

PROTOCOLO 010/2025

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES DE BEBIDAS



**Matriz: Vinho, espumante, suco, refrigerante, alcoólico
por mistura, cachaça e cerveja.**

Última atualização: 15/04/2025 – Edição 00

**MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA**



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

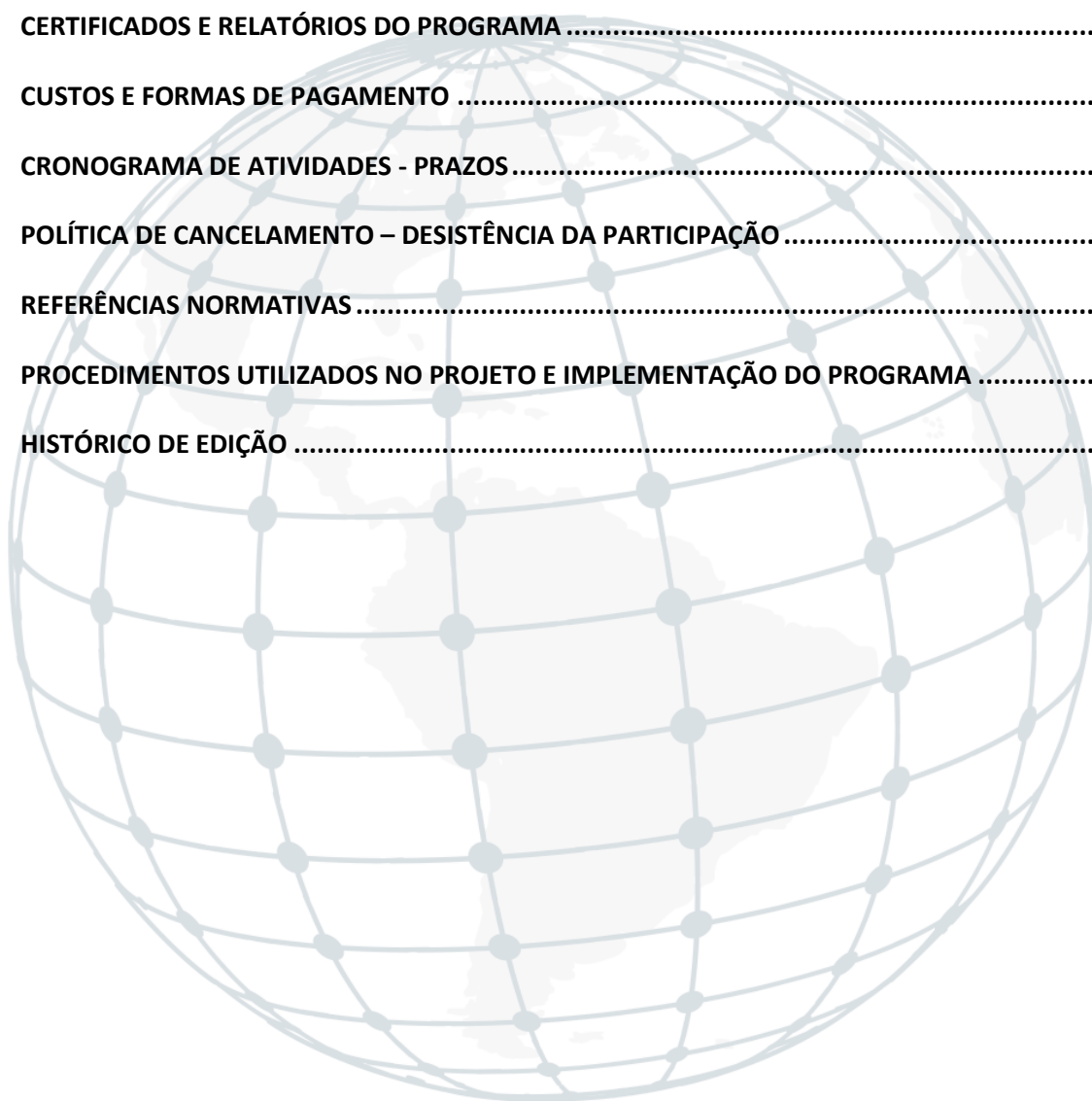
Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - PORTO ALEGRE – RS

CEP 91030-330 - FONE: (51) 2200-3988 - e-mail: interlab@redemetrologica.com.br

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA	4
2.	COORDENAÇÃO	4
3.	INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO	5
4.	ITENS DE ENSAIO E RODADA	5
5.	PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO	7
6.	SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE	8
7.	TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO)	8
7.1.	AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	8
7.1.1.	AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE	8
7.1.2.	AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE	9
8.	MÉTODOS ANALÍTICOS	10
9.	REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS	12
10.	CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE	12
11.	INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS	13
12.	INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO	14
13.	POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA	14
14.	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO	15
14.1.	VALOR DESIGNADO (X_{pt})	15
14.2.	INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(X_{pt})$	16
14.3.	DESVIO-PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt})	17
14.4.	ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS (CV_{Grupo})	17

