

PROTOCOLO DO 19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA



EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS PARTICIPANTES RODADA 1

Emitido em 15 de agosto de 2024 – Edição 02

Veja as alterações em vermelho.

1. INTRODUÇÃO

A QLM Inovações Tecnológicas iniciou suas atividades em 2006 com foco na realização de consultorias e treinamentos nas áreas de calibração e ensaio, tendo participado da acreditação de mais de 40 laboratórios por todo o Brasil.

Durante este período, a empresa se deparou com a necessidade de seus clientes de participar em programas de ensaios de proficiência, pois os ensaios disponíveis eram muito reduzidos, além de contarem com um número limitado de participantes.

Para atender a essa demanda, no ano de 2012, a QLM implantou esta área de trabalho, de acordo com as diretrizes da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência - EP. Desde então, tornou-se uma referência na área de programas de ensaios de proficiência, proporcionando oportunidades para laboratórios de todo o Brasil aprimorarem sua competência técnica e garantirem a qualidade de seus serviços.

2. OBJETIVO

O programa de ensaios de proficiência da QLM Inovações Tecnológicas tem como objetivos:

- ✓ Avaliar e comparar os resultados dos laboratórios para um mesmo serviço;
- ✓ Determinar o desempenho dos laboratórios participantes, comparando-os de forma coletiva, além de avaliar o desempenho de forma individual;
- ✓ Avaliar as condições técnicas do processo;
- ✓ Atender à norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 vigente;
- ✓ Fornecer subsídios para os laboratórios buscarem melhorias contínuas em seu sistema de gestão e nas calibrações consideradas em cada EP;
- ✓ Estimular discussões entre os laboratórios participantes, ou em comissões técnicas, buscando corrigir falhas comuns, como nas técnicas adotadas para as calibrações realizadas pelos laboratórios;
- ✓ Fornecer confiança tanto aos clientes do laboratório como aos órgãos acreditadores;
- ✓ Atender às exigências da acreditação dos laboratórios (NIT DICLA 026 ou similares internacionais).



19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS PARTICIPANTES – 2024



3. COORDENAÇÃO

A coordenação deste programa é realizada pela empresa QLM Inovações Tecnológicas por meio de equipe especializada, conforme descrito a seguir:

- Coordenação Geral: **Marcelo Alves dos Santos**, afiliado à **QLM Proficiência**;
- Coordenação Técnica: **Marcelo Alves dos Santos**, afiliado à **QLM Proficiência**;
- Coordenação Administrativa: **Rafael Borges Ribeiro**, afiliado à **QLM Proficiência**;

CONSULTORIA E APOIO TÉCNICO

Rodoval R. Filho afiliado à **Visomes Comercial Metrológica**

Quaisquer dúvidas, reclamações ou apelações relativas à programação e procedimentos adotados neste Programa devem ser encaminhadas à QLM, responsável pelo EP, por meio dos seguintes contatos:

- Telefones: (055) 11-26490940 ou (055) 11-979900180 (whatsapp);
- E-mail: proficiencia@qlmpro.com.br.

SUBCONTRATADOS

ER Analítica Ltda Epp (CAL-0715)

End.: Rua Itaiçi, 130 - Jardim Itajaí - Várzea Paulista / SP - Brasil

4. PARTICIPAÇÃO

A programação está aberta a todos os laboratórios da área de CALIBRAÇÃO - QUÍMICA, sejam eles acreditados, postulantes a acreditação ou outros interessados na garantia da validade de seus resultados, bem como no correto estabelecimento da rastreabilidade metrológica de seus resultados ao Sistema Internacional de Unidades (SI). Os participantes deverão atender a este programa, respeitando todas as condições técnicas, logística, cuidados específicos e aspectos financeiros.

Para que este programa seja realizado, o Provedor deverá contar com um mínimo de 4 participantes e um máximo de 20 participantes por item de comparação. Para itens que atinjam o limite de inscrição ou apresentem problemas, o Provedor poderá incluir um novo item neste EP.



19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS PARTICIPANTES – 2024



Os interessados em participar deste programa de EP devem efetuar o cadastro da empresa e/ou inscrição no site: qlmpro.com.br, além de realizar o pagamento da taxa de inscrição no prazo estabelecido.

O Provedor limitará o número de casas decimais no preenchimento dos resultados com dígitos suficientes para a realização dos cálculos sem impacto nos resultados. Todas as casas decimais existentes serão utilizadas nos cálculos pelo Provedor, sendo possíveis arredondamentos realizados apenas na apresentação do relatório do programa.

