

Relatório Final do Ensaio de
Proficiência em Viscosidade
1ª Rodada – Viscosidade Cinemática



Inmetro
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

PEP-Inmetro

Programa de Ensaios de Proficiência do Inmetro

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM VISCOSIDADE – 1ª RODADA – VISCOSIDADE CINEMÁTICA

Período de inscrição: 09/11/15 a 24/11/15

RELATÓRIO FINAL N° 004/16

ORGANIZAÇÃO PROMOTORA DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA



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)

José Carlos Valente de Oliveira (Inmetro/Dimci/Dimec)

José Maurício Gomes Gouveia (Inmetro/Dimec/Laflu)

Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

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

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

COMITÊ TÉCNICO

Alex Pablo Ferreira Barbosa (Inmetro/Dimec/Laflu)

Gabriel Fonseca Sarmanho (Inmetro/Dimci/Dquim)

José Maurício Gomes Gouveia (Inmetro/Dimec/Laflu)

José Renato Real Siqueira (Inmetro/Dimec/Laflu)

SUMÁRIO

1. Introdução	3
2. Materiais e Métodos	3
2.1. Preparação do Item de Ensaio	3
2.2. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio	4
2.3. Métodos de medição	4
3. Valores Designados e Desvio-Padrão para Avaliação de Proficiência	4
4. Análise Estatística dos Resultados dos Participantes	4
4.1. Erro Normalizado (E_n)	5
4.2. Índice z.....	5
4. Resultados dos Participantes	6
5. Confidencialidade.....	7
6. Conclusões	8
7. Participantes	8
6. Referências Bibliográficas	10

1. Introdução

Viscosidade cinemática é a propriedade física que caracteriza a resistência ao fluxo de um fluido sob ação da força de gravidade, a uma dada temperatura. A viscosidade cinemática é utilizada como um indicador quantitativo de qualidade nas indústrias de óleos, petroquímica, de alimentos, farmacêutica, têxtil, de tintas, entre outras.

Em nível industrial, existe um número considerável de equipamentos, de diferentes tipos e modelos, que são utilizados para medir viscosidade. Para garantir a confiabilidade dos resultados fornecidos por tais equipamentos e operadores, precisa-se de Ensaio de Proficiência na grandeza viscosidade.

Com o intuito de promover o aumento da confiabilidade e qualidade dos resultados das medições dos laboratórios, o Inmetro realiza Ensaio de Proficiência (EP). A participação em EP é uma das ferramentas necessárias aos laboratórios de ensaios e calibração para a manutenção da acreditação segundo a Norma ISO/IEC 17025 [1]. A obtenção de resultados satisfatórios em ensaios de proficiência é, para o laboratório, uma evidência de sua competência analítica numa determinada medição.

Um EP, portanto, tem por finalidade comparar resultados de medição de diferentes laboratórios, realizados sob condições similares, e, assim, obter uma avaliação do desempenho analítica dos laboratórios participantes, fornecendo-lhes um mecanismo adequado para avaliar e demonstrar a confiabilidade de suas medições. Os laboratórios, por sua vez, têm a oportunidade de rever seus procedimentos de análises, bem como implantar melhorias nas diferentes atividades em que atuam, caso seja necessário.

Este EP teve como objetivo:

- Determinar o desempenho de laboratórios para o ensaio proposto;
- Contribuir para aumentar a confiança nos resultados das medições dos laboratórios;
- Contribuir para a melhoria contínua das técnicas de medição de cada laboratório.

2. Materiais e Métodos

2.1. Preparação do Item de Ensaio

O item de ensaio desta rodada é um óleo padrão com viscosidade cinemática, entre 11 mm²/s e 15 mm²/s a 40 °C, produzido pelo Inmetro a partir de um óleo mineral básico, puro e sem aditivos.

O Laboratório de Fluidos da Divisão de Metrologia Mecânica do Inmetro preparou, envasou e realizou os estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade das amostras que foram fornecidas como item de ensaio, atendendo os requisitos da Norma ABNT ISO/IEC GUIA 34 [2].

2.2. Caracterização, Homogeneidade e Estabilidade do Item de Ensaio

Antes de ser envasado em frascos de vidro âmbar de 500 mL, o material foi previamente filtrado e homogeneizado. Os procedimentos para a determinação dos estudos de homogeneidade e estabilidade e avaliação estatística foram realizados de acordo com a Norma ABNT ISO/IEC GUIA 35 [3]. As amostras ficaram armazenadas no Laflu, na temperatura de $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ e foram monitoradas desde 2010.

O valor certificado de viscosidade cinemática foi determinado através de um viscosímetro capilar [4] que possui rastreabilidade metrológica garantida por meio do processo da escala independente de viscosidade a partir do valor da viscosidade cinemática da água a 20 °C ($1,0034\text{ mm}^2/\text{s}$) [5], método primário de medição.

