



AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E
BIOCOMBUSTÍVEIS
SUPERINTENDÊNCIA DE BIOCOMBUSTÍVEIS E QUALIDADE DE
PRODUTOS
CENTRO DE PESQUISAS E ANÁLISES TECNOLÓGICAS

**Programa de Comparação Interlaboratorial em
Combustíveis**

**PIC – 30ª Edição – Óleo Diesel e Gasolina
Dezembro de 2022**

Protocolo de Instruções

1. Introdução

Os Programas de Comparação Interlaboratorial em Combustíveis e Biodiesel – PIC/PIB são programas de ensaio de proficiência usados na avaliação do desempenho de laboratórios que analisam combustíveis e biodiesel. O provedor deste ensaio de proficiência é o Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas – CPT, da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis – ANP.

A última edição do PIC foi realizada em 2021, e contou com a participação de quarenta e sete laboratórios. A presente rodada contemplará apenas os combustíveis gasolina C e óleo diesel B S10. No primeiro semestre de 2023 o CPT pretende realizar uma rodada com as matrizes etanol hidratado e biodiesel.

Este protocolo de instruções apresenta as regras e as atividades a serem desenvolvidas ao longo desta edição do PIC. A coordenação do PIC busca seguir a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011.

2. Objetivos

Dentre os objetivos do PIC/PIB da ANP, destacam-se:

- Avaliar o desempenho individual dos laboratórios para os ensaios propostos;
- Monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios;
- Propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas analíticos;
- Agregar valor ao controle da qualidade dos laboratórios e
- Identificar diferenças interlaboratoriais nas análises propostas.

3. Cronograma

As atividades serão executadas conforme o cronograma abaixo:

Atividade	Data
Recebimento de inscrições	07 a 09 de dezembro
Preparação dos itens de ensaio	05 a 10 de dezembro
Envio dos itens de ensaio	12 a 16 de dezembro
Realização das análises	19 a 23 de dezembro
Último dia para envio dos resultados	23 de dezembro
Análise dos resultados e elaboração do relatório preliminar	16 a 27 de janeiro
Envio do relatório preliminar	30 de janeiro
Envio do relatório final	06 de fevereiro

4. Laboratórios Participantes e Número de Vagas

A presente edição do PIC está aberta a todos os laboratórios interessados. A participação no PIC é gratuita. Não obstante, o número de participantes é limitado, de acordo com a capacidade do tanque de mistura do CPT. Caso o número de inscritos seja superior à quantidade de itens de ensaio preparados, será adotada a seguinte ordem de prioridade no processamento das inscrições:

PIC:

1. Laboratórios com um ou mais ensaios em combustíveis com acreditação ativa na Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio – RBLE;
2. Laboratórios de firmas inspetoras/empresas de inspeção da qualidade (Resolução ANP nº 45, de 2010; Resolução ANP 859, de 2021);

3. Laboratórios contratados pela ANP, no âmbito do PMQC;
4. Laboratórios aptos a realizarem análises de contraprova;
5. Outros laboratórios interessados, pela ordem de inscrição.

5. Inscrições

As inscrições deverão ser realizadas no período estabelecido no cronograma, e serão recebidas pelo CPT por meio do preenchimento e envio do Formulário de Inscrições, disponível no link abaixo. Não há cobrança de taxa de inscrição.

Link para o Formulário de Inscrição:
<https://forms.office.com/r/YUgUJ2VcaB>

QR Code para o Formulário de Inscrição:



Após o término do prazo de inscrições, caso o número de inscrições ultrapasse o número de vagas disponíveis, o CPT realizará o ranqueamento das inscrições conforme ordem de prioridades estabelecidas no item anterior.

6. Reclamações, Apelações e Questionamentos

Reclamações, apelações e questionamentos podem ser submetidos ao CPT por meio do endereço de e-mail pic@anp.gov.br.

As reclamações, apelações e questionamentos serão registrados e tratados pelo CPT. Caso se mostrem pertinentes, ações corretivas serão implementadas.

7. Coordenador e Comissão Técnica

A comissão técnica é composta pelos seguintes integrantes do CPT:

Thiago Karashima (Coordenador)
 Rossine Amorim Messias

8. Item de Ensaio de Proficiência

Os itens de ensaio da presente rodada do PIC serão aqueles listados na tabela abaixo.

Os itens de ensaio de proficiência serão acondicionados em recipientes de volumes e materiais conforme descritos na tabela abaixo. Os recipientes serão envoltos por saco plástico e acomodados em caixas de papelão contendo vermiculita.