5. ARTEFATOS DA COMPARAÇÃO

Artefato: AP-2661

- ✓ Medidor de pH. Calibrações com simulação de sinal e com Materiais de Referência Certificados – MRC (referenciados a temperatura de 25 °C).
- ✓ Marca: Ohaus - Modelo: a-AB33M1.
- ✓ Subcontratada: ER Analítica.

Calibração do mostrador com simulação de sinal elétrico:

- Pontos da comparação (-400, -200, -50, 50, 200 e 400) mV;
- Pontos da comparação (3, 5, 7, 9 e 11) pH, que deve ser realizado após o ajuste do instrumento com simulação elétrica dos valores de pH.

Calibração do conjunto com Materiais de Referência Certificados MRC:

Calibrar o artefato com os MRCs (4,0; 6,9 e 10,0) pH (de propriedade do participante).

A solução desconhecida utilizada na comparação será um material de referência certificado (MRC) fornecido pelo produtor Visomes Comercial Metrológica, porém seus valores não serão informados aos participantes durante a condução do programa.

Artefato: AP-2662

- ✓ Medidor de condutividade. Calibrações com simulação de sinal e com Materiais de Referência Certificados – MRC (referenciados a temperatura de 25 °C)
- ✓ Marca: Ohaus - Modelo: a-AB33M1.
- ✓ Subcontratada: ER Analítica.

Calibração do mostrador com simulação de sinal elétrico:

- Pontos da comparação 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$; 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$; 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$; 10.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ e 20.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Calibração do conjunto com Materiais de Referência Certificados MRC, será realizada no ponto 1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

A solução desconhecida utilizada na comparação será um material de referência certificado (MRC) fornecido pelo produtor Visomes Comercial Metrológica, porém seus valores não serão informados aos participantes durante a condução do programa.

6. CRONOGRAMA DA RODADA DO PROGRAMA

- Encerramento das inscrições: 30/08/2024;
- Previsão para o início da comparação: 01/07/2024;
- Previsão para o término da comparação: 12/05/2025;
- Previsão para emissão do relatório preliminar: 12/06/2025;
- O relatório final será emitido de 30 a 45 dias após a emissão do relatório preliminar.

A programação poderá sofrer alterações em função do número de participantes, sendo o monitoramento realizado através do cronograma eletrônico disponibilizado no site. É fundamental que os participantes acompanhem regularmente o cronograma eletrônico para ficarem atualizados sobre eventuais alterações.

7. DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO E SUA INCERTEZA

Os resultados deverão vir acompanhados de suas respectivas incertezas de medição para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%, conforme devido no documento EA 4-02 do European Corporation Accreditation (NIT DICLA 021 – Cgcre – Brasil).

7.1. VALOR DESIGNADO E SUA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

- Os valores designados (X) e suas incertezas (uX) serão determinados pelo Provedor conforme descrito a seguir:

Valor designado (X):

- O valor designado (X) é estabelecido nas calibrações realizadas pelo laboratório acreditado (subcontratado). O resultado considerado como valor designado (X) será a média entre o valor obtido na calibração inicial (Li) e o valor obtido na calibração final (Lf).

$$X = \frac{Li + Lf}{2}$$

Incerteza padrão do valor designado (uX):

- A incerteza padrão do valor designado (uX) é determinada pela seguinte equação, levando em consideração a incerteza padrão estabelecida nas calibrações realizadas pelo laboratório subcontratado (uref), a estabilidade dos artefatos (uestab) e a homogeneidade dos artefatos (uhom):

$$uX = \sqrt{(uref)^2 + (uestab)^2 + (uhom)^2}$$

a) Incerteza padrão estabelecida nas calibrações realizadas pelo laboratório subcontratado (uref)

- A incerteza padrão da referência (uref) é determinada como a média quadrática da incerteza padrão inicial da referência (uref.i) com a incerteza padrão final de referência (uref.f):

$$uref = \sqrt{\frac{(uref.i)^2 + (uref.f)^2}{2}}$$

Sendo:

$$uref.i \text{ ou } uref.f = \frac{U}{k}$$

U = Incerteza expandida de medição da calibração realizada pelo laboratório de referência.

k = Fator de abrangência da calibração realizada pelo laboratório de referência.

b) Determinação da estabilidade dos artefatos – longo prazo (uestab):

- A estabilidade dos artefatos (uestab) é determinada pela variação máxima dos resultados entre a calibração inicial (L_i), a calibração final (L_f) e as calibrações intermediárias (L_{int}).
- A deriva considerada será o maior resultado absoluto entre: ($L_f - L_i$) e ($L_{int} - L_i$).

$$uestab = \frac{\text{deriva}}{\sqrt{3}}$$

c) Determinação da homogeneidade dos artefatos (u_{hom}):

Homogeneidade não é aplicado neste programa.