14.5.	ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO CV _{INTERNO}	18
14.6.	AVALIAÇÃO PARA VARIÁVEIS QUALITATIVAS.....	18
14.7.	AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO	19
14.8.	CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA	20
15.	CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA	21
16.	CUSTOS E FORMAS DE PAGAMENTO	22
17.	CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS.....	23
18.	POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO	24
19.	REFERÊNCIAS NORMATIVAS	24
20.	PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA	25
21.	HISTÓRICO DE EDIÇÃO	25



1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO PROGRAMA

Este protocolo apresenta o programa denominado como “**PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISES DE BEBIDAS**”. A Rede Metrológica RS é cadastrada no EPTIS.

Este programa foi estruturado, integralmente, com base nos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 e ISO 13528:2022. Existem vários propósitos típicos de ensaio de proficiência, conforme descrito na ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024. Listamos abaixo os principais objetivos deste PEP:

- avaliação de desempenho dos laboratórios para os ensaios propostos;
- identificação de problemas nos laboratórios que possam estar, por exemplo, relacionados aos métodos de ensaio, à eficácia do treinamento e a supervisão do pessoal ou à calibração de equipamentos;
- estabelecimento da eficácia de métodos de ensaio e da comparabilidade de resultados de ensaios;
- provimento de confiança adicional aos usuários dos resultados de ensaios;
- identificação de diferenças em ensaios;
- educação dos laboratórios participantes baseada nos resultados dessas comparações;

2. COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Grupo técnico de Bebidas.

Integrantes do Grupo Técnico de Bebidas:

Nome	Entidade	E-mail
Artur Rocha	LFDA/RS	artur.rocha@agro.gov.br
*Paulo Gustavo Celso		paulo.celso@agro.gov.br
Eliane Lopes	Vinícola Nova Aliança	eliane.lopes@novaalianca.coop.br
Fernanda Rodrigues Spinelli	LAREN/DIPOV/DDV/SEAPI	fernanda-spinelli@agricultura.rs.gov.br
Kélen Cristofoli	Família Salton	kelen.cristofoli@salton.com.br
Rogério Giachini	Tecnovin	rgiachini@tecnovin.com.br
Paulo Mello	Vinícola Miolo	laboratorio@miolo.com.br
Valter Marzarotto	Laboratório Randon	valter@labran.com.br

* Responsável pelo Grupo técnico.

Contatos:

Vinícius Silveira Almeida (Gerente Técnico) – interlab@redemetrologica.com.br

Verônica Fantinel (Coordenadora de Operações) – bonus@redemetrologica.com.br

Lauren Ramos (Gerente da Qualidade) – qualidade@redemetrologica.com.br

3. INSCRIÇÃO E CRITÉRIOS DE PARTICIPAÇÃO

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Bebidas da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes que manifestarem interesse em participar. As inscrições devem ser realizadas exclusivamente pelo site: [Interlaboratoriais – Rede Metrológica RS \(redemetrologica.com.br\)](http://redemetrologica.com.br).

O número mínimo de participantes será de 12 e o máximo será de 60, exceto para a matriz cerveja que o número mínimo de participantes será de 15. Caso a rodada não atinja ao número mínimo de participantes, a rodada será cancelada.

4. ITENS DE ENSAIO E RODADA

O Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Bebidas será realizado, em 2025, em duas rodadas e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
MATRIZ VINHO: 1ª Rodada (Vinho Tinto) e 2ª Rodada (Espumante)			
Acidez total	mEq/L	N. A	2 Garrafas de aproximadamente de 750 ml cada.
Acidez volátil corrigida	mEq/L		
Ácido cítrico	mg/L		
Ácido sórbico (1ª rodada)	mg/L		
Açúcares totais, em glicose	g/L		
Cinzas	g/L		
Cloretos	mg/L (NaCl)		
Corantes artificiais	Presença / ausência		
Diglicosídeos	Presença / ausência		
Densidade relativa 20/20°C	-		
Grau Alcoólico Real a 20 °C	%(v/v)		
Metanol	mg/L		
pH	-		
Pressão a 20 °C (para espumante – 2ª rodada – método charmat)	atm.		
SO ₂ livre	mg/L		
SO ₂ total	mg/L		
Sulfatos (semi-quantitativo)	g/L (K ₂ SO ₄)		

