

Relatório Final da Comparação Interlaboratorial em Biodiesel



Inmetro
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

PEP-Inmetro

Programa de Ensaios de Proficiência do Inmetro

**COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL EM BIODIESEL
DETERMINAÇÃO DO VALOR DE PROPRIEDADE E DA INCERTEZA DE
CARACTERIZAÇÃO DOS PARÂMETROS: ÍNDICE DE ACIDEZ, MASSA
ESPECÍFICA E TEOR DE ÁGUA EM CANDIDATO A MATERIAL DE REFERÊNCIA
CERTIFICADO (MRC)**

Período de inscrição: 04/04/13 a 09/04/13

RELATÓRIO FINAL N°005/14

ORGANIZAÇÃO PROMOTORA DA COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL



Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro

Diretoria de Metrologia, Científica e Industrial - Dimci

Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias

RJ – Brasil – CEP: 25250-020

E-mail para contato: pep-inmetro@inmetro.gov.br

COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO

Adelcio Rena Lemos (Inmetro/Dimci/Dicep)

Janaína Marques Rodrigues (Inmetro/Dimci/Dquim)

Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci/Dicep) – Coordenador PEP-Inmetro

Valnei Smarçaro da Cunha (Inmetro/Dimci/Dquim)

Viviane Silva de Oliveira Correa (Inmetro/Dimci/Dicep)

COMITÊ TÉCNICO

Dalni Malta do Espírito Santo Filho (Inmetro/Dimec/Laflu)

Eliane Cristina Pires do Rego (Inmetro/Dquim/Labor)

Fabiano Barbieri Gonzaga (Inmetro/Dquim/Label)

Gabriel Fonseca Sarmanho (Inmetro/Dimci/Dquim)

Janaína Marques Rodrigues (Inmetro/Dimci/Dquim)

Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

Luiz Henrique da Conceição Leal (Inmetro/Dplan/Dgcor)

Paulo Roque Martins Silva (Inmetro/Dquim/Lamoc)

Werickson F. de Carvalho Rocha (Inmetro/Dimci/Dquim)

SUMÁRIO

1. Introdução.....	2
2. Preparação dos Itens de Comparação.....	3
2.1 Caracterização do Item de Comparação.....	3
3. Análise Estatística dos Resultados	6
4. Conclusões.....	14
5. Participantes.....	15
6. Referências Bibliográficas.....	13
7. Histórico de Revisão	13

1. Introdução

As comparações interlaboratoriais (CI) são amplamente utilizadas para vários propósitos e seu uso tem aumentado significativamente em nível internacional. Dentre as aplicações das CI destaca-se a atribuição de valores a materiais de referência e avaliação de sua adequação para uso em ensaios ou procedimentos de medição específicos [1].

Por definição, Material de Referência (MR) é um material suficientemente homogêneo e estável com respeito a uma ou mais propriedades especificadas, que foi estabelecido como sendo adequado para o seu uso pretendido em um processo de medição [2].

Já um Material de Referência Certificado (MRC) é um material de referência, caracterizado por um procedimento metrologicamente válido para uma ou mais propriedades especificadas, acompanhado de um certificado que fornece o valor de propriedade especificada, sua incerteza associada e uma declaração de rastreabilidade metrológica [2].

A utilização de MRC nos processos de calibração e ensaio é uma exigência da norma NBR ISO/IEC 17025 [3], uma vez que estes materiais são ferramentas essenciais para o controle da qualidade dos processos de medição, pois conferem rastreabilidade e confiabilidade ao resultado.

A certificação de um material de referência é realizada conforme os requisitos dos Guias ISO da série 30, em especial os ISO Guias 30, 31, 34 e 35 [2-6]. O ISO Guia 34 [5] estabelece que o processo de certificação de um Material de Referência (MR) requer um estudo criterioso de todas as fontes de incerteza que impactam na validade dos valores certificados. De uma forma geral, estas fontes são oriundas das etapas envolvidas na certificação do material, ou seja, a caracterização, o estudo de homogeneidade, o estudo de estabilidade inerente ao transporte (estabilidade de curta duração) e o estudo de estabilidade inerente ao armazenamento (estabilidade de longa duração).

O ISO Guia 34 [5] também estabelece que o produtor deva utilizar e documentar procedimentos tecnicamente válidos na caracterização de materiais de referência. Dentre estes procedimentos está o uso de um ou mais métodos com exatidão demonstrável através de uma comparação interlaboratorial.

Com base no exposto acima, esta Comparação Interlaboratorial teve como objetivo específico caracterizar quanto aos parâmetros índice de acidez, massa específica e teor de água o candidato a Material de Referência Certificado (MRC) na matriz biodiesel, estimando o valor de cada propriedade e a respectiva incerteza da caracterização.

2. Preparação dos Itens de Comparação

O material utilizado para a preparação do candidato a Material de Referência Certificado (MRC) foi preparado a partir de biodiesel de soja 100%, fornecido pela usina Bioverde, lote 10R/T129.17L-10. O material foi então envasado sob atmosfera de argônio em ampolas âmbar de 10 mL cada. Foram produzidos 3000 frascos do candidato a MRC.

