

# Protocol IPR.PT 001/2024 Isotope Proficiency Test

Area: Isotopes



## Partnership:



GOVERNO DO ESTADO  
**RIO GRANDE DO SUL**  
SECRETARIA DA AGRICULTURA, PECUÁRIA,  
PRODUÇÃO SUSTENTÁVEL E IRRIGAÇÃO

## Introdução e Objetivos

*Introduction and  
Objectives*

Este Protocolo apresenta as atividades a serem realizadas para avaliar o desempenho dos laboratórios envolvidos, sendo concebido com base nas normas ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528. Os objetivos deste programa são:

*This Protocol presents the activities to be carried out to evaluate the performance of the laboratories involved, being designed based on the ABNT NBR ISO/IEC 17043 and ISO 13528 standards. The objectives of this program are:*

- ✓ determinar o desempenho individual dos participantes para os ensaios propostos;
- ✓ dar suporte para o processo de validação do método;
- ✓ identificar diferenças interlaboratoriais;
- ✓ agregar valor ao controle da qualidade dos participantes;
- ✓ fornecer confiança adicional aos clientes dos participantes;
- ✓ atender requisitos de acreditação da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025.

- ✓ *determine the individual performance of participants for the proposed tests;*
- ✓ *provide support for the method validation process;*
- ✓ *identify interlaboratory differences;*
- ✓ *add value to the quality control of participants;*
- ✓ *provide additional confidence to participants' customers;*
- ✓ *meet the accreditation requirements of the ISO/IEC 17025 standard.*

## Amostras, Ensaio e Métodos

*Samples, Tests  
and Methods*

Este programa de ensaio de proficiência inclui a análise das amostras descritas na Tabela 01. O laboratório participante pode optar por receber a amostra física de leite em pó e/ou de óleo mineral e/ou de etanol.

*This proficiency testing program includes the analysis of the samples described in Table 01. The participating laboratory may choose to receive the physical sample of powder milk and/or mineral oil and/or ethanol.*

A inscrição deverá considerar a opção desejada de amostra para análise.  
*Registration must consider the desired sample option for analysis.*

Tabela 1 – Ensaios de composição isotópica propostos no ensaio de proficiência  
 Table 1 – Tests of isotope composition proposed in the proficiency test

Amostras Samples	Qtd Amount	Descrição do Ensaio Test description	Técnica Technique
Leite em pó Powder milk	0,1 g	Análise de carbono e nitrogênio Carbon and nitrogen analysis Na amostra sólida e/ou diluída In solid and/or diluted sample	Espectrômetro de Massas de Razão Isotópica (IRMS) acoplado com Analisador Elementar (EA) ou GasBench ou equivalente Isotope Ratio Mass Spectrometer (IRMS) coupled to Elemental Analyzer (EA) or equivalent
Óleo mineral Mineral oil	2 mL	Análise de carbono e hidrogênio Carbon and hydrogen analysis	
Etanol Ethanol	2 mL	Análise de carbono, oxigênio e hidrogênio Carbon, oxygen and hydrogen analysis	

### Referências para realização dos ensaios:

References for carrying out the tests:

- ✓ Dunn P. J. H. and J. F. Carter, eds. 2018. Good practice guide for isotope ratio mass spectrometry, 2nd Edition.
- ✓ OIV. Compendium of International Methods of Analysis – Ethanol. Method OIV-MA-AS312-06:R2009.

### Coordenação Coordination

A Coordenação deste programa será conduzida pelo IPR da PUCRS, sendo realizada pela área da qualidade do Instituto.

*The coordination of this program will be led by IPR-PUCRS and will be carried out by the Institute's quality department.*

Os profissionais descritos abaixo participam da organização e/ou operação desta atividade.