MATRIZ SUCO: 1ª Rodada (suco concentrado) 2ª Rodada (Refrigerante)			
Acidez total (Suco)	mEq/kg	N. A	1 Garrafa para a matriz suco 2 Garrafas para a matriz refrigerante: Aprox. 5 latas de aproximadamente 350 mL cada.
Acidez total (Refrigerante)	mEq/L		
Ácido Sórbico	mg/L		
Brix direto	% Brix		
Cor	Relação 520/430		
pH	-		
Pressão afrométrica (Refrigerante)	atm.		
Sorbitol (Suco)	mg/kg		
MATRIZ DESTILADOS: 1ª Rodada (Alcoólico por Mistura) 2ª Rodada (Cachaça)			
Metanol	mg /100 mL de álcool anidro	N. A	1 Garrafa de aproximadamente 1000 mL cada.
Cobre	mg/L		
Grau Alcoólico real a 20ºC	%(v/v)		
Acidez volátil, em ácido acético	mg/100 mL de álcool anidro		
Açúcares totais, em glicose	g/L		
MATRIZ Cervejas: 1ª Rodada e 2ª Rodada cerveja artesanal/comerciais			
Grau Alcoólico a 20ºC	%(v/v)	N. A	2 Garrafas de aproximadamente 1000 mL cada.
Densidade relativa 20/20ºC	-		
Extrato Aparente	%		
Extrato Primitivo	%		
Extrato Real	%		
Cor EBC	unidades EBC		
Pressão afrométrica	atm.		

As análises propostas deverão ser realizadas em duplicatas, devendo constar o registro dos 2 resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados.

5. PREPARAÇÃO, CONTROLE DE QUALIDADE, ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO

Preparação: os itens de ensaio serão preparados a partir da utilização de vinhos, sucos, destilados e cervejas no LFDA/RS (Estr. Retiro da Ponta Grossa, 3036 - Ponta Grossa, Porto Alegre – RS). A obtenção das matrizes para preparação dos itens de ensaio está descrita abaixo:

Matriz vinho: Laboratório Randon

Matriz espumante: Salton

Matriz suco: Vinícola Campestre

Matriz refrigerante: Fruki

As demais matrizes alcóolicas por mistura, cachaça e cervejas serão adquiridas pelo grupo técnico do Programa.

O preparo das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. Os analitos de interesse serão preparados no LFDA/RS.

Controle de qualidade: com o objetivo de garantir que os itens de ensaio permaneçam homogêneos e estáveis durante este ensaio de proficiência, será feita a avaliação da homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio durante o período da realização deste programa por meio de ensaios realizados por um laboratório acreditado na ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 e análises estatísticas de tais dados que serão realizadas pela gerência da Rede Metrológica RS, conforme as diretrizes da “ISO 13528:2022 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison”.

Armazenamento e distribuição Os itens de ensaio serão armazenados em temperatura ambiente para posterior distribuição conforme o cronograma de cada rodada.

A distribuição das caixas com as amostras será realizada por Correios, via SEDEX.

Após recebimento das amostras o laboratório deverá conferir e preencher o formulário FR-75 Controle de recebimento de amostras, de acordo com as instruções da rodada, que estará disponível em link online informado previamente. Caso o laboratório não envie nenhuma informação sobre as condições de recebimento, a Coordenação do EP irá considerar que os itens de ensaio chegaram em condições adequadas.

6. SERVIÇOS PROVIDOS EXTERNAMENTE

Os serviços providos externamente neste programa de ensaio de proficiência são:

- Transporte dos itens de ensaio até os laboratórios por empresa contratada pela Rede Metrológica RS;
- Execução dos ensaios referentes às avaliações de homogeneidade e estabilidade pelo laboratório:

LFDA/RS - Estr. Retiro da Ponta Grossa, 3036 - Ponta Grossa, Porto Alegre – RS

NOTA: A Rede Metrológica RS tem total responsabilidade pelas atividades do laboratório provedor externo.

7. TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (PROVEDOR EXTERNO)

7.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

7.1.1. AVALIAÇÃO DA HOMOGENEIDADE

Para a avaliação da homogeneidade, serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022. Serão coletadas 10 amostras ao longo do lote dos itens de ensaio. O provedor externo para estes ensaios são:

LFDA/RS - Estr. Retiro da Ponta Grossa, 3036 - Ponta Grossa, Porto Alegre – RS.

Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas homogêneas o seguinte critério for atendido:

$$s_s \leq 0,3\sigma_{PT}$$

Onde:

s_s = desvio-padrão entre as amostras avaliadas no teste de homogeneidade;

σ_{PT} = desvio-padrão designado

7.1.2. AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE

Para avaliação da estabilidade, também serão utilizados os critérios estabelecidos pela norma ISO 13528:2022. Serão coletadas 3 amostras ao longo do lote dos itens de ensaio. Os parâmetros avaliados foram os mesmos descritos no item 7.1.1, nas mesmas matrizes e pelo mesmo provedor externo.