Esta comparação foi coordenada pelo Inmetro, através da Divisão de Comparações Interlaboratoriais e Ensaio de Proficiência – Dicep (Protocolo de comparação nº 001/2013). Foram enviadas para cada participante do processo de certificação 5 (cinco) ampolas para cada parâmetro a ser analisado, como também material controle na matriz biodiesel, acondicionado em ampola de 10 mL, sendo: 1 (uma) ampola para o parâmetro massa específica, 1 (uma) ampola para o parâmetro teor de água e 2 (duas) ampolas para o parâmetro índice de acidez. As ampolas foram devidamente identificadas, contendo no rótulo o nome da comparação interlaboratorial, a identificação numérica de cada ampola e o parâmetro a ser analisado.

Cada participante recebeu 1 (uma) caixa de isopor, devidamente lacrada e identificada, contendo o número de ampolas em embalagens do tipo berço descritas anteriormente. A caixa foi preenchida com material adequado (gelox) para manter a integridade física do item de comparação durante o transporte aos participantes.

No ato do recebimento dos itens de comparação, cada participante realizou uma inspeção para verificar se houve algum dano que poderia invalidar as medições. O resultado da inspeção foi registrado no formulário de recebimento de item de comparação e neste mesmo formulário deveria ser informado qual era a temperatura interna da caixa de isopor que acondicionava os itens de comparação no ato do recebimento dos mesmos.

Os participantes foram orientados, após o recebimento, armazenar os frascos e protegê-los da luz, na faixa de temperatura entre 2 e 6 °C.

2.1 Caracterização do Item de Comparação

A caracterização de um material de referência (MR) é a determinação de um ou mais valores de propriedades químicas, físicas, biológicas ou tecnológicas relevantes ao uso pretendido [2]. A forma de caracterização escolhida para este material foi a realização de medições envolvendo uma rede de laboratórios, ou seja, uma comparação interlaboratorial. Nesta comparação cada laboratório utilizou um método de medição de sua rotina.

Participaram desta comparação interlaboratorial 20 (vinte) laboratórios.

Os laboratórios conduziram os testes seguindo os métodos relacionados na Tabela 1.

Tabela 1 - Métodos utilizados pelos diferentes laboratórios participantes da etapa de caracterização do material de referência.

PARÂMETROS	Teor de Água (g água/100 g amostra)	Índice de Acidez (mg de KOH/g)	Massa Específica (g/cm ³)
MÉTODOS	ASTM D6304 Coulométrico	ABNT NBR 14448 ASTM D664 EN 14104	ABNT NBR 14065 ASTM D4052 Densímetro Digital

Os laboratórios preencheram um formulário com os resultados encontrados bem como as condições de análise e enviaram para a coordenação da comparação interlaboratorial.

As Tabelas 2, 3 e 4 mostram os resultados obtidos pelos laboratórios participantes, bem como os resultados das análises do material controle para cada um dos parâmetros. Os valores em vermelho nestas tabelas correspondem a valores eliminados da análise dos resultados.

Para o parâmetro teor de água, 18 (dezoito) dos 20 (vinte) laboratórios participantes enviaram os resultados de análise. 19 (Dezenove) laboratórios enviaram os resultados de análise para o parâmetro índice de acidez, enquanto que para massa específica todos os laboratórios participantes enviaram os resultados.

Tabela 2 - Resultados para o parâmetro teor de água (g água/100 g amostra).

Laboratórios	Resultados da análise da amostra da CI					Resultados da análise do material controle	
TA01	0,067	0,065	0,067	0,07	0,07	0,018	0,019
TA10	0,065	0,067	0,065	0,067	0,068	0,021	0,02
TA12	0,065	0,068	0,069	0,065	0,068	0,017	0,018
TA16	0,0746	0,0724	0,0723	0,0718	0,0704	0,0241	0,0255
TA17	0,0637	0,0653	0,0691	0,0683	0,0683	0,0201	0,021
TA22	0,066	0,064	0,067	0,068	0,068	0,025	0,024
TA31	0,069	0,067	0,073	0,069	0,072	0,016	0,018
TA35	0,069	0,067	0,069	0,067	0,067	0,022	0,025
TA37	18,5	75	67,9	70,4	67,4	68,1	-
TA38	0,069	0,068	0,07	0,07	0,07	0,019	0,019
TA39	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,001	0,001
TA45	0,066	0,067	0,067	0,068	0,066	0,02	0,02
TA46	0,066	0,063	0,066	0,067	0,065	0,027	0,027
TA47	690	680	728	676	683	559	690
TA48	0,067	0,07	0,073	0,074	0,082	0,024	0,032
TA51	0,0685	0,0652	0,0648	0,0658	0,0649	0,0172	0,0173
TA54	0,068	0,065	0,067	0,065	0,065	0,018	0,019
TA56	0,066	0,075	0,067	0,071	0,068	0,017	0,017

Tabela 3 - Resultados para o parâmetro índice de acidez (mg de KOH/g).