2.3. Métodos de medição

Foi definido no protocolo que os laboratórios usassem seus métodos rotineiros de medição e que as medições fossem realizadas somente na temperatura de 40 °C . Também foi definido que no formulário de registro de resultados fossem reportados 5 valores de tempo (em s), de temperatura (em $^{\circ}\text{C}$) e de viscosidade cinemática (em mm^2/s) nos respectivos campos: 1ª leitura, 2ª leitura, 3ª leitura, 4ª leitura e 5ª leitura; a média destes valores; sua incerteza e o fator de abrangência.

3. Valores Designados e Desvio-Padrão para Avaliação de Proficiência

De acordo com os procedimentos disponíveis na ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 [5], a determinação do valor designado deste EP foi obtido através do uso de valor de referência certificado do MRC. A tabela 1 abaixo apresenta o valor designado deste EP.

Tabela 1: O valor designado da viscosidade cinemática

Temperatura $^{\circ}\text{C}$	Viscosidade cinemática mm^2/s	Incerteza expandida U mm^2/s	Fator de abrangência k
40	13,496	0,040	2,0

4. Análise Estatística dos Resultados dos Participantes

Para avaliar o desempenho dos participantes deste EP, foram usados dois indicadores: o erro normalizado (E_n) e o índice z. Tanto o erro normalizado (E_n) quanto o índice z estão descritos no Anexo B da ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011.

Laboratórios acreditados ou em fase de acreditação, deveriam informar a incerteza expandida (U) de suas medições e o fator de abrangência (k), sendo avaliados pelo E_n . Caso algum laboratório não acreditado informasse a incerteza expandida (U) de suas medições e o fator de abrangência (k), seria avaliado pelos dois indicadores.

Para os demais laboratórios foi utilizado apenas o índice z para a avaliação de desempenho. Incertezas superestimadas ou subestimadas podem levar a conclusões errôneas quanto ao erro normalizado, contudo a avaliação conjunta de erro normalizado e índice z permite uma avaliação coerente sobre a exatidão e incerteza reportada por cada laboratório.

4.1. Erro Normalizado (E_n)

O erro normalizado é calculado conforme a Equação 1.

$$E_{ni} = \frac{y_i - y_{ref}}{\sqrt{U_i^2 + U_{ref}^2}} \quad (1)$$

Onde:

y_i = resultado final das medições obtido pelo i-ésimo participante;

y_{ref} = valor designado deste EP, que foi considerado o valor declarado de composição de cada amostra (conforme certificado);

U_{ref} = valor da incerteza expandida declarada nos certificados;

U_i = valor da incerteza expandida de y_i obtida pelo i-ésimo participante.

A interpretação do valor do (E_n) para avaliação do desempenho de cada participante está descrita abaixo:

$|E_n| \leq 1,0$ indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$|E_n| > 1,0$ indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

4.2. Índice z

O índice z será calculado conforme a Equação 2.

$$z_i = \frac{x_i - X}{\hat{\sigma}} \quad (2)$$

Onde:

x_i é o resultado final das medições obtido pelo i-ésimo participante;

X é o valor designado deste EP, conforme tabela 1;

$\hat{\sigma}$ é o desvio-padrão para o ensaio de proficiência, que neste EP será considerado o valor da incerteza expandida do item de ensaio (U_X).

A interpretação do valor do índice z está descrita a seguir:

$|z| \leq 2,0$ - indica desempenho “satisfatório” e não gera sinal;

$2,0 < |z| < 3,0$ - indica desempenho “questionável” e gera um sinal de alerta;

$|z| \geq 3,0$ - indica desempenho “insatisfatório” e gera um sinal de ação.

4. Resultados dos Participantes

Os resultados das medições de viscosidade cinemática reportados pelos laboratórios participantes desse EP são mostrados na Tabela 2. **Os participantes são identificados nos gráficos, tabelas e textos deste relatório pelos dois últimos caracteres do seu código de identificação.**

Tabela 2 - Resultados das medições de viscosidade cinemática reportados pelos participantes.

Códigos dos Laboratórios	1ª leitura	2ª leitura	3ª leitura	4ª leitura	5ª leitura	Viscosidade Cinemática	Incerteza expandida	k
01	13,52	13,51	13,52	13,52	13,51	13,516	0,010	1,96
12	13,532	13,646	13,545	13,556	13,477	13,551	0,044	2,02
13	13,49	13,47	13,48	13,48	13,50	13,48	NA	NA
28	13,478	13,477	13,479	13,478	13,478	13,478	NA	NA
65	13,49	13,49	13,49	13,49	13,49	13,49	0,06	2,00
68	13,54	13,52	13,53	13,52	13,53	13,53	0,08	2
77	13,582	13,584	13,601	13,587	13,566	13,584	0,025	2,06
80	13,51	13,87	13,7	13,88	13,59	13,71	0,44	2,87

NA – Não avaliado

Os laboratórios de códigos 13 e 28 não informaram os valores de incerteza expandida. Os valores na tabela acima foram reportados com o mesmo número de casas decimais empregados pelo participante no formulário de resultados.

