



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 Biodiesel

12ª Edição

Relatório Final

Brasília – Agosto de 2014

Sumário

1. Introdução	7
1.1. Lista dos Laboratórios Participantes	7
2. Objetivos	9
3. Metodologia	9
3.1. Amostras.....	9
3.2. Homogeneidade	9
3.3. Estabilidade	10
3.4. Método de obtenção do valor designado	10
3.5. Avaliação do Desempenho dos Participantes	11
4. Resultados e Discussão	11
4.1. Estatística Robusta	19
4.2 Gráficos de Desempenho	63
5. Análise dos Resultados.....	68
5.1. Análise do desempenho	70
6. Considerações Finais	71

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Parâmetros de avaliação de homogeneidade.....	10
Tabela 2 - Parâmetros de avaliação da estabilidade.....	10
Tabela 3 - Média dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes.....	13
Tabela 4 - Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) ou excluídos (e) para a amostra de biodiesel após a aplicação de estatística robusta e cálculo de Z-score.	16

Índice de Gráficos

Gráfico 1: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro massa específica, com base nos valores de Z-score.....	20
Gráfico 2: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro massa específica.	20
Gráfico 3: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro viscosidade cinemática a 40 °C, com base nos valores de Z-score.	22
Gráfico 4: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro viscosidade cinemática a 40°C.	22
Gráfico 5: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro índice de acidez, com base nos valores de Z-score.....	24
Gráfico 6: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro índice de acidez.	24
Gráfico 7: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro estabilidade à oxidação, com base nos valores de Z-score.	26
Gráfico 8: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro estabilidade à oxidação.	26
Gráfico 9: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro índice de iodo, com base nos valores de Z-score.	28
Gráfico 10: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro índice de iodo.	28
Gráfico 11: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro teor de água, com base nos valores de Z-score.	30
Gráfico 12: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro teor de água.....	30

Gráfico 13: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro ponto de entupimento de filtro a frio, com base nos valores de Z-score.	32
Gráfico 14: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro ponto de entupimento de filtro a frio.....	32
Gráfico 15: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro enxofre total, com base nos valores de Z-score.	34
Gráfico 16: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro enxofre total.	34
Gráfico 17: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro ponto de fulgor, com base nos valores de Z-score.....	36
Gráfico 18: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro ponto de fulgor.	36
Gráfico 19: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro cinzas sulfatadas, com base nos valores de Z-score.....	38
Gráfico 20: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro cinzas sulfatadas.....	38
Gráfico 21: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro teor de éster, com base nos valores de Z-score.	40
Gráfico 22: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro teor de éster.	40
Gráfico 23: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro glicerol livre, com base nos valores de Z-score.	42
Gráfico 24: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro glicerol livre.	42
Gráfico 25: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro glicerol total, com base nos valores de Z-score.	44
Gráfico 26: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (···) para o parâmetro glicerol total.....	44

Gráfico 27: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro monoglicerol, com base nos valores de Z-score.	46
Gráfico 28: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro monoglicerol.	46
Gráfico 29: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro diglicerol, com base nos valores de Z-score.	48
Gráfico 30: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro diglicerol.	48
Gráfico 31: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro triglicerol, com base nos valores de Z-score.	50
Gráfico 32: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro triglicerol.	50
Gráfico 33: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro metanol, com base nos valores de Z-score.	52
Gráfico 34: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro metanol.	52
Gráfico 35: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro sódio, com base nos valores de Z-score.	54
Gráfico 36: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro sódio.	54
Gráfico 37: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro potássio, com base nos valores de Z-score.	56
Gráfico 38: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro potássio.	56
Gráfico 39: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro cálcio, com base nos valores de Z-score.	58
Gráfico 40: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro cálcio.	58

Gráfico 41: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro magnésio, com base nos valores de Z-score.	60
Gráfico 42: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro magnésio.....	60
Gráfico 43: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro fósforo, com base nos valores de Z-score.	62
Gráfico 44: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (--); e limites de reprodutibilidade do grupo (··) para o parâmetro fósforo.	62
Gráfico 45: Percentual de ensaios satisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB:	63
Gráfico 46: Percentual de resultados questionáveis apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.....	64
Gráfico 47: Percentual de resultados insatisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.....	65
Gráfico 48: Percentual de resultados excluídos apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.	66
Gráfico 49: Percentual de resultados não satisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.....	67

1. Introdução

A partir do advento do biodiesel na matriz energética brasileira e da consequente publicação das especificações desse biocombustível pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP surgiu o desafio da implantação de um grande número de novos ensaios em laboratórios de todo o País. O sucesso do Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel está atrelado à capacidade desses laboratórios atenderem, com celeridade e qualidade, à grande demanda analítica que esse novo combustível trouxe.

Nesse contexto, a Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos - SBQ, por meio do Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas - CPT, implementou o Programa de Comparação Interlaboratorial em Biodiesel da ANP, PIB-ANP, com o objetivo de fornecer subsídios aos laboratórios que desejam aprimorar suas metodologias analíticas. Adicionalmente, o Programa tem possibilitado identificar a necessidade de adequação de algumas metodologias que não são específicas para matérias-primas utilizadas no Brasil.

Como benefícios, esse Programa traz: a verificação do desempenho dos laboratórios; a identificação de problemas que podem estar relacionados, por exemplo, com o desempenho individual dos analistas ou com a calibração de equipamentos, gerando assim ações corretivas; a padronização das atividades frente ao mercado; e o reconhecimento de resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

Neste relatório são apresentadas a análise estatística e a discussão dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes dessa décima segunda edição do PIB-ANP, que foi conduzido seguindo as recomendações da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:11.

1.1. Lista dos Laboratórios Participantes

- 💧 ADM do Brasil Ltda. - Joaçaba
- 💧 ADM do Brasil Ltda. - Rondonópolis
- 💧 Analytical Technology Serviços Analíticos e Ambientais Ltda.
- 💧 Bianchini S/A Indústria, Comércio e Agricultura
- 💧 Bioagri Laboratórios Ltda.
- 💧 BSBIOS Indústria e Comércio de Biodiesel Sul Brasil S/A - PR
- 💧 BSBIOS Indústria e Comércio de Biodiesel Sul Brasil S/A - RS
- 💧 Camera Agroalimentos S.A.
- 💧 Caramuru Alimentos S/A - Ipameri
- 💧 Caramuru Alimentos S/A - São Simão
- 💧 Cargill Agrícola S.A.
- 💧 Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas – CPT
- 💧 Centro de Tecnologia SENAI CETEC
- 💧 Centro Nacional de Pesquisa em Agroenergia – CNPAE / Embrapa

- 🔥 Escola de Química / Universidade Federal do Rio de Janeiro-UFRJ
- 🔥 FACS Serviços Educacionais S.A.
- 🔥 Faculdades Católicas - PUC - LABIO
- 🔥 Faculdades Católicas - PUC - LACCOM
- 🔥 Fiagril Ltda.
- 🔥 Fundação de Ciência e Tecnologia – CIENTEC
- 🔥 Fundação Universidade Regional de Blumenau - FURB
- 🔥 Granol Indústria Comércio e Exportação S/A - Anápolis
- 🔥 Granol Indústria Comércio e Exportação S/A - Cachoeira do Sul
- 🔥 Granol Indústria Comércio e Exportação S/A - Porto Nacional
- 🔥 Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT
- 🔥 Instituto de Tecnologia do Paraná - TECPAR
- 🔥 Instituto Nacional de Tecnologia - INT - LACOL
- 🔥 Instituto Nacional de Tecnologia – INT - LACOR
- 🔥 Intertek do Brasil Inspeções Ltda.
- 🔥 Ipiranga Produtos de Petróleo S.A.
- 🔥 Isatec – Pesquisa Desenvolvimento e Análises Químicas Ltda.
- 🔥 JBS S/A
- 🔥 L.A. Falcão Bauer - Centro Tecnológico de Controle da Qualidade Ltda.
- 🔥 Noble Brasil S/A
- 🔥 Oleoplan S.A. Óleos Vegetais Planalto
- 🔥 Olfar S/A – Alimento e Energia
- 🔥 Petrobras Biocombustível S.A - Candeias
- 🔥 Petrobras Biocombustível de Montes Claros
- 🔥 Petrobras Biocombustível S.A - Quixadá
- 🔥 Petróleo Brasileiro S.A. - CENPES
- 🔥 Saybolt-Concremat Inspeções Técnicas Ltda - Aratu.
- 🔥 Saybolt-Concremat Inspeções Técnicas Ltda - Santos.
- 🔥 SGS do Brasil Ltda.
- 🔥 Superinspect Ltda.
- 🔥 Universidade Estadual de Campinas - Unicamp
- 🔥 Universidade Federal da Paraíba - UFPB
- 🔥 Universidade Federal de Goiás - UFG
- 🔥 Universidade Federal de Minas Gerais / Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa - UFMG
- 🔥 Universidade Federal de Pernambuco - UFPE
- 🔥 Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR
- 🔥 Universidade Federal do Ceará - UFC
- 🔥 Universidade Federal do Maranhão – UFMA
- 🔥 Universidade Federal do Mato Grosso – UFMT
- 🔥 Universidade Federal do Paraná - UFPR/LACAUT
- 🔥 Universidade Federal do Piauí - UFPI
- 🔥 Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS
- 🔥 Universidade Federal do Rio Grande do Norte

2. Objetivos

A análise estatística dos resultados deste PIB buscou, em linhas gerais, fornecer subsídios para que os laboratórios participantes pudessem aprimorar suas metodologias analíticas. As informações aqui contidas podem ser utilizadas para, por exemplo:

- a) determinar e monitorar o desempenho de laboratórios;
- b) identificar problemas analíticos e iniciar ações corretivas;
- c) fornecer confiança adicional aos clientes do laboratório.

3. Metodologia

3.1. Amostras

O biodiesel utilizado foi obtido por meio de rota metílica, tendo a soja como matéria-prima. As amostras foram dopadas com óleo de soja para que se pudessem obter valores mensuráveis de glicerídeos.

Após a preparação do biodiesel, foram realizados testes de homogeneidade e estabilidade, a fim de se garantir que todos os laboratórios tivessem recebido amostras com as mesmas características físico-químicas, cujos valores se mantivessem estáveis ao longo de todo o período estabelecido para a realização das análises.

O volume de biodiesel encaminhado a cada laboratório foi de 1 litro e, àqueles que se comprometeram a realizar análise do teor de sódio, potássio, cálcio, magnésio e fósforo, foi enviada uma alíquota adicional de aproximadamente 35 mL de biodiesel dopado com um padrão dos referidos elementos.

Embora tenham ocorrido alguns problemas com o transporte das amostras por parte dos correios, somente um laboratório recebeu as amostras no último dia estabelecido para a realização dos ensaios, mas ainda assim conseguiu enviar os resultados dentro do prazo. Todos os laboratórios receberam as amostras dentro do prazo de execução dos ensaios.

3.2. Homogeneidade

A homogeneidade das amostras enviadas aos laboratórios participantes foi testada conforme ISO GUIDE 35:2006, a fim de evitar a ocorrência de diferenças significativas causadas pelo processo de divisão do produto. Após o envasilhamento das amostras, 10 recipientes foram aleatoriamente selecionados, sendo retiradas 2 alíquotas de cada um deles para a realização dos testes de homogeneidade, segundo o ensaio constante da Tabela 1. Os resultados obtidos foram, então,

avaliados estatisticamente com utilização da análise da variância (ANOVA), constatando-se a homogeneidade das amostras.

Tabela 1 - Parâmetro de avaliação de homogeneidade.

Combustível	Parâmetro	Metodologia utilizada
Biodiesel	Massa específica a 20°C	ASTM D4052

3.3. Estabilidade

Outro parâmetro essencial a ser garantido em programas interlaboratoriais é a estabilidade das amostras. A estabilidade está definida, segundo a ABNT ISO Guia 30:2000, como sendo a capacidade que um material possui de manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período de tempo pré-estabelecido, quando estocado nas condições especificadas.

Durante a realização de um programa interlaboratorial, é importante que seja fornecida evidência de que os itens são suficientemente estáveis para garantir que não ocorram quaisquer alterações expressivas. Isso significa garantir que as variações que podem ocorrer durante o período do programa são pequenas em relação ao valor designado e não afetarão a avaliação dos resultados.

Nesse programa interlaboratorial, a estabilidade das amostras foi monitorada desde o período de sua preparação até o término do período de realização das análises pelos laboratórios participantes (28/04/2014 a 16/05/2014). Os parâmetros analisados para avaliação da estabilidade das amostras estão relacionados na Tabela 2.

A partir dos resultados do teste-*t* e das reprodutibilidades descritas nas normas utilizadas neste programa interlaboratorial, ficou constatada a estabilidade dos itens de comparação.

Tabela 2 - Parâmetros de avaliação da estabilidade.

Combustível	Parâmetro	Metodologia utilizada
Biodiesel	Teor de água	ASTM D6304
	Índice de acidez	ASTM D664
	Ponto de fulgor	ASTM D93

3.4. Método de obtenção do valor designado

O valor designado (valor real convencional) foi obtido por consenso mediante tratamento robusto da média dos resultados obtidos por todos os participantes em cada ensaio, de acordo com a ISO 13528:2005.

Esse método é baseado na mediana do conjunto de dados e sua principal característica é a minimização do efeito dos “outliers”, por meio de sucessivas iterações nas quais ocorre um ajuste de dados. Após essa etapa, são calculados os parâmetros estatísticos (média robusta e desvio padrão robusto).

3.5. Avaliação do Desempenho dos Participantes

Os resultados dos ensaios foram avaliados por meio de uma estatística de desempenho, para permitir a comparação com parâmetros pré-estabelecidos.

Essa comparação foi realizada medindo-se a diferença entre o valor obtido pelo laboratório e o valor de consenso do grupo, a qual foi dividida pelo desvio padrão robusto do grupo, obtendo-se o *z-score*:

$$z = \frac{x_i - \bar{x}}{s_R}, \text{ onde:}$$

z = *z-score*;

x_i = valor obtido pelo laboratório;

\bar{x} = valor de consenso;

s_R = desvio padrão robusto do grupo.

O desempenho do laboratório é indicado de acordo com o índice z obtido:

$$\begin{aligned} |z| > 3 & \text{ Resultado Insatisfatório} \\ 2 < |z| \leq 3 & \text{ Resultado Questionável} \\ |z| \leq 2 & \text{ Resultado Satisfatório} \end{aligned}$$

O laboratório participante poderá adotar esse índice como um indicativo de melhoria contínua, de maneira a tomar ações preventivas e corretivas, caso o desempenho no programa seja questionável ou insatisfatório.

4. Resultados e Discussão

Nas Tabelas 3, 4, 5 e 6 são mostradas as médias dos resultados obtidos pelos laboratórios nos ensaios de biodiesel.

Na Tabela 7 é mostrada a relação de ensaios com resultados questionáveis, insatisfatórios, não realizados ou excluídos apresentados após a aplicação de estatística robusta e cálculo de *z-score*.

Nota: Cabe ressaltar que a reprodução dos cálculos do relatório pode não levar à obtenção dos mesmos resultados nele reportados, uma vez que não estão representadas todas as casas decimais envolvidas nos processos matemáticos.

Tabela 3 - Média dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes

Ensaio	Massa Específica a 20°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Acidez	Estabilidade à Oxidação	Índice de lodo	Teor de Água	Ponto de Entupimento de Filtro a Frio	Enxofre Total
Unidade	kg/m ³	mm ² /s	mgKOH/g	h	g _l /100g	mg/kg	°C	mg/kg
Norma	NBR 7148 / 14065 ASTM D 1298 / 4052 EN ISO 3675/12185	NBR 10441 ASTM D 445 EN ISO 3104	NBR 14448 ASTM D664 EN 14104	EN 14112/15751	EN 14111	ASTM D 6304 EN ISO 12937	NBR 14747 ASTM D 6371 EN 116	NBR 15867 ASTM D 5453 EN ISO 20846/ 20884
1	880,9	4,174	0,33	7,8	126	360	-2	0,5
2	880,8	4,172		8,8				
3	881,0	4,437	0,32	8,4	124	300	-2	0,5
4	880,9	4,181	0,34	8,6	126	333	-5	0,7
5	880,9	4,178	0,31	7,7	129	324	-2	
6	881,0		0,38		128	304		
7	880,9	4,184		9,4	124		-3	
9	881,0	4,173	0,32	8,1	128	308	-2	0,6
10	880,8	4,168	0,32	8,5	122	285	-4	0,4
11	881,0	4,174	0,32	9,4		242	-2	3,8
12	881,0	4,152	0,44		132	304	-2	1,3
13	880,9	4,159	0,56	9,1	122	304		73,6
14	880,4	4,270	0,28	10,0	122	305	-2	1,2
15	881,0	4,205	0,30	8,2	133	346	-3	
16	880,9	4,161	0,36	10,0	126	310	-4	0,5
17	880,9	4,184	0,33	8,8	125	295	-2	1,1
18	881,3	4,162	0,32	8,7	124	306	-2	
19	880,9	4,156		8,4	128	298	-5	0,7
20	880,6	4,170	0,35	9,0	127	300	-3	0,5
21	880,5			9,6		328	0	0,8
22	881,4	4,167	0,31	9,2	130	326	-2	
25	881,5	4,206	0,70	10,2		136	-6	0,1
26	880,8	4,172		9,4				19,2
27	880,9	4,172	0,36	8,0	124	291	-2	0,5
28	881,0	4,170	0,42	8,4	126	277	-1	0,6
29	880,9	4,176	0,33	8,6	122			
30	880,9	4,195	0,28		123	284	-6	0,9
31	881,0	4,176	0,20	8,8	125	289		0,4
32	880,0			8,6		286		
33	880,9	4,291	0,43	5,4	127	296	-2	0,8
34	881,0	4,164		8,8	122	389	-3	1,0
36	880,9	4,181	0,32	8,0	124	291	-2	0,4
38	881,0	4,188	0,26	9,1	123	344	-3	0,7
39	880,9	4,171			133			0,5
40	880,8	4,182				322		0,8
41	881,0	4,188	0,32	8,2	128	376	-2	0,8
42	880,9	4,202	0,27	9,4	125	337	-2	4,3
43	880,9	4,115				306	-3	
44	881,0	4,147	0,29	9,0	124	284		
45	881,2	4,460					-3	
47	881,0	4,254	0,24	7,6	127	299	-4	0,4
48	880,9	4,165	0,26		128	293		1,0
50	881,0	4,168	0,32	8,3	126	308	-3	0,6
51	880,9	4,169	0,58	9,2	124	307	-2	0,8
52	880,3	4,180	0,32	8,8	126	302	-3	0,5
53	880,8	4,185	0,34	8,6	126	314	-3	0,4
54	880,9	4,168	0,38	8,2	106	301	-4	1,2
55	880,8	4,260	0,26			213		
56	884,8		0,37	9,5		216		0,4
57	880,7		0,34	8,8		302		
58	880,8	4,149				292		
59	881,0		0,26	8,6		348	-2	
60	880,5	4,162	1,47	5,2	124			
61	880,8	4,192	0,36	7,9	134	303	-1	0,7
62	881,0	4,042	0,27		130	224		
63	881,0	4,174	0,31	9,0	125	304	-3	0,6
64	881,0	4,163	0,25	9,1	126	304	-3	0,8
Média	881,0	4,200	0,40	8,6	126	300	-3	3,2
Desvio padrão	0,6	0,064	0,20	0,9	4	41	1	12,0
N	57	51	45	46	43	50	40	39
R grupo	0,4	0,046	0,16	1,9	8,0	55,0	2	0,9

Tabela 3 - Média dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes. (continuação).

Ensaio	Ponto de Fulgor	Cinzas Sulfatadas	Teor de Éster	Glicerol Livre	Glicerol Total	Monoglicerol	Diglicerol	Triglicerol
Unidade	°C	% massa	% massa	% massa	% massa	% massa	% massa	% massa
Norma	NBR 14598 ASTM D 93 ISO 3679	NBR 6294 ASTM D 874 EN ISO 3987	NBR 15764 EN 14103	NBR15771/15341/15908 ASTM D 6584 EN 14105/14106	NBR 15908/15344 ASTM D 6584 EN 14105	NBR 15908/15342 ASTM D 6584 EN 14105	NBR 15908/15342 ASTM D 6584 EN 14105	NBR 15908/15342 ASTM D 6584 EN 14106
1	167,5	0,000	97,6	0,002	0,148	0,322	0,084	0,488
2	176,0	0,001	98,4					
3	173,0	0,001	99,2	0,004	0,184	0,414	0,152	0,488
4	167,0	0,001	98,8	0,002	0,158	0,332	0,083	0,552
5		0,000	100,6	0,002	0,140	0,338	0,102	0,341
6			98,0	0,002	0,153	0,366	0,102	0,396
7	171,0	0,002						
9	171,0	0,001	98,8	0,002	0,145	0,366	0,096	0,326
10	163,5	0,002	98,4	0,002	0,168	0,444	0,092	0,362
11		0,000	98,4	0,002	0,159	0,396	0,118	0,350
12	168,0	0,000		0,002	0,147	0,334	0,100	0,408
13	173,5	0,002	98,2	0,002	0,150	0,372	0,116	0,339
14	180,3	0,004	98,8	0,010	0,116	0,264	0,080	0,160
15								
16	176,0	0,001	98,2	0,002	0,139	0,301	0,090	0,436
17	176,8	0,004	94,2					
18	167,0		99,1					
19	174,0							
20	173,0	0,001	98,6	0,001	0,172	0,512	0,073	0,298
21	186,0		98,7					
22		0,002	98,2	0,000	0,181	0,298	0,120	0,821
25	164,0		97,2	0,003	0,166	0,490	0,107	0,202
26	166,5							
27	179,0	0,002	99,2	0,001	0,144	0,334	0,120	0,363
28	173,5	0,004	98,5	0,004	0,198	0,636	0,092	0,156
29	175,0							
30	163,0	0,002	99,6					
31	174,0	0,002	98,1					
32	190,0			0,003	0,175	0,490	0,086	0,296
33	155,2	0,002	98,7	0,004	0,200	0,564	0,150	0,260
34	171,5		96,6	0,002	0,148	0,453	0,054	0,204
36	180,0	0,003	99,2	0,002	0,134	0,337	0,088	0,310
38	170,2	0,002	95,0	0,016	0,200	0,607	0,078	0,178
39	170,5	0,001						
40	175,0	0,001						
41	165,0	0,010	98,8	0,002	0,169	0,429	0,082	0,418
42			98,2	0,002	0,170	0,363	0,127	0,526
43	167,8			0,006	0,147	0,186	0,043	0,852
44	174,0	0,001	97,8	0,006	0,130	0,310	0,227	0,140
45	157,5							
47	172,5	0,001	98,3	0,002	0,149	0,487	0,138	0,001
48	168,5							
50	170,0	0,002	98,4	0,002	0,156	0,356	0,110	0,440
51	169,5	0,001	96,6					
52	171,0	0,001	98,6	0,002	0,170	0,458	0,126	0,286
53	169,0	0,001	98,9	0,002	0,184	0,491	0,099	0,407
54	172,0							
55	155,0	0,002	97,6					
56	189,5							
57	171,5			0,005	0,170	0,442	0,101	0,347
58	176,5							
59	171,5							
60	175,2	0,001						
61	165,1		97,2	0,001	0,762	0,220	0,102	6,700
62	168,0	0,006	96,6					
63		0,002	99,3	0,001	0,110	0,348	0,120	0,015
64		0,010	98,8	0,002	0,106	0,324	0,118	0,016
Média	171,4	0,000	98,2	0,000	0,200	0,400	0,100	0,500
Desvio padrão	7,0	0,000	1,2	0,003	0,106	0,100	0,000	1,100
N	49	37	39	34	34	34	34	34
R grupo	15,5	0,003	1,9	0,003	0,062	0,266	0,266	0,266

Tabela 3 - Média dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes (continuação).

