

Ensaio de Aptidão

Radioativos

Ensaio de Colheita de amostras para análise de Radão 2024

Ref.: EAp/ECR/2024 Ed.: 01

Data: 2024-05-20



<u>Índice</u>

1. Inti	rodução	3
2. Ob	ojetivos	3
and a contract of the		
	gras de Realização	
5. Co	olheita, Preservação e Transporte das amostras	4
	Condições de Colheita das Amostras	
	ransporte e entrega das amostras	
6. Re	gras de Realização do Ensaio	5
7. Res	esultados	
	ılendário	
	onfidencialidade	
10.	Valores de Referência	
11.	Avaliação de Desempenho	
	Metodologia de avaliação por 'Z-scores'	
	Metodologia de avaliação por 'Erro Normalizado'	
12.	Informação e Documentação	7
13.	Custos	8
13.1	Fontes de Custo	8
13.2	Custos e condições de Participação	8
14.	Reclamações e Sugestões	8
15.	Contactos	8
16.	Bibliografia	9
17.	Registo de Alterações	9
FICH/	A DE INSCRIÇÃO	10



1. Introdução

Este documento estabelece as linhas orientadoras da execução técnica e administrativa do Programa de Execução associado ao Ensaio de Aptidão - Ensaio de Colheita de amostras para análise de Radão, em águas de consumo, águas minerais naturais, de nascente e termais, águas naturais doces e de processo a realizar no ano de 2024.

Este ensaio de aptidão consiste na avaliação de desempenho dos laboratórios, na **Colheita, Preservação e Transporte** de uma amostra de água de consumo, para análise de um parâmetro radioativo: **Radão**.

Essa avaliação é efetuada com base nos resultados da determinação do parâmetro radioativo - Radão, obtidos pelo laboratório Piloto, **Universidade de Coimbra - Laboratório de Radioatividade Natural da Faculdade de Ciências e Tecnologia**, às referidas amostras, colhidas pelos laboratórios participantes. O Laboratório piloto encontra-se acreditado sob a norma NP EN ISO/IEC 17025:2018 (Certificado de Acreditação n.º L0724-1) para a realização do ensaio de Determinação de Radão por técnicas de cintilação líquida de acordo com o método ISO 13164-4:2023 em águas de consumo, águas minerais naturais, de nascente e termais, águas naturais doces e de processo, bem como para a colheita de amostras para análise de parâmetros radioativos: Radão.

2. Objetivos

A finalidade deste Programa é proporcionar uma ferramenta de avaliação de desempenho e de controlo externo da qualidade junto dos Laboratórios participantes.

Este Ensaio de Aptidão terá o seguinte planeamento:

DATA	LOCAL DA COLHEITA
4 de junho de 2024	Distrito de Braga

3. Entidades Envolvidas e Funções

Entidade		Funções		
RELACRE – Associação de Laboratório Acreditados de Portugal Campus do Lumiar Edifício D, R/C Estrada do Paço do Lumiar 1649 - 038 Lisboa Universidade de Coimbra – Laboratório de Radioatividade Natural da Faculdade de Ciências e Tecnologia		Promoção Gestão Administrativa e Financeira Secretariado Acompanhamento Tratamento Estatístico e Avaliação de Resultados Organização segundo a norma ISO/IEC 17043 Gestão da Qualidade (RQ) Gestão e Supervisão Técnica		
		Estudos de estabilidade e homogeneidade no dia da colhe Determinação do parâmetro nas amostras colhidas e entregues pelos laboratórios participantes Responsável Técnico (RT)		



4. Regras de Realização

A participação é aberta e voluntária a qualquer entidade interessada, existindo contundo um <u>número máximo</u> <u>de laboratórios participantes</u>, <u>30</u>, sendo que, as inscrições serão consideradas tendo em conta o período designado para a efetivação das inscrições e a ordem de chegada.

Caso o número de participantes não seja suficiente para viabilizar a realização dos Ensaios de Aptidão previstos neste Programa, a organização reserva-se o direito de cancelar ou adiar o mesmo.

5. Colheita, Preservação e Transporte das amostras

Os laboratórios participantes deverão proceder à colheita da amostra de água no local de colheita, a designar oportunamente pela RELACRE, no **Distrito de Braga**, em conformidade com Recomendação 1/2017, de 2 de janeiro, Decreto-Lei 69/2023, de 21 de agosto, ISO 5667-5 (relacionada com amostragem), e ISO 5667-3 (relacionada com a preservação e transporte de amostras), numa nascente para o parâmetro Radão.