*The professionals described below participate in the organization and/or operation of this activity.*

Tabela 2 – Profissionais envolvidos no projeto  
 Table 2 – Professionals involved in the project

Nome/ Name	Formação/ Graduation	E-mail
Anderson Maraschin*	Geólogo Geologist	<a href="mailto:anderson.maraschin@pucrs.br">anderson.maraschin@pucrs.br</a>
Filipe Albano	Engenheiro Engineer	<a href="mailto:filipe.albano@pucrs.br">filipe.albano@pucrs.br</a>
Gustavo Barp	Biotecnologista Biotechnologist	<a href="mailto:gustavo.barp@pucrs.br">gustavo.barp@pucrs.br</a>
Juliana Kich	Química Chemical	<a href="mailto:juliana.kich@pucrs.br">juliana.kich@pucrs.br</a>
Naira Poerner Rodrigues	Química Industrial de Alimentos Food Industrial Chemistry	<a href="mailto:naira.rodrigues@pucrs.br">naira.rodrigues@pucrs.br</a>
Paulo Gustavo Celso**	Químico Chemistry	<a href="mailto:paulo.celso@agro.gov.br">paulo.celso@agro.gov.br</a>
Samanta Zynich	Bióloga Biologist	<a href="mailto:samanta.zynich@pucrs.br">samanta.zynich@pucrs.br</a>
Susiane Leonardelli***	Eng. de Alimentos Food Engineer	<a href="mailto:susiane-leonardelli@agricultura.rs.gov.br">susiane-leonardelli@agricultura.rs.gov.br</a>

\* Coordinator of the IPR Isotopes and Geochronology Laboratory

\*\* LFDA-RS/MAPA

\*\*\* LAREN/SEAPI

## Participantes

### *Participants*

O programa está aberto para todas as universidades, institutos, certificadoras, laboratórios, empresas e/ou profissionais que desejem participar e avaliar tecnicamente a sua aptidão na execução de análises de isótopos.

*The program is open to all universities, institutes, certifiers, laboratories, companies and/or professionals who wish to participate and technically assess their ability to perform isotope analyses.*

## Relatórios e certificado

### *Reports and certificate*

Será elaborado pela equipe um Relatório da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

*A Proficiency Test round report will be prepared by the team, containing information such as:*

- ✓ identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
  - ✓ participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
  - ✓ avaliação de desempenho dos participantes;
  - ✓ comentários sobre o desempenho dos participantes.
- 
- ✓ *clear identification of test items, including sample preparation details;*
  - ✓ *participants identified only by codes and their results;*
  - ✓ *evaluation of participants' performance;*
  - ✓ *comments on participants' performance.*

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa. Ao final o participante pode solicitar um certificado de proficiência.

*This Report will be sent by email to all Program participants. At the end, the participant will be able to request a certificate of proficiency.*

## Avaliação de Desempenho e teste de homogeneidade

### *Performance Assessment and homogeneity test*

A avaliação de desempenho será conduzida com procedimentos estatísticos do provedor, embasados na norma ISO 13528, que podem incluir uma ou mais técnicas citadas a seguir:

*The performance assessment will be conducted using the provider's statistical procedures, based on the ISO 13528 standard, which may include one or more techniques mentioned:*

- ✓ Erro Normalizado;
- ✓ Z-score;
- ✓ Estimativa de D%;
- ✓ Análise do CV%;
- ✓ Uso de Testes estatísticos como: ANOVA, Teste-t, Kruska-Wallis, entre outros.

- ✓ Normalized Error;
- ✓ Z-score;
- ✓ D% estimate;
- ✓ CV% analysis;
- ✓ Use of statistical tests such as ANOVA, t-test, Kruska-Wallis, among others.

A definição sobre qual procedimento será usado, dentre os citados acima, refere-se à natureza dos dados recebidos e o número de participantes (n) de cada Programa de Ensaio de Proficiência (PEP).

*The definition of which procedure will be used, among those mentioned above, refers to the nature of the data received and the number of participants (n) of each Proficiency Testing (PT) Programme.*

No final da avaliação de desempenho os resultados dos laboratórios serão classificados como: Satisfatórios, Questionáveis ou Insatisfatórios.

*At the end of the performance evaluation, laboratory results will be classified as: Satisfactory, Questionable or Unsatisfactory.*

O IPR executa uma análise estatística com relação à homogeneidade, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Não serão realizados testes de estabilidade, pois tecnicamente as amostras deste PEP não degradam suas propriedades ao longo do tempo.