Ensaio	Metanol	Sódio	Potássio	Cálcio	Magnésio	Fósforo
Unidade	% massa	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Norma	NBR 15343 EN 14110	NBR 15553/15554/15556 EN 14108/14538	NBR 15553/15555/15556 EN 14109/14538	NBR 15553/15556 EN 14538	NBR 15553/15556 EN 14538	NBR 15553 ASTM D4951 EN 14107
1	0,02	1,4	0,5	1,7	1,4	0,6
2	0,02					
3	0,02	0,6	1,0	1,4	1,2	3,6
4	0,03	1,4	1,0	1,4	1,2	1,7
5	0,02	1,3	1,8		1,3	
6	0,02	1,5	1,0	1,4	1,4	
7						
9	0,01	1,0	1,6	1,4	1,4	2,8
10	0,02	1,4	1,5	1,6	1,4	
11	0,02					
12	0,01	3,2	2,2		1,4	3,6
13	0,03	4,8	2,2	2,9	3,0	2,8
14	0,06	1,6	2,1	2,1	1,3	2,0
15						
16	0,01	1,2	1,1	1,3	1,2	2,4
17		1,2	0,8	1,4	1,3	2,0
18	0,01					
19	0,01	1,6	1,4	1,5	1,6	
20	0,02	1,3	1,2	1,6	1,2	2,0
21	0,02	0,7	1,7	2,4	1,2	2,3
22	0,01	3,0		3,0	2,0	
25						
26						
27	0,02	1,5	1,6	1,5	1,6	2,0
28	0,03	2,4	2,4	3,2	2,8	1,4
29						
30	0,01	0,1	0,7	1,1	1,1	1,3
31	0,01					
32						
33	0,01	1,1	0,8	0,6	1,1	0,8
34	0,02					
36	0,02	1,7	2,0	1,8	1,3	2,2
38	0,03	1,2	1,4	1,4	1,2	5,0
39						
40		1,5	1,0	1,0	1,3	
41	0,02	1,4	1,6	1,3	1,2	
42	0,01	1,5	1,6	1,4	1,4	1,4
43						
44	0,03					
45						
47	0,02	2,0	2,4	2,0	1,7	0,1
48	0,03					
50	0,01	1,1	1,2	1,3	1,1	2,5
51	0,01	1,7	2,1	1,6	1,6	
52	0,01	0,9	1,1	1,2	1,5	2,0
53	0,04	1,4	1,4	1,5	1,2	2,0
54						
55						
56		1,8	1,8	1,6	1,4	1,4
57	0,02					
58						
59			1,1	1,7	1,5	
60	0,01					
61	0,01	1,2	1,0	1,2	1,2	2,2
62	0,05			0,2		
63	0,01	1,8	1,4	1,5	1,3	3,9
64	0,02	1,3		1,5	1,4	2,1
Média	0,00	1,6	1,4	1,6	1,4	2,2
Desvio padrão	0,00	0,8	0,5	0,6	0,4	1,1
N	41	34	33	34	35	26
R grupo	0,27	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3

Tabela 4 - Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) ou excluídos (e) para a amostra de biodiesel após a aplicação de estatística robusta e cálculo de Z-score.

Ensaio	Método	Identificação do laboratório														
		1	2	3	4	5	6	7	9	10	11	12	13	14	15	
Massa Específica a 20°C	NBR 7148 / 14065; ASTM D 1298 / 4052; EN ISO 3675/12185														i	
Viscosidade Cinemática a 40°C	NBR 10441; ASTM D 445; EN ISO 3104			i			n								i	
Índice de Acidez	NBR 14448; ASTM D664; EN 14104		n					n							i	
Estabilidade à Oxidação	EN 14112/15751							n				n				
Índice de Iodo	EN 14111		n								n					q
Teor de Água	ASTM D 6304; EN ISO 12937	q	n						n		i					q
Ponto de Entupimento de Filtro a Frio	NBR 14747; ASTM D 6371; EN 116		n						n					n		
Enxofre Total	NBR 15867; ASTM D 5453; EN ISO 20846/ 20884		n				n	n	n			i		i		n
Ponto de Fulgor	NBR 14598; ASTM D 93; ISO 3679						n	n				n				n
Cinzas Sulfatadas	NBR 6294; ASTM D 874; EN ISO 3987							n								n
Teor de Éster	NBR 15764; EN 14103						i		n				n			n
Glicerol Livre	NBR15771/15341/15908; ASTM D 6584; EN 14105/14106		n	q					n						e	n
Glicerol Total	NBR 15908/15344; ASTM D 6584; EN 14105		n						n							n
Monoglicerol	NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14105		n						n							n
Diglicerol	NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14105		n						n							n
Triglicerol	NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14106		n						n							n
Metanol	NBR 15343; EN 14110								n						i	n
Sódio	NBR 15553/15554/15556; EN 14108/14538		n	q					n			n	i	i		n
Potássio	NBR 15553/15555/15556; EN 14109/14538		n						n			n				n
Cálcio	NBR 15553/15556; EN 14538		n				n		n			n	n	i		n
Magnésio	NBR 15553/15556; EN 14538		n						n			n		i		n
Fósforo	NBR 15553; ASTM D4951; EN 14107		n						n			n				n
Total de Ensaio Realizados		22	7	22	22	19	16	7	22	22	15	19	21	22	7	
Resultados Satisfatórios		95%	100%	86%	100%	95%	100%	100%	100%	100%	87%	95%	76%	82%	71%	
Resultados Questionáveis (%)		5%	0%	9%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	29%	
Resultados Insatisfatórios (%)		0%	0%	5%	0%	5%	0%	0%	0%	0%	13%	5%	24%	14%	0%	
Resultados Excluídos (%)		0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	5%	0%	

Tabela 4 - Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) ou excluídos (e) para a amostra de biodiesel após a aplicação de estatística robusta e cálculo de Z-score (continuação).

Ensaio	Identificação do laboratório																				
	16	17	18	19	20	21	22	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	36	38	39	40
Massa Específica a 20°C			i		q	i	i	i							i						
Viscosidade Cinemática a 40°C						n									n	i					
Índice de Acidez				n		n		i	n					q	n		n			n	n
Estabilidade à Oxidação								q					n			i				n	n
Índice de Iodo						n		n	n						n					q	n
Teor de Água								i	n			n					i		q	n	
Ponto de Entupimento de Filtro a Frio						q		q	n			n	q	n	n					n	n
Enxofre Total			n				n		i			n			n						
Ponto de Fulgor						q	n								i	q					
Cinzas Sulfatadas			n	n		n		n	n			n			n		n				
Teor de Éster		i		n					n			n			n		q		i	n	n
Glicerol Livre		n	n	n		n	q		n		q	n	n	n		q			e	n	n
Glicerol Total		n	n	n		n			n			n	n	n						n	n
Monoglicerol		n	n	n		n			n		q	n	n	n					q	n	n
Diglicerol		n	n	n		n			n			n	n	n						n	n
Triglicerol		n	n	n		n	i		n			n	n	n						n	n
Metanol		n						n	n			n			n					n	n
Sódio			n			q	i	n	n		i	n	i	n	n		n			n	
Potássio			n				n	n	n			n		n	n		n			n	
Cálcio			n					n	n			n		n	n		n			n	
Magnésio			n				i	n	n		i	n		n	n		n			n	
Fósforo			n					n	n			n		n	n		n		i	n	
Total de Ensaios Realizados	22	16	10	14	22	13	19	14	5	22	22	6	16	11	9	22	15	22	22	6	11
Resultados Satisfatórios	100%	94%	90%	100%	95%	69%	74%	64%	80%	100%	82%	100%	88%	91%	78%	82%	87%	100%	77%	83%	100%
Resultados Questionáveis (%)	0%	0%	0%	0%	5%	23%	5%	14%	0%	0%	9%	0%	6%	9%	0%	9%	7%	0%	9%	17%	0%
Resultados Insatisfatórios (%)	0%	6%	10%	0%	0%	8%	21%	21%	20%	0%	9%	0%	6%	0%	22%	9%	7%	0%	9%	0%	0%
Resultados Excluídos (%)	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	5%	0%	0%

Tabela 4 - Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) ou excluídos (e) para a amostra de biodiesel após a aplicação de estatística robusta e cálculo de Z-score (continuação).

Ensaio	Identificação do laboratório																							
	41	42	43	44	45	47	48	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64		
Massa Específica a 20°C					q					i				i				i						
Viscosidade Cinemática a 40°C			i		i	i							i	n	n		n			i				
Índice de Acidez			n		n				i							n		i						
Estabilidade à Oxidação			n		n		n						n			n		i		n				
Índice de Iodo			n		n							i	n	n	n	n	n		q					
Teor de Água	i				n								i	i			q	n		i				
Ponto de Entupimento de Filtro a Frio				n			n						n	n	n	n	n	n		n				
Enxofre Total		i	n	n	n									n	n	n	n	n		n				
Ponto de Fulgor		n			q									q	i						n	n		
Cinzas Sulfatadas	i	n	n		n		n					n		n	n	n	n	n	n	i		i		
Teor de Éster			n		n		n		q					n	n	n	n	n	n	q				
Glicerol Livre			e	e	n		n		n			n	n	n	e	n	n	n		n				
Glicerol Total					n		n		n			n	n	n		n	n	n	i	n	q	q		
Monoglicerol			q		n		n		n			n	n	n		n	n	n		n				
Diglicerol			q	i	n		n		n			n	n	n		n	n	n		n				
Triglicerol			i		n	q	n		n			n	n	n		n	n	n	i	n	q	q		
Metanol			n		n							n	n	n		n	n		q					
Sódio			n	n	n		n					n	n		n	n	n	n		n				
Potássio			n	n	n		n					n	n		n	n		n		n		n		
Cálcio			n	n	n		n					n	n		n	n		n		i				
Magnésio			n	n	n		n					n	n		n	n		n		n				
Fósforo			n	n	n	q	n					n	n		n	n		n		n	q			
Total de Ensaio Realizados	22	20	10	15	4	22	8	22	17	22	22	9	7	11	11	4	10	8	21	10	21	20		
Resultados Satisfatórios	91%	95%	50%	87%	25%	86%	100%	100%	88%	95%	100%	89%	57%	73%	91%	100%	90%	63%	86%	40%	86%	85%		
Resultados Questionáveis (%)	0%	0%	20%	0%	50%	9%	0%	0%	6%	0%	0%	0%	14%	0%	0%	0%	10%	0%	5%	20%	14%	10%		
Resultados Insatisfatórios (%)	9%	5%	20%	7%	25%	5%	0%	0%	6%	5%	0%	11%	29%	27%	0%	0%	0%	38%	10%	40%	0%	5%		
Resultados Excluídos (%)	0%	0%	10%	7%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	9%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%		

4.1. Estatística Robusta

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Massa Específica a 20°C - NBR 7148 / 14065; ASTM D 1298 / 4052; EN ISO 3675/12185

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	880,9	0,0	
2	880,8	-0,8	
3	881,0	0,8	
4	880,9	0,0	
5	880,9	0,0	
6	881,0	0,8	
7	880,9	0,0	
9	881,0	0,8	
10	880,8	-0,8	
11	881,0	0,8	
12	881,0	0,8	
13	880,9	0,0	
14	880,4	-4,2	Insatisfatório
15	881,0	0,8	
16	880,9	0,0	
17	880,9	0,0	
18	881,3	3,3	Insatisfatório
19	880,9	0,0	
20	880,6	-2,5	Questionável
21	880,5	-3,3	Insatisfatório
22	881,4	4,2	Insatisfatório
25	881,5	5,0	Insatisfatório
26	880,8	-0,8	
27	880,9	0,0	
28	881,0	0,8	
29	880,9	0,0	
30	880,9	0,0	
31	881,0	0,8	
32	880,0	-7,5	Insatisfatório
33	880,9	0,0	
34	881,0	0,8	
36	880,9	0,0	
38	881,0	0,8	
39	880,9	0,0	
40	880,8	-0,8	
41	881,0	0,8	
42	880,9	0,0	
43	880,9	0,0	
44	881,0	0,8	
45	881,2	2,5	Questionável
47	881,0	0,8	
48	880,9	0,0	
50	881,0	0,8	
51	880,9	0,0	
52	880,3	-5,0	Insatisfatório
53	880,8	-0,8	
54	880,9	0,0	
55	880,8	-0,8	
56	884,8	32,5	Insatisfatório
57	880,7	-1,7	
58	880,8	-0,8	
59	881,0	0,8	
60	880,5	-3,3	Insatisfatório
61	880,8	-0,8	
62	881,0	0,8	
63	881,0	0,8	
64	881,0	0,8	

Nº de resultados Satisfatórios	46
Valor de Consenso	880,9
Desvio Padrão Robusto	0,1
Mediana	880,9
Média Aritmética	881,0
Desvio Padrão Aritmético	0,6
Repro do Grupo	0,4
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

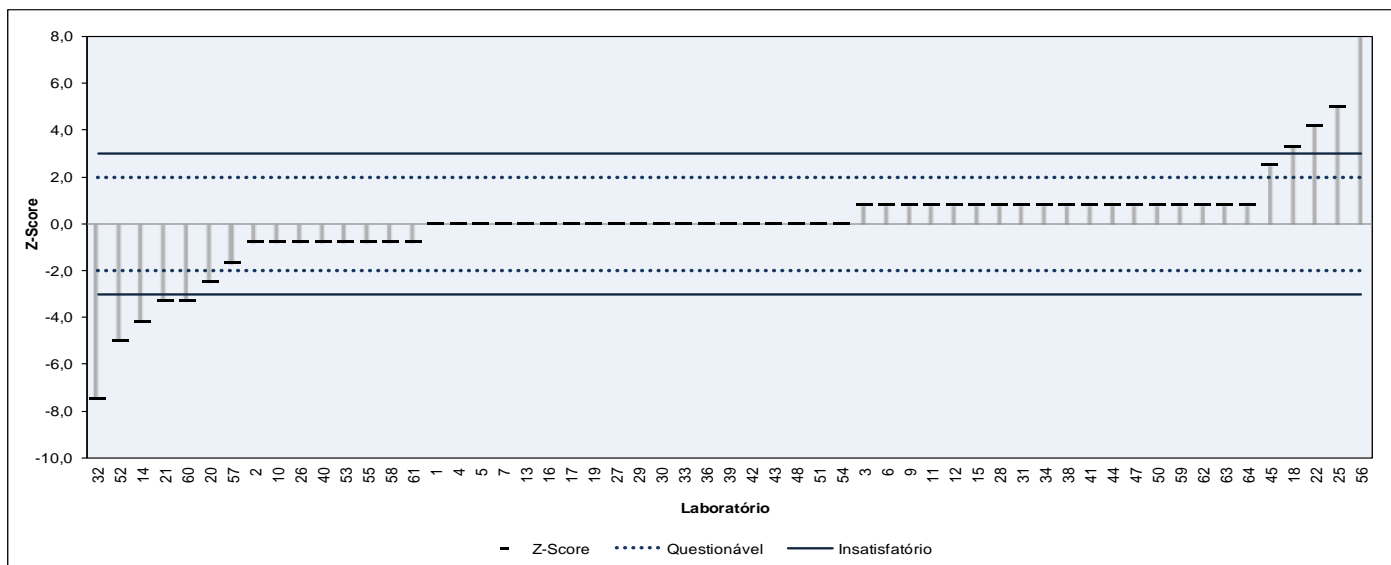


Gráfico 1: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro massa específica, com base nos valores de Z-score.

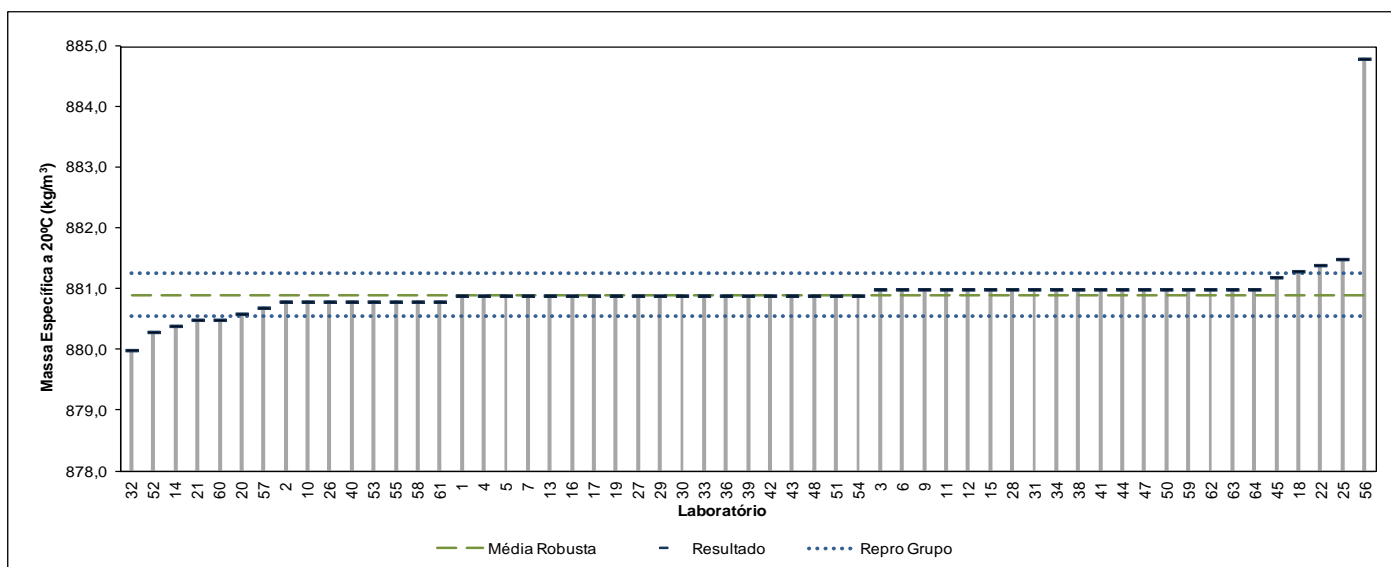


Gráfico 2: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (—); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro massa específica.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Viscosidade Cinemática a 40°C - NBR 10441; ASTM D 445; EN ISO 3104

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	4,174	-0,1	
2	4,172	-0,2	
3	4,437	16,4	Insatisfatório
4	4,181	0,4	
5	4,178	0,2	
6			
7	4,184	0,6	
9	4,173	-0,1	
10	4,168	-0,4	
11	4,174	-0,1	
12	4,152	-1,4	
13	4,159	-1,0	
14	4,270	5,9	Insatisfatório
15	4,205	1,9	
16	4,161	-0,9	
17	4,184	0,6	
18	4,162	-0,8	
19	4,156	-1,2	
20	4,170	-0,3	
21			
22	4,167	-0,5	
25	4,206	1,9	
26	4,172	-0,2	
27	4,172	-0,2	
28	4,170	-0,3	
29	4,176	0,1	
30	4,195	1,3	
31	4,176	0,1	
32			
33	4,291	7,3	Insatisfatório
34	4,164	-0,7	
36	4,181	0,4	
38	4,188	0,8	
39	4,171	-0,2	
40	4,182	0,4	
41	4,188	0,8	
42	4,202	1,7	
43	4,115	-3,7	Insatisfatório
44	4,147	-1,7	
45	4,460	17,8	Insatisfatório
47	4,254	4,9	Insatisfatório
48	4,165	-0,6	
50	4,168	-0,4	
51	4,169	-0,4	
52	4,180	0,3	
53	4,185	0,6	
54	4,168	-0,4	
55	4,260	5,3	Insatisfatório
56			
57			
58	4,149	-1,6	
59			
60	4,162	-0,8	
61	4,192	1,1	
62	4,042	-8,3	Insatisfatório
63	4,174	-0,1	
64	4,163	-0,7	

Nº de resultados Satisfatórios	43
Valor de Consenso	4,175
Desvio Padrão Robusto	0,016
Mediana	4,174
Média Aritmética	4,189
Desvio Padrão Aritmético	0,064
Repro do Grupo	0,046
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,188

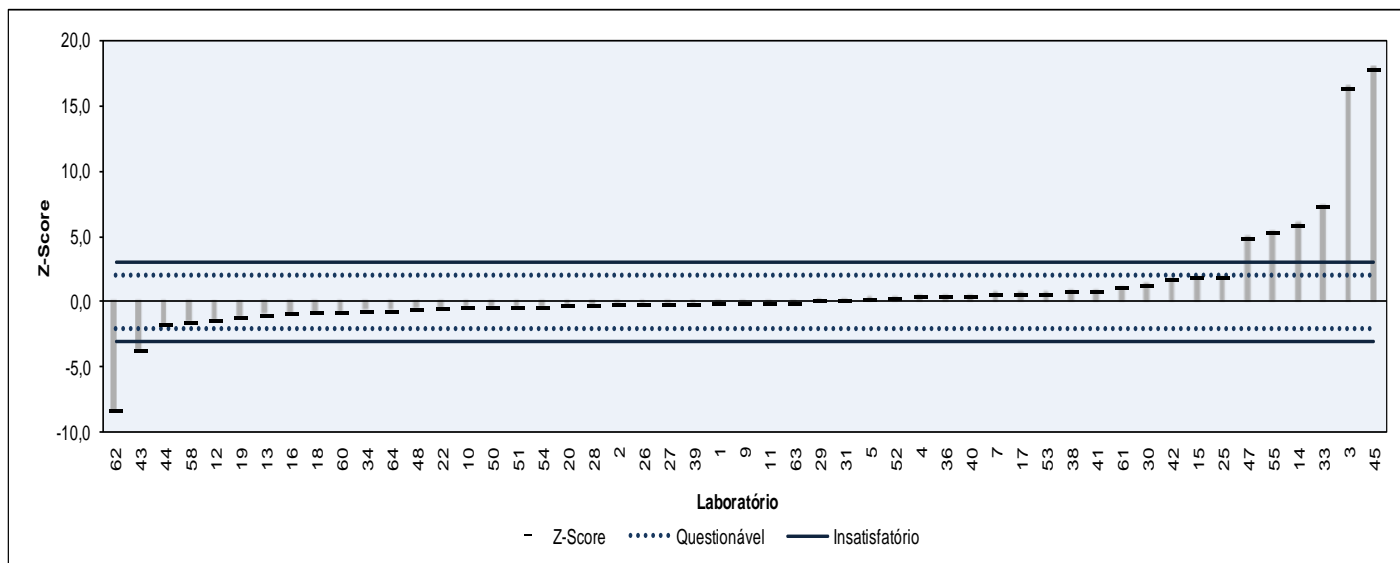


Gráfico 3: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro viscosidade cinemática a 40 °C, com base nos valores de Z-score.

