramento do prazo para inscrição, o participante, definido conforme critério de participação, receberá um boleto bancário emitido por:  
Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa – Fundep  
Av. Pres. Antônio Carlos 6627/ Unid. Adm. II - Campus UFMG - CEP 31.270-901  
Belo Horizonte - MG - Brasil  
CNPJ 18.720.938/0001-41  
Inscrição Estadual: Isenta  
Inscrição Municipal: 302.408/001-7
- O não pagamento do boleto até o prazo de vencimento acarretará na desistência do participante. Este boleto não é pagável após o vencimento.
- Em caso de desistência por iniciativa do participante, após o pagamento da inscrição e antes do envio do equipamento, conforme cronograma de medição, o Inmetro reembolsará somente o valor de **R\$ 885,00 (oitocentos e oitenta e cinco reais)**.
- Caso o participante não envie os resultados de medição dentro do seu prazo estabelecido no protocolo do EP não terá seu desempenho avaliado e nem terá direito a devolução dos valores pagos.

### **ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Frasco contendo aproximadamente 250 mL de solução com condutividade eletrolítica entre 1000 e 10000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , identificado com um rótulo com o nome do EP.

### **DISTRIBUIÇÃO DO ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Na data estabelecida no cronograma, será enviada para cada participante 1 (uma) caixa de encomenda dos Correios, devidamente lacrada, contendo 1 (um) frasco de aproximadamente 250 mL de solução com condutividade eletrolítica para ser analisada. A caixa será preenchida com material adequado para evitar danos ao frasco. O Lapep é responsável pelo envio do item de ensaio aos participantes, que será feito via serviço postal.

### **RECEBIMENTO**

No ato do recebimento do item de ensaio, o laboratório deverá realizar uma inspeção para verificar se houve algum dano que possa invalidar as medições. O resultado da inspeção deve ser registrado no formulário de recebimento de item de ensaio, que deve ser preenchido e enviado diretamente pelo site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>) tão logo o item seja recebido.

### **PREPARO E ACONDICIONAMENTO**

Após o recebimento e inspeção do item de ensaio, o mesmo deverá ser armazenado em seu próprio frasco, fechado, em local protegido contra a incidência de luz e na faixa de temperatura de 20 °C a 25 °C. O frasco deverá ser aberto apenas no momento de realização das medições.

### **MANUSEIO E SEGURANÇA**

Ao manusear o item de ensaio, utilizar equipamentos de proteção individual (EPI) adequados que impeçam o contato do material com a pele e os olhos.

### **DOCUMENTOS DO EP**

Os documentos listados abaixo serão fornecidos aos participantes:

- (1) Protocolo do EP contendo todas as informações pertinentes, incluindo o cronograma de todas as etapas do EP e qualquer informação sobre método de medição e/ou preparação necessária;
- (2) Ficha de inscrição;
- (3) Código de identificação do participante no EP;

- (4) Formulário de recebimento do item de ensaio;
- (5) Formulário de registro de resultados;
- (6) Formulário de envio de resultados;
- (7) Relatório preliminar do EP;
- (8) Relatório final do EP; e
- (9) Certificado de participação no EP.

Os documentos 1, 2, 4, 5, 6 e 8 e serão disponibilizados no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>), os documentos 3, 7 e 9 serão enviados por correio eletrônico.

## CRONOGRAMA

Descrição	Data de Início	Data de Término/ Data limite
Período de inscrições.	16/04/2024	21/05/2024
Envio dos códigos dos participantes inscritos (para este envio será considerada a confirmação da inscrição através do pagamento).	17/07/2024	24/07/2024
Envio dos itens de ensaio de proficiência aos participantes.	19/07/2024	23/07/2024
Envio dos resultados pelos participantes, via site do Inmetro, para o Lapep.	25/07/2024	16/08/2024
Envio do relatório preliminar aos participantes.	19/09/2024	20/09/2024
Envio, pelos participantes, das considerações do relatório preliminar ao Lapep.	23/09/2024	07/10/2024
Emissão do relatório final.	21/10/2024	23/10/2024
Solicitação de disponibilização do relatório final no site do Inmetro para <i>download</i> .	24/10/2024	25/10/2024
Envio do certificado de participação no EP.	29/10/2024	31/10/2024