Incerteza de medição do valor designado (UX):

- A incerteza de medição do valor designado (UX) é obtida multiplicando-se a incerteza padrão do valor designado (uX) pelo fator de abrangência (k), para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

$$UX = k * uX$$

8. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

Erro normalizado

O método estatístico utilizado neste programa de EP será por cálculo de En (Erro normalizado), conforme equação a seguir:

$$En = \frac{(X_{lab} - X)}{\sqrt{U_{lab}^2 + UX^2}}$$

Onde:

En = Erro Normalizado;

X_{lab} = Valor obtido pelo participante;

X = Valor designado;

UX = Incerteza de medição do valor designado;

U_{lab} = Incerteza de medição do participante.



**19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA
NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS
PARTICIPANTES – 2024**



Avaliação do Desempenho:

O resultado será considerado como satisfatório caso o valor $|En| \leq 1$.

Esta medida proporciona uma avaliação objetiva do desempenho dos participantes, levando em conta tanto o valor obtido pelo participante quanto as incertezas de medição associadas.

9. LOGÍSTICA DA RODADA

Os artefatos serão encaminhados para o participante conforme programação prévia informada com uma antecedência mínima de 15 dias do início da circulação do programa. Os artefatos serão enviados em uma embalagem própria para garantir a segurança e integridade dos artefatos.

Ao receber os artefatos, o participante tem até 01 dia útil para realizar a verificação da integridade física, deficiência, violação e embalagem dos mesmos (conforme fotos da embalagem disponibilizada no site). É importante que o participante preencha o formulário de "Controle de chegada dos artefatos" (FT-02) através do site www.qlmpro.com.br, para que o Provedor possa manter a confiabilidade dos artefatos durante toda a comparação.

É de responsabilidade do participante o zelo pelos artefatos durante a permanência em suas instalações, mantendo sempre na embalagem inicial, em local seguro e sendo manuseado apenas por pessoal autorizado do participante. Todos os artefatos são identificados com uma identificação unívoca e lacrados (quando necessário).

EM NENHUMA HIPÓTESE OS ARTEFATOS PODERÃO SER REPARADOS, AJUSTADOS ELETRONICAMENTE OU FISICAMENTE OU SUBMETIDOS A QUAISQUER OUTROS TRATAMENTOS QUE NÃO ESTEJAM DEFINIDOS NO PROGRAMA SEM PRÉVIA AUTORIZAÇÃO DE SEUS RESPONSÁVEIS (QUANDO DEFINIDO NO MÉTODO, O AJUSTE DO ZERO É PERMITIDO E NECESSÁRIO).



**19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA
NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS
PARTICIPANTES – 2024**



O programa deve ser seguido conforme cronograma eletrônico tendo cada participante 4 dias úteis, após o dia do recebimento para a conclusão das medições.

Após o término da participação, o participante deve embalar o material conforme fotos disponibilizadas no programa. É importante também o preenchimento do formulário de “Controle de saída dos artefatos” (FT-03) através do site www.qlmpro.com.br e registros de fotos, visando a comprovação do atendimento ao solicitado em caso de problemas posteriores aos artefatos.

No quinto dia útil, os artefatos serão retirados da empresa por uma transportadora contratada pelo Provedor, para dar prosseguimento ao programa.

Após o dia previsto para a conclusão dos trabalhos, o participante terá mais 5 dias úteis para preencher de forma completa o formulário de “Registro dos resultados” (FT-04) no site. Não serão aceitos pontos diferentes dos definidos no programa e as unidades de medidas deverão estar exatamente conforme definido no formulário (FT-04). O não preenchimento do registro de resultados no prazo definido neste protocolo dará ao Provedor o direito de excluir o participante do programa na fase de elaboração de relatório preliminar sem aviso prévio.