Laboratórios	Resultados da análise da amostra da CI					Resultados da análise do material controle	
IA02	0,23	-0,067	-0,068	0,257	-0,045	0,244	0,247
IA06	0,276	0,27	0,269	0,289	0,271	0,192	0,179
IA11	0,34	0,31	0,39	0,32	0,3	0,21	0,31
IA20	0,251	0,324	0,21	0,218	0,3	0,217	0,218
IA23	0,288	0,315	0,298	0,251	0,294	0,256	-
IA24	0,39	0,356	0,362	0,37	0,369	0,233	0,226
IA26	0,231	0,205	0,236	0,2	0,206	0,117	0,127
IA27	0,24	0,24	0,31	0,26	0,24	0,16	0,16
IA32	0,241	0,248	0,287	0,223	0,235	0,126	0,139
IA33	0,362	0,354	0,366	0,352	0,343	0,249	0,26
IA34	0,337	0,319	0,316	0,327	0,311	0,224	0,221
IA36	0,262	0,267	-	-	-	-	-
IA40	0,379	0,351	0,348	0,342	0,335	0,168	0,157
IA41	0,063	0,117	0,077	0,036	0,079	0,422	0,42
IA42	0,21	0,21	0,16	0,199	0,148	0,099	0,118
IA44	0,359	0,382	0,338	0,334	0,338	0,286	0,275
IA49	0,334	0,315	0,319	0,332	0,326	0,209	0,197
IA50	0,301	0,274	0,277	0,293	0,294	0,338	0,327
IA53	0,18	0,18	0,28	0,3	0,31	0,3	0,34

Tabela 4 - Resultados para o parâmetro massa específica (g/cm³).

Laboratórios	Resultados da análise da amostra da CI					Resultados da análise do material controle	
ME03	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME04	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME05	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,88	0,88
ME07	0,8813	0,8813	0,8813	0,8814	0,8814	0,8812	0,8812
ME08	0,88114	0,88143	0,8814	0,8814	0,88143	0,88131	0,88131
ME09	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME13	0,881	0,882	0,882	0,882	0,882	0,881	0,881
ME14	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME15	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME18	0,882	0,882	0,882	0,882	0,881	0,881	0,881
ME19	0,8814	0,8814	0,8814	0,8814	0,8814	0,8813	0,8813
ME21	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME25	0,882	0,882	0,882	0,882	0,882	0,881	0,881
ME28	0,883	0,883	0,883	0,883	0,883	0,882	0,882
ME29	881,4	881,5	881,5	881,5	881,5	881,4	881,4
ME30	0,8814	0,8814	0,8814	0,8814	0,8814	0,8813	0,8813
ME43	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME52	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME55	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881
ME57	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881	0,881

3. Análise Estatística dos Resultados

Para a análise dos dados enviados pelos participantes da CI, primeiramente, foi analisado se o laboratório seguiu as recomendações do protocolo do EP. Dessa forma, foram retirados da análise estatística os resultados dos laboratórios que incidiram em um dos critérios informados abaixo:

- Não apresentaram todas às cinco réplicas;
- Digitaram os dados errados na planilha para qualquer que seja o parâmetro analisado;
- Resultados que não condizem com o resultado dos demais laboratórios, ou seja, valores mais de dez vezes maiores ou menores que os demais;
- Resultados que apresentaram valores negativos para qualquer que seja o parâmetro.

Nessa primeira avaliação dos dados foi possível excluir 3 (três) laboratórios no parâmetro teor de água, a saber: TA37, TA39 e TA47; 2 (dois) laboratórios para o índice de acidez, IA02 e IA36; e 1 (um) laboratório para a massa específica, que foi o laboratório ME29. Após isso, realizou-se uma visualização dos resultados dos laboratórios através dos gráficos boxplot (gráfico de caixa). O boxplot é formado pelo primeiro (Q_1) e terceiro (Q_3) quartil e pela mediana [7-9]. As hastes inferiores e superiores se estendem, respectivamente, do quartil inferior até o menor valor não inferior ao limite inferior e do quartil superior até o maior valor não superior ao limite superior. Os limites foram calculados de acordo com as equações 1 e 2:

$$\text{Limite inferior} = Q_1 - 1,5 (Q_3 - Q_1) \quad (1)$$

$$\text{Limite superior} = Q_3 + 1,5 (Q_3 - Q_1) \quad (2)$$

As Figuras 1, 2 e 3 apresentam, respectivamente, os gráficos boxplot para os parâmetros teor de água, índice de acidez e massa específica.