## MÉTODOS DE MEDIÇÃO

Os participantes do EP deverão utilizar seu método rotineiro de medição de condutividade eletrolítica. Recomenda-se que os participantes realizem uma análise preliminar de uma pequena alíquota da amostra a fim de se determinar o MRC e a célula de condutividade eletrolítica mais adequados para a calibração do sistema de medição antes da realização das medições do EP. Para o EP, cada participante deverá realizar de 3 (três) a 5 (cinco) medições da amostra (uma alíquota da amostra para cada medição), na temperatura de 25 °C. Os participantes que não enviarem os resultados de no mínimo três medições **NÃO TERÃO SEU DESEMPENHO ANALISADO.**

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

Para que se possa acessar os dados enviados pelos participantes é importante seguir as instruções de proteção da planilha descritas acima. Em caso de dúvida, entrar em contato com o Lapep.

**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 envio do formulário de registro de resultados preenchido pelo participante se dará através de *upload* do arquivo ao preencher o **Formulário de envio de resultados**, disponível no site do Inmetro (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>). Esse envio à coordenação do EP deverá ser feito **até 16/08/2024**.

**Observação:** Somente serão analisados os resultados reportados no formulário de registro de resultados, identificado com o código do laboratório (enviado pelo Lapep), protegidos com senha e dentro do prazo estabelecido no cronograma.

### **VALOR DESIGNADO E SUA INCERTEZA**

De acordo com os procedimentos disponíveis na ABNT NBR ISO/IEC 17043 [5], a determinação do valor designado deste EP será realizada utilizando o Sistema Primário de Medição de Condutividade Eletrolítica do Label, cuja metodologia de medição encontra-se publicada [4].

O valor designado ( $X$ ) e a incerteza-padrão ( $u_x$ ) do item de ensaio serão obtidos conforme abordagem da ABNT ISO GUIA 35 [2].

### **AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO**

A avaliação de desempenho será realizada por meio do índice  $z$  ou  $z'$  para todos os participantes. O índice  $z'$  será utilizado apenas caso a incerteza-padrão do valor designado não atenda o critério definido na Equação 1.

$$u_x \leq 0,3\hat{\sigma} \quad (1)$$

Onde,

$\hat{\sigma}$  é o desvio-padrão para avaliação de desempenho dos laboratórios, que neste EP será definido a partir dos resultados reportados por participantes em rodadas anteriores para medição de condutividade eletrolítica.

Como uma forma de ajudar os laboratórios a avaliarem e melhorarem os seus procedimentos da estimativa de incerteza da medição, **e em caráter apenas informativo**, também será avaliado o índice zeta ( $\zeta$ ) em conjunto com o índice  $z$  ou  $z'$  para os participantes que reportarem a incerteza de medição e o fator de abrangência (ver item 9.6.3, ISO 13528:2022 [3]).

### **Índice $z$**

O índice ( $z$ ) representa uma medida da distância do resultado apresentado por um laboratório específico em relação ao valor designado 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  $z$  será calculado conforme a Equação 2.

$$z_i = \frac{x_i - X}{\hat{\sigma}} \quad (2)$$

Onde,

$x_i$  é a média das medições do i-ésimo participante;

$X$  é o valor designado deste EP, que será considerado o valor determinado pelo laboratório de referência (Inmetro/Dimci/Dquim/Label);

$\hat{\sigma}$  o desvio-padrão para avaliação de desempenho dos laboratórios.

A interpretação do valor do z-score está descrita abaixo:

$|z| \leq 2,0$  - indica desempenho “satisfatório”;

$2,0 < |z| < 3,0$  - indica desempenho “questionável”;

$|z| \geq 3,0$  - indica desempenho “insatisfatório”.