Após o tratamento dos dados, as amostras são consideradas estáveis se o seguinte critério for atendido:

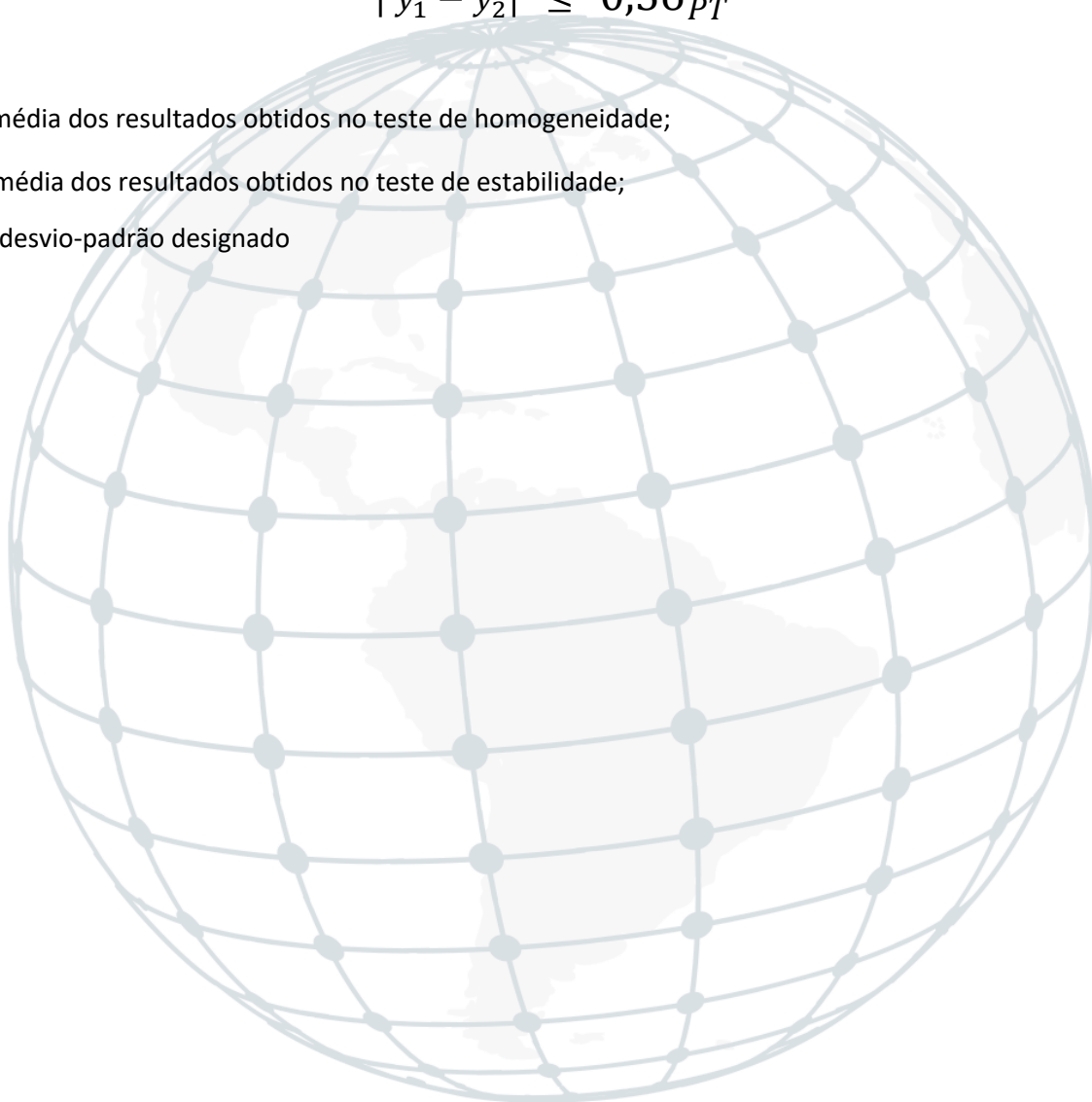
$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3\sigma_{PT}$$

Onde:

$\bar{y}_1$ = média dos resultados obtidos no teste de homogeneidade;

$\bar{y}_2$ = média dos resultados obtidos no teste de estabilidade;

σ_{PT} = desvio-padrão designado



8. MÉTODOS ANALÍTICOS

Os participantes do Programa de Ensaio de Proficiência em Análises de Bebidas devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticas *sugeridos e equivalentes* para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
VINHO E ESPUMANTE	
Acidez total	Titulométrico (Acidimétrico)
Acidez volátil corrigida	Titulométrico
Ácido cítrico	HPLC e enzimático;
Ácido sórbico	HPLC e Espectrofotométrico
Açúcares totais, em glicose	Substâncias redutoras, segundo OIV ou Titulométrico (Método Eynon Lane)
Cinzas	Gravimétrico
Cloretos	Titulométrico; Potenciométrico; Cromatográfico.
Corantes artificiais	Arata (fixação sobre lã);
Acidez total	Titulométrico (Acidimétrico)
Diglicosídeos	Fluorescência.
Densidade relativa 20/20°C	Densimetria eletrônica; Acessório hidrostático; Picnometria e Areômetro ou Hidrômetro.
Grau Alcoólico Real a 20 °C	Densimetria eletrônica; Acessório hidrostático; Picnometria e Alcoômetro, NIR espectrometria de infravermelho.
Metanol	Cromatográfico; Espectrofotometria UV
pH	Potenciométrico
Pressão a 20 °C (para espumante – 2ª rodada – método charmat)	Manométrico (afrômetro) OIV-MA-AS314-02
SO ₂ livre	Ripper (titulométrico); Aspiração (titulométrico)
SO ₂ total	Ripper (titulométrico); Aspiração (titulométrico); Destilação (titulométrico)
Sulfatos (semi-quantitativo)	Semi-quantitativos (turvação); Gravimétrico; Cromatográfico.
SUCO E REFRIGERANTE	
Acidez total	Titulométrico