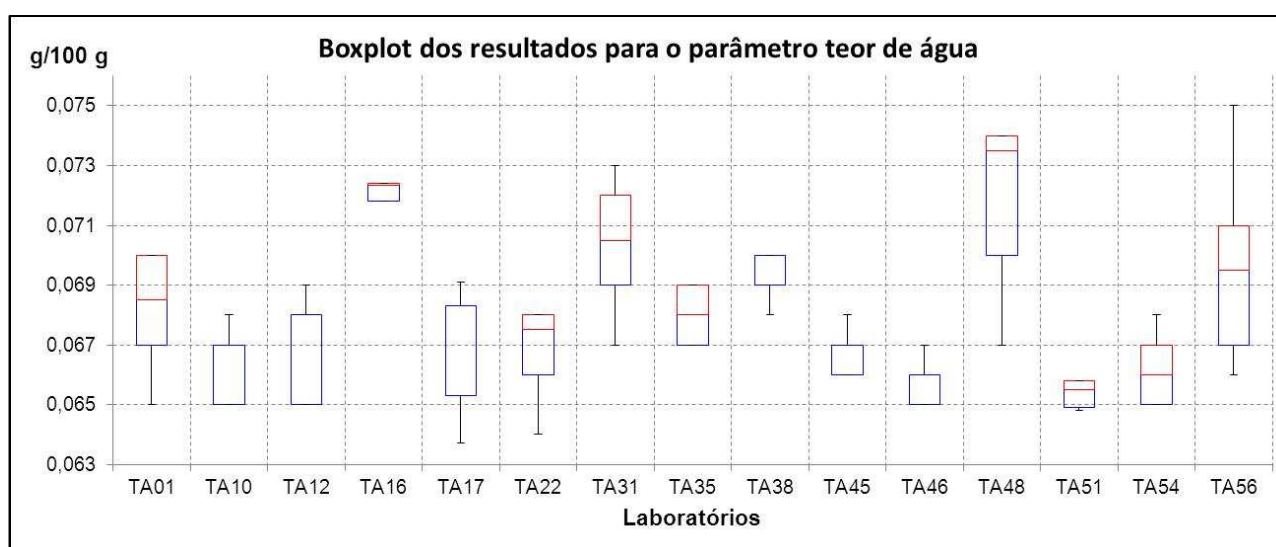


Figura 1 - Gráfico boxplot dos resultados dos laboratórios para o parâmetro teor de água.

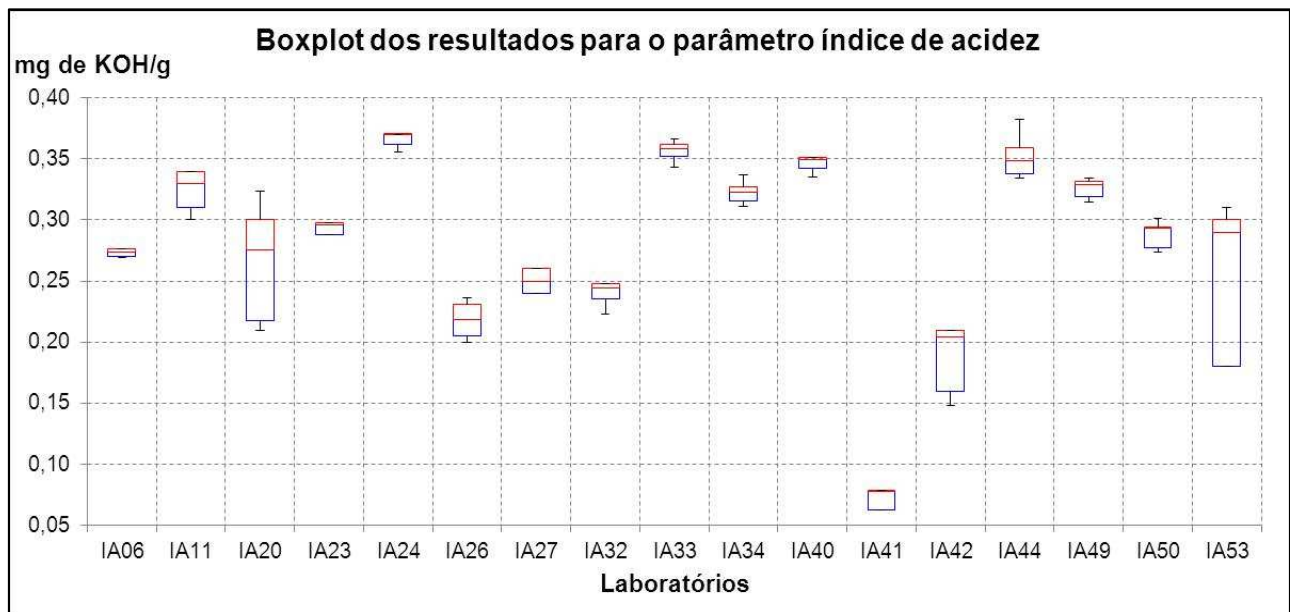


Figura 2 - Gráfico boxplot dos resultados dos laboratórios para o parâmetro índice de acidez.