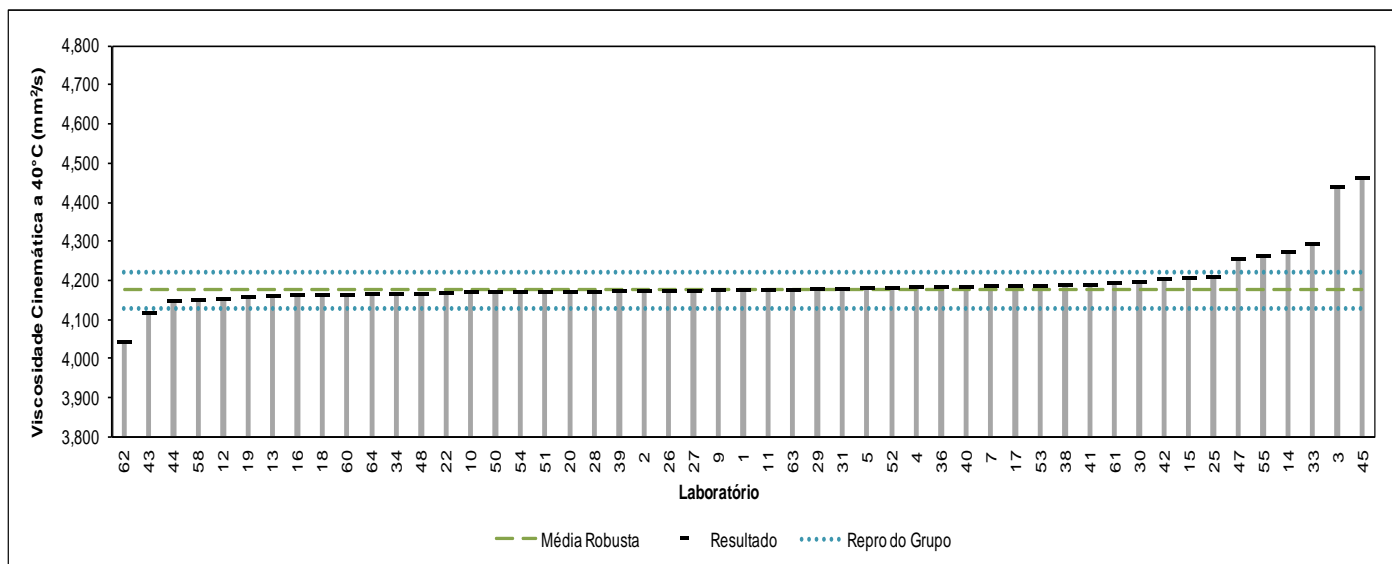


Gráfico 4: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro viscosidade cinemática a 40°C.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Índice de Acidez - NBR 14448; ASTM D 664; EN 14104

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,33	0,0	
2			
3	0,32	-0,2	
4	0,34	0,2	
5	0,31	-0,3	
6	0,38	0,8	
7			
9	0,32	-0,2	
10	0,32	-0,2	
11	0,32	-0,2	
12	0,44	1,8	
13	0,56	3,8	Insatisfatório
14	0,28	-0,8	
15	0,30	-0,5	
16	0,36	0,5	
17	0,33	0,0	
18	0,32	-0,2	
19			
20	0,35	0,3	
21			
22	0,31	-0,3	
25	0,70	6,2	Insatisfatório
26			
27	0,36	0,5	
28	0,42	1,5	
29	0,33	0,0	
30	0,28	-0,8	
31	0,20	-2,2	Questionável
32			
33	0,43	1,7	
34			
36	0,32	-0,2	
38	0,26	-1,2	
39			
40			
41	0,32	-0,2	
42	0,27	-1,0	
43			
44	0,29	-0,7	
45			
47	0,24	-1,5	
48	0,26	-1,2	
50	0,32	-0,2	
51	0,58	4,2	Insatisfatório
52	0,32	-0,2	
53	0,34	0,2	
54	0,38	0,8	
55	0,26	-1,2	
56	0,36	0,5	
57	0,34	0,2	
58			
59	0,26	-1,2	
60	1,47	19,0	Insatisfatório
61	0,36	0,5	
62	0,27	-1,0	
63	0,31	-0,3	
64	0,25	-1,3	

Nº de resultados Satisfatórios	40
Valor de Consenso	0,33
Desvio Padrão Robusto	0,06
Mediana	0,32
Média Aritmética	0,36
Desvio Padrão Aritmético	0,19
Repro do Grupo	0,16
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,18

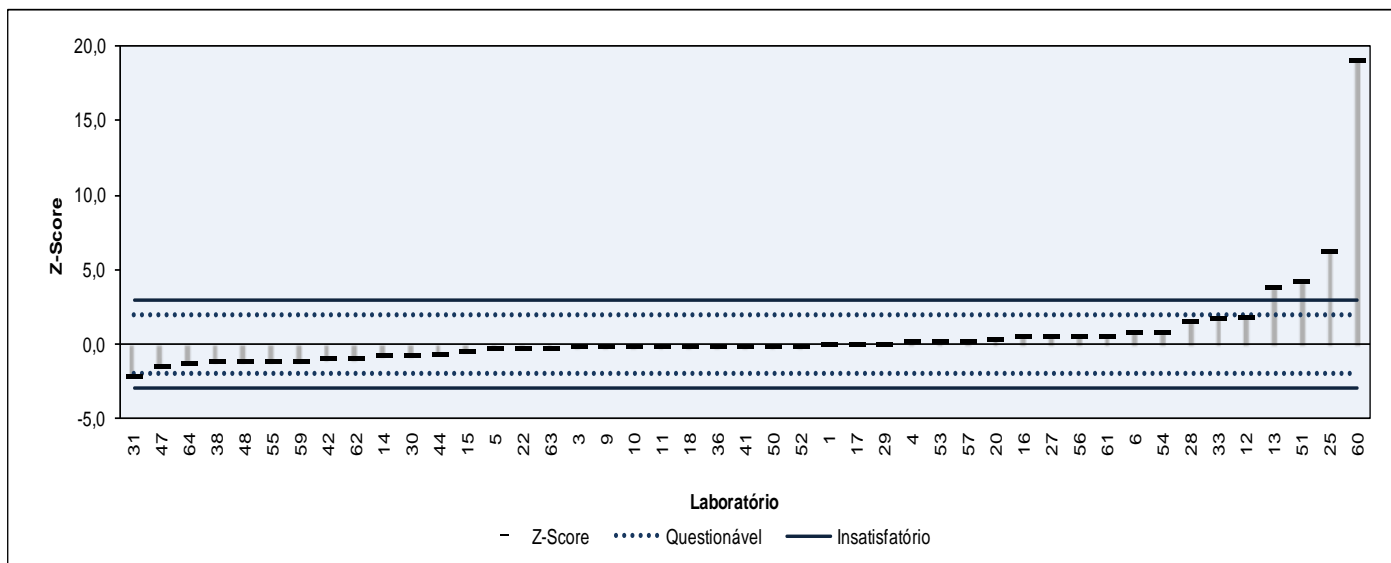


Gráfico 5: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro índice de acidez, com base nos valores de Z-score.

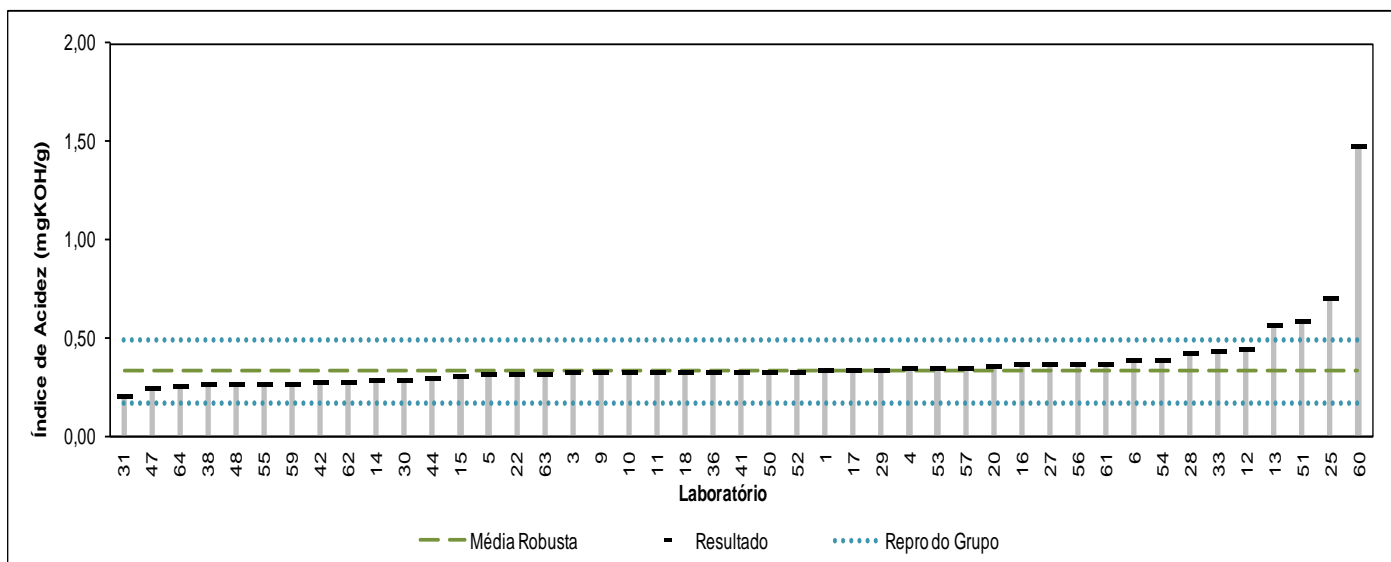


Gráfico 6: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro índice de acidez.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Estabilidade à Oxidação - EN 14112/15751

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	7,8	-1,3	
2	8,8	0,1	
3	8,4	-0,4	
4	8,6	-0,1	
5	7,7	-1,4	
6			
7	9,4	1,0	
9	8,1	-0,9	
10	8,5	-0,3	
11	9,4	1,0	
12			
13	9,1	0,6	
14	10,0	1,9	
15	8,2	-0,7	
16	10,0	1,9	
17	8,8	0,1	
18	8,7	0,0	
19	8,4	-0,4	
20	9,0	0,4	
21	9,6	1,3	
22	9,2	0,7	
25	10,2	2,1	Questionável
26	9,4	1,0	
27	8,0	-1,0	
28	8,4	-0,4	
29	8,6	-0,1	
30			
31	8,8	0,1	
32	8,6	-0,1	
33	5,4	-4,7	Insatisfatório
34	8,8	0,1	
36	8,0	-1,0	
38	9,1	0,6	
39			
40			
41	8,2	-0,7	
42	9,4	1,0	
43			
44	9,0	0,4	
45			
47	7,6	-1,6	
48			
50	8,3	-0,6	
51	9,2	0,7	
52	8,8	0,1	
53	8,6	-0,1	
54	8,2	-0,7	
55			
56	9,4	1,0	
57	8,8	0,1	
58			
59	8,6	-0,1	
60	5,2	-5,0	Insatisfatório
61	7,9	-1,1	
62			
63	9,0	0,4	
64	9,1	0,6	

Nº de resultados Satisfatórios	43
Valor de Consenso	8,7
Desvio Padrão Robusto	0,7
Mediana	8,8
Média Aritmética	8,6
Desvio Padrão Aritmético	0,9
Repro do Grupo	1,9
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

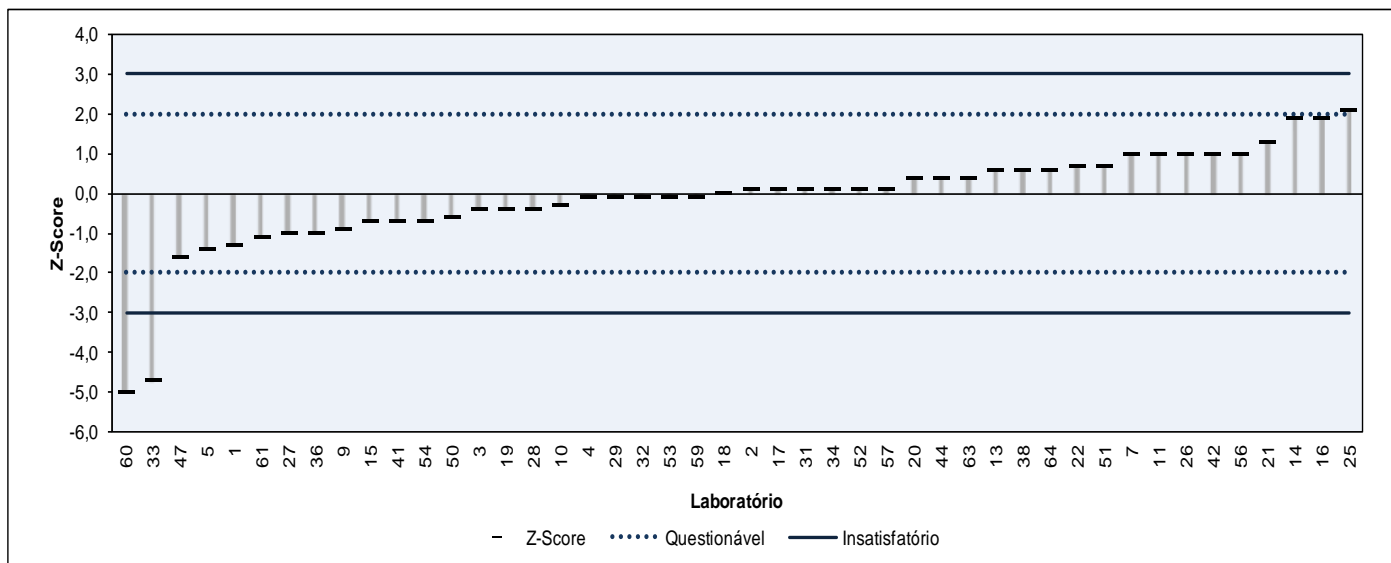


Gráfico 7: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro estabilidade à oxidação, com base nos valores de Z-score.

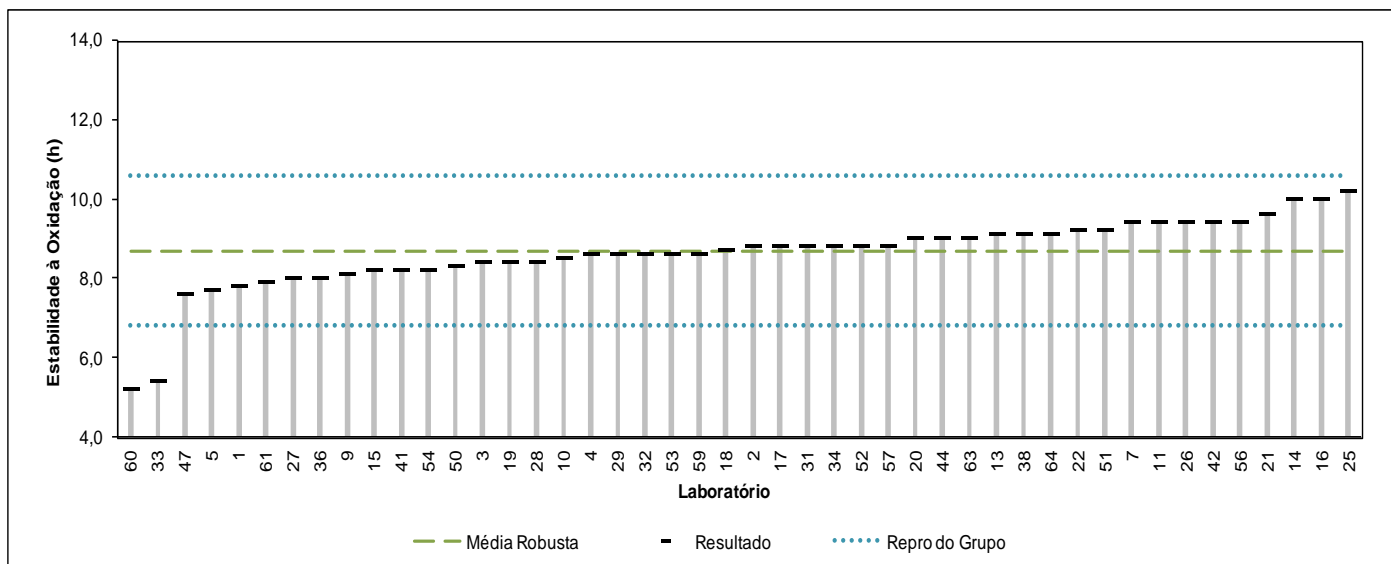


Gráfico 8: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (---) para o parâmetro estabilidade à oxidação.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Índice de Iodo - EN 14111

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	126	0,0	
2			
3	124	-0,7	
4	126	0,0	
5	129	1,0	
6	128	0,7	
7	124	-0,7	
9	128	0,7	
10	122	-1,3	
11			
12	132	2,0	
13	122	-1,3	
14	122	-1,3	
15	133	2,4	Questionável
16	126	0,0	
17	125	-0,3	
18	124	-0,7	
19	128	0,7	
20	127	0,3	
21			
22	130	1,3	
25			
26			
27	124	-0,7	
28	126	0,0	
29	122	-1,3	
30	123	-1,0	
31	125	-0,3	
32			
33	127	0,3	
34	122	-1,3	
36	124	-0,7	
38	123	-1,0	
39	133	2,4	Questionável
40			
41	128	0,7	
42	125	-0,3	
43			
44	124	-0,7	
45			
47	127	0,3	
48	128	0,7	
50	126	0,0	
51	124	-0,7	
52	126	0,0	
53	126	0,0	
54	106	-6,7	Insatisfatório
55			
56			
57			
58			
59			
60	124	-0,7	
61	134	2,7	Questionável
62	130	1,3	
63	125	-0,3	
64	126	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	39
Valor de Consenso	126
Desvio Padrão Robusto	3
Mediana	126
Média Aritmética	126
Desvio Padrão Aritmético	4
Repro do Grupo	8
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

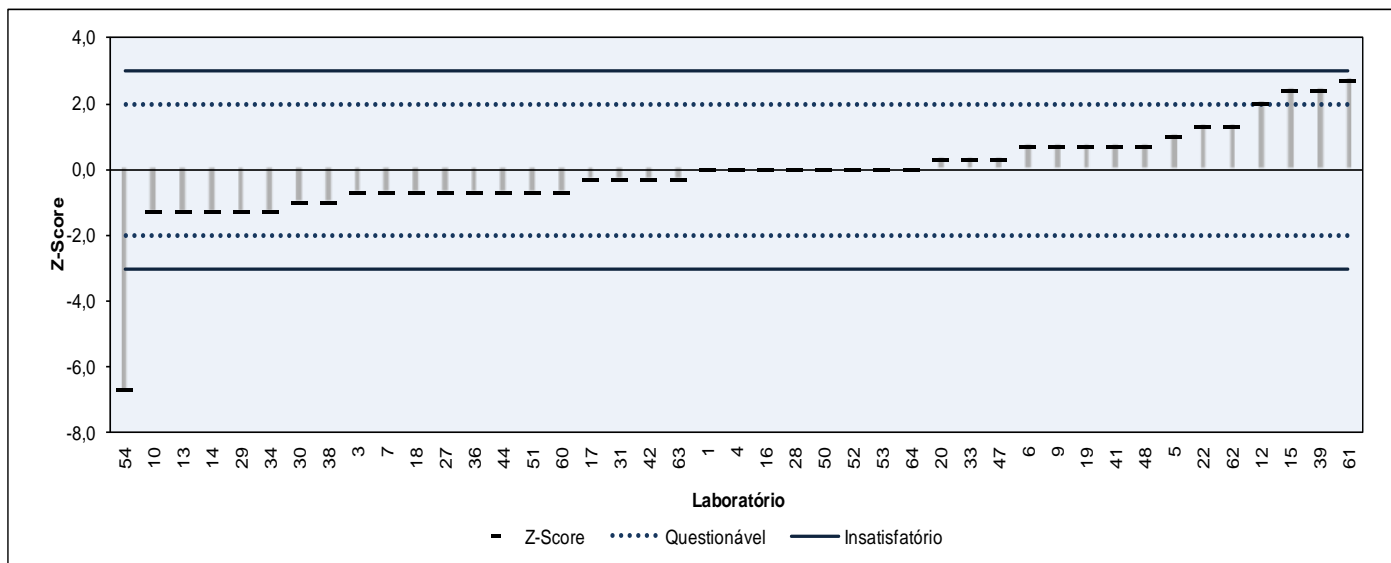


Gráfico 9: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro índice de iodo, com base nos valores de Z-score.

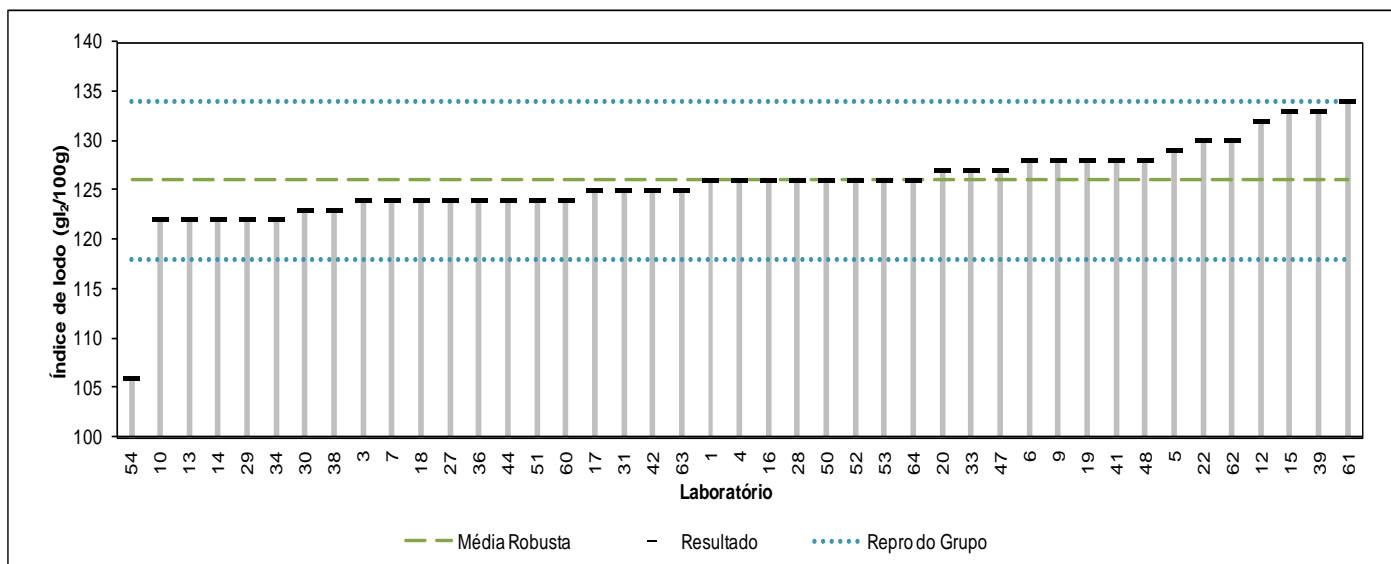


Gráfico 10: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro índice de iodo.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Teor de Água - ASTM D 6304; EN ISO 12937

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	360	2,9	Questionável
2			
3	300	-0,2	
4	333	1,5	
5	324	1,1	
6	304	0,0	
7			
9	308	0,2	
10	285	-1,0	
11	242	-3,3	Insatisfatório
12	304	0,0	
13	304	0,0	
14	305	0,1	
15	346	2,2	Questionável
16	310	0,3	
17	295	-0,5	
18	306	0,1	
19	298	-0,3	
20	300	-0,2	
21	328	1,3	
22	326	1,2	
25	136	-8,8	Insatisfatório
26			
27	291	-0,7	
28	277	-1,4	
29			
30	284	-1,1	
31	289	-0,8	
32	286	-0,9	
33	296	-0,4	
34	389	4,5	Insatisfatório
36	291	-0,7	
38	344	2,1	Questionável
39			
40	322	0,9	
41	376	3,8	Insatisfatório
42	337	1,7	
43	306	0,1	
44	284	-1,1	
45			
47	299	-0,3	
48	293	-0,6	
50	308	0,2	
51	307	0,2	
52	302	-0,1	
53	314	0,5	
54	301	-0,2	
55	213	-4,8	Insatisfatório
56	216	-4,6	Insatisfatório
57	302	-0,1	
58	292	-0,6	
59	348	2,3	Questionável
60			
61	303	-0,1	
62	224	-4,2	Insatisfatório
63	304	0,0	
64	304	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	39
Valor de Consenso	304
Desvio Padrão Robusto	19
Mediana	304
Média Aritmética	300
Desvio Padrão Aritmético	41
Repro do Grupo	55
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

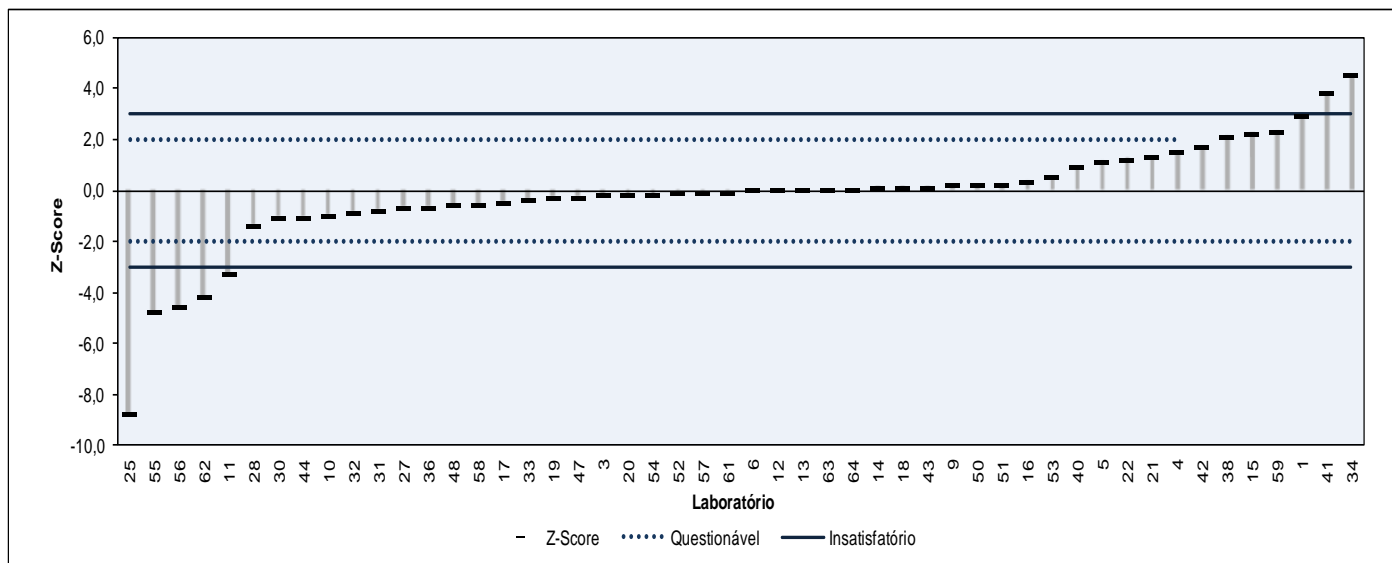


Gráfico 11: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro teor de água, com base nos valores de Z-score.