*The IPR performs a statistical analysis regarding homogeneity, aiming to verify whether the variability arising from the possible lack of homogeneity of the samples is not significant compared to the total variability of the tests. Stability tests will not be carried out, as technically samples of this PT do not degrade their properties over time.*

## Envio de Resultados

*Sending Results*

Os resultados devem ser entregues através de um formulário eletrônico disponibilizado pelo IPR, considerando as datas do cronograma deste projeto.

*The results must be delivered through an electronic form made available by IPR, considering the dates of this project's schedule.*

## Apelações, Reclamações e Falsificações.

*Appeals, Complaints and Forgery.*

Apelações e/ou reclamações devem ser direcionadas para área da qualidade do IPR, caso sejam pertinentes. As reclamações serão analisadas criticamente e será fornecido um retorno formal sobre o pleito realizado, bem como uma ação corretiva, quando necessário.

*Appeals and/or complaints must be directed to the IPR quality area, if relevant. Complaints will be critically analyzed and formal feedback will be provided on the claim made, as well as corrective action, when necessary.*

## Inscrições:

*Registrations:*

Para se inscrever neste programa, recebendo as amostras no seu laboratório/empresa, o investimento está descrito abaixo (incluindo a logística):

To enroll in this program, receiving the samples in your laboratory/company, the investment is described below (including logistics):

1. Apenas amostra de leite em pó: R\$ 700 reais
2. Apenas amostra de óleo mineral: R\$ 700 reais
3. Apenas amostra de etanol: R\$ 700 reais
4. **Combo** para duas amostras: R\$ 1.200 reais
5. **Combo** para três amostras: R\$ 1.800 reais

1. Powder milk sample only: R\$ 700 reais
2. Mineral oil sample only: R\$ 700 reais
3. Ethanol sample only: R\$ 700 reais
4. Combo for two samples: R\$ 1,200 reais
5. Combo for three samples: R\$ 1,800 reais

A ficha de inscrições eletrônica deve ser preenchida para inscrição formal no programa.

*The electronic registration form must be completed to formally enroll in the program.*

Ficha de inscrição / Application form:

[https://pucrs.qualtrics.com/jfe/form/SV\\_3ITKT6CdtfPWI1E](https://pucrs.qualtrics.com/jfe/form/SV_3ITKT6CdtfPWI1E)

As formas de pagamento são via depósito ou boleto. A inscrição é confirmada após pagamento ser realizado.

*Payment methods are via deposit or bank slip. Registration is confirmed after payment is made.*

As amostras não podem ser submetidas a nenhum tipo de processo que possa causar qualquer tipo de deterioração antes da realização dos ensaios.

*Samples cannot be subjected to any type of process that could cause any type of deterioration before carrying out the tests.*

## Cronograma

### Timeline

Inscrições no programa: Até 30 de maio de 2024.

*Registration for the program: Until 30<sup>th</sup>, May, 2024.*

Envio das amostras e ensaios: de 15 a 30 de junho de 2024 (pode ser um prazo menor em função do volume de laboratórios inscritos\*).

*Sending of samples and tests: from 15<sup>th</sup>, Jun, 2024 to 30<sup>th</sup>, Jun, 2024 (may be a shorter period depending on the volume of registered laboratories\*).*

Envio dos dados para análise: até 30 de junho de 2024

*Submission of data for analysis: Until 30<sup>th</sup>, Jun, 2024.*

Publicação do relatório com o desempenho dos participantes: 15 de agosto de 2024.

*Publication of the report with the performance of the participants: Until 15<sup>th</sup>, Ago, 2024.*

Certificado de desempenho (opcional, entregue se solicitado): 15 de setembro de 2024.

*Performance certificate (optional, delivered if requested): Until 15<sup>th</sup>, Set, 2024.*

## Referências

### *References*

ABNT ISO/IEC 17043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência. 2011.

ISO/IEC 17043 - Conformity assessment — General requirements for the competence of proficiency testing providers. 2023.

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2017.

ISO/IEC 17025 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. 2017

ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2022.