Ácido sórbico	HPLC e Espectrofotométrico
Brix direto	Refratométrico e Densimetria
Cor	Espectrofotométrico
pH	Potenciométrico
Pressão afrométrica (Refrigerante)	Manométrico
Sorbitol (Suco)	HPLC e Enzimático
ALCOÓLICO POR MISTURA E CACHAÇA	
Metanol	Cromatográfico; Espectrofotometria
Cobre	Absorção atômica; Emissão atômica; Espectrofotometria
Grau Alcolico real a 20°C	Densimetria eletrônica; Acessório hidrostático; Picnometria e Alcoômetro, NIR espectrometria de infravermelho.
Acidez volátil, em ácido acético	Titulométrico
Açúcares totais, em glicose	Titulométrico (Método Eynon Lane)
CERVEJA	
Grau Alcolico a 20°C	Densimetria eletrônica; Acessório hidrostático; Picnometria e Alcoômetro, NIR espectrometria de infravermelho.
Densidade relativa 20/20°C	Densimetria eletrônica; Acessório hidrostático; Picnometria e Areômetro ou Hidrômetro.
Extrato Aparente	Método EBC 9.4
Extrato Primitivo	Método EBC 9.4
Extrato Real	Método EBC 9.4
Cor EBC	Método EBC 9.6 ($\lambda 430$ nm)
Pressão afrométrica	Manométrico

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, este **NÃO** será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto, mas terá seu desempenho avaliado. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa na área de bebidas, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

9. REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS

Os dados serão enviados via site em um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada participante receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o participante deverá entrar no portal que será informado pela Rede, visando manter a confidencialidade do processo. Em caso de dúvida entrar em contato com a coordenação do EP até a data estipulada para envio de resultados no cronograma.

O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP (via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

10. CONFIDENCIALIDADE E IMPARCIALIDADE

A Rede Metrológica RS se compromete em assegurar a confidencialidade quanto às informações identificadas pelos participantes. Os resultados de cada participantes serão apresentados no relatório de cada rodada através de um código/senha de identificação único. Apenas o laboratório terá acesso a este código e deverá mantê-lo em sigilo.

A Rede Metrológica RS não identifica individualmente os laboratórios participantes, assegurando também desta forma a confidencialidade em relação à sua identificação.

Todas as atividades da Rede Metrológica RS são realizadas de forma imparcial e o provedor adota algumas políticas para manter este compromisso, como:

- Não aceitar resultados após o prazo estabelecido no item 17, nem permitir a alteração destes;
- Não aceitar qualquer tipo de pressão comercial ou financeira;
- Não divulgar previamente resultados de homogeneidade e estabilidade para algum participante ou membro do grupo técnico;
- Não divulgar resultados antecipados (antes do relatório preliminar) de forma individual para qualquer participante.

O grupo técnico recebe o relatório preliminar antes da emissão oficial para análise crítica e técnica dos dados.

O provedor não altera resultados após o envio do relatório para o grupo técnico.

O laboratório deve comprometer-se a não tornar públicas as análises realizadas, os resultados de outros laboratórios e a manter sigilo sobre os resultados das medições realizadas para esse programa até a emissão do certificado de participação individual.

A Rede Metrológica RS não divulgará nenhuma informação confidencial a qualquer organismo de terceira parte, a menos que o laboratório participante renuncie formalmente sua confidencialidade. Caso se faça necessário, os resultados dos laboratórios poderão ser divulgados para uma autoridade reguladora, os participantes ficarão cientes de tal prática com antecedência. Os resultados do programa poderão, também, ser utilizados para compor dados para publicação de artigos científicos.

11. INFORMAÇÕES SOBRE RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES OU SUGESTÕES E CASOS DE PERDA, DANO OU ATRASO DE AMOSTRAS

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação, apelação ou sugestão sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de clientes disponível no *link* “Downloads” filtrar por Qualidade no site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaio de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrologica.com.br. O prazo para apelação é de 15 dias corridos após a emissão do relatório final. A Rede Metrológica RS tem como política avaliar, e em caso de procedência, atender todas as reclamações, apelações e sugestões.

Caso o participante apresente alguma perda, dano ou atraso nas amostras enviadas pelo provedor, deve entrar em contato por e-mail em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito no EP.

12. INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a fornecer uma falsa impressão otimista sobre suas capacidades. Fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiramente independentes não sejam apresentados. É fundamental que a participante analise criticamente seus resultados, verificando as informações nas instruções do programa e no site para envio de resultados. Embora seja recomendável que todas as medidas razoáveis sejam tomadas pelos coordenadores para prevenir fraudes, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las. Cada laboratório participante deverá se comprometer a não compartilhar seus resultados com outros laboratórios, mantendo sigilo até o recebimento do relatório final.

O procedimento, caso o provedor suspeite de conluio ou falsificação, pode ser cancelar o parâmetro analítico ou excluir o laboratório da rodada de comparação. Caso haja a suspeita de conluio ou falsificação por parte dos laboratórios participantes, estes terão a oportunidade de se explicar antes de ser tomada qualquer decisão. Caso seja realmente evidenciado conluio e/ou falsificação, o laboratório será excluído do EP.

13. POTENCIAIS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou não aceitável. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As principais fontes de erros analíticos para este ensaio de proficiência são:

- Ensaio realizado fora do prazo estabelecido pelo PEP;
- Falta ou problemas de uso relacionados aos materiais de referência;
- Utilização de equipamentos não calibrados;
- Falta de treinamento dos analistas envolvidos;
- Problemas na diluição das amostras;
- Não cumprimento das orientações estabelecidas pelo PEP;
- Erro de unidade de medida;

14. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

A análise dos dados será executada pela gerência técnica da Rede Metrológica RS. A análise estatística será realizada utilizando a norma ISO 13528:2022 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

14.1. VALOR DESIGNADO (X_{pt})

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta para determinar o valor designado (X_{pt}). As técnicas de estatística robusta são utilizadas para minimizar influência de valores dispersos (*outliers*) sobre as estimativas de média e desvio-padrão, mesmo assim o provedor fará uma análise de dados e quando pertinente não considera estes outliers no cálculo do valor designado como referência. O cálculo do valor designado para cada parâmetro será realizado conforme previsto no Anexo C da norma ISO 13528:2022, norma específica de métodos estatísticos para uso em EP por comparações interlaboratoriais.

O valor designado (X_{pt}) será avaliado para cada parâmetro com um $N \geq 12$ participantes, de acordo com os métodos/técnicas sugeridas e equivalentes e após a retirada de valores considerados outliers. Para qualquer parâmetro com um $6 < N \leq 11$ participantes o provedor determinou o valor designado (X_{pt}) conforme o Anexo C da norma ISO 13528:2022 e o desvio-padrão (σ_{pt}) utilizado foi o desvio de Horwitz, desde que a razão HorRat tenha sido inferior a 2.

14.2. INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO - $u(X_{pt})$

A incerteza de medição padrão (u) do valor designado será determinada, para cada parâmetro avaliado, por valor de consenso do grupo de participantes e calculada pela fórmula:

$$u(X_{pt}) = \frac{1,25 * s^*}{\sqrt{n}}$$

Onde:

s^* é a estimativa robusta do desvio-padrão.

n = número de participantes que forneceram resultados e foram considerados no cálculo.

u = incerteza padrão.

CRITÉRIO DA AVALIAÇÃO DA INCERTEZA DO VALOR DESIGNADO:

$$u(X_{pt}) < 0,3 \sigma_{pt}$$

Onde:

$u(X_{pt})$ = incerteza padrão do valor designado.

σ_{pt} = desvio-padrão designado.

Para os parâmetros em que incerteza não atenda ao critério de ser menor do que $0,3 \sigma_{pt}$, a $u(X_{pt})$ será somada quadraticamente ao desvio-padrão designado. Como na $u(X_{pt})$ já estão incluídas as componentes de incerteza devido a não homogeneidade e/ou instabilidade (nota 1 do item 7.7.7 da ISO 13528:2022), a incerteza da não homogeneidade e/ou instabilidade não precisará ser incluída para estes parâmetros.

14.3. DESVIO-PADRÃO DESIGNADO (σ_{pt})

O desvio-padrão designado para avaliação da proficiência dos laboratórios participantes será calculado como recomendado no item 7.7 da norma ISO 13528:2022. O desvio-padrão robusto será calculado a partir dos resultados dos participantes, usando o algoritmo A do anexo C desta norma.

Outra opção para cálculo do desvio-padrão (Equação de Horwitz):

O desvio designado para avaliação da proficiência dos laboratórios participantes poderá ser calculado como recomendado no item 8.4.3 da norma ISO 13528:2022. O desvio-padrão é calculado utilizando as equações propostas originalmente por Horwitz e modificadas por Thompson, levando em considerações os níveis de concentração do analito expressos em fração mássica. As equações para realização dos cálculos são:

Se $c < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$\sigma_{PT} = 0,22 \times c$$

Se: $1,2 \times 10^{-7} < c < 0,138$:

$$\sigma_{PT} = 0,02 \times c^{0,8495}$$

Se $c > 0,138$:

$$\sigma_{PT} = 0,1 \times c^{0,5}$$

14.4. ESTIMATIVA DA REPRODUTIBILIDADE ENTRE OS LABORATÓRIOS (CV_{Grupo})

O Coeficiente de Variação do grupo de laboratórios participantes (CV_{Grupo}) é um parâmetro que representa a dispersão entre os resultados dos laboratórios participantes. O CV_{Grupo} foi calculado para cada parâmetro realizado na rodada.

Para o cálculo do coeficiente de variação foi utilizada a equação:

$$CV_{Grupo}(\%) = \frac{\sigma_{PT}}{X_{PT}} \times 100\%$$

Onde:

σ_{pt} é o desvio-padrão designado;

X_{pt} é o valor designado

14.5. ESTIMATIVA DE REPETIBILIDADE - CÁLCULO DO CV_{INTERNO}

$$CV_{\text{Interno}}(\%) = \frac{(s_{\text{Lab}})}{\bar{X}_{\text{Lab}}} \times 100\%$$

Onde:

$\bar{X}_{\text{Lab}}$ é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

s_{Lab} Desvio-padrão das vias do laboratório participante.

- Classificação dos Desempenhos dos participantes para precisão (repetibilidade):

Se $CV_{\text{Interno}}(\%) < 10\%$ = Resultado aceitável

Se $CV_{\text{Interno}}(\%) \geq 10\%$ = Resultado não aceitável (legenda: **)

Nota 1: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados.

14.6. AVALIAÇÃO PARA VARIÁVEIS QUALITATIVAS

Para os ensaios qualitativos os valores de referências serão obtidos através da moda dos resultados dos participantes. A moda é o valor que aparece com maior frequência em um conjunto de dados.

O desempenho de cada laboratório, neste caso, será avaliado e classificado entre “aceitável” e “não aceitável”, comparando o resultado frente ao valor designado como referência, de acordo com a equação a seguir.

Se $x_i = X$; aceitável

Se $x_i \neq X$; não aceitável (legenda: **)

Onde:

x_i é o valor do participante;

X é o valor da moda do grupo de participantes.

14.7. AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

O desempenho de cada laboratório participante do Ensaio de Proficiência será avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor de consenso.

- Se a incerteza do valor designado for menor do que $0,3 * \sigma_{pt}$, a fórmula utilizada será:

$$Z = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Onde:

Z = Z-Score obtido pelo participante “i”;

X_i = média aritmética dos resultados obtidos pelo participante “i”;

X_{pt} = valor designado;

σ_{pt} = desvio designado.

- Se a incerteza do valor designado for maior do que $0,3 * \sigma_{pt}$, a fórmula utilizada será:

$$Z' = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(X_{pt})}}$$

Onde:

Z' = Z'-Score obtido pelo participante “i”;

X_i = média aritmética dos resultados obtidos pelo participante “i”;

X_{pt} = valor designado;

σ_{pt} = desvio designado;

$u(X_{pt})$ = incerteza padrão do valor designado;

ORIENTAÇÕES A RESPEITO DA INTERPRETAÇÃO DA ANÁLISE ESTATÍSTICA:

O Z-Score reportado para cada parâmetro no item 4 e os desempenhos dos participantes serão classificados como ACEITÁVEL, QUESTIONÁVEL ou NÃO ACEITÁVEL, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = **RESULTADO ACEITÁVEL**

Se $2 < |Z| < 3$ = **RESULTADO QUESTIONÁVEL**

Se $|Z| \geq 3$ = **RESULTADO NÃO ACEITÁVEL**

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z-Score. A mesma lógica se aplica em caso de avaliação por Z'-Score.

A avaliação de desempenho será realizada pela MODA e serão classificados como resultados **ACEITÁVEL** ou **NÃO ACEITÁVEL**, dependendo da maior quantidade de resultados do grupo.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por **consenso** será realizada apenas para os parâmetros que tiveram **no mínimo 06 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho será realizada, assim como não foi informado os dados de média e desvio-padrão robustos do parâmetro não avaliado.

O provedor após análise crítica dos resultados, o provedor poderá optar por não reportar avaliação de desempenho, caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. Caso isso aconteça, a justificativa estará descrita nas considerações finais (item 11).

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS.

14.8. CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS SOBRE A ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados serão avaliados segundo as recomendações das normas ABNT ISO/IEC 17043:2024 e ISO 13528:2022. Será realizada uma análise dos resultados enviados pelos participantes para identificação de *outliers*. Caso sejam encontrados valores aberrantes, estes serão excluídos da análise estatística para definição do valor designado, mas terão mantida a avaliação do desempenho. Portanto, todos os resultados numéricos reportados pelos laboratórios serão avaliados, independentemente de serem aberrantes ou de terem entrado no cálculo do $\bar{X}_{pt}$ e do σ_{pt} .

Os Algarismos significativos são importantes no momento de expressar o valor de uma dada grandeza medida experimentalmente. No caso deste ensaio de proficiência, recomendamos que os participantes reportem seus resultados com o número de casas decimais, conforme estabelecido na ficha de instruções técnicas disponibilizada pelo provedor.

Responsável pelos cálculos: Eng. Vinícius Almeida, Gerente Técnico da Rede Metrológica RS.

15. CERTIFICADOS E RELATÓRIOS DO PROGRAMA

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (via sistema) a todos os participantes. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho, em pdf, evidenciando o desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação via e-mail à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório. Este certificado possui um custo adicional de R\$ 200,00.

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um relatório da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos participantes.

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet. O relatório final será enviado 10 dias corridos após o envio do relatório preliminar.

16. CUSTOS E FORMAS DE PAGAMENTO

Os participantes que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Rede Metrológica RS, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

Participantes:	Opção 1: 1 MATRIZ	Opção 2: 2 MATRIZES	Opção 3: 3 MATRIZES	Opção 4: 4 MATRIZES
Laboratórios Associados	R\$ 2.070,00	R\$ 3.000,00	R\$ 3.900,00	R\$ 4.470,00
Laboratórios Não associados	R\$ 2.530,00	R\$ 3.730,00	R\$ 4.830,00	R\$ 5.930,00

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte.

Não se esqueça de informar na observação qual(is) a(s) opção(ões) da inscrição.

Opções de matrizes:

Matriz vinho: 1ª rodada vinho e 2ª rodada espumante

Matriz suco: 1ª rodada suco e 2ª rodada refrigerante

Matriz destilado: 1ª rodada alcóolico por mistura e 2ª rodada cachaça

Matriz cerveja: 1ª rodada e 2ª cerveja artesanais/comerciais

Forma de pagamento:

Forma de pagamento: boleto bancário

Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.

Condições Especiais de Pagamento como depósito bancário e parcelamento uma solicitação deve ser encaminhada para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br no ato da inscrição, estando sujeita à aprovação.

Os empenhos/Ordem de compra/Pedido de Compra deverão ser encaminhados antes do envio das amostras para o e-mail: administrativo@redemetrologica.com.br.

Cancelamento de notas fiscais devem ser solicitados no mesmo mês da emissão.

A inadimplência impossibilitará o acesso ao(s) certificado(s).

17. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES - PRAZOS

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **16 de junho de 2025.**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas: **até 30 de junho 2025.**
- Envio dos itens de ensaio:
 - Envio dos itens de ensaio – 1ª rodada: **14 de julho de 2025.**
 - Envio dos itens de ensaio – 2ª rodada: **22 de setembro de 2025.**
- Início dos ensaios:
 - Envio dos itens de ensaio – 1ª rodada: **17 de julho de 2025.**
 - Envio dos itens de ensaio – 2ª rodada: **25 de setembro de 2025.**
- Envio dos resultados (dados), via portal:
 - Envio dos resultados – 1ª rodada: **04 de agosto de 2025.**
 - Envio dos resultados – 2ª rodada: **13 de outubro de 2025.**
- Divulgação do relatório aos participantes:
 - Emissão dos resultados – 1ª rodada: **até 18 de setembro de 2025.**
 - Emissão dos resultados – 2ª rodada: **até 25 de novembro de 2025.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar a gerência da Rede Metrológica RS.

18. POLÍTICA DE CANCELAMENTO – DESISTÊNCIA DA PARTICIPAÇÃO

Os laboratórios inscritos poderão manifestar interesse no cancelamento da contratação do programa até a data do envio das senhas, conforme descrito no item 17. Caso o cancelamento seja solicitado até essa data, o valor pago será reembolsado integralmente ao contratante.

Se o cancelamento for solicitado após o envio das senhas, será cobrada uma taxa de 50% do valor contratado para a efetivação do cancelamento da inscrição.

No caso de o cancelamento ser solicitado após o envio das amostras contratadas, o provedor não realizará reembolso de nenhum valor pago.

Para formalizar o cancelamento ou esclarecer dúvidas, entre em contato conosco por meio do e-mail pep@redemetrologica.com.br.

19. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência.

ISO GUM - Guia para a Expressão da Incerteza de Medição.

ISO 5725 – 5 – *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.*

ISO 5725 – 6 – *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.*

ISO 13528 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.*

MONTGOMERY, D.C. (2004), Introdução ao controle estatístico da qualidade. LTC: Rio de Janeiro.

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). *Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2019.*

Inmetro. NIT-Dicla-026 - Requisitos para a Participação de Laboratórios em Atividades de Ensaio de Proficiência.

Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 24ª edição, 2023.

20. PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaio de Proficiência

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaio

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas

21. HISTÓRICO DE EDIÇÃO

Edição	Data	Histórico de Alteração
00	15/04/2025	Publicação inicial do protocolo