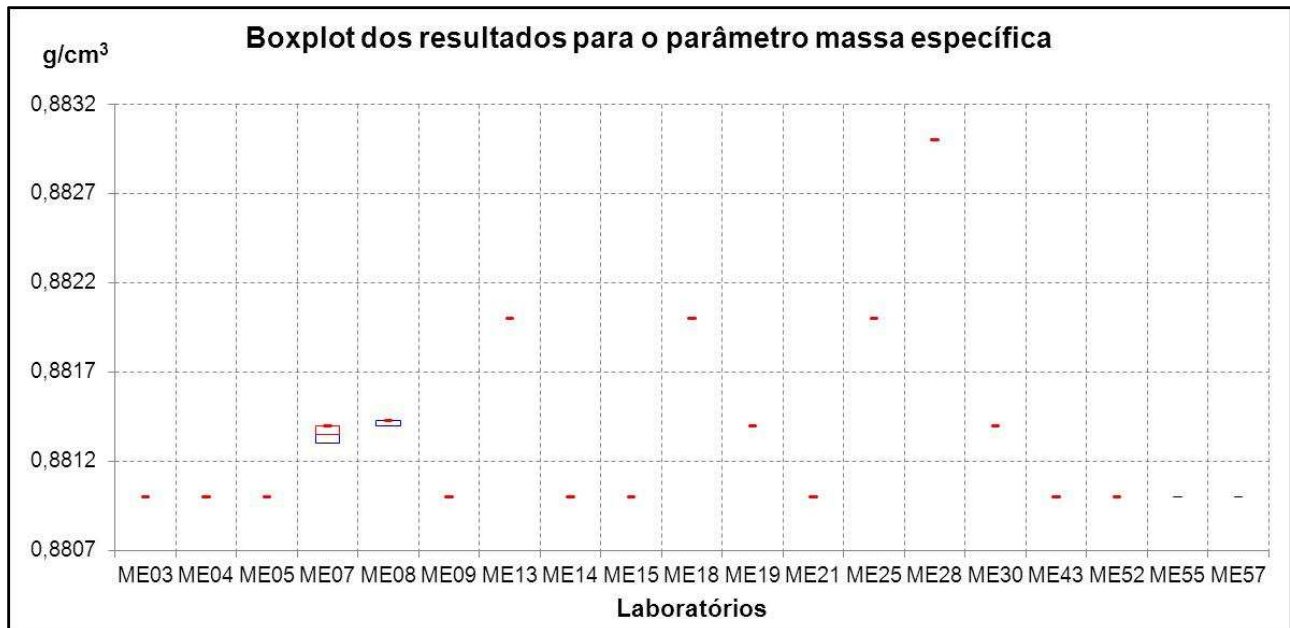


Figura 3 - Gráfico boxplot dos resultados dos laboratórios para o parâmetro massa específica.

Após a exclusão, considerando os critérios acima citados, utilizou-se o teste de Grubbs [10] para eliminação de algum dos valores considerados discrepantes dentro do laboratório para todos os parâmetros estudados. Os valores extremos podem ser considerados como manifestações da variabilidade aleatória inerente aos dados, ou apenas um erro no cálculo durante o recolhimento dos dados e até mesmo uma anotação precipitada pelo operador. Logo, como sendo valores extremos em todo o conjunto de dados estudados, foram identificados os valores 0,0685 g/100g obtido pelo laboratório TA51 para o parâmetro teor de água e 0,88114 g/cm³ obtido pelo laboratório ME08 para o parâmetro massa específica. Estes valores não excluíram os respectivos laboratórios da análise estatística, mas somente os valores extremos encontrados.

A exatidão da metodologia de ensaio utilizada pelos laboratórios participantes desta CI foi avaliada através dos resultados obtidos por estes na análise do material controle SRM NIST 2772. É importante ressaltar, que os laboratórios não sabiam que o material controle era o MRC SRM NIST 2772, tendo recebido somente a informação de que o material enviado era um material controle.

Os valores que constam no certificado do MRC SRM NIST 2772 são os seguintes:

Teor de água: $(0,018 \pm 0,002)$ g/100 g

Massa específica: $(0,88132 \pm 0,00006)$ g/cm³

Índice de acidez: $(0,173 \pm 0,007)$ mg/g

O valor de propriedade para o parâmetro índice de acidez consta como valor de referência no certificado do SRM NIST 2772, enquanto os demais são valores certificados.

As Figuras 4 e 5 apresentam os resultados das análises do material controle pelos laboratórios participantes da CI. A linha contínua representa o valor certificado (teor de água) ou de referência (índice de acidez), enquanto que a linha pontilhada é a incerteza do respectivo valor.