De acordo com as informações definidas previamente no protocolo deste EP os participantes que informaram a incerteza foram avaliados pelo E_n . Foi verificado que nenhum laboratório superestimou a incerteza, visto que os 5% da viscosidade medida ficou em torno de 0,68.

Como o número de participantes (oito) no EP foi pequeno, foi decidido calcular o z-score para todos os participantes, tendo em vista a confidencialidade dos mesmos.

A Tabela 3 e Figura 1 apresentam os resultados do E_n e do índice z dos participantes. Na tabela 3 os resultados satisfatórios estão em azul, o duvidoso em preto e os insatisfatórios em vermelho.

Tabela 3 - Resultados do E_n e do índice z referente à medição da viscosidade do item de ensaio.

Código do Laboratório	Viscosidade cinemática mm^2/s	Incerteza expandida mm^2/s	k	E_n	Índice z
28	13,478	NA	NA	NA	-0,45
13	13,48	NA	NA	NA	-0,40
65	13,49	0,06	2	-0,08	-0,15
01	13,516	0,01	1,96	0,49	0,5
68	13,53	0,08	2	0,38	0,85
12	13,551	0,044	2,02	0,93	1,4

Continuação Tabela 3 - Resultados do E_n e do índice z referente à medição da viscosidade do item de ensaio.

Código do Laboratório	Viscosidade cinemática mm^2/s	Incerteza expandida mm^2/s	k	E_n	Índice z
77	13,584	0,025	2,06	1,87	2,2
80	13,71	0,44	2,87	0,48	5,4
Inmetro	13,496	0,040	2,0	-	-

Pode ser verificado na tabela 3 que, dos seis laboratórios que reportaram suas incertezas, apenas o participante de código 77 obteve resultado de E_n insatisfatório.

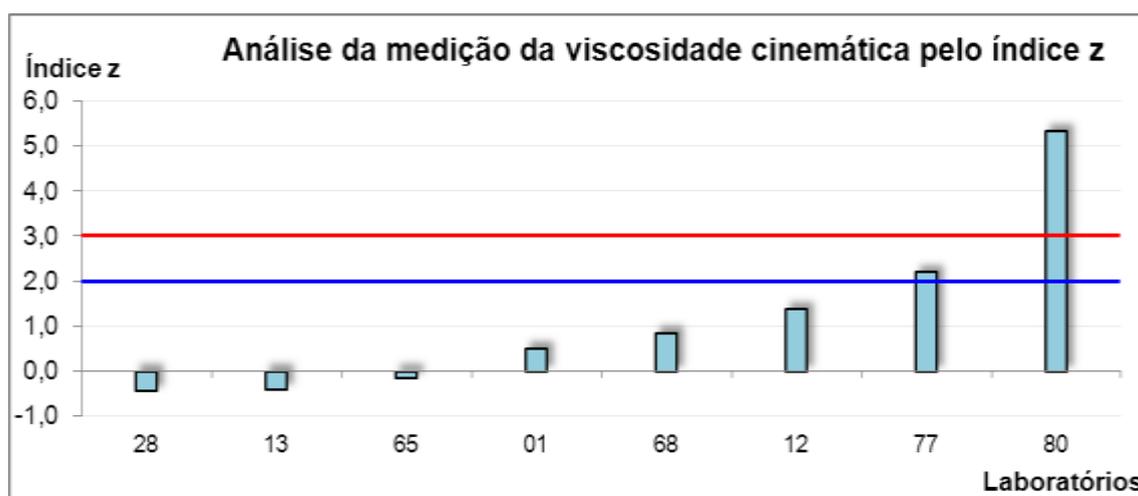


Figura 1 - Gráfico do índice z referente à medição da viscosidade cinemática do item de ensaio.

Através da análise do gráfico do índice z, pode-se observar que dos 8 participantes:

- 1 apresentou resultado insatisfatório, ou seja, $|z| \geq 3$;
- 1 participante apresentou resultado questionável, ou seja, $2,0 < |z| < 3,0$; e
- 6 participantes apresentaram resultados satisfatórios, ou seja, $|z| \leq 2,0$.

5. Confidencialidade

Cada participante foi identificado por código individual que é conhecido somente pelo próprio participante e pela coordenação do EP. O participante recebeu, via e-mail, o seu código de identificação correspondente à sua participação no EP. Este código foi utilizado como identificação do participante no preenchimento do formulário de registro de resultados. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo Inmetro respeitando-se a confidencialidade de cada participante.