Matriz	Embalagem
Gasolina tipo C	Alumínio, sem revestimento interno, 1 L
Óleo diesel B S10	Alumínio, sem revestimento interno, 1 L

8.1. Preparação

Os itens de ensaio de proficiência serão preparados pelo CPT. As matrizes são advindas de posto de venda de combustíveis.

8.2. Envio, Recebimento e Manuseio

O CPT envidará esforços para que os itens de ensaio de proficiência sejam despachados às expensas da ANP, por meio de transportadora contratada. O endereço informado na ficha de inscrição para envio do item de ensaio deverá ser tal que permita a entrega por transportadora.

Devido à limitação do contrato de transporte, o local de entrega deverá estar situado dentro de um raio de 50 km do principal aeroporto da capital do estado, ou do escritório da ANP naquela capital, quando houver.

Caso não seja possível o envio dos itens de ensaio pela ANP, os laboratórios participantes deverão providenciar a retirada dos itens no CPT. Também é possível a retirada dos itens no CPT, caso o participante assim o opte.

Ao receber a remessa, os itens de ensaio de proficiência deverão ser retirados da caixa, avaliados quanto à sua integridade e quanto à ocorrência de eventual vazamento, mantidos em seu vasilhame original, e mantidos acondicionado no saco plástico original. Os itens de ensaio de proficiência deverão ser mantidos em temperatura ambiente (20 °C a 30 °C), fora de geladeira, afastados de fontes de calor e de incidência solar direta. A gasolina deverá ser refrigerada somente nas horas que antecederem aos ensaios que assim o exigem.

O participante deverá acusar o recebimento dos itens de ensaio, preenchendo e enviando para o CPT o Formulário de Recebimento do Item de Ensaio. O link para o formulário será oportunamente enviado para o e-mail informado na Ficha de Inscrição.

8.3. Mensurandos e Características Avaliadas

Serão avaliados todos os ensaios previstos nas especificações estabelecidas pela ANP para os itens de ensaio, conforme tabela abaixo. Os métodos de ensaio aceitos serão aqueles previsto na referida resolução. Deverão ser utilizadas as publicações mais recentes das normas de ensaio.

Matriz	Especificação da ANP
Gasolina tipo C	Resolução ANP nº 807, de 2020, com exceção dos ensaios de número de octano MON/RON, teor de metanol, teor de marcador
Óleo diesel B S10	Resolução ANP nº 50, de 2013, com exceção dos ensaios de número de cetano e contaminação total

As resoluções da ANP estão disponíveis para consulta em: <https://atosoficiais.com.br/anp>

8.4. Análise do Item de Ensaio de Proficiência

O PIC é um programa simultâneo, no qual os participantes analisam o item de ensaio concomitantemente em um período estabelecido em cronograma. O programa simultâneo é descrito no item A.3 da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011.

É importante que os itens de ensaio de proficiência sejam tratados como uma amostra de rotina, de forma a capturar as variabilidades reais existentes no dia a dia do laboratório.

Por apresentar propriedades sensíveis ao tempo, é essencial que os participantes iniciem e finalizem os ensaios dentro do período estipulado no cronograma.

A fim de se evitar diferenças de resultados provenientes de perda de voláteis ou degradação do item de ensaio, as seguintes análises devem ser realizadas primeiro:

Matriz	Ensaio a serem realizados primeiro
Gasolina tipo C	Destilação, massa específica a 20 °C, pressão de vapor. Refrigerar a amostra, se necessário, conforme determinado nas normas.
Óleo diesel B S10	Ponto de fulgor

Não é permitida a subcontratação para realização de qualquer ensaio previsto neste protocolo.

8.5. Homogeneidade e Estabilidade

Um fator primordial em um programa interlaboratorial é a homogeneidade dos itens de ensaio, de modo a garantir que todos os laboratórios recebam itens de comparação com as mesmas propriedades físico-químicas.

Outro parâmetro essencial a ser garantido em programas de comparação interlaboratorial é a estabilidade dos itens de ensaio. A estabilidade está definida segundo a ABNT ISO Guia 30:2000 como sendo a capacidade que um material possui para manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período pré-estabelecido, quando estocado nas condições especificadas e visando identificar se há uma repetitividade em medições da amostra ao longo do tempo.

Com base na experiência acumulada ao longo das edições anteriores, nas quais ficou demonstrada a homogeneidade e estabilidade dos itens de ensaio, decidimos assumir essa premissa. Isto é, partimos do princípio de que os itens de ensaio são homogêneos e estáveis ao longo do período do programa. Além disso, a norma ISO 4259 para determinação de dados de precisão em normas de ensaio para produtos de petróleo adota essa premissa.