Notas:

- 1) As datas da programação deverão ser respeitadas e possíveis atrasos devem ser avisados com antecedência, pois, caso isto ocorra e não seja justificado previamente, o participante será multado por dia de atraso (valor informado no item 12).
- 2) Caso o participante danifique ou extravie o artefato, este será multado no valor equivalente à aquisição de um artefato novo ou reparo, além dos novos custos dos estudos realizados pelo subcontratado (consultar os organizadores).
- 3) Caso os organizadores entendam que houve falsificação de resultados ou conluio entre os participantes, os envolvidos serão excluídos da rodada do programa.
- 4) Será considerado como dia útil feriados regionais e municipais.



19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS PARTICIPANTES – 2024



10. CONFIDENCIALIDADE DAS INFORMAÇÕES

Os organizadores e seus subcontratados se comprometem a manter sigilo das informações referentes a todo o programa e de forma alguma serão fornecidas informações dos resultados antes da emissão do relatório preliminar. Consultores / Apoios Técnicos utilizados no desenvolvimento do programa, logística, entre outras necessidades da organização, se limitarão a suas participações sem acesso aos resultados dos laboratórios participantes.

Cada laboratório recebe um número (XX) de participação para cada item da comparação que é gerado pelo site www.qlmpro.com.br de forma automática, e que permitirá que cada participante possa ver sua performance de participação na rodada do EP, nos relatórios emitidos (preliminar e final). Este número será disponibilizado na própria inscrição de participação após a confirmação do pagamento da taxa de participação e entrega da documentação obrigatória.

11. AÇÕES POSTERIORES AO ENCERRAMENTO DO EP

Para participantes que obtiverem resultados Insatisfatórios em algum item da comparação, a QLM Proficiência concederá um desconto de 30% na participação no próximo programa que for aberto pelo Provedor (similar), desde que tenha um novo programa aberto até seis meses da data do relatório final ou em um novo programa sob demanda, com descontos exclusivos.

O participante também poderá optar em contratar um programa Sob Demanda (SD) que será criado exclusivamente para o contratante que poderá realizar este ensaio em um tempo curto a um custo adequado. Consulte-nos sobre os descontos exclusivos.

12. CUSTOS DA PARTICIPAÇÃO

Custos para participação no Programa:

Quantidade	Taxa de participação	Custo de Transporte		
		Transporte 1	Transporte 2	Transporte 3
1	R\$ 1,900.00	R\$ 135.00	R\$ 190.00	R\$ 265.00
2	R\$ 2,500.00	R\$ 135.00	R\$ 190.00	R\$ 265.00

Transporte 1: Localizado na grande São Paulo

Transporte 2: Localizado em outras regiões do estado de São Paulo

Transporte 3: Localizado em outros estados do Brasil

NA: Não Aplicado

Notas:

- Após o início do programa ou nova inscrição para programas já em andamento, será emitida uma Nota Fiscal e enviada por e-mail (cadastrado no site) referente ao pagamento a Taxa de Participação + Transporte (conforme sua localidade, quando aplicável, tendo o participante 10 dias para efetuar o pagamento através de boleto bancário, ou depósito em conta bancária (vide casos especiais).
- Retenção de Impostos Municipais/Estaduais: Estes custos deverão ser pagos pelo participante e podem ser incluídos na nota fiscal, desde que seja solicitado, no e-mail comercial@qlmpro.com.br NO ATO DA INSCRIÇÃO (antes da emissão da Nota Fiscal).
- Não será aceito qualquer tipo de desconto/tributação no ato do pagamento, para que seja efetivada a inscrição, o pagamento deverá ser feito de forma integral (valor total da Nota Fiscal emitida).
- Caso o participante necessite da descrição de alguma informação especial no corpo da NF (por exemplo descrever Nº de PEDIDO DE COMPRA), a informação/arquivo deverá ser enviado NO ATO DA INSCRIÇÃO para o e-mail comercial@qlmpro.com.br. Após emissão da Nota Fiscal não será possível realizar qualquer tipo de alteração/substituição.
- O participante poderá solicitar o cancelamento de sua inscrição sem nenhum custo administrativo dentro do mês da emissão da nota fiscal, porém após este período, será cobrada uma taxa de 15% sob o valor da inscrição referente aos custos da nota fiscal ou poderá optar em manter o valor integral como crédito para participação em um novo programa.
- Solicitação de cancelamento da participação (total ou parcial) após o contratante já ter participado programa, não será passível de reembolso ou crédito.