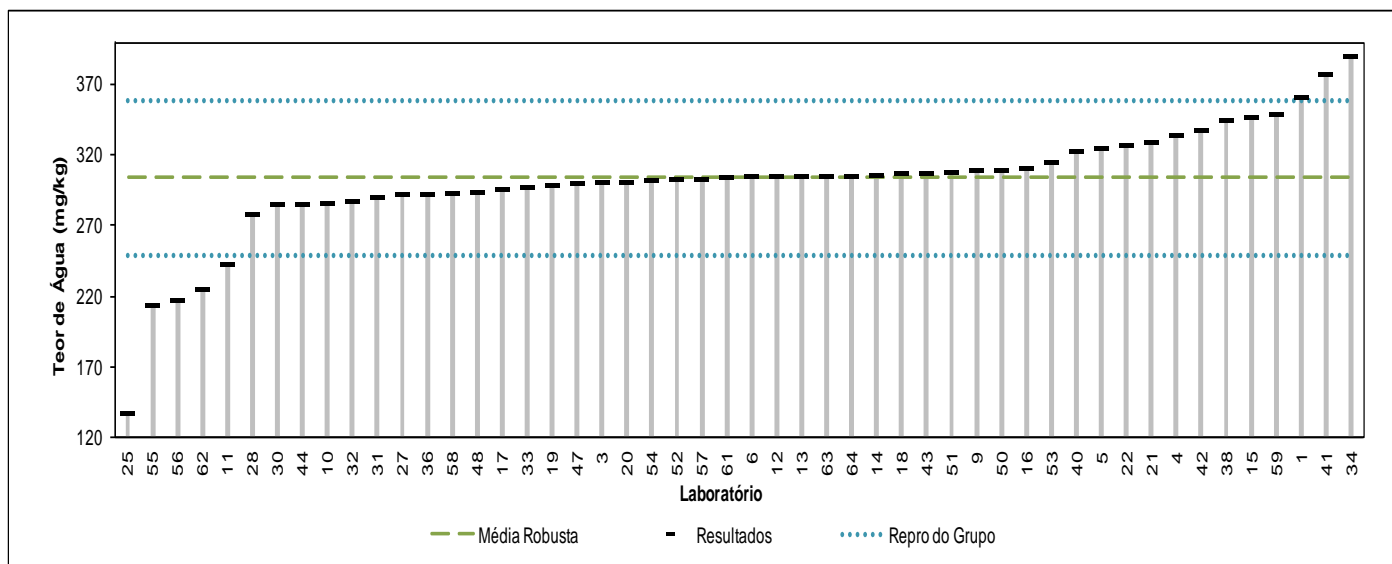


Gráfico 12: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro teor de água.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Ponto de Entupimento de Filtro a Frio - NBR 14747; ASTM D 6371; EN 116

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	-2	1,0	
2			
3	-2	1,0	
4	-5	-2,0	
5	-2	1,0	
6			
7	-3	0,0	
9	-2	1,0	
10	-4	-1,0	
11	-2	1,0	
12	-2	1,0	
13			
14	-2	1,0	
15	-3	0,0	
16	-4	-1,0	
17	-2	1,0	
18	-2	1,0	
19	-5	-2,0	
20	-3	0,0	
21	0	3,0	Questionável
22	-2	1,0	
25	-6	-3,0	Questionável
26			
27	-2	1,0	
28	-1	2,0	
29			
30	-6	-3,0	Questionável
31			
32			
33	-2	1,0	
34	-3	0,0	
36	-2	1,0	
38	-3	0,0	
39			
40			
41	-2	1,0	
42	-2	1,0	
43	-3	0,0	
44			
45	-3	0,0	
47	-4	-1,0	
48			
50	-3	0,0	
51	-2	1,0	
52	-3	0,0	
53	-3	0,0	
54	-4	-1,0	
55			
56			
57			
58			
59	-2	1,0	
60			
61	-1	2,0	
62			
63	-3	0,0	
64	-3	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	37
Valor de Consenso	-3
Desvio Padrão Robusto	1
Mediana	-3
Média Aritmética	-3
Desvio Padrão Aritmético	1
Repro do Grupo	2
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

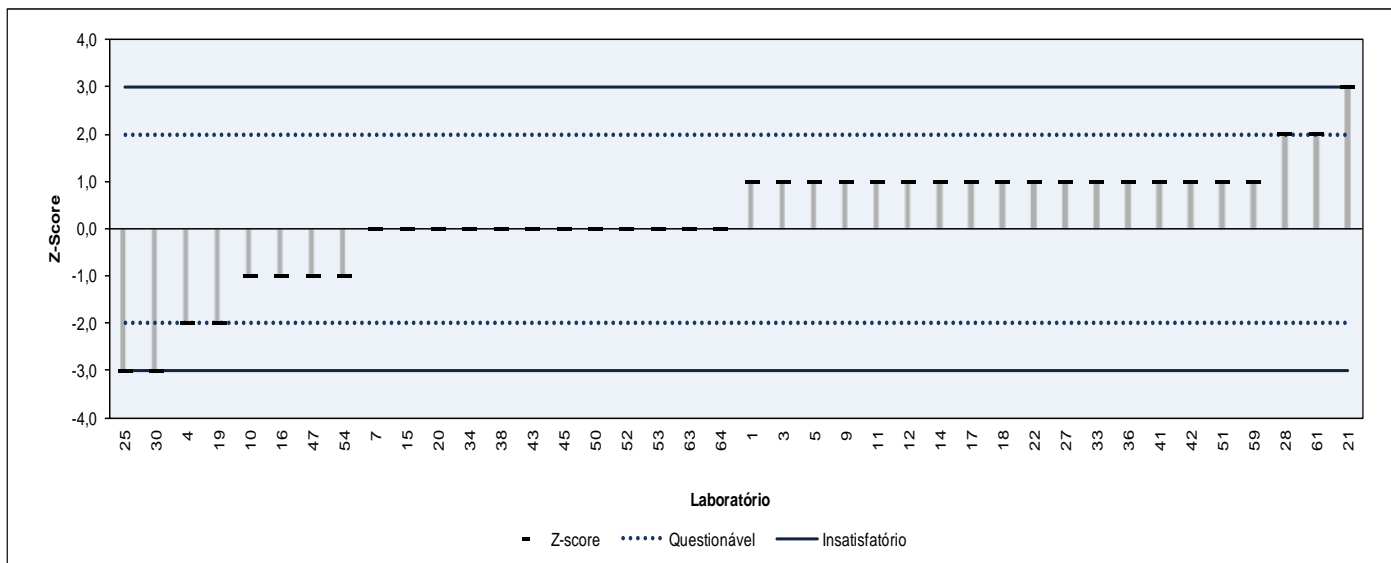


Gráfico 13: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro ponto de entupimento de filtro a frio, com base nos valores de Z-score.

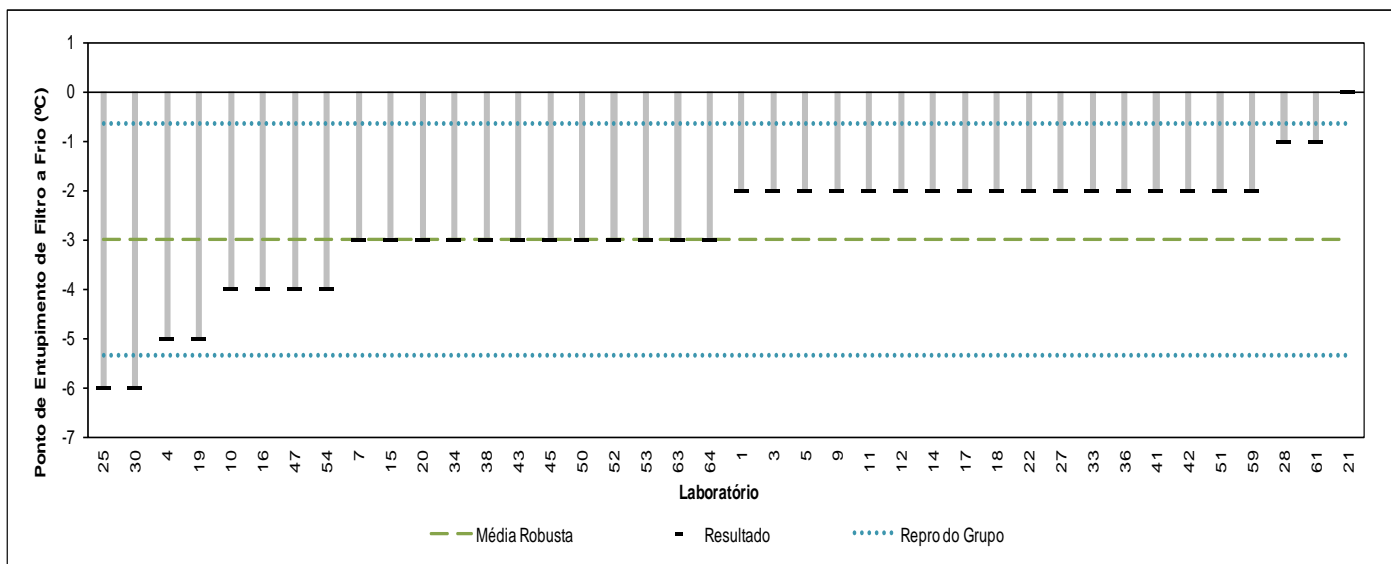


Gráfico 14: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro ponto de entupimento de filtro a frio.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Enxofre Total - NBR 15867; ASTM D 5453; EN ISO 20846/ 20884

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,5	-0,7	
2			
3	0,5	-0,7	
4	0,7	0,0	
5			
6			
7			
9	0,6	-0,3	
10	0,4	-1,0	
11	3,8	10,3	Insatisfatório
12	1,3	2,0	
13	73,6	243,0	Insatisfatório
14	1,2	1,7	
15			
16	0,5	-0,7	
17	1,1	1,3	
18			
19	0,7	0,0	
20	0,5	-0,7	
21	0,8	0,3	
22			
25	0,1	-2,0	
26	19,2	61,7	Insatisfatório
27	0,5	-0,7	
28	0,6	-0,3	
29			
30	0,9	0,7	
31	0,4	-1,0	
32			
33	0,8	0,3	
34	1,0	1,0	
36	0,4	-1,0	
38	0,7	0,0	
39	0,5	-0,7	
40	0,8	0,3	
41	0,8	0,3	
42	4,3	12,0	Insatisfatório
43			
44			
45			
47	0,4	-1,0	
48	1,0	1,0	
50	0,6	-0,3	
51	0,8	0,3	
52	0,5	-0,7	
53	0,4	-1,0	
54	1,2	1,7	
55			
56	0,4	-1,0	
57			
58			
59			
60			
61	0,7	0,0	
62			
63	0,6	-0,3	
64	0,8	0,3	

Nº de resultados Satisfatórios	35
Valor de Consenso	0,7
Desvio Padrão Robusto	0,3
Mediana	0,7
Média Aritmética	3,2
Desvio Padrão Aritmético	12,0
Repro do Grupo	0,9
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

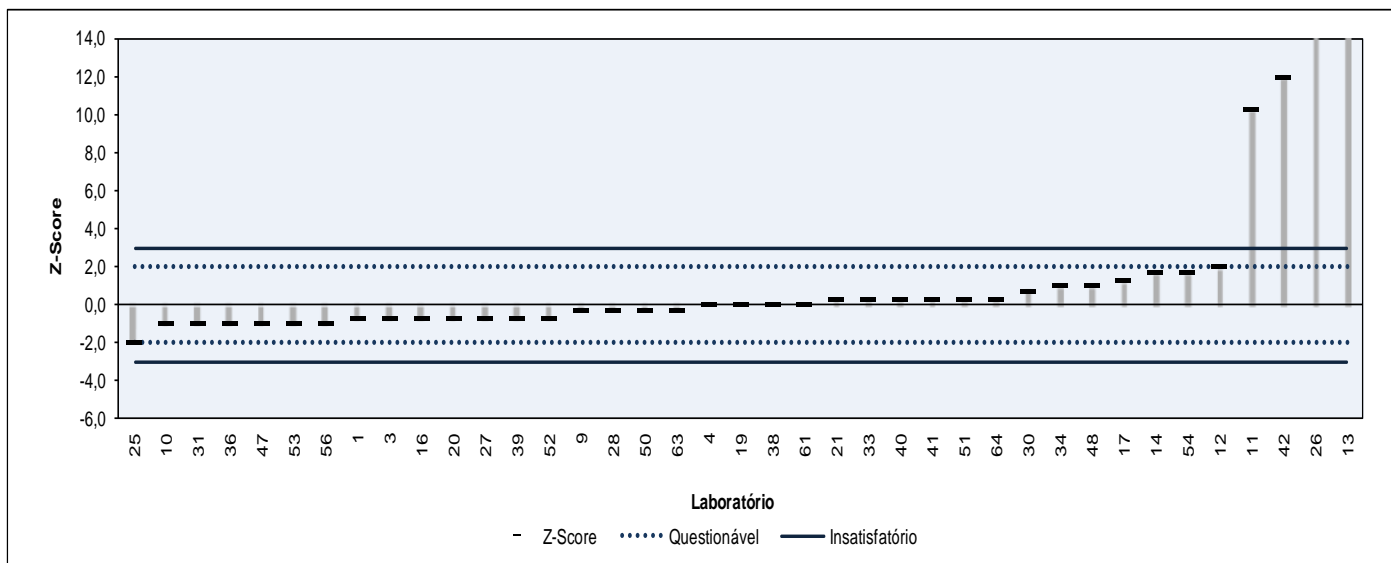


Gráfico 15: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro enxofre total, com base nos valores de Z-score.

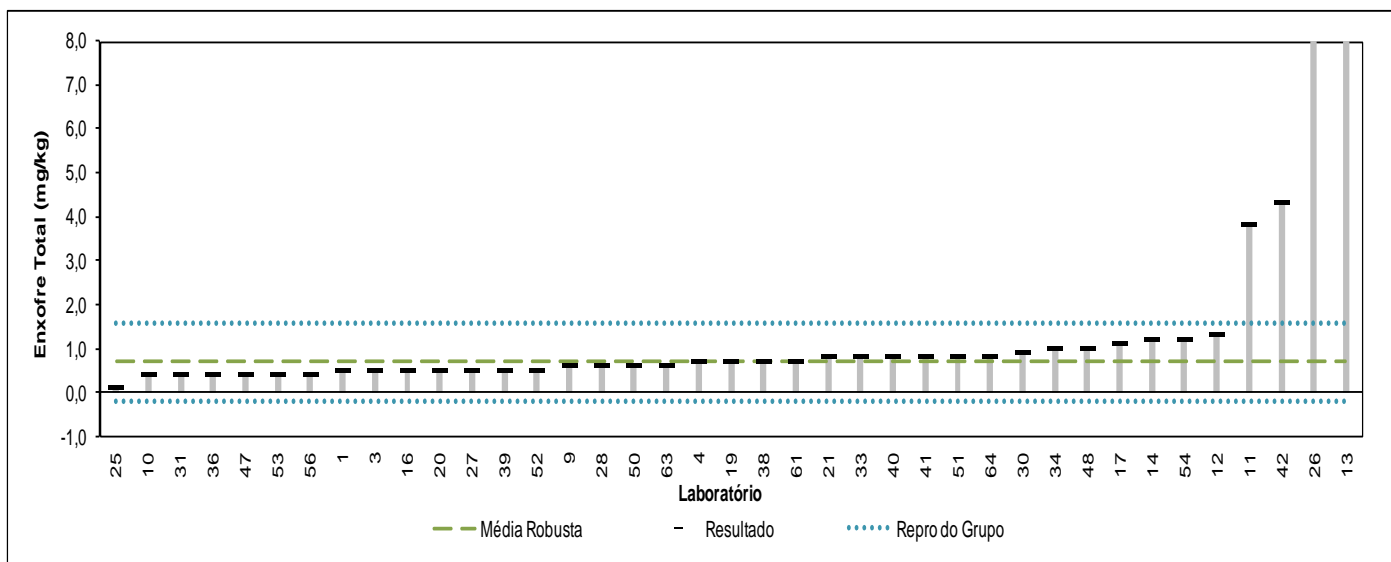


Gráfico 16: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (Repro do Grupo) para o parâmetro enxofre total.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Ponto de Fulgor - NBR 14598; ASTM D 93; ISO 3679

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	167,5	-0,7	
2	176,0	0,9	
3	173,0	0,3	
4	167,0	-0,8	
5			
6			
7	171,0	-0,1	
9	171,0	-0,1	
10	163,5	-1,4	
11			
12	168,0	-0,6	
13	173,5	0,4	
14	180,3	1,6	
15			
16	176,0	0,9	
17	176,8	1,0	
18	167,0	-0,8	
19	174,0	0,5	
20	173,0	0,3	
21	186,0	2,7	Questionável
22			
25	164,0	-1,3	
26	166,5	-0,9	
27	179,0	1,4	
28	173,5	0,4	
29	175,0	0,7	
30	163,0	-1,5	
31	174,0	0,5	
32	190,0	3,4	Insatisfatório
33	155,2	-2,9	Questionável
34	171,5	0,0	
36	180,0	1,6	
38	170,2	-0,2	
39	170,5	-0,1	
40	175,0	0,7	
41	165,0	-1,1	
42			
43	167,8	-0,6	
44	174,0	0,5	
45	157,5	-2,5	Questionável
47	172,5	0,2	
48	168,5	-0,5	
50	170,0	-0,2	
51	169,5	-0,3	
52	171,0	-0,1	
53	169,0	-0,4	
54	172,0	0,1	
55	155,0	-3,0	Questionável
56	189,5	3,3	Insatisfatório
57	171,5	0,0	
58	176,5	0,9	
59	171,5	0,0	
60	175,2	0,7	
61	165,1	-1,1	
62	168,0	-0,6	
63			
64			

Nº de resultados Satisfatórios	43
Valor de Consenso	171,3
Desvio Padrão Robusto	5,5
Mediana	171,5
Média Aritmética	171,4
Desvio Padrão Aritmético	7,1
Repro do Grupo	15,5
Incerteza	1,0
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

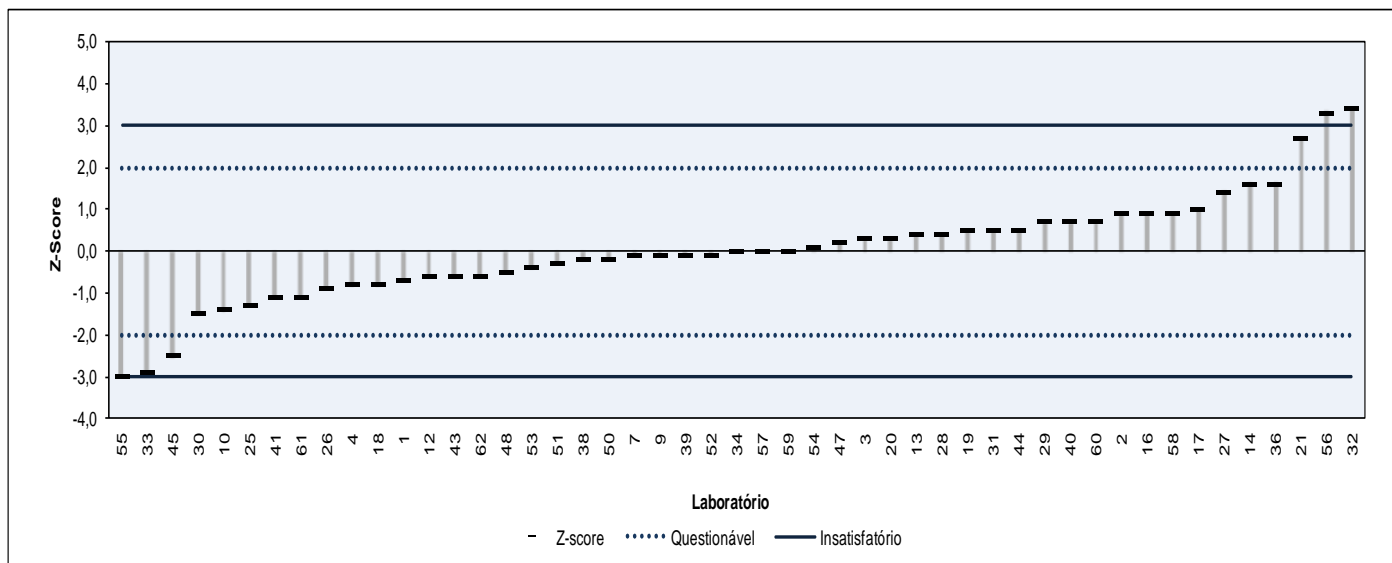


Gráfico 17: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro ponto de fulgor, com base nos valores de Z-score.

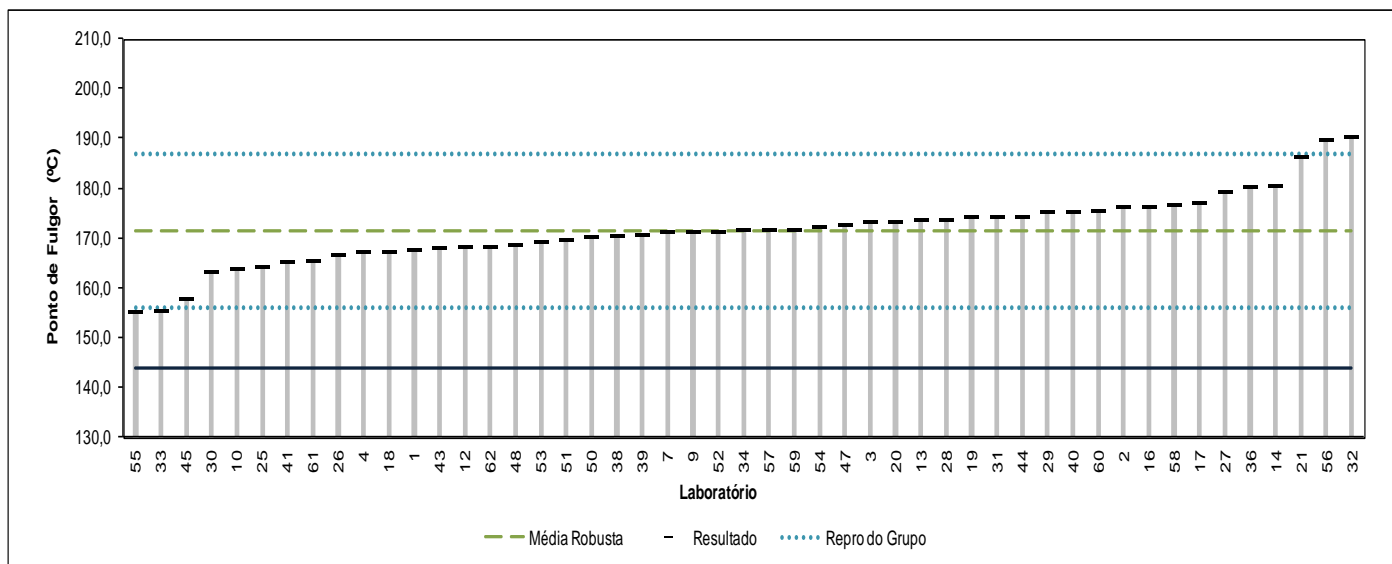


Gráfico 18: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro ponto de fulgor.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Cinzas Sulfatadas - NBR 6294; ASTM D 874; EN ISO 3987

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,000	-2,0	
2	0,001	-1,0	
3	0,001	-1,0	
4	0,001	-1,0	
5	0,000	-2,0	
6			
7	0,002	0,0	
9	0,001	-1,0	
10	0,002	0,0	
11	0,000	-2,0	
12	0,000	-2,0	
13	0,002	0,0	
14	0,004	2,0	
15			
16	0,001	-1,0	
17	0,004	2,0	
18			
19			
20	0,001	-1,0	
21			
22	0,002	0,0	
25			
26			
27	0,002	0,0	
28	0,004	2,0	
29			
30	0,002	0,0	
31	0,002	0,0	
32			
33	0,002	0,0	
34			
36	0,003	1,0	
38	0,002	0,0	
39	0,001	-1,0	
40	0,001	-1,0	
41	0,010	8,0	Insatisfatório
42			
43			
44	0,001	-1,0	
45			
47	0,001	-1,0	
48			
50	0,002	0,0	
51	0,001	-1,0	
52	0,001	-1,0	
53	0,001	-1,0	
54			
55	0,002	0,0	
56			
57			
58			
59			
60	0,001	-1,0	
61			
62	0,006	4,0	Insatisfatório
63	0,002	0,0	
64	0,010	8,0	Insatisfatório

Nº de resultados Satisfatórios	34
Valor de Consenso	0,002
Desvio Padrão Robusto	0,001
Mediana	0,002
Média Aritmética	0,002
Desvio Padrão Aritmético	0,002
Repro do Grupo	0,003
Incerteza	0,000
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,200

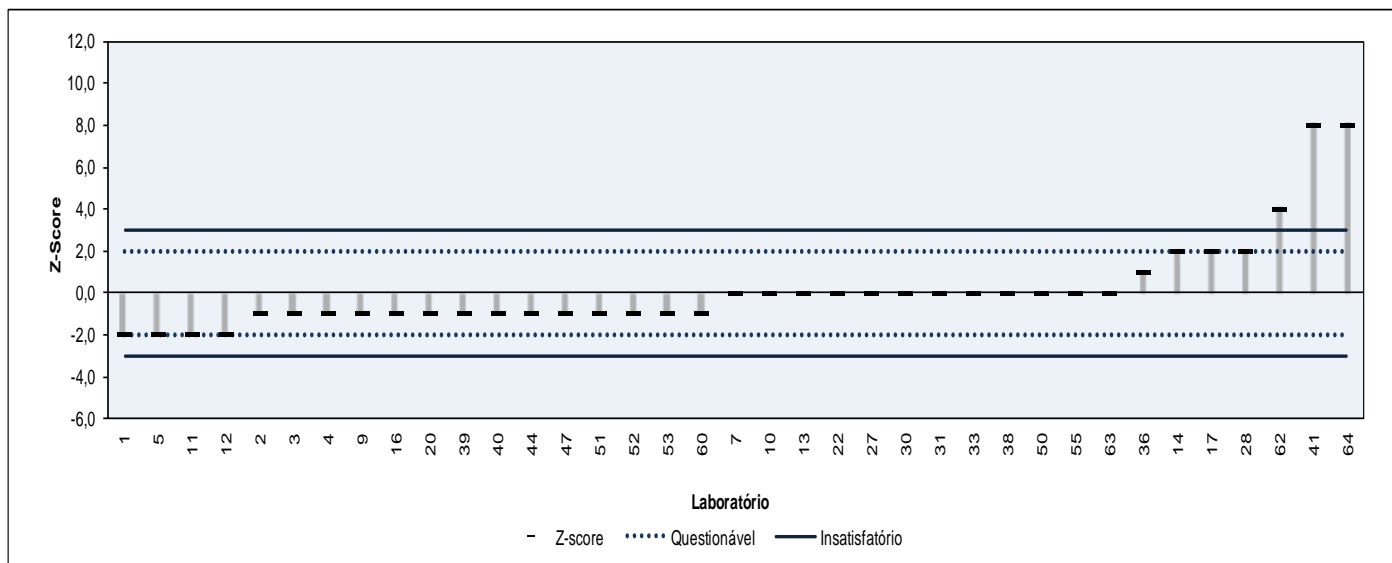


Gráfico 19: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro cinzas sulfatadas, com base nos valores de Z-score.

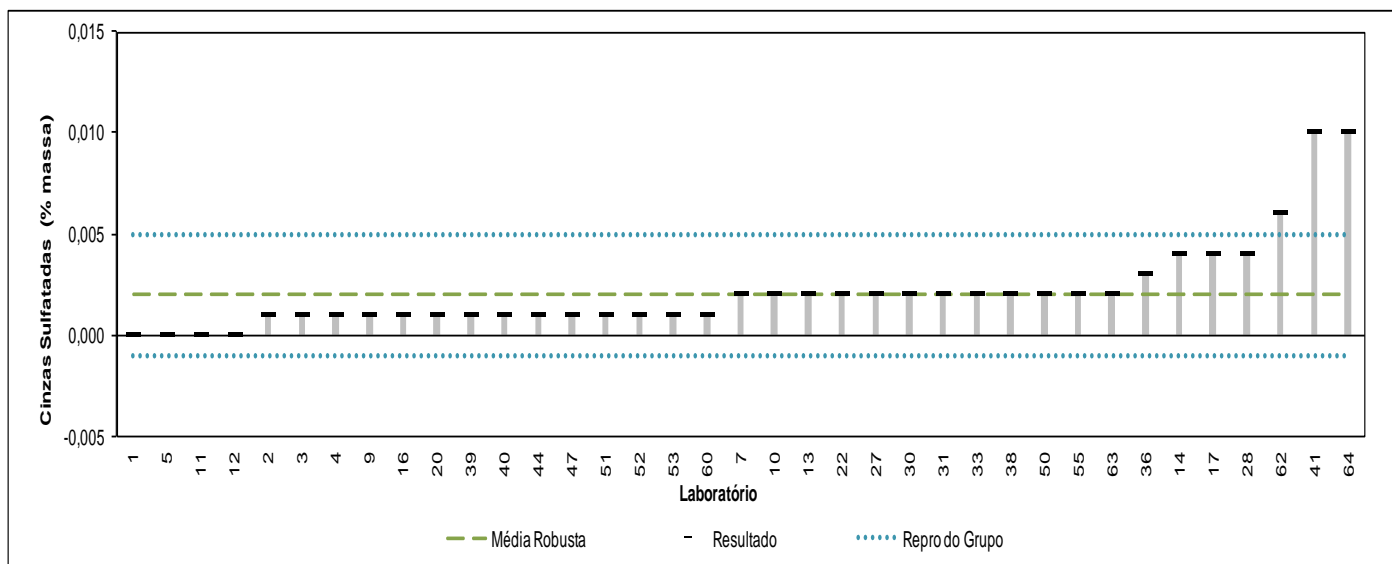


Gráfico 20: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro cinzas sulfatadas.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Teor de Éster - NBR 15764; EN 14103

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	97,6	-1,1	
2	98,4	0,0	
3	99,2	1,1	
4	98,8	0,6	
5	100,6	3,1	Insatisfatório
6	98,0	-0,6	
7			
9	98,8	0,6	
10	98,4	0,0	
11	98,4	0,0	
12			
13	98,2	-0,3	
14	98,8	0,6	
15			
16	98,2	-0,3	
17	94,2	-6,0	Insatisfatório
18	99,1	1,0	
19			
20	98,6	0,3	
21	98,7	0,4	
22	98,2	-0,3	
25	97,2	-1,7	
26			
27	99,2	1,1	
28	98,5	0,1	
29			
30	99,6	1,7	
31	98,1	-0,4	
32			
33	98,7	0,4	
34	96,6	-2,6	Questionável
36	99,2	1,1	
38	95,0	-4,9	Insatisfatório
39			
40			
41	98,8	0,6	
42	98,2	-0,3	
43			
44	97,8	-0,9	
45			
47	98,3	-0,1	
48			
50	98,4	0,0	
51	96,6	-2,6	Questionável
52	98,6	0,3	
53	98,9	0,7	
54			
55	97,6	-1,1	
56			
57			
58			
59			
60			
61	97,2	-1,7	
62	96,6	-2,6	Questionável
63	99,3	1,3	
64	98,8	0,6	

Nº de resultados Satisfatórios	33
Valor de Consenso	98,4
Desvio Padrão Robusto	0,7
Mediana	98,4
Média Aritmética	98,2
Desvio Padrão Aritmético	1,2
Repro do Grupo	1,9
Incerteza	0,1
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

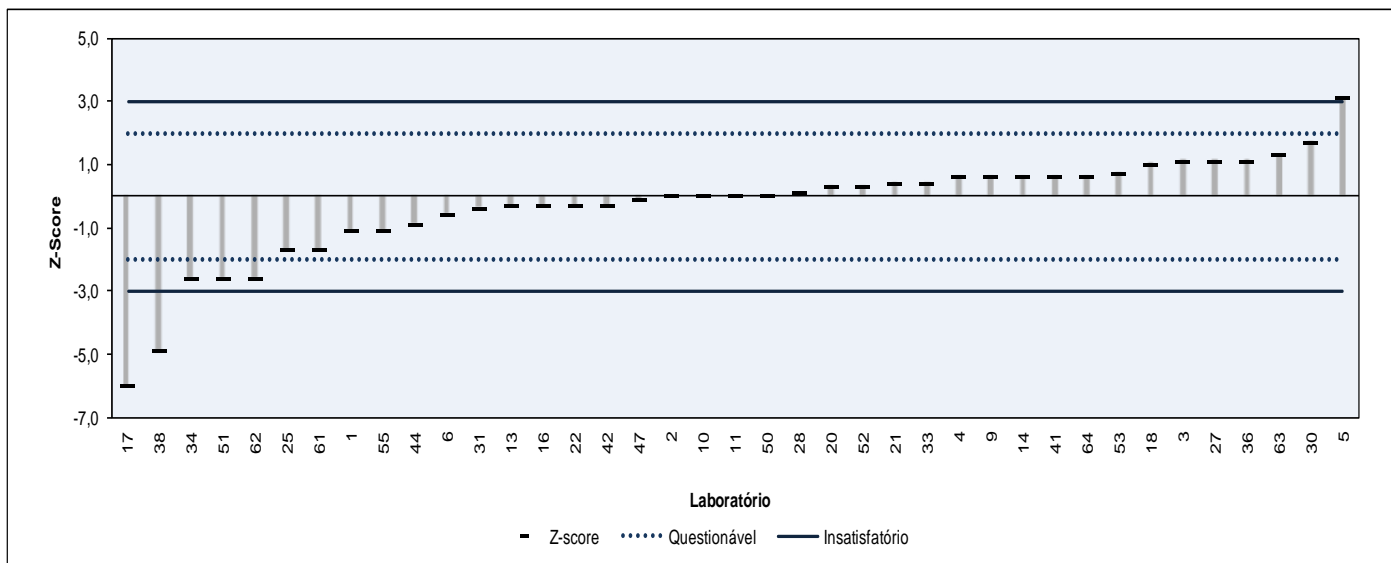


Gráfico 21: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro teor de éster, com base nos valores de Z-score.

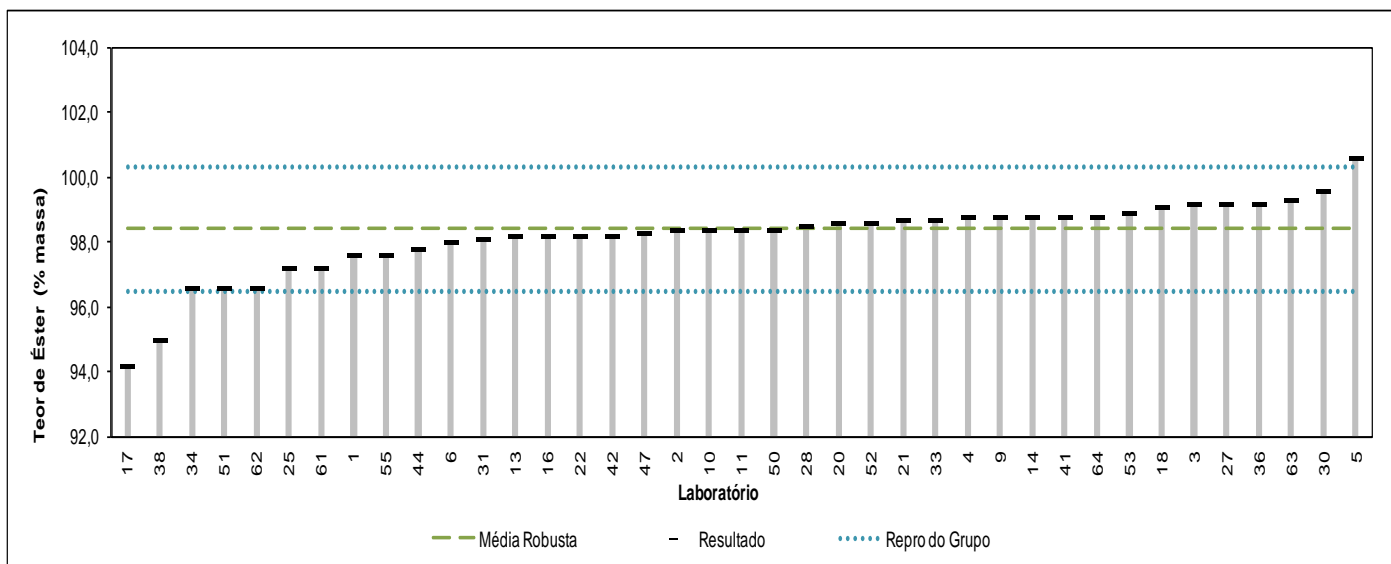


Gráfico 22: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro teor de éster.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Glicerol Livre - NBR 15771/15341/15908; ASTM D 6584; EN 14105/14106

Laboratório	Resultado	Z-Score Aritmético	Observação
1	0,002	0,0	
2			
3	0,004	2,2	Questionável
4	0,002	0,0	
5	0,002	0,0	
6	0,002	0,0	
7			
9	0,002	0,0	
10	0,002	0,0	
11	0,002	0,0	
12	0,002	0,0	
13	0,002	0,0	
14*	0,010		Excluído
15			
16	0,002	0,0	
17			
18			
19			
20	0,001	-1,1	
21			
22	0,000	-2,2	Questionável
25	0,003	1,1	
26			
27	0,001	-1,1	
28	0,004	2,2	Questionável
29			
30			
31			
32	0,003	1,1	
33	0,004	2,2	Questionável
34	0,002	0,0	
36	0,002	0,0	
38*	0,016		Excluído
39			
40			
41	0,002	0,0	
42	0,002	0,0	
43*	0,006		Excluído
44*	0,006		Excluído
45			
47	0,002	0,0	
48			
50	0,002	0,0	
51			
52	0,002	0,0	
53	0,002	0,0	
54			
55			
56			
57*	0,005		Excluído
58			
59			
60			
61	0,001	-1,1	
62			
63	0,001	-1,1	
64	0,002	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	25
Valor de Consenso	0,002
Desvio Padrão Robusto	0,000
Mediana	0,002
Média Aritmética	0,002
Desvio Padrão Aritmético	0,001
Repro do Grupo	0,003
Incerteza	0,000
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,222

Obs: Para os cálculos dessa característica foi utilizado desvio padrão aritmético, uma vez que o emprego da estatística robusta não foi aplicável.

* Resultado excluído pelo teste de Grubbs para a avaliação de dispersos

No gráfico de resultados, o limite inferior da Repro do Grupo foi ajustado para zero, pois seu valor calculado foi negativo,

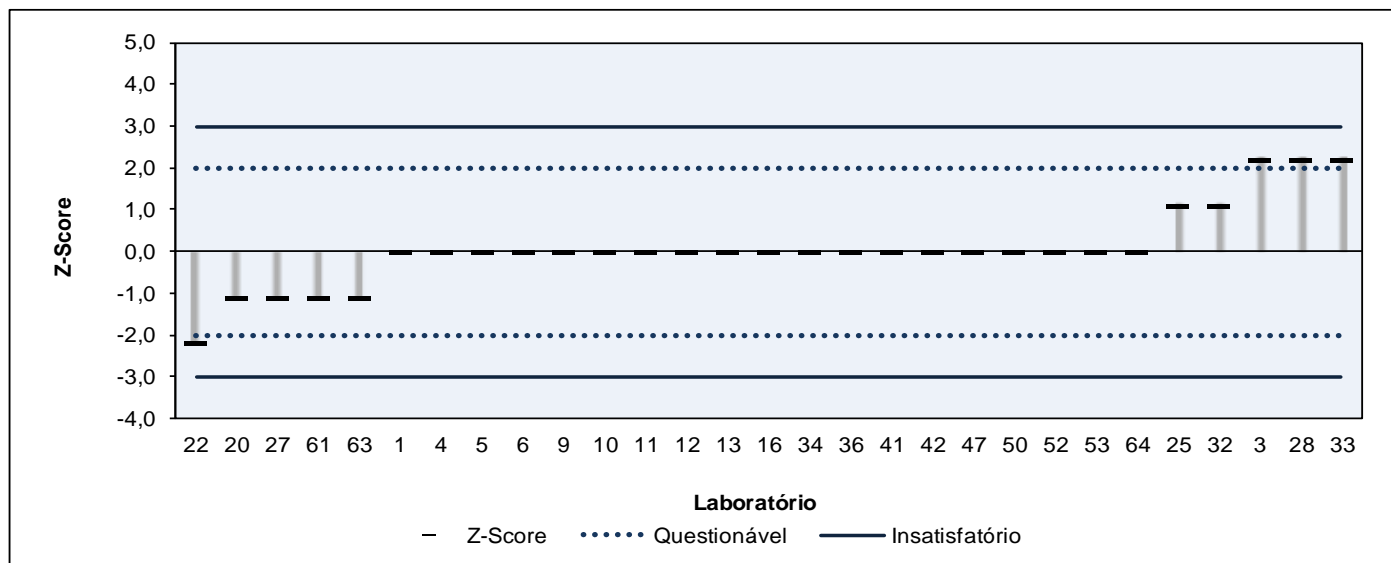


Gráfico 23: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro glicerol livre, com base nos valores de Z-score.

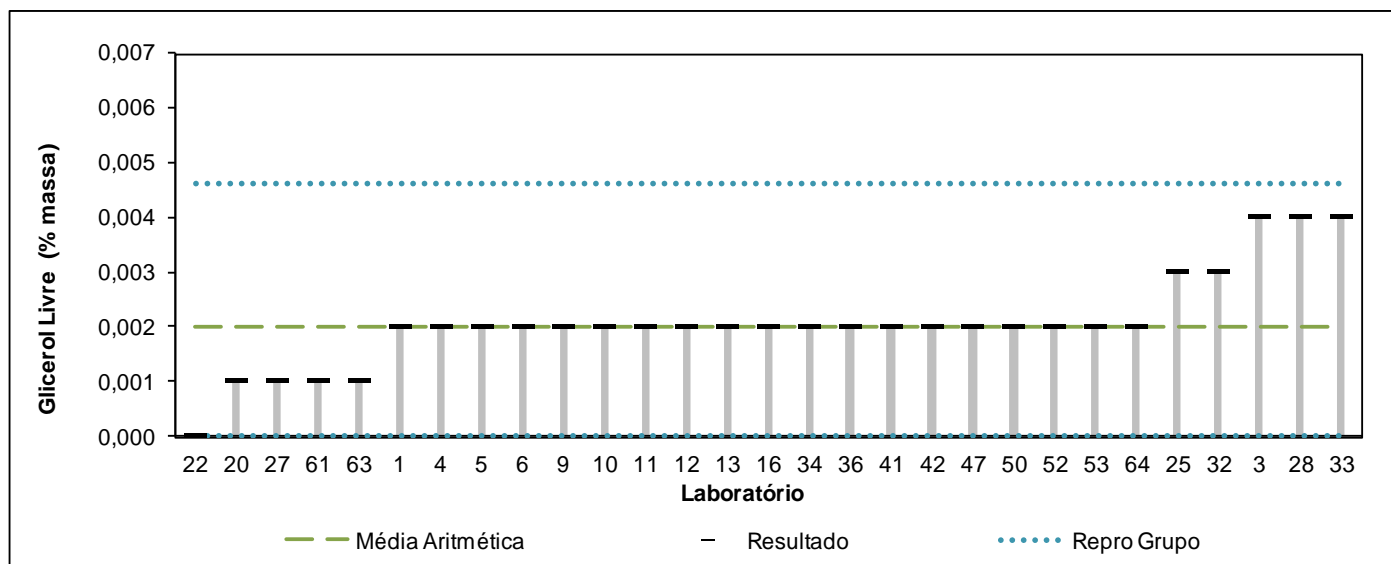


Gráfico 24: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro glicerol livre.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Glicerol Total - NBR 15908/15344; ASTM D 6584; EN 14105

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,148	-0,5	
2			
3	0,184	1,2	
4	0,158	0,0	
5	0,140	-0,8	
6	0,153	-0,2	
7			
9	0,145	-0,6	
10	0,168	0,5	
11	0,159	0,0	
12	0,147	-0,5	
13	0,150	-0,4	
14	0,116	-1,9	
15			
16	0,139	-0,9	
17			
18			
19			
20	0,172	0,6	
21			
22	0,181	1,0	
25	0,166	0,4	
26			
27	0,144	-0,6	
28	0,198	1,8	
29			
30			
31			
32	0,175	0,8	
33	0,200	1,9	
34	0,148	-0,5	
36	0,134	-1,1	
38	0,200	1,9	
39			
40			
41	0,169	0,5	
42	0,170	0,5	
43	0,147	-0,5	
44	0,130	-1,3	
45			
47	0,149	-0,4	
48			
50	0,156	-0,1	
51			
52	0,170	0,5	
53	0,184	1,2	
54			
55			
56			
57	0,170	0,5	
58			
59			
60			
61	0,762	27,5	Insatisfatório
62			
63	0,110	-2,2	Questionável
64	0,106	-2,4	Questionável

Nº de resultados Satisfatórios	31
Valor de Consenso	0,158
Desvio Padrão Robusto	0,022
Mediana	0,157
Média Aritmética	0,175
Desvio Padrão Aritmético	0,106
Repro do Grupo	0,062
Incerteza	0,005
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,227

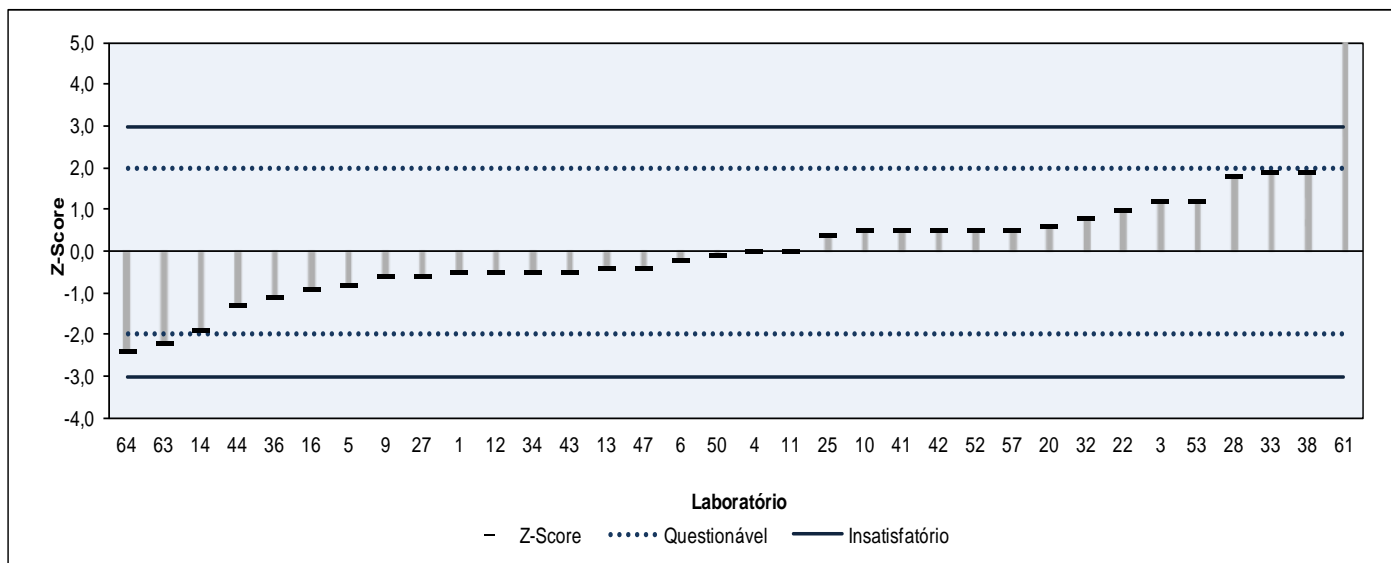


Gráfico 25: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro glicerol total, com base nos valores de Z-score.

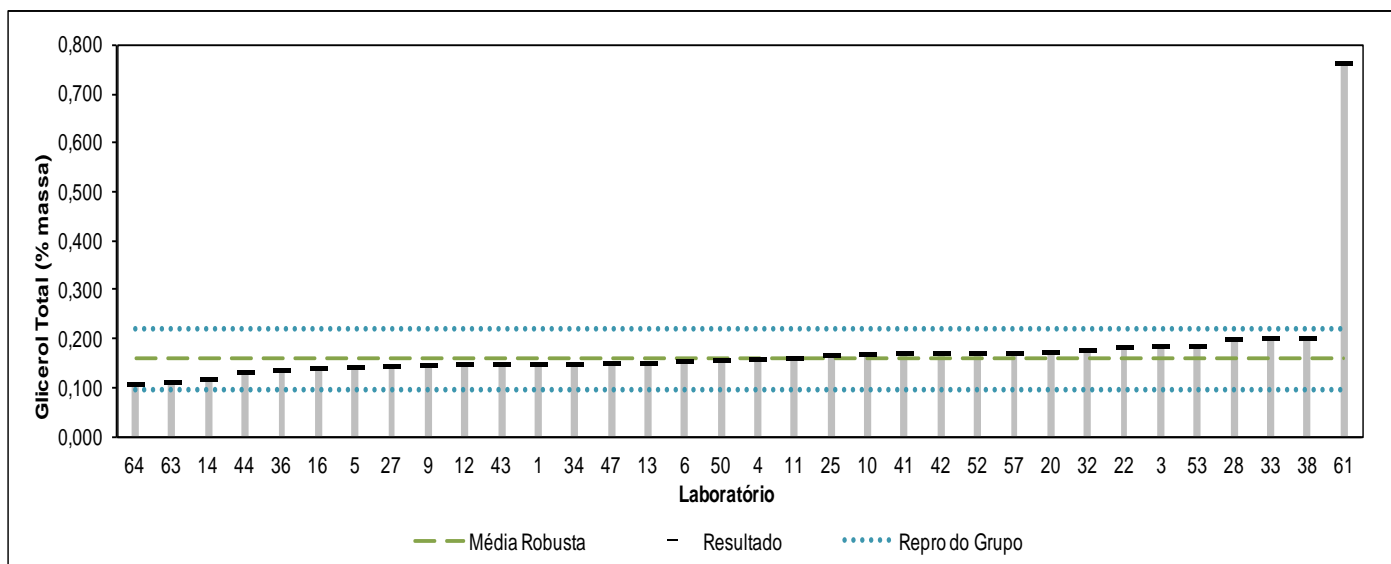


Gráfico 26: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro glicerol total.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Monoglicérol - NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14105

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,322	-0,7	
2			
3	0,414	0,3	
4	0,332	-0,6	
5	0,338	-0,5	
6	0,366	-0,2	
7			
9	0,366	-0,2	
10	0,444	0,6	
11	0,396	0,1	
12	0,334	-0,6	
13	0,372	-0,2	
14	0,264	-1,3	
15			
16	0,301	-0,9	
17			
18			
19			
20	0,512	1,3	
21			
22	0,298	-1,0	
25	0,490	1,1	
26			
27	0,334	-0,6	
28	0,636	2,7	Questionável
29			
30			
31			
32	0,490	1,1	
33	0,564	1,9	
34	0,453	0,7	
36	0,337	-0,6	
38	0,607	2,4	Questionável
39			
40			
41	0,429	0,4	
42	0,363	-0,3	
43	0,186	-2,2	Questionável
44	0,310	-0,8	
45			
47	0,487	1,1	
48			
50	0,356	-0,3	
51			
52	0,458	0,8	
53	0,491	1,1	
54			
55			
56			
57	0,442	0,6	
58			
59			
60			
61	0,220	-1,8	
62			
63	0,348	-0,4	
64	0,324	-0,7	

Nº de resultados Satisfatórios	31
Valor de Consenso	0,388
Desvio Padrão Robusto	0,092
Mediana	0,366
Média Aritmética	0,394
Desvio Padrão Aritmético	0,100
Repro do Grupo	0,266
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,217

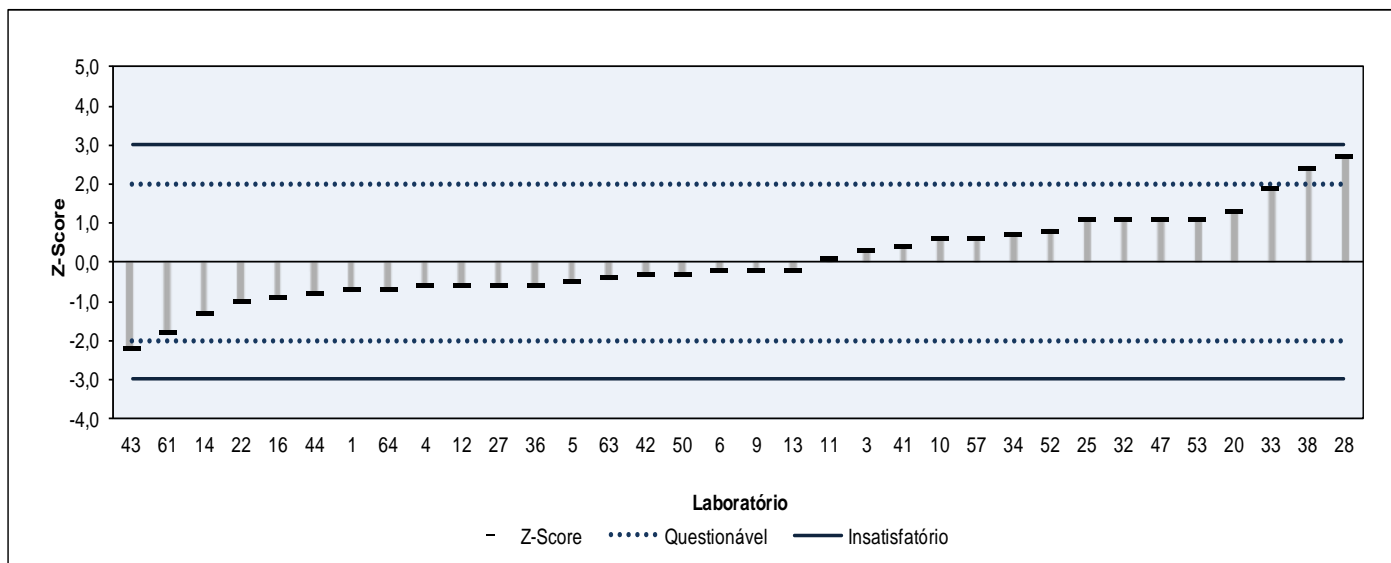


Gráfico 27: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro monoglicerol, com base nos valores de Z-score.

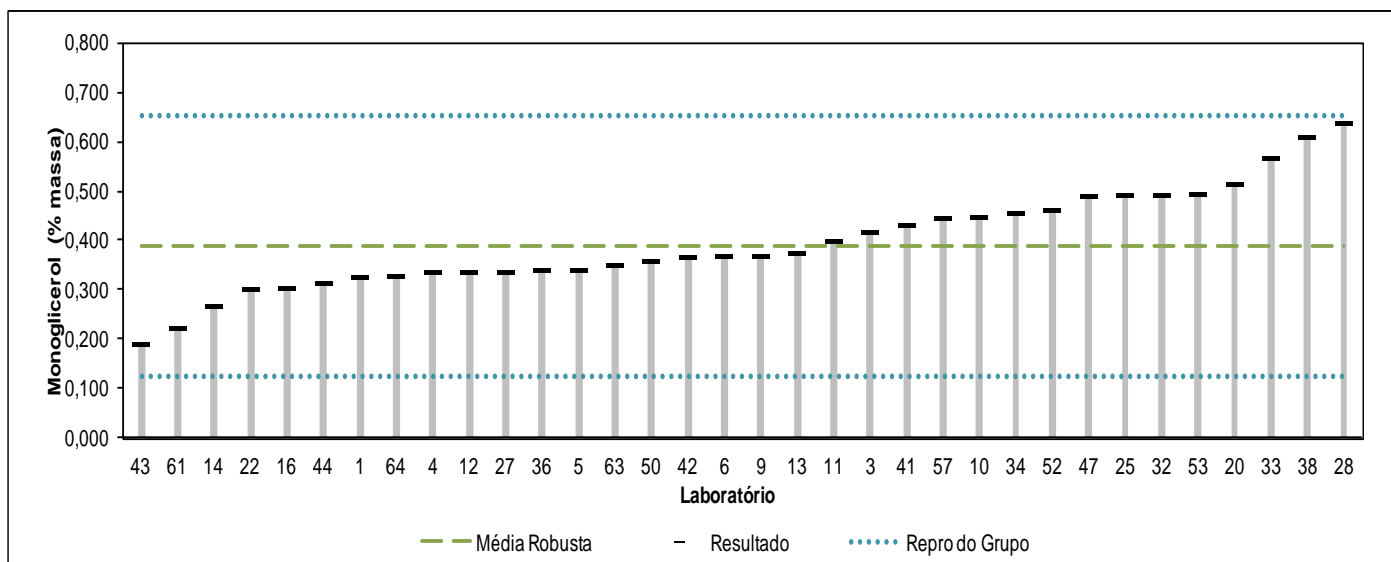


Gráfico 28: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro monoglicerol.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Diglicerol - NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14105

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,084	-0,8	
2			
3	0,152	2,0	
4	0,083	-0,8	
5	0,102	0,0	
6	0,102	0,0	
7			
9	0,096	-0,3	
10	0,092	-0,5	
11	0,118	0,6	
12	0,100	-0,1	
13	0,116	0,5	
14	0,080	-1,0	
15			
16	0,090	-0,5	
17			
18			
19			
20	0,073	-1,3	
21			
22	0,120	0,7	
25	0,107	0,2	
26			
27	0,120	0,7	
28	0,092	-0,5	
29			
30			
31			
32	0,086	-0,7	
33	0,150	2,0	
34	0,054	-2,0	
36	0,088	-0,6	
38	0,078	-1,0	
39			
40			
41	0,082	-0,9	
42	0,127	1,0	
43	0,043	-2,5	Questionável
44	0,227	5,2	Insatisfatório
45			
47	0,138	1,5	
48			
50	0,110	0,3	
51			
52	0,126	1,0	
53	0,099	-0,2	
54			
55			
56			
57	0,101	-0,1	
58			
59			
60			
61	0,102	0,0	
62			
63	0,120	0,7	
64	0,118	0,6	

Nº de resultados Satisfatórios	32
Valor de Consenso	0,103
Desvio Padrão Robusto	0,024
Mediana	0,102
Média Aritmética	0,105
Desvio Padrão Aritmético	0,032
Repro do Grupo	0,068
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,208

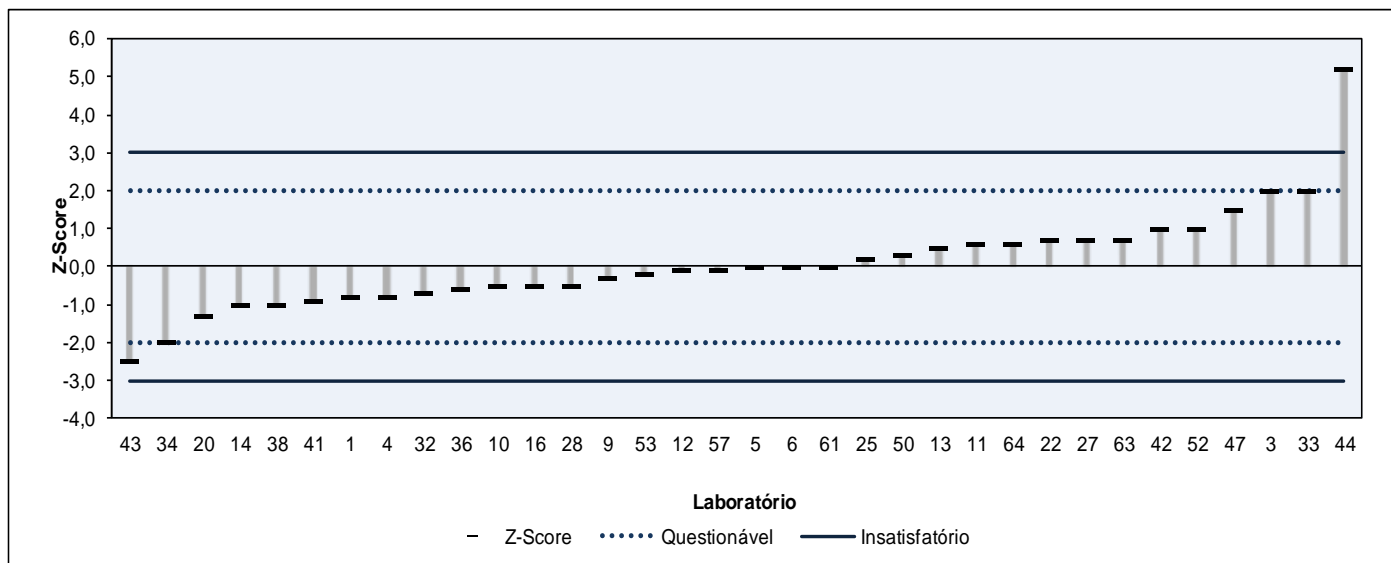


Gráfico 29: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro diglicerol, com base nos valores de Z-score.

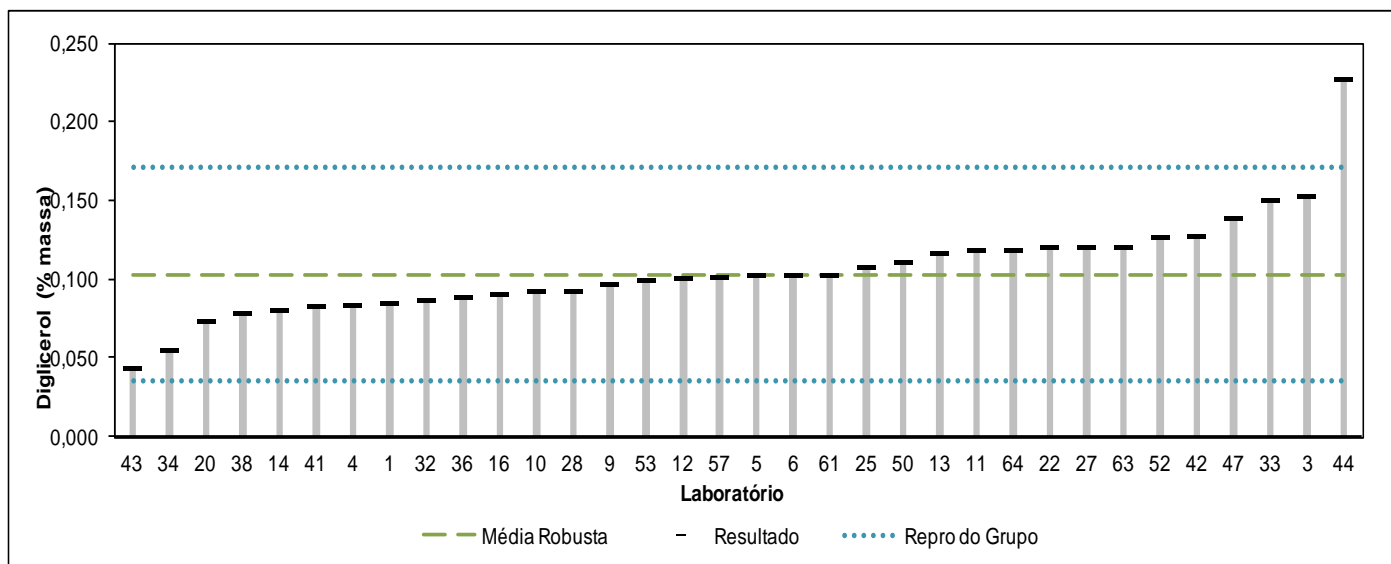


Gráfico 30: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro diglicerol.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Triglicerol - NBR 15908/15342; ASTM D 6584; EN 14105

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,488	1,0	
2			
3	0,488	1,0	
4	0,552	1,4	
5	0,341	0,0	
6	0,396	0,4	
7			
9	0,326	-0,1	
10	0,362	0,1	
11	0,350	0,1	
12	0,408	0,4	
13	0,339	0,0	
14	0,160	-1,2	
15			
16	0,436	0,6	
17			
18			
19			
20	0,298	-0,3	
21			
22	0,821	3,1	Insatisfatório
25	0,202	-0,9	
26			
27	0,363	0,2	
28	0,156	-1,2	
29			
30			
31			
32	0,296	-0,3	
33	0,260	-0,5	
34	0,204	-0,9	
36	0,310	-0,2	
38	0,178	-1,0	
39			
40			
41	0,418	0,5	
42	0,526	1,2	
43	0,852	3,3	Insatisfatório
44	0,140	-1,3	
45			
47	0,001	-2,2	Questionável
48			
50	0,440	0,7	
51			
52	0,286	-0,3	
53	0,407	0,4	
54			
55			
56			
57	0,347	0,1	
58			
59			
60			
61	6,700	41,3	Insatisfatório
62			
63	0,015	-2,1	Questionável
64	0,016	-2,1	Questionável

Nº de resultados Satisfatórios	28
Valor de Consenso	0,339
Desvio Padrão Robusto	0,154
Mediana	0,344
Média Aritmética	0,526
Desvio Padrão Aritmético	1,100
Repro do Grupo	0,443
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,214

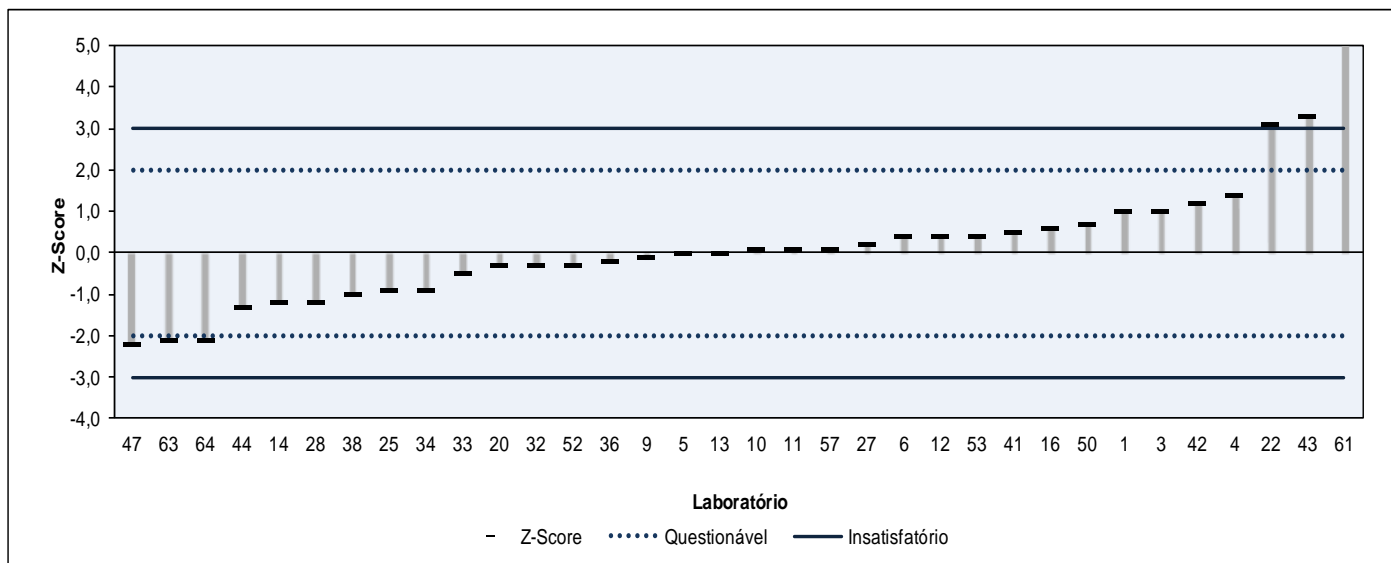


Gráfico 31: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro triglicerol, com base nos valores de Z-score.

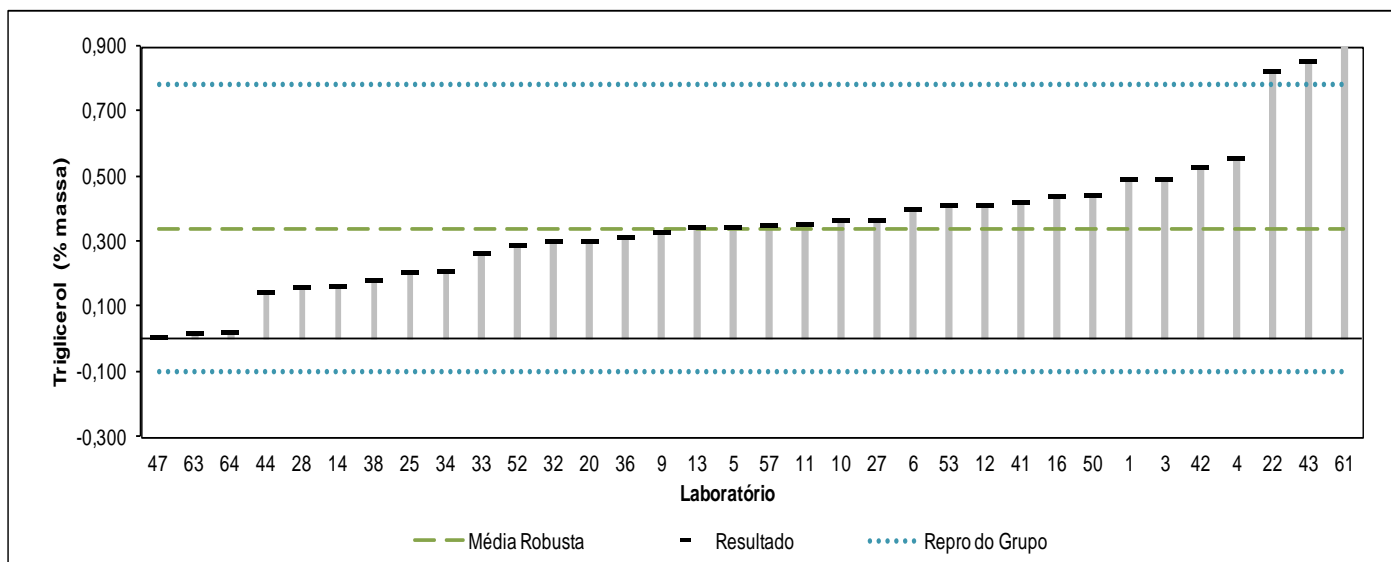


Gráfico 32: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro triglicerol.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Metanol - NBR 15343; EN 14110

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,02	0,0	
2	0,02	0,0	
3	0,02	0,0	
4	0,03	1,0	
5	0,02	0,0	
6	0,02	0,0	
7			
9	0,01	-1,0	
10	0,02	0,0	
11	0,02	0,0	
12	0,01	-1,0	
13	0,03	1,0	
14	0,06	4,0	Insatisfatório
15			
16	0,01	-1,0	
17			
18	0,01	-1,0	
19	0,01	-1,0	
20	0,02	0,0	
21	0,02	0,0	
22	0,01	-1,0	
25			
26			
27	0,02	0,0	
28	0,03	1,0	
29			
30	0,01	-1,0	
31	0,01	-1,0	
32			
33	0,01	-1,0	
34	0,02	0,0	
36	0,02	0,0	
38	0,03	1,0	
39			
40			
41	0,02	0,0	
42	0,01	-1,0	
43			
44	0,03	1,0	
45			
47	0,02	0,0	
48	0,03	1,0	
50	0,01	-1,0	
51	0,01	-1,0	
52	0,01	-1,0	
53	0,04	2,0	
54			
55			
56			
57	0,02	0,0	
58			
59			
60	0,01	-1,0	
61	0,01	-1,0	
62	0,05	3,0	Questionável
63	0,01	-1,0	
64	0,02	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	39
Valor de Consenso	0,02
Desvio Padrão Robusto	0,01
Mediana	0,02
Média Aritmética	0,02
Desvio Padrão Aritmético	0,01
Repro do Grupo	0,03
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,00

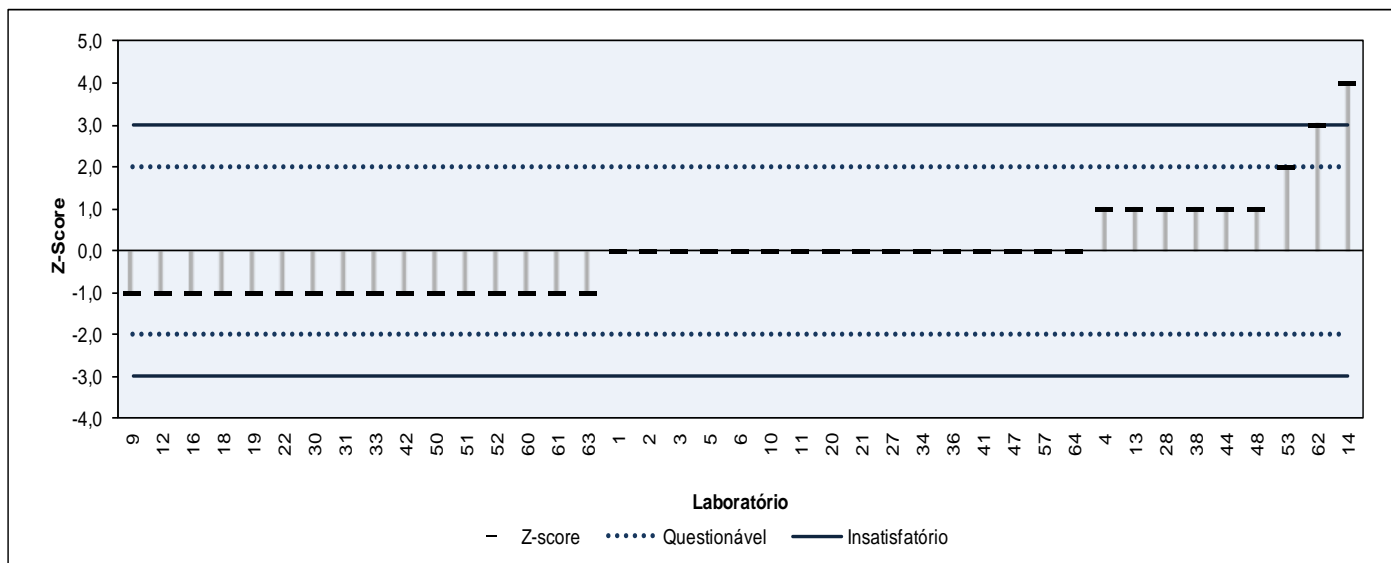


Gráfico 33: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro metanol, com base nos valores de Z-score.

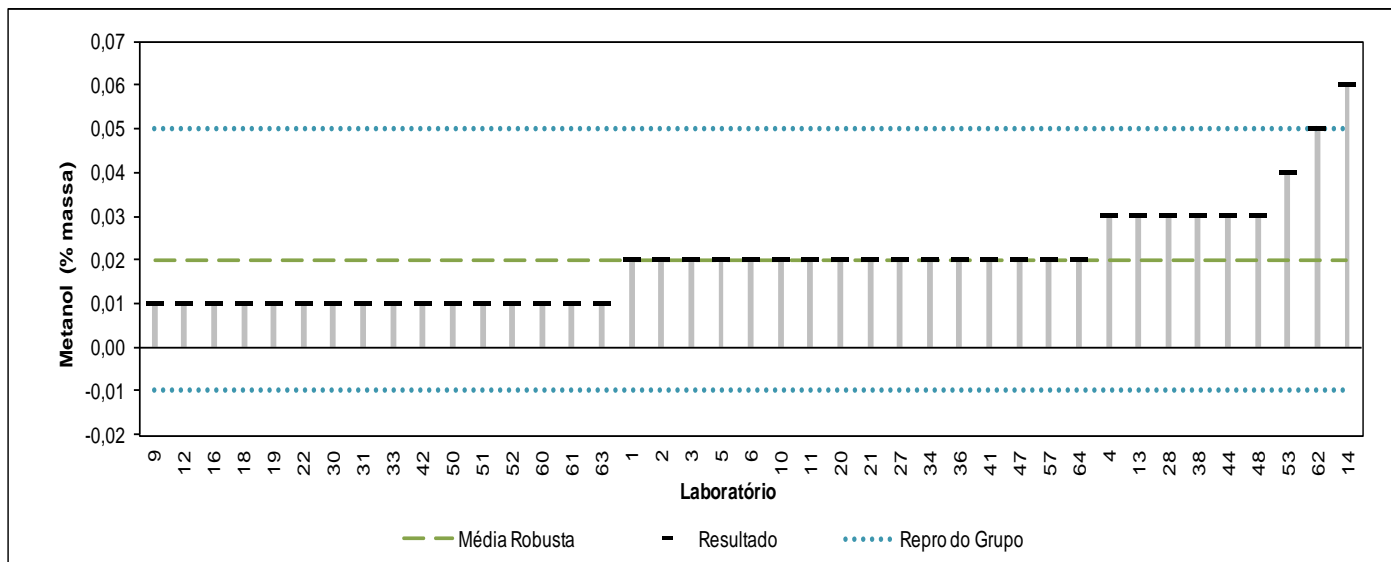


Gráfico 34: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (—); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro metanol.

Análise Estatística - 12º PIC/ANP

Ensaio: Sódio - NBR 15553/15554/15556; EN 14108/14538

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	1,4	0,0	
2			
3	0,6	-2,7	Questionável
4	1,4	0,0	
5	1,3	-0,3	
6	1,5	0,3	
7			
9	1,0	-1,3	
10	1,4	0,0	
11			
12	3,2	6,0	Insatisfatório
13	4,8	11,3	Insatisfatório
14	1,6	0,7	
15			
16	1,2	-0,7	
17	1,2	-0,7	
18			
19	1,6	0,7	
20	1,3	-0,3	
21	0,7	-2,3	Questionável
22	3,0	5,3	Insatisfatório
25			
26			
27	1,5	0,3	
28	2,4	3,3	Insatisfatório
29			
30	0,1	-4,3	Insatisfatório
31			
32			
33	1,1	-1,0	
34			
36	1,7	1,0	
38	1,2	-0,7	
39			
40	1,5	0,3	
41	1,4	0,0	
42	1,5	0,3	
43			
44			
45			
47	2,0	2,0	
48			
50	1,1	-1,0	
51	1,7	1,0	
52	0,9	-1,7	
53	1,4	0,0	
54			
55			
56	1,8	1,3	
57			
58			
59			
60			
61	1,2	-0,7	
62			
63	1,8	1,3	
64	1,3	-0,3	

Nº de resultados Satisfatórios	27
Valor de Consenso	1,4
Desvio Padrão Robusto	0,3
Mediana	1,4
Média Aritmética	1,6
Desvio Padrão Aritmético	0,8
Repro do Grupo	1,0
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

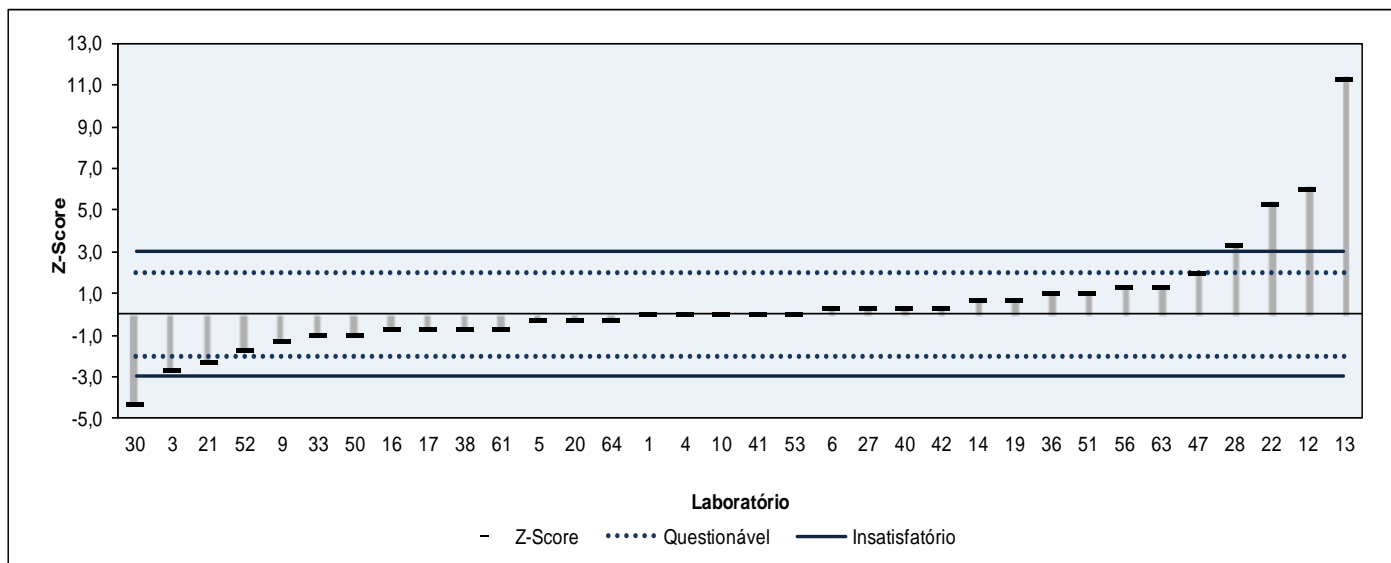


Gráfico 35: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro sódio, com base nos valores de Z-score.

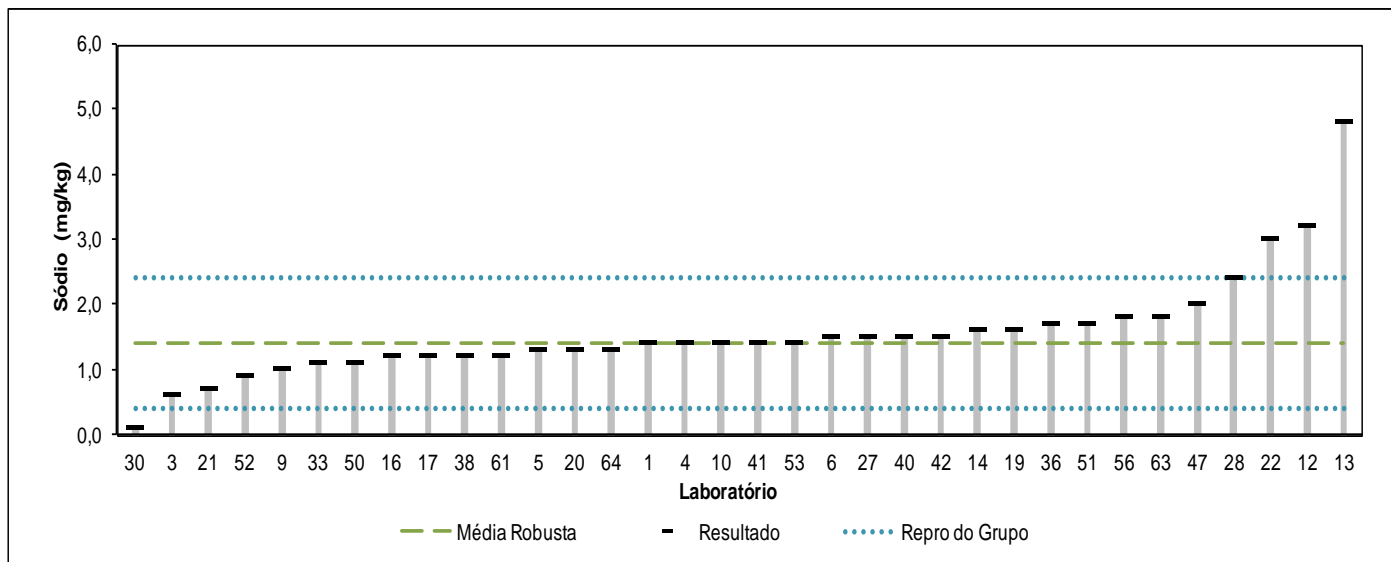


Gráfico 36: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro sódio.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Potássio - NBR 15553/15555/15556; EN 14109/14538

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,5	-1,5	
2			
3	1,0	-0,7	
4	1,0	-0,7	
5	1,8	0,7	
6	1,0	-0,7	
7			
9	1,6	0,3	
10	1,5	0,2	
11			
12	2,2	1,3	
13	2,2	1,3	
14	2,1	1,2	
15			
16	1,1	-0,5	
17	0,8	-1,0	
18			
19	1,4	0,0	
20	1,2	-0,3	
21	1,7	0,5	
22			
25			
26			
27	1,6	0,3	
28	2,4	1,7	
29			
30	0,7	-1,2	
31			
32			
33	0,8	-1,0	
34			
36	2,0	1,0	
38	1,4	0,0	
39			
40	1,0	-0,7	
41	1,6	0,3	
42	1,6	0,3	
43			
44			
45			
47	2,4	1,7	
48			
50	1,2	-0,3	
51	2,1	1,2	
52	1,1	-0,5	
53	1,4	0,0	
54			
55			
56	1,8	0,7	
57			
58			
59	1,1	-0,5	
60			
61	1,0	-0,7	
62			
63	1,4	0,0	
64			

Nº de resultados Satisfatórios	27
Valor de Consenso	1,4
Desvio Padrão Robusto	0,3
Mediana	1,4
Média Aritmética	1,6
Desvio Padrão Aritmético	0,8
Repro do Grupo	1,0
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

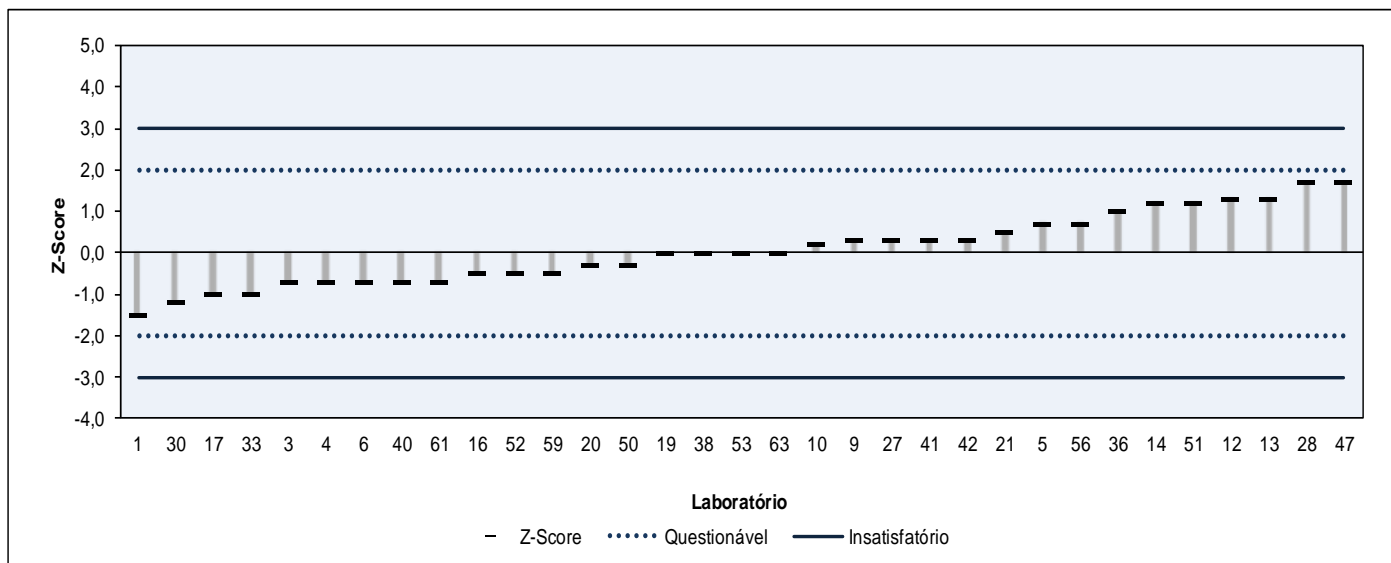


Gráfico 37: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro potássio, com base nos valores de Z-score.

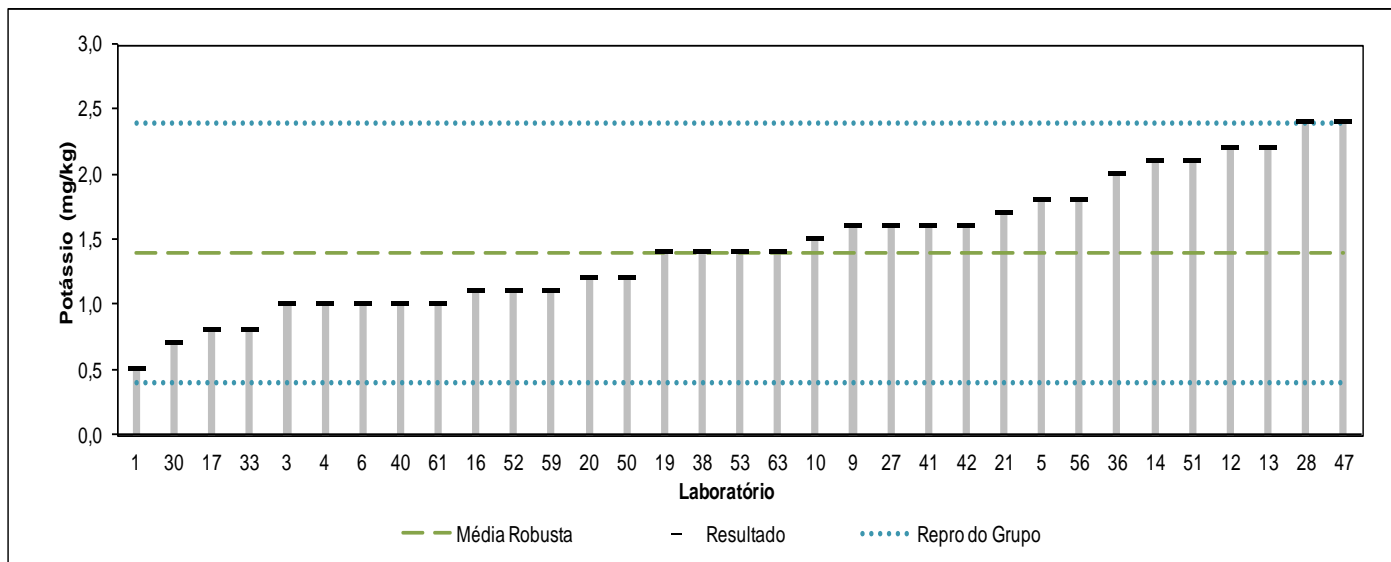


Gráfico 38: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro potássio.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Cálcio - NBR 15553/15556; EN 14538

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	1,7	0,5	
2			
3	1,4	-0,3	
4	1,4	-0,5	
5			
6	1,4	-0,3	
7			
9	1,4	-0,3	
10	1,6	0,2	
11			
12			
13	2,9	4,7	Insatisfatório
14	2,1	2,0	
15			
16	1,3	-0,8	
17	1,4	-0,3	
18			
19	1,5	-0,2	
20	1,6	0,3	
21	2,4	2,8	Questionável
22	3,0	5,0	Insatisfatório
25			
26			
27	1,5	0,0	
28	3,2	5,5	Insatisfatório
29			
30	1,1	-1,3	
31			
32			
33	0,6	-3,0	Questionável
34			
36	1,8	0,8	
38	1,4	-0,5	
39			
40	1,0	-1,7	
41	1,3	-0,8	
42	1,4	-0,3	
43			
44			
45			
47	2,0	1,7	
48			
50	1,3	-0,7	
51	1,6	0,3	
52	1,2	-1,0	
53	1,5	0,0	
54			
55			
56	1,6	0,3	
57			
58			
59	1,7	0,5	
60			
61	1,2	-1,2	
62	0,2	-4,3	Insatisfatório
63	1,5	-0,2	
64	1,5	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	28
Valor de Consenso	1,5
Desvio Padrão Robusto	0,3
Mediana	1,5
Média Aritmética	1,6
Desvio Padrão Aritmético	0,6
Repro do Grupo	0,8
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

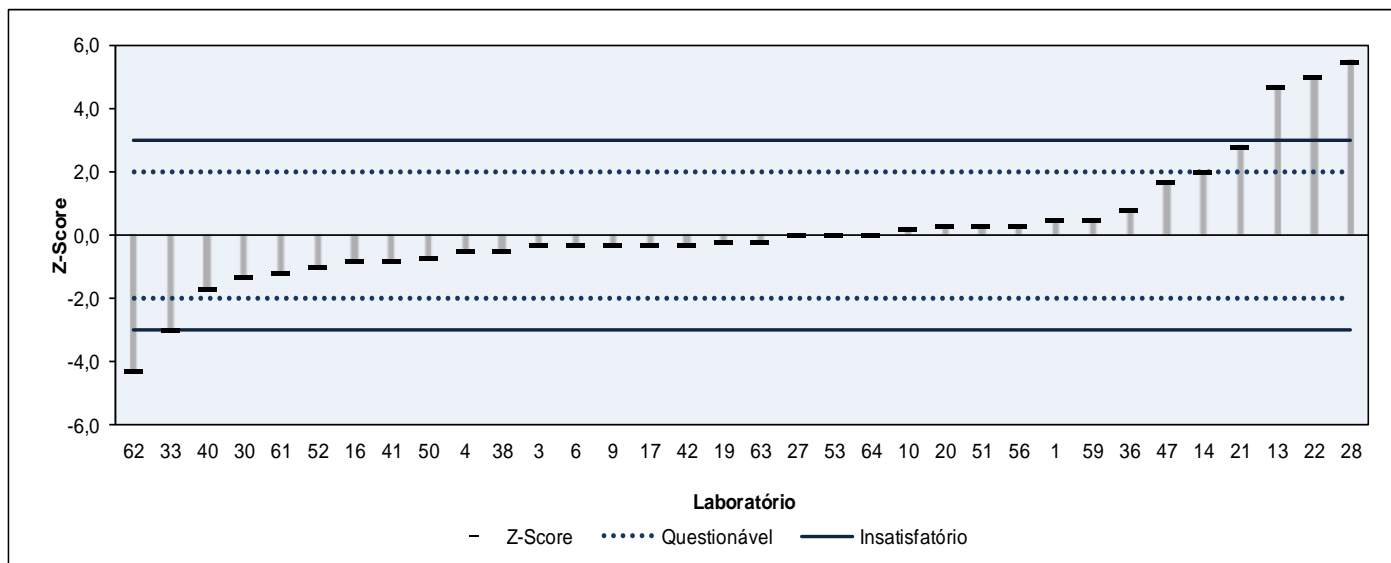


Gráfico 39: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro cálcio, com base nos valores de Z-score.

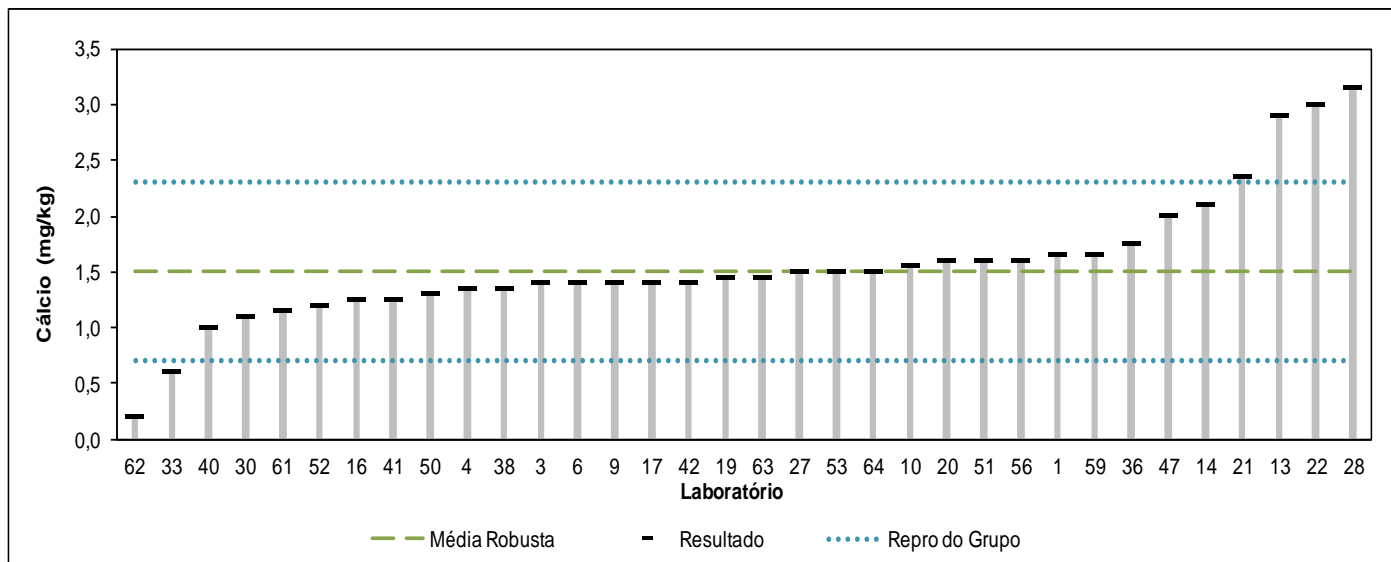


Gráfico 40: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro cálcio.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Magnésio - NBR 15553/15556; EN 14538

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	1,4	0,5	
2			
3	1,2	-0,5	
4	1,2	-0,5	
5	1,3	0,0	
6	1,4	0,5	
7			
9	1,4	0,5	
10	1,4	0,5	
11			
12	1,4	0,5	
13	3,0	8,5	Insatisfatório
14	1,3	0,0	
15			
16	1,2	-0,5	
17	1,3	0,0	
18			
19	1,6	1,5	
20	1,2	-0,5	
21	1,2	-0,5	
22	2,0	3,5	Insatisfatório
25			
26			
27	1,6	1,5	
28	2,8	7,5	Insatisfatório
29			
30	1,1	-1,0	
31			
32			
33	1,1	-1,0	
34			
36	1,3	0,0	
38	1,2	-0,5	
39			
40	1,3	0,0	
41	1,2	-0,5	
42	1,4	0,5	
43			
44			
45			
47	1,7	2,0	
48			
50	1,1	-1,0	
51	1,6	1,5	
52	1,5	1,0	
53	1,2	-0,5	
54			
55			
56	1,4	0,5	
57			
58			
59	1,5	1,0	
60			
61	1,2	-0,5	
62			
63	1,3	0,0	
64	1,4	0,5	

Nº de resultados Satisfatórios	32
Valor de Consenso	1,3
Desvio Padrão Robusto	0,2
Mediana	1,3
Média Aritmética	1,4
Desvio Padrão Aritmético	0,4
Repro do Grupo	0,5
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

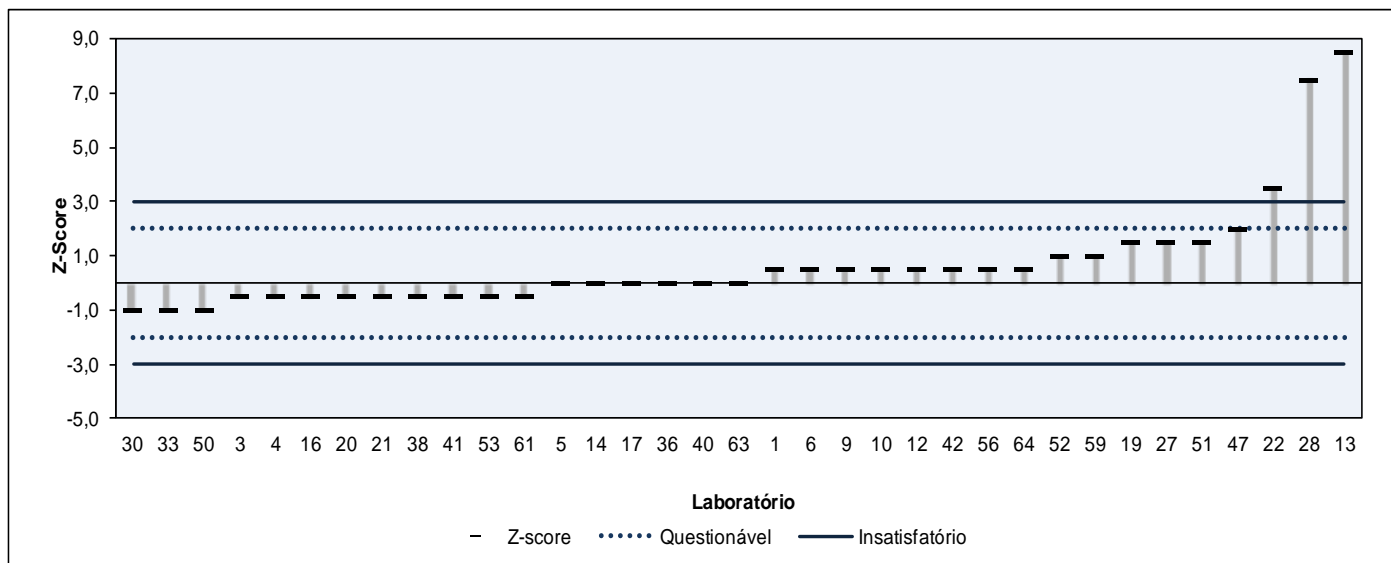


Gráfico 41: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro magnésio, com base nos valores de Z-score.

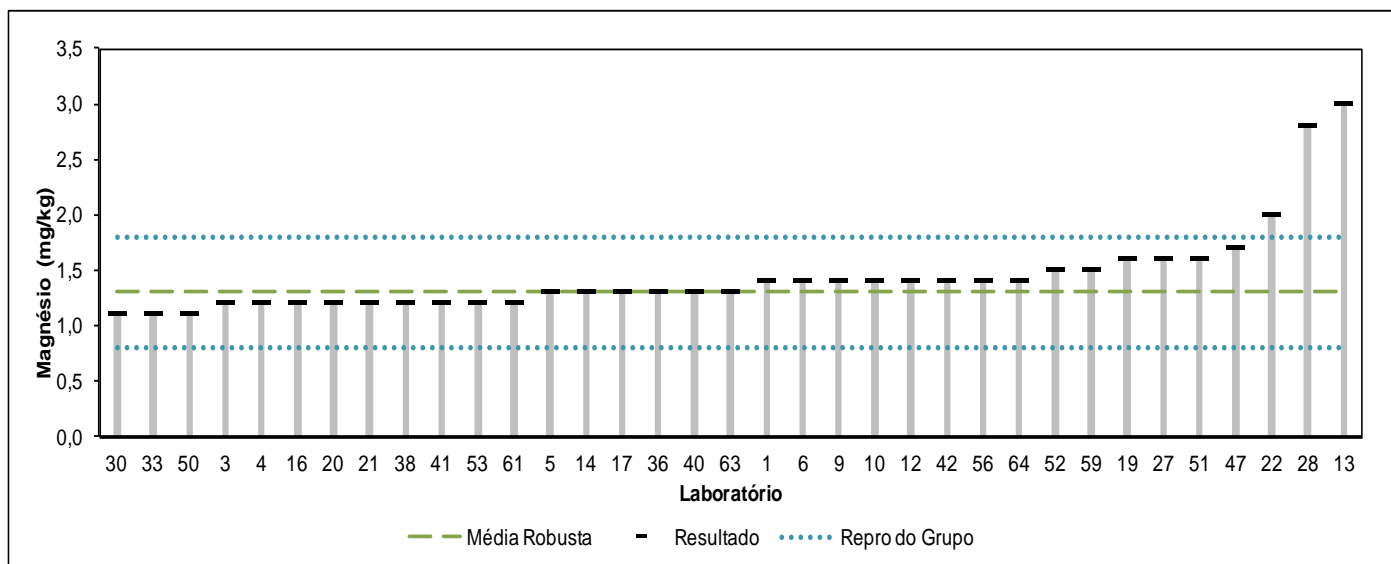


Gráfico 42: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (-); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro magnésio.

Análise Estatística - 12º PIB/ANP

Ensaio: Fósforo - NBR 15553; ASTM D 4951; EN 14107

Laboratório	Resultado	Z-Score	Observação
1	0,6	-1,7	
2			
3	3,6	2,0	
4	1,7	-0,3	
5			
6			
7			
9	2,8	1,0	
10			
11			
12	3,6	2,0	
13	2,8	1,0	
14	2,0	0,0	
15			
16	2,4	0,6	
17	2,0	0,0	
18			
19			
20	2,0	0,0	
21	2,3	0,4	
22			
25			
26			
27	2,0	0,0	
28	1,4	-0,7	
29			
30	1,3	-0,8	
31			
32			
33	0,8	-1,5	
34			
36	2,2	0,3	
38	5,0	3,8	Insatisfatório
39			
40			
41			
42	1,4	-0,7	
43			
44			
45			
47	0,1	-2,3	Questionável
48			
50	2,5	0,7	
51			
52	2,0	0,0	
53	2,0	0,0	
54			
55			
56	1,4	-0,7	
57			
58			
59			
60			
61	2,2	0,3	
62			
63	3,9	2,4	Questionável
64	2,1	0,2	

Nº de resultados Satisfatórios	32
Valor de Consenso	1,3
Desvio Padrão Robusto	0,2
Mediana	1,3
Média Aritmética	1,4
Desvio Padrão Aritmético	0,4
Repro do Grupo	0,5
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,2

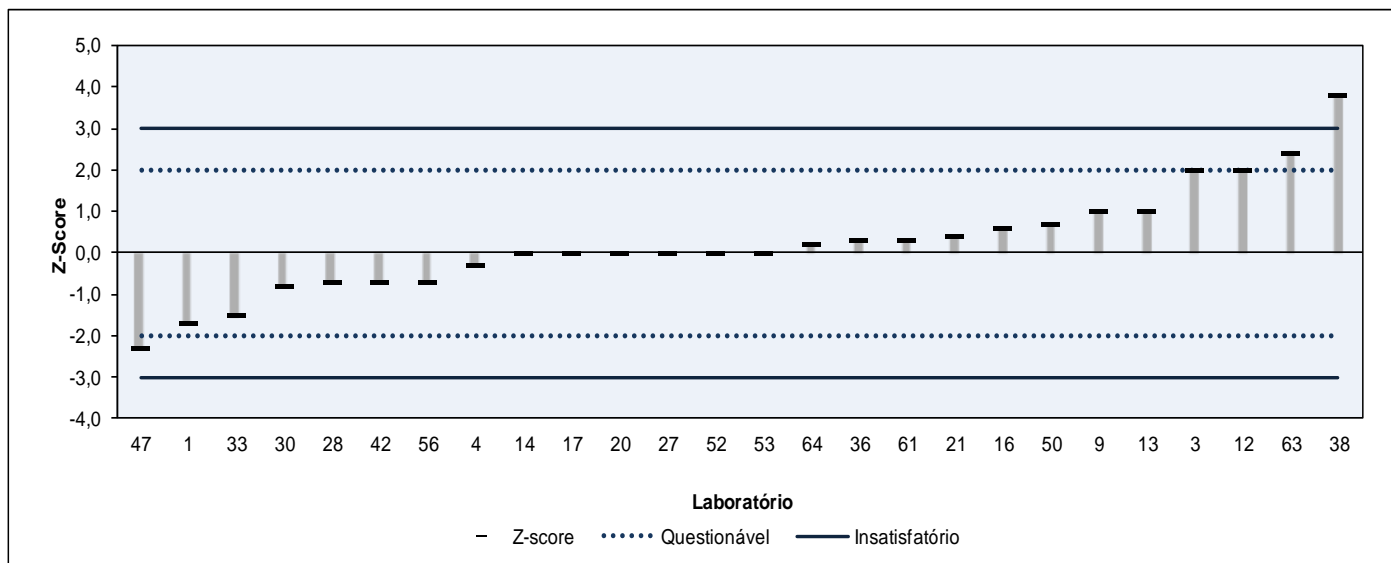


Gráfico 43: Avaliação de desempenho dos participantes para o parâmetro fósforo, com base nos valores de Z-score.

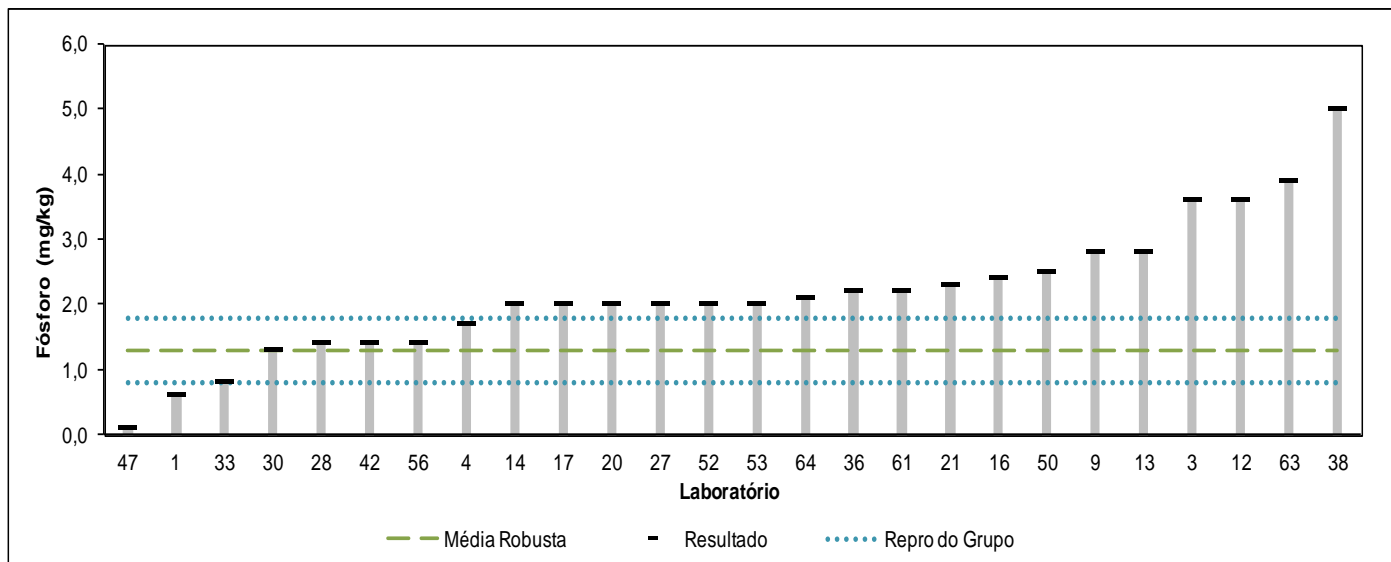


Gráfico 44: Resultados obtidos pelos participantes (-); média de resultados obtidos por todos os participantes (- -); e limites de reprodutibilidade do grupo (•••) para o parâmetro fósforo.

4.2 Gráficos de Desempenho

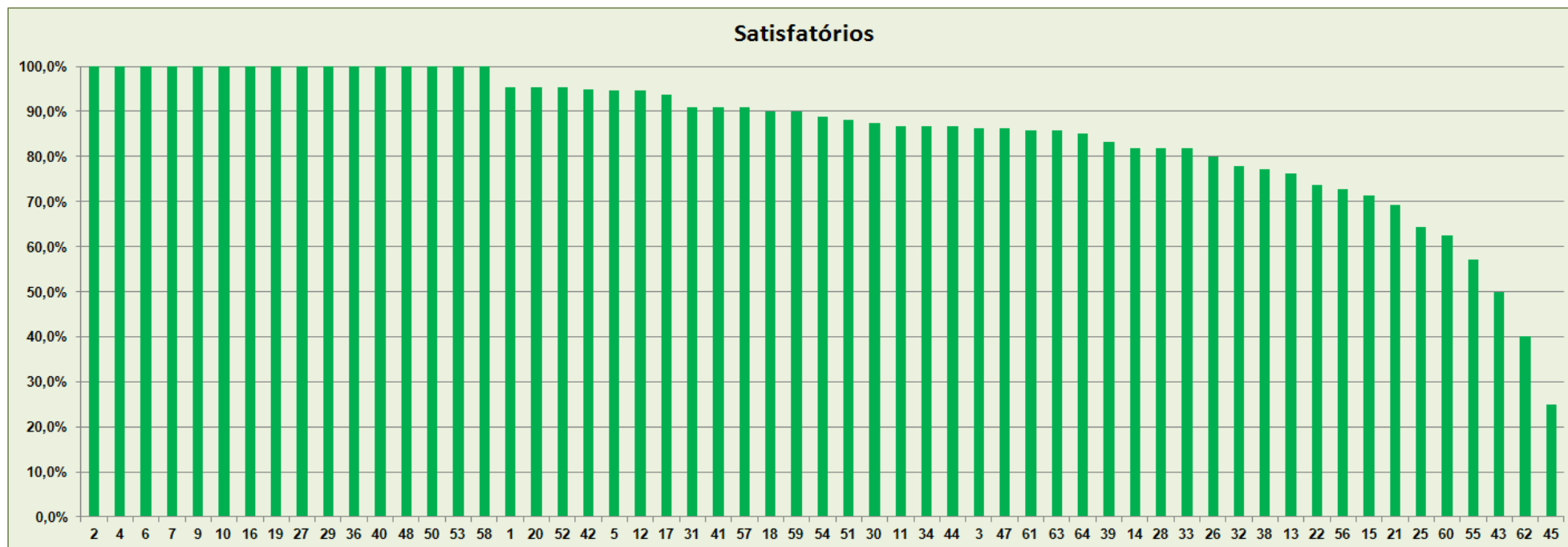


Gráfico 45: Percentual de ensaios satisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB:

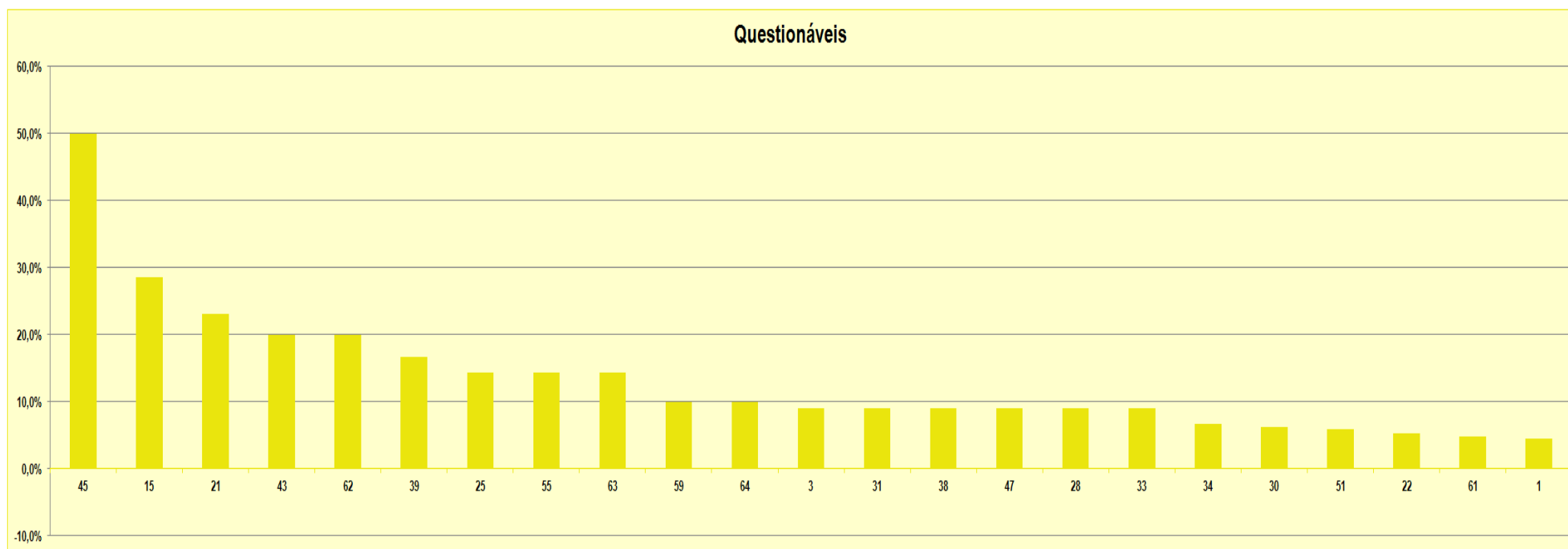


Gráfico 46: Percentual de resultados questionáveis apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.

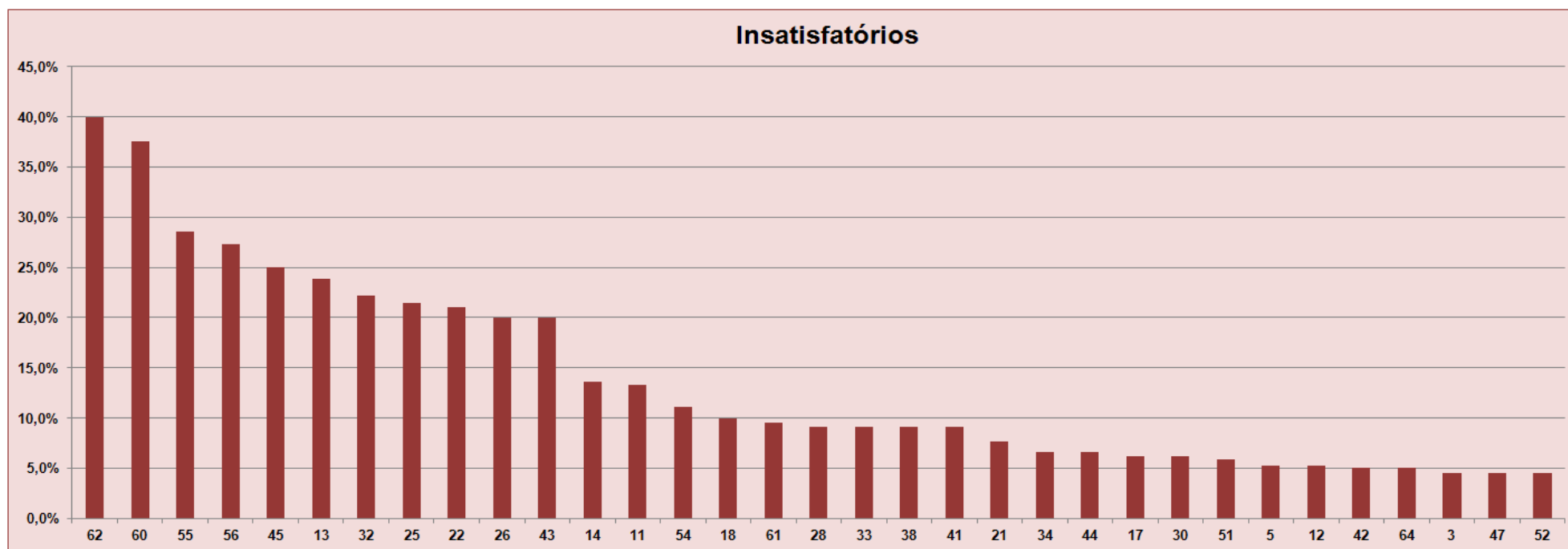


Gráfico 47: Percentual de resultados insatisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.

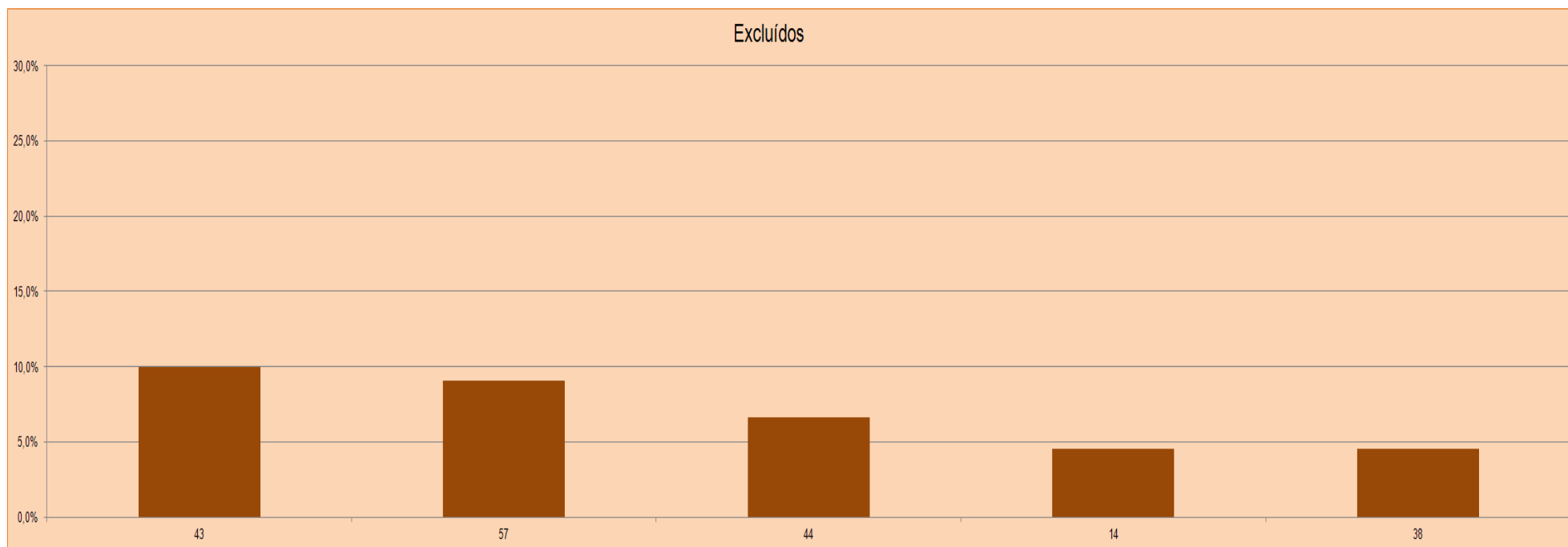


Gráfico 48: Percentual de resultados excluídos apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.



Gráfico 49: Percentual de resultados não satisfatórios apresentados pelos laboratórios participantes do 12º PIB.

5. Análise dos Resultados

a) Massa específica a 20°C - NBR 7148/14065 - ASTM D 1298/4052 - EN ISO 3675/12185