9. Responsabilidades dos Laboratórios Participantes

São de responsabilidade dos laboratórios participantes: providenciar a retirada dos itens de ensaio (caso a ANP não consiga custear o envio), receber os itens de ensaio, avaliar a integridade da amostra, preencher o formulário de recebimento de amostra, realizar as análises, enviar os resultados, avaliar o relatório preliminar e sugerir eventuais retificações.

10. Confidencialidade

Os participantes serão identificados por códigos, de forma que não seja possível discriminar a identidade de cada participante nos relatórios preliminar e final. O código será enviado por e-mail, para o endereço informado na ficha de inscrição. Apenas o próprio participante e a comissão técnica terão conhecimento dos códigos.

11. Conluio e Falsificação de Resultados

O CPT empregará esforços no sentido de identificar conluio e falsificação de resultados. Caso haja alguma suspeita de conluio ou falsificação de resultados, será instaurada investigação interna. Caso seja comprovado o desvio, os resultados e inscrições dos participantes envolvidos serão excluídos.

12. Registro e Envio dos Resultados

Os resultados deverão ser registrados na Ficha de Registro de Resultados, disponível em link a ser enviado oportunamente para o endereço de e-mail informado no ato da inscrição. Deverão ser obedecidas as formas expressão dos resultados previstos nas normas de ensaio, tais como unidade, casas decimais, ou algarismos significativos. O separador decimal utilizado deverá ser a vírgula.

Os laboratórios devem se atentar para as unidades informadas no formulário de registro de resultados. Valores reportados com casas decimais ou algarismos excedentes serão arredondados conforme ABNT NBR 5891 (regra do par mais próximo). Os resultados devem ser reportados conforme estabelecido em cada norma de ensaio. Os participantes que não seguirem essas observações terão os dados excluídos para o ensaio em questão.

É importante que o responsável pelo envio dos resultados realize análise crítica dos resultados, de forma a evitar erros de digitação, erros de unidades, dentre outros erros grosseiros. Retificações na Ficha de Registro de Resultados não serão aceitas, passado o prazo final para envio dos resultados.

13. Modelo Estatístico

Para resultados de natureza quantitativa (grandezas), o valor designado será o valor de consenso dos resultados reportados pelos participantes. Optou-se pelo valor de consenso por não dispormos de um valor de referência estabelecido para os mensurandos, assim como pela ausência de um laboratório de referência para determinação do valor designado. O modelo estatístico adotado para estimação do valor de consenso (x_{pt}) e do desvio-padrão para avaliação da proficiência (σ_{pt}) será a análise robusta descrita como “algoritmo A”, no item C.3 da norma ABNT NBR ISO/IEC 13528:2015.

Para qualquer dos ensaios propostos neste PIC, caso não se obtenha um número suficiente de resultados válidos, ou caso os resultados se mostrem insuficientemente dispersos, ou com baixa resolução, de modo que o emprego do modelo estatístico proposto não seja viável, não será realizada avaliação de desempenho dos laboratórios. Caso não haja ameaça à confidencialidade, poderá ser apresentada somente a estatística descritiva dos resultados recebidos.

Para resultados de natureza qualitativa (atributos, escalas ordinais, etc), será adotado como valor designado a moda dos resultados.

13.1. Avaliação de Resultados

O desempenho dos participantes será avaliado por meio do escore z .

$|z| \leq 2$ indica desempenho satisfatório

$2 < |z| < 3$ indica desempenho questionável

$|z| \geq 3$ indica desempenho insatisfatório

Para resultados de natureza qualitativa, valores diferentes do valor designado serão classificados como insatisfatórios, exceto em casos em que a norma de ensaio estabeleça margem de variação do resultado como limite de precisão do método (p.ex. corrosividade ao cobre e cor ASTM).

14. Relatório Final

Será enviado o relatório preliminar do programa aos participantes, para o endereço de e-mail informado no ato da inscrição. Após implementadas as eventuais retificações, será enviado o relatório final, via e-mail. O relatório conterá descrições a respeito do item de ensaio, modelo estatístico, avaliação de desempenho, resultados e desempenho dos participantes.

15. Acesso aos Resultados do PIC

Solicitações futuras dos resultados e do código de identificação somente serão fornecidos para os contatos informados na ficha de inscrição.

16. Referências Bibliográficas

ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Versão Corrigida: 2017

17. Alterações deste documento

Data	Item	Alteração
-	-	-