### **Índice z'**

O índice  $z'$  será calculado conforme a Equação 3.

$$z'_i = \frac{x_i - X}{\sqrt{\hat{\sigma}^2 + u_x^2}} \quad (3)$$

Onde,

$x_i$  é a média das medições do i-ésimo participante;

$X$  é o valor designado deste EP;

$\hat{\sigma}$  é o desvio-padrão para avaliação de desempenho dos laboratórios;

$u_x$  é a incerteza-padrão do valor designado.

A interpretação do valor do  $z'$ -score é similar ao  $z$ -score e está descrita abaixo:

$|z'| \leq 2,0$  - indica desempenho “satisfatório”;

$2,0 < |z'| < 3,0$  - indica desempenho “questionável”;

$|z'| \geq 3,0$  - indica desempenho “insatisfatório”.

### **Índice zeta ( $\zeta$ )**

O índice zeta pode ser útil quando um dos objetivos do EP é avaliar a habilidade do participante de produzir resultados próximos ao valor de referência considerando a incerteza declarada [3]. O índice zeta é calculado de acordo com a Equação 4:

$$\zeta_i = \frac{x_i - X}{\sqrt{u_{x_i}^2 + u_x^2}} \quad (4)$$

Onde,

$x_i$  é a média das medições do i-ésimo participante;

$X$  é o valor designado deste EP;

$u_{x_i}$  é o valor da incerteza-padrão combinada de  $x_i$  obtida pelo i-ésimo participante.

$u_x$  é a incerteza-padrão do valor designado;

A interpretação do valor do índice zeta ( $\zeta$ ) para avaliação do desempenho de cada participante é semelhante ao índice  $z$  tradicional e está descrita abaixo:

$|\zeta| \leq 2,0$  indica desempenho “satisfatório”;

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

Os resultados do índice  $z$  ou  $z'$  e zeta serão arredondados com duas casas decimais, obedecendo aos critérios de arredondamento.

### **CONFIDENCIALIDADE**

Cada participante será identificado por código individual que será conhecido somente pelo próprio participante e pelos Comitês do Inmetro, com exceção dos laboratórios acreditados, que terão seu código de identificação disponível para conhecimento da Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre). O participante receberá, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação no EP. Este código deverá ser 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.

Conforme estabelecido no item 4.10.4 da ABNT ISO/IEC 17043 [5], em circunstâncias excepcionais, uma autoridade reguladora pode requerer os resultados do EP e a identificação dos participantes 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. Este certificado conterá o código 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](mailto:pep-inmetro@inmetro.gov.br).

### **INFORMAÇÕES ADICIONAIS**

Por meio do protocolo deste EP os participantes terão as informações e regras. O contato com o Lapep poderá ser feito pelo telefone (21) 2679-9745 ou através do e-mail: [pep-inmetro@inmetro.gov.br](mailto:pep-inmetro@inmetro.gov.br).

### **RELATÓRIO PRELIMINAR E FINAL**

Os resultados dos participantes serão apresentados em um Relatório Preliminar que será enviado aos participantes para análise e passível de propostas de correções, apelações e reclamações pelos participantes. Estas considerações dos participantes serão analisadas pelos Comitês do Inmetro e, se julgadas pertinentes, serão incorporadas no Relatório Final do EP. Todas as considerações recebidas serão respondidas pelo Lapep.

O Relatório Final será disponibilizado no site do Inmetro no endereço (<https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/metrologia-cientifica/servicos/ensaios-de-proficiencia/condutividade-eletrolitica>).

Os laboratórios acreditados e em fase de acreditação terão seu código de identificação disponível para conhecimento da Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre), conforme está previsto na Ficha de Inscrição.

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.

## REFERÊNCIAS

- [1] ABNT ISO GUIA 35, Materiais de referência — Guia para caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade, 2020.
- [2] ISO 13528:2022, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
- [3] <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/ensaio-proficiencia/profiCondutividade.asp>
- [4] ABNT NBR ISO/IEC 17043, Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência, 2011.

---

## HISTÓRICO DA REVISÃO

- Inclusão do formulário de envio de resultados no item “Documentos do EP”.
-