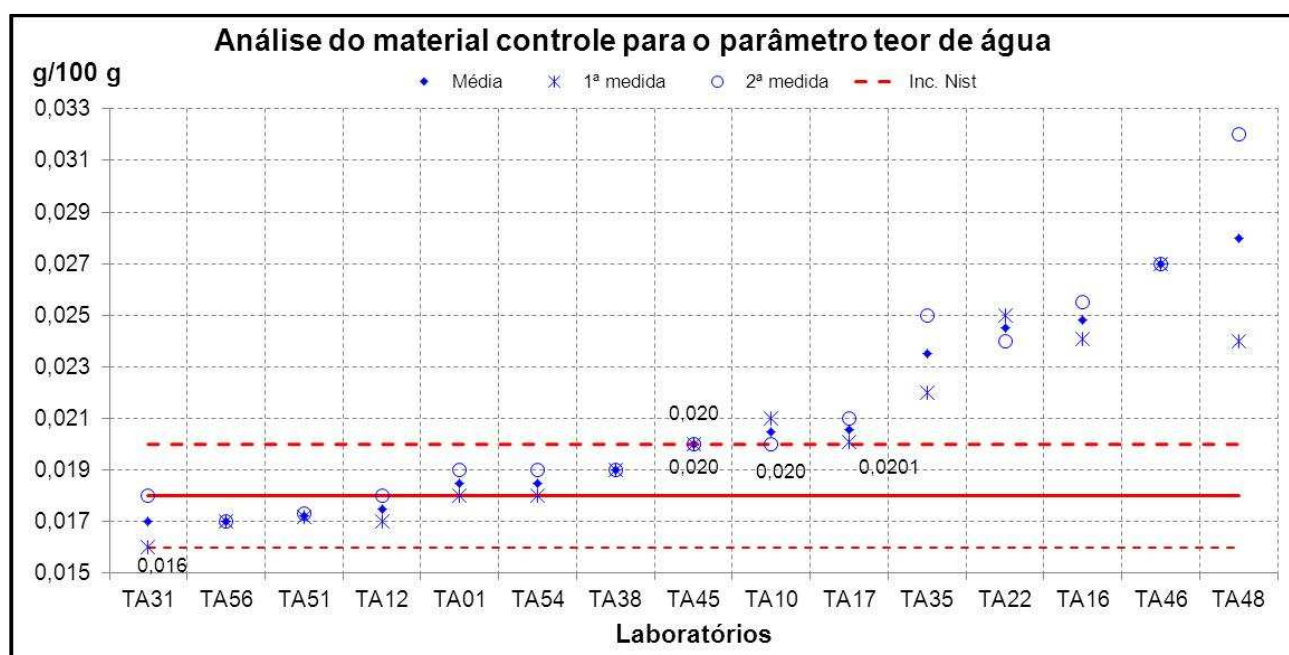


Figura 4 - Resultado da análise do material controle para o parâmetro teor de água.

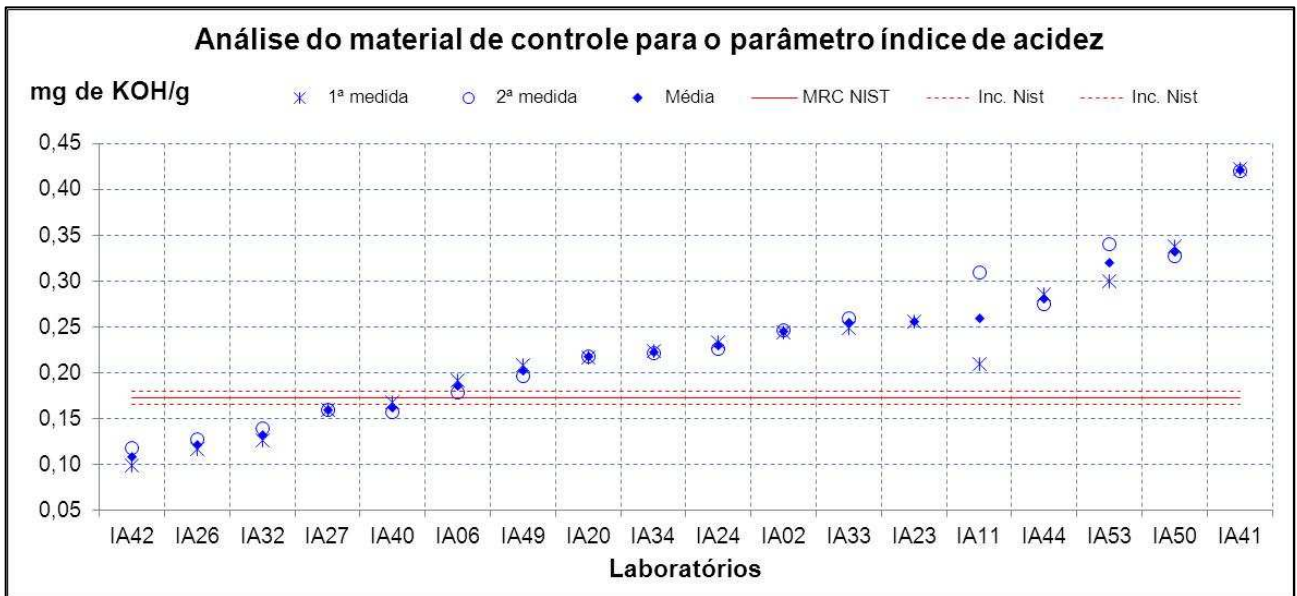


Figura 5 - Resultado da análise do material controle para o parâmetro índice de acidez.

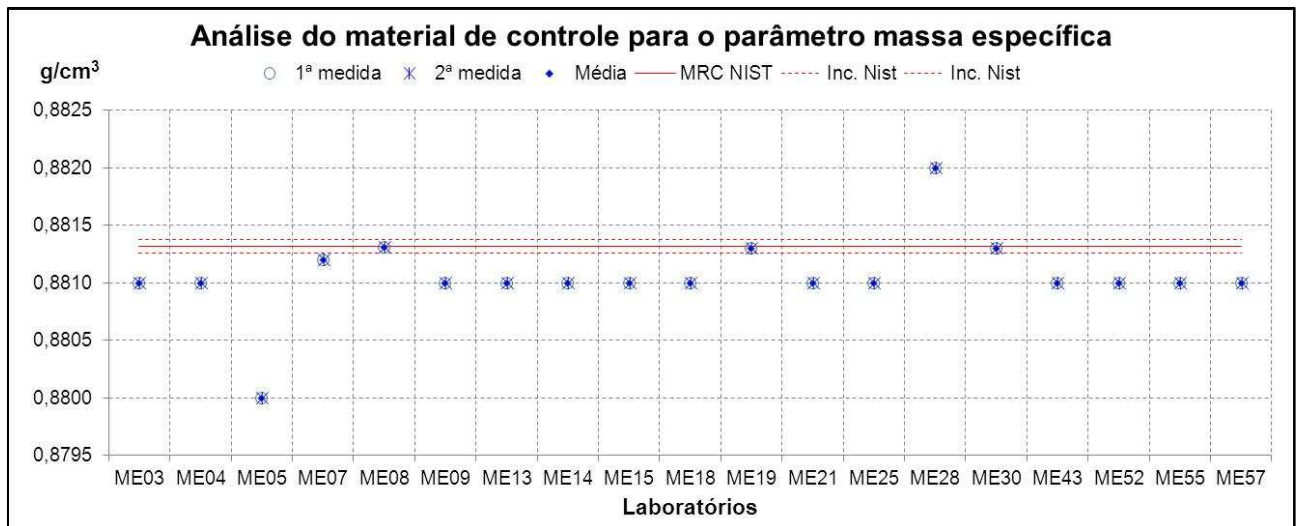


Figura 6 - Resultado da análise do material controle para o parâmetro massa específica.