Conforme estabelecido no item 4.10.4 da ABNT ISO/IEC 17043:2011, em circunstâncias excepcionais, uma autoridade reguladora pode requerer os resultados do EP ao provedor.

6. Conclusões

Neste EP, que contou com a participação de 08 (oito) laboratórios, a medição foi realizada em um óleo mineral com viscosidade cinemática de 13,496 mm²/s.

Os resultados dos laboratórios participantes deste EP foram avaliados por meio dos testes estatísticos erro normalizado (E_n) e índice z, de acordo com critérios estabelecidos previamente no protocolo do EP.

Dos 08 (oito) laboratórios participantes pelo índice z, 01 (um) laboratório participante, de código 77, apresentou desempenho questionável, 01 (um), de código 80, apresentou desempenho insatisfatório e os outros 06 (seis) apresentaram desempenho satisfatório.

Pelo Erro Normalizado, apenas 01 (um) laboratório participante, de código 77, apresentou resultado insatisfatório, $E_n = 1,87$, e este mesmo laboratório deve um desempenho “questionável” pelo índice $z = 2,2$, isto indica que ele está com uma incerteza subestimada. De fato sua incerteza expandida de 0,025 mm²/s é aproximadamente metade da incerteza do valor designado. O laboratório participante de código 80, embora tenha obtido um resultado satisfatório pelo $E_n = 0,48$, seu desempenho pelo índice $z = 5,4$ indica que ele está com uma incerteza superestimada. De fato sua incerteza expandida de 0,44 mm²/s é cerca de 10 vezes maior que a incerteza do valor designado.

Recomenda-se que os participantes 77 e 80 analisem criticamente sua metodologia de medição e/ou revejam o seu cálculo para a estimativa da incerteza de medição.

Pelos formulários de registro de resultados recebidos dos participantes, os laboratórios de código 13 e 28, não apresentaram informações sobre a incerteza. Apenas o laboratório de código 80 apresentou sua planilha de cálculo da incerteza completa, porém o resultado da planilha é inconsistente com o valor declarado para a incerteza da viscosidade cinemática declarada. Os demais informaram apenas os parâmetros que contribuem para a incerteza do resultado da medição.

Finalmente, deve-se ressaltar a importância da participação em exercícios de EP. Um EP constitui uma ferramenta útil para monitorar os procedimentos de análises usados na rotina e avaliar os resultados das medições, possibilitando a melhoria da qualidade dos resultados e garantindo maior confiabilidade às medições.

7. Participantes

Dez laboratórios se inscreveram na 1ª Rodada do Ensaio de Proficiência em Viscosidade. Dos dez participantes inscritos, houve um que cancelou sua inscrição informando que a faixa nominal do item de ensaio era superior à utilizada por seu laboratório. E ainda dois participante que apesar de terem

recebido o item de ensaio, um não enviou os resultados como também não se justificou e, um participante, de código 68, apesar de ter enviado seus resultados, solicitou que os mesmos fossem desconsiderados. Como seus resultados foram enviados dentro do prazo a coordenação decidiu manter o resultado do laboratório no relatório.

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação deste EP é apresentada na Tabela 4. É importante ressaltar que a numeração da tabela é apenas indicativa do número de laboratórios participantes no EP, não estando, em hipótese alguma, associada à identificação dos laboratórios na apresentação dos resultados.

Tabela 4 - Participantes.

Instituição	
1	Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas – CPT
2	Bianchini S/A Indústria, Comércio e Agricultura Laboratório de Controle de Qualidade
3	Elus Serviços de Instrumentação EIRELI ME
4	FUNDUNESP - Fundação para o desenvolvimento da UNESP CEMPEQC - Centro de monitoramento e pesquisa da qualidade de combustíveis, biocombustíveis, petróleo e derivados
5	Ipiranga Produtos de Petróleo S.A CTAQ – Centro de Tecnologia Aplicada e da Qualidade
6	Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro Laboratório de Caracterização de Fluidos
7	Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) Laboratório de Combustíveis do CECOM-IQ/UFRGS
8	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial Senai LELCO

Total de participantes: 08.

6. Referências Bibliográficas

- [1]** ABNT NBR ISO/IEC17025: 2005 Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração.
 - [2]** ABNT ISO GUIA 34:2012 Requisitos Gerais para a Competência de Produtores de Material de Referência.
 - [3]** ABNT ISO GUIA 35:2012 Materiais de Referência – Princípios Gerais e Estatísticos para Certificação.
 - [4]** ISO/TR 3666:1998, *Viscosity of Water*.
 - [5]** ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de Proficiência.
 - [6]** ABNT NBR 10441:2014 Produtos de petróleo - Líquidos transparentes e opacos - Determinação da viscosidade cinemática e cálculo da viscosidade dinâmica
-



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