5.1 Condições de Colheita das Amostras

Cada participante deverá deslocar-se ao local designado pela RELACRE para a realização do ensaio de aptidão, utilizando todo o seu material e equipamento necessário à realização da colheita no local.

Tempo Máximo de Colheita	Volume Mínimo de colheita	Volume Máximo de Colheita		
10 minutos	Deve ser colhido um volume de amostra de pelo menos 20 mL.	Deve ser colhido um volume máximo de 1 L, desde que não ultrapasse o tempo máximo de colheita.		

Recomenda-se a utilização de frascos de vidro e tampa com revestimento de alumínio para o acondicionamento das amostras. Não podem ser visíveis bolhas de ar.

5.2 Condições de Preservação

Cada laboratório deverá garantir a preservação das amostras entre a sua colheita e entrega no Laboratório Piloto acima designado, segundo o procedimento do laboratório. As amostras não devem ser filtradas ou acidificadas.

5.3 Transporte e entrega das amostras

Após a colheita e preservação da amostra, é da responsabilidade de cada laboratório participante proceder à sua entrega na morada abaixo indicada, <u>até 48 horas após a colheita da amostra</u>. Recomenda-se que a temperatura da amostra à chegada ao laboratório não exceda a temperatura original da amostra. As amostras devem ser conservadas em local escuro e, se necessário, refrigeradas.

Laboratório Piloto	Morada		
Universidade de Coimbra - Laboratório de Radioatividade Natural da Faculdade de Ciências e Tecnologia	Rua Sílvio Lima, Polo II Universidade de Coimbra, 3030-790 Coimbra Horário de atendimento: Dias úteis: 09h00-12h00 e 14h00-17h30		



6. Regras de Realização do Ensaio

Após a colheita, preservação, transporte e entrega das amostras pelos laboratórios participantes, dar-se-á seguimento por parte do Laboratório Piloto á análise do parâmetro – Radão.

Para efeitos de comparação o Laboratório Piloto, garante a preservação e transporte das amostras por eles colhidas.

As amostras dos laboratórios participantes, serão todas analisadas pelo Laboratório Piloto.

7. Resultados

Os resultados objeto de análise no âmbito deste ensaio são:

- Determinações analíticas realizadas, sobre a amostra colhida pelos laboratórios participantes, pelo Laboratório Piloto
- · Ficha de registo que acompanha a entrega da amostra

Cada laboratório deverá enviar para a RELACRE, a ficha de registo que acompanha a entrega da amostra, até ao final do dia seguinte da colheita, por correio eletrónico para claudia.silva@relacre.pt

Ressalva-se que o não preenchimento da ficha de registo, em particular da data e hora de colheita, inviabiliza o cálculo da concentração de atividade de radão e consequentemente a participação no ensaio.

8. Calendário

Ação	Data	junho			julho		
Aguo	Resp.	4	Até 6	Até 21	Até 12	Até 26	31
Colheita	LABORATÓRIOS						
Entrega da Amostra	LABORATÓRIOS						
Envio da Ficha de Registo de Colheita	LABORATÓRIOS						
Realização dos Ensaios	U. COIMBRA						
Análise dos Resultados e envio do Relatório	RELACRE						
Envio de comentários	LABORATÓRIOS						
Emissão do Relatório Final	RELACRE						

9. Confidencialidade

Os participantes e entidades envolvidas ficam vinculados ao princípio de confidencialidade dos resultados.



Cada participante será identificado por um código alfanumérico, atribuído pela RELACRE e comunicado diretamente ao elemento de contacto designado por cada participante.

Os códigos e os resultados enviados pelos participantes serão guardados confidencialmente pela RELACRE.

O Laboratório Piloto será o único conhecedor do valor alvo até à emissão do Relatório, comprometendo-se a guardar absoluto sigilo até essa data.

A divulgação pública dos códigos apenas é permitida com o acordo escrito de todos os participantes e organizadores.

10. Valores de Referência

Designa-se por Valor de Referência (VR) aquele que será usado como valor convencionalmente verdadeiro, e a partir do qual serão calculados os erros dos resultados dos participantes.

O estudo de homogeneidade das amostras feito pelo Laboratório Piloto segundo um sistema de Controlo da Qualidade Analítica específico será usado para caracterização da amostra baseado na norma ISO 13528.

Estabelecem-se os seguintes critérios para o cálculo dos Valores de Referência:

Modo A	Serão considerados os resultados do estudo de Estabilidade e de Homogeneidade apresentados pelo Laboratório Piloto .
Modo B	Caso não estejam reunidas as condições para aplicar o modo A, será usada a média robusta (obtida pelo algoritmo de Winsorização – ISO 5725-5) dos resultados dos participantes como VR. Caso se considere que o VR se encontra em zona de quantificação difícil, pode ser calculado o VR considerando também os valores não-quantificados.