**19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA
NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS
PARTICIPANTES – 2024**



Multa por reprogramação sem prévio aviso:

R\$ 100,00 (cem reais), pagos em até 30 dias após a data da infração;

Multa por dia de atraso:

R\$ 70,00 (setenta reais) por dia de atraso, pagos em até 30 dias após a data da infração;

Quebra ou extravio do artefato:

O participante arcará com os custos de reparo + aquisição de um novo artefato, além de arcar com os novos custos do laboratório subcontratado.

Observações:

- Caso durante o andamento da programação ocorra algum problema como quebra ou alteração nos resultados de algum artefato, o Provedor se reserva o direito de repetir o programa sem a cobrança de taxas extras.
- Caso o participante não preencha os resultados da sua participação, conforme prazos definidos neste protocolo, durante a elaboração do Relatório Preliminar, será excluído do programa de forma automática, sem direito a devolução dos valores pagos.
- Caso a transportadora contratada cobre uma "Taxa Extra" para entrega/coleta em áreas de difícil acesso ou por tempo excessivo de espera, o custo deverá ser pago pelo participante via depósito em conta QLM, logo após a entrega/coleta.

13. MÉTODO DE CALIBRAÇÃO

Para a realização das calibrações, verificar se existe um protocolo mais atualizado (consultar o site www.qlmpro.com.br) para assegurar o atendimento das condições descritas no item 13.1 do protocolo, visando garantir a validade dos resultados:

13.1. Fatores a serem considerados pelos participantes:

Medidor de pH. - AP-2661

A calibração deverá ser realizada considerando a temperatura de referência de 25°C.

Desconectar o eletrodo do mostrador.

Ligar o instrumento com 30 minutos de antecedência.

Calibração da parte elétrica com geração de sinais:

- Leitura em mV;
- Leitura em pH (após ajustar a curva do artefato conforme descrito no item 5 do protocolo).

Reconectar o eletrodo ao mostrador.

Realizar o ajuste conforme descrito no item 5 do protocolo com MRCs.

Realizar a medição da solução desconhecida fornecida pelo provedor.

A avaliação do desempenho será determinada considerando (Xlab) como valor do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como valor do artefato obtido como valor designado.

Medidor de condutividade. - AP-2662

Temperatura de referência 25°C.

Ligar o instrumento com 30 minutos de antecedência.



**19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA
NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS
PARTICIPANTES – 2024**



Elétrica:

- Retirar a célula para a calibração da parte elétrica.
- Ajustar a configuração da constante da célula em 1,0.
- Realizar o autoajuste do artefato gerando a resistência correspondente ao valor 1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Com uso de MRC:

- Conectar a célula ao leitor de condutividade (conjunto).
- Realizar o autoajuste do artefato da comparação (CAL) com o material de referência certificado (MRC), no ponto próximo a 1408 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
- Informar o valor da constante da célula indicado (Kcal) no mostrador do artefato.

Realizar a medição da solução desconhecida recebida no programa (fornecida pelo Provedor) por três vezes e apresentar o valor médio.

Deverão ser apresentados os valores de incerteza de medição para:

- Parte elétrica (considerar a constante de 1,0);
- Solução desconhecida.

A avaliação do desempenho será determinada considerando (X_{lab}) como valor do artefato obtido na calibração pelo participante e (X) como valor do artefato obtido como valor designado.

Detalhes:

✓ Erro do artefato (Valor encontrado no artefato da comparação menos o valor da referência);

✓ Incerteza expandida de medição (com uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%).

✓ É recomendado enviar o certificado de calibração em formato PDF juntamente com a impressão do FT-04 (disponível no site) para o e-mail pep@qlmpro.com.br. Embora o envio do certificado de calibração não seja obrigatório, é importante para justificar erros no preenchimento do FT-04. Certificados de calibração enviados após a emissão do relatório preliminar não serão aceitos."



**19º PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
EM CALIBRAÇÃO NA ÁREA DE QUÍMICA
NAS PRÓPRIAS INSTALAÇÕES DOS
PARTICIPANTES – 2024**



14. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011: Avaliação de Conformidade – Requisitos Gerais para ensaios de proficiência.
- Guia Para a Expressão da Incerteza de Medição, 3ª edição, 2003, Inmetro.
- VIM, Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012) 1ª Edição Luso – Brasileira.
- ISO 13528:2022 - Statistical Methods for use in proficiency test by interlaboratory comparison.

Final do Protocolo