Para os parâmetros teor de água e índice de acidez, a avaliação da exatidão foi feita considerando se a média do resultado reportado pelo laboratório estava contemplada no resultado do material de referência considerando a sua faixa de incerteza. Sendo assim, para o parâmetro índice de acidez nenhum laboratório apresentou um resultado médio dentro da faixa do material de referência, não sendo possível, portanto estabelecer um valor para esta propriedade no candidato a material de referência.

Para o parâmetro teor de água os resultados dos seguintes laboratórios foram considerados aptos para serem utilizados no cálculo do valor da propriedade do material de referência: TA01, TA12, TA31, TA38, TA45, TA51, TA54 e TA56.

Para o parâmetro massa específica, o número de casa decimais do valor de propriedade no material de referência certificado é superior (05 casas decimais) ao número de casas decimais requisitado aos participantes da CI (03 casas decimais), o que inviabiliza uma avaliação justa da capacidade de medição do laboratório. Sendo assim, a Figura 6 apresenta que somente três laboratórios (ME08, ME19 e ME30) apresentaram resultados de medição dentro da faixa do material de referência certificado, porém estes laboratórios reportaram resultados com quatro ou cinco casas decimais. Os demais laboratórios reportaram a exceção dos laboratórios ME05 e ME28, o valor de 0,881 g/cm³.

Uma vez que foi requisitado aos laboratórios participantes reportarem seus resultados com 03 casas decimais, de forma a atender aos limites estabelecidos pela ANP (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis) para o parâmetro massa específica em biodiesel, os seguintes laboratórios foram considerados aptos para serem utilizados no cálculo do valor da propriedade do material de referência: ME03, ME04, ME07, ME08, ME09, ME13, ME14, ME15, ME18, ME19, ME21, ME25, ME30, ME43, ME52, ME55 E ME57.

Após a definição dos laboratórios cujos resultados foram considerados válidos para serem utilizados no cálculo dos valores de propriedade do candidato a MRC objeto desta comparação, a próxima etapa foi calcular o valor de propriedade para cada parâmetro e a respectiva incerteza.

O valor de propriedade de cada parâmetro foi calculado conforme a equação 3.

$$\bar{Y} = \frac{1}{p} \sum_1^p Y_i \quad (3)$$

Onde:

\bar{Y} : média global obtida dos participantes, após a avaliação estatística.

Y_i : média do i-ésimo participante, após a avaliação estatística.

p : número de laboratórios utilizados no cálculo do valor de propriedade.

A contribuição de incerteza inerente à caracterização do material foi calculada com base no desvio padrão (s) associado à média global, conforme apresenta a equação 4:

$$u_{car} = \frac{s}{\sqrt{p}} \quad (4)$$

Onde, u_{car} é a contribuição de incerteza inerente à caracterização.

O desvio padrão (s) foi calculado conforme a Equação 5:

$$s^2 = \frac{1}{p-1} \sum_1^p (Y_i - \bar{Y})^2 \quad (5)$$

A Tabela 5 apresenta o valor de propriedade com sua respectiva incerteza padrão (u_{car}) para os parâmetros teor de água e massa específica.

Tabela 5 - Valores de propriedade e contribuição da incerteza inerente à caracterização do candidato a MRC na matriz biodiesel.

Parâmetro (unidade)	Valor de propriedade	Contribuição da incerteza inerente à caracterização (u_{car})
Teor de água (g água/100 g amostra)	0,068	0,00056
Massa específica (g/cm ³)	0,881	0,00006

É importante ressaltar que a incerteza padrão (u_{car}) apresentada na Tabela 5 é uma incerteza não expandida e que a incerteza padrão combinada de um material de referência é a combinação das contribuições das seguintes fontes de incerteza: incerteza inerente à caracterização do material, incerteza inerente à heterogeneidade da amostra, incerteza inerente à estabilidade do material sob condições de transporte e incerteza inerente à estabilidade do material sob condições de armazenamento. Sendo assim, a incerteza padrão (u_{car}) reflete, para cada parâmetro, somente a contribuição da etapa de caracterização do material, a qual, para efeito de concordância com os valores informados pelos laboratórios, está apresentada exatamente da forma como foi obtida nos cálculos, não estando, portanto arredonda para ser associada ao valor de propriedade.

4. Conclusões

Esta comparação interlaboratorial atingiu o seu propósito de estabelecer valores de propriedade para o candidato a material de referência certificado de biodiesel somente para os parâmetros teor de água e massa específica, uma vez que para o parâmetro índice de acidez, nenhum laboratório atendeu ao critério exatidão na análise do material controle. Contudo, é importante ressaltar que a avaliação feita foi uma avaliação rigorosa, que não contemplou a incerteza de medição destes laboratórios.