11. Avaliação de Desempenho

Será disponibilizado o critério de avaliação convencional baseado nos 'Z-scores'.

11.1 Metodologia de avaliação por 'Z-scores'

Para resultados numéricos (quantificados), usa-se a seguinte fórmula:

$$VL$$
 = Valor do Laboratório Participante VR = Valor de Referência (ver secção anterior); d = Unidade de Desvio Admissível (ver abaixo).

O valor de d será calculado conforme indicado a seguir:

Modo A	d = S _H	S _H = desvio-padrão dos ensaios de homogeneidade
Modo B	$d = S_R$	S _R = desvio-padrão robusto

Será dada preferência **ao modo A**, exceto se o modo B tiver valores superiores.



Estabelece-se o seguinte critério de classificação de desempenho:

$ Z \leq 2,0$	Satisfatório
2,0 < Z < 3,0	Questionável
$Z \ge 3,0$	Insatisfatório

11.2 Metodologia de avaliação por 'Erro Normalizado'

Os ensaios de aptidão podem ser usados para verificar se as estimativas de incertezas apresentadas são realistas ou necessitam de melhoria. Para tal usa-se o conceito de 'erro normalizado' (En), de acordo com a norma ISO 13528, que corresponde a verificar se existe sobreposição entre os intervalos de confiança do VR e do VL.

$$E_n = \frac{VL - VR}{\sqrt{U^2(VR) + U^2(VL)}}$$

VL = Valor do Laboratório; VR = Valor de Referência (ver secção anterior)
 U(VL) = Incerteza Expandida de VL, a ser indicada pelo participante;
 U(VR) = Incerteza Expandida de VR, a ser estimada pelo RT tendo em conta os resultados do Laboratório Piloto e da homogeneidade das amostras.

Critério de classificação de desempenho:

Satisfatório: $-1.0 < E_n < +1.0$ Insatisfatório: $E_n \le -1.0$ ou $E_n \ge +1.0$

Para a estimativa das incertezas recomenda-se que sejam usados como documentos de referência a norma ISO 11352.

Realça-se que esta metodologia só será aplicada se o participante apresentar conjuntamente com o resultado a respetiva estimativa de incerteza (incerteza expandida para aproximadamente 95% de nível de confiança, o que corresponde aproximadamente a um fator de expansão k = 2).

12. Informação e Documentação

A documentação usada neste Ensaio de Aptidão é a seguinte:

Programa de Execução, Fichas de Inscrição, Relatório, Relatório Final (em caso de necessidade de alteração) e Certificados de Participação.

O Programa de Execução e a Ficha de Inscrição serão disponibilizados aos Laboratórios interessados por email.

Os Relatórios poderão ser disponibilizados em formato de papel e enviados por correio se o participante assim o solicitar (com custo adicional).

Será realizada uma Reunião Final aberta a todos os participantes preferencialmente no final do ano de realização do ensaio, para discussão de aspetos técnicos e organizativos, possibilidades de melhoria, e entrega dos Certificados de Participação, confirmando a sua participação.

Após a realização da Reunião Final de Discussão de Resultados, será emitido, se necessário, um Relatório Final, contendo eventuais correções ao Relatório.



13. Custos

Fontes de Custo 13.1

As fontes de custo são:

- Gestão administrativa do projeto
- Gestão e análise estatística dos resultados
- Reunião Final

13.2 Custos e condições de Participação

A inscrição no ensaio deve ser feita através do preenchimento e envio da Ficha de Inscrição em anexo. Deverão ser seguidas/cumpridas as seguintes condições:

- As inscrições só são consideradas válidas mediante o pagamento prévio à data-limite de inscrição.
- Para beneficiar do preço de Associado a quota deverá estar regularizada.
- No caso de se verificar a existência de dívidas em atraso, a inscrição poderá ainda ficar condicionada até que se verifique o pagamento das mesmas.
- As inscrições e desistências devem ser efetuada por escrito.
- Em caso de desistência fora do prazo (mas antes do envio da informação do local de realização do ensaio), haverá lugar a uma retenção de 40% do preço de inscrição em compensação das despesas administrativas efetuada e prejuízos sofridos por cancelamento de última hora.
- Por motivos de logística interna agradecemos que os prazos de Inscrição especificados sejam cumpridos, sob pena de penalização de uma faturação adicional de 25.00 euros, em compensação das despesas administrativas e prejuízos sofridos por inscrição fora do prazo.
- A RELACRE reserva-se o direito de cancelar ou adiar a realização do ensaio, caso o número de inscritos seja insuficiente.
- É obrigatório o envio em anexo da requisição ou nota de encomenda sempre que aplicável.