O uso do material controle foi essencial para a escolha criteriosa e em conformidade com o ABNT ISO Guia 34 dos laboratórios cujos valores foram utilizados no estabelecimento dos valores de propriedade. O fato de o material controle ser um MRC possibilitou que esta análise fosse feita com o rigor metrológico necessário.

Apesar do propósito desta comparação não ser a avaliação da proficiência dos laboratórios, cabe a cada laboratório participante realizar uma análise crítica de seu desempenho face os critérios e a análise estatística utilizada. É importante ressaltar que, conforme relatado, alguns resultados

reportados, e que não foram considerados, compreendiam valores dez vezes maiores que os demais e ainda um laboratório apresentou valores negativos para o parâmetro índice de acidez.

Para os parâmetros teor de água e massa específica, 56 e 85 % dos laboratórios, respectivamente, atenderam a todos os critérios e puderam ser considerados na atribuição do valor de propriedade do candidato a MRC.

A caracterização de um material candidato a MRC é somente uma etapa na certificação do material. Após esta etapa ainda é preciso definir a estabilidade dos parâmetros em estudo e, o material somente poderá ser certificado no parâmetro que se apresentar estável durante a validade do MRC.

5. Participantes

A lista dos laboratórios que participaram da comparação interlaboratorial utilizada para a etapa de caracterização deste candidato à MRC estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6 - Participantes.

Instituição	
1.	Analytical Technology Serviços Analíticos e Ambientais Ltda
2.	Bioagri Laboratórios Ltda
3.	BSBIOS Indústria e Comércio de Biodiesel Sul Brasil S/A
4.	BSBIOS Marialva Indústria e Comércio Biodiesel Sul Brasil S/A Laboratório de Controle da Qualidade BSBios Marialva
5.	Fundação de Ciência e Tecnologia – CIENTEC Laboratório de Ensaio em Combustíveis – LEC
6.	Fundação Universidade Regional de Blumenau Laboratório de Análises de Combustíveis
7.	Fundunesp – Fundação para o Desenvolvimento da UNESP CEMPEQC – Centro de Monitoramento e Pesquisa da Qualidade de Combustíveis, Biocombustíveis, Petróleo e Derivados
8.	Instituto Nacional de Tecnologia Laboratório de Combustíveis e Lubrificantes
9.	Intertek do Brasil Inspeções Ltda Laboratório de Santos
10.	Ipiranga Produtos de Petróleo S.A. CTAQ – Centro de Tecnologia Aplicada e da Qualidade
11.	Petrobrás Biocombustível S.A. Laboratório de Controle de Qualidade da UBG

12.	Petrobrás Biocombustível S.A. Laboratório de Controle de Qualidade da Usina de Biodiesel de Candeias
13.	Petrobrás Biocombustível S.A. LCQ – UBMC
14.	Petróleo Brasileiro S.A. CENPES
15.	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – SENAI Centro de Tecnologia SENAI CETEC Laboratório de Ensaios em Combustíveis – LEC
16.	UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul Laboratório de Combustíveis do CECOM-IQ/UFRGS
17.	Universidade Estadual de Campinas Central Analítica – Instituto de Química – UNICAMP
18.	Universidade Federal de Mato Grosso Central Analítica de Combustíveis
19.	Universidade Federal de Pernambuco – UFPE Laboratório de Combustíveis da UFPE
20.	Universidade Federal do Paraná Laboratório de Análises de Combustíveis Automotivos – LACAUTets

Total de participantes: 20 laboratórios.

O Inmetro agradece a todos os laboratórios participantes desta CI.

6. Referências Bibliográficas

- [1] ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011, Avaliação da conformidade – Requisitos gerais para ensaio de proficiência.
- [2] ABNT ISO GUIA 30:2011, “Termos e definições relacionados com materiais de referência”.
- [3] ABNT NBR 17025:2005 “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração”, 2ª Edição, 2005.
- [4] ABNT ISO GUIA 31:2004, “Materiais de referência - Conteúdo de certificados e rótulos”.
- [5] ABNT ISO GUIA 34:2012, “Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência”.
- [6] ABNT ISO GUIA 35:2012, Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [7] McGill, R., J. W. Tukey, and W. A. Larsen. "Variations of Boxplots." *The American Statistician*. Vol. 32, No. 1, 1978, pp. 12–16.
- [8] Velleman, P.F., and D.C. Hoaglin. *Applications, Basics, and Computing of Exploratory Data Analysis*. Pacific Grove, CA: Duxbury Press, 1981.
- [9] Nelson, L. S. "Evaluating Overlapping Confidence Intervals." *Journal of Quality Technology*. Vol. 21, 1989, pp. 140–141.

[10] Grubbs, Frank E (1969), *Procedures for detecting outlying observations in samples*, Taylor & Francis Group, vol 11, p 1-21.

7. Histórico da Revisão

Não existe revisão.



Programa de Ensaio da Proficiência do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - PEP-Inmetro
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias - RJ - Brasil CEP: 25250-020
Tel/Fax: +55 21 2679-9745 - www.inmetro.gov.br - E-mail: pep-inmetro@inmetro.gov.br