14. Reclamações e Sugestões

É política dos organizadores deste Programa que ele melhore continuamente, no seu objetivo de contribuir para a melhoria técnica dos participantes, e nesse sentido qualquer comentário ou sugestão de melhoria são sempre bem-vindos. Comprometemo-nos também a prestar a devida atenção a qualquer insatisfação ou reclamação que nos seja enviada, que será analisada e enviada resposta no prazo de um mês após a sua receção.

15. Contactos

O Programa disponibiliza os seguintes elementos de contacto, para prestar informações e esclarecer quaisquer dúvidas:

claudia.silva@relacre.pt

Ref.: EAp/ECR/2024 Ed.: 01 Data: 2024-05-20

8/10



16. Bibliografia

- Guia RELACRE Nº 28 Amostragem de Águas
- ISO 5667-3 "Water quality Sampling. Part 3: Preservation and handling of water samples"
- ISO 5667-5 "Water quality Sampling. Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems"
- ISO 13528 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons"
- ISO/IEC 17043 "Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing
- NP EN ISO/ IEC 17025 Requisitos gerais de competência param laboratórios de ensaio e calibração
- Presidência do Conselho de Ministros, Decreto-Lei n.º 69/2023, de 21 de agosto. Diário da República n.º 161/2023, Série I de 2023-08-21, páginas 10 73.
- Recomendação ERSAR n.º 01/2017 Procedimento para a colheita de amostras de água para consumo humano em sistemas de abastecimento

Nota: Considerar a versão em vigor.

17. Registo de Alterações

Edição	Data	Revisão		
1	2024-05-20	1.ª Edição do Programa de Execução do EAp - Ensaio de Colheita de amostras para análise de Radão 2024.		



FICHA DE INSCRIÇÃO

Ensaio de Colheita de amostras para análise de Radão 2024

Dados Entida	ade:				
Designação:					
Responsável pel	lo Ensaio (Pessoa	a contactar):			
Morada Complet	ta:				
Telefone:		E-mail direto:			compo obvigatávio
Dados para a	Emissão da F	atura:			campo obrigatorio
Designação/Nor	ne:			_ Nº contribuint	e:
E-mail para er	nvio da fatura:_				
Cheque emitido	à ordem da RELA	ACRE Transf	[;] erência Banc	ária (PT50 0018	0001 00200880936 34)
Inscrição:			E-mail:	claudia.si	lva@relacre.pt
	Data-l	imite de Inscrição		Data-limite o	de Desistência
	29 de	maio de 2024		<u>31 de ma</u>	io de 2024
abril de 2016). Pode a todo o n	Sim □	Não □ os seus direitos de acesso			uropeu e Do Conselho de 27 de ão (Direitos ARCO), através do
[Associa	dos RELACRE	Não A	ssociados RE	LACRE
	€ 425,00 +	IVA (23 %)	€ 540,0	00 + IVA (23 %) □
Condições de	e Inscrição:				
As inscrições só são consideradas <u>válidas mediante o pagamento prévio à data-limite de inscrição.</u> Para beneficiar do preço de Associado a <u>quota deverá estar regularizada</u> . No caso de se verificar a existência de dívidas em atraso, a inscrição poderá ainda ficar condicionada até que se verifique o pagamento das mesmas. As inscrições e desistências devem ser efetuada por escrito. Em caso de desistência fora do prazo (mas antes do envio da informação do local de realização do ensaio), haverá lugar a uma retenção de 40% do preço de inscrição em compensação das despesas administrativas efetuada e prejuízos sofridos por cancelamento de última hora. Por motivos de logística interna agradecemos que os prazos de Inscrição especificados sejam cumpridos, sob pena de penalização de uma faturação adicional de 25,00 euros, em compensação das despesas administrativas e prejuízos sofridos por inscrição fora do prazo. A RELACRE reserva-se o direito de cancelar ou adiar a realização do ensaio, caso o número de inscritos seja insuficiente. É obrigatório o envio em anexo da requisição ou nota de encomenda sempre que aplicável.					
Responsável					
Departament	to/Direcão	Nome/A	ssinatura		Data

Ref.: EAp/ECR/2024 Ed.: 01

Data: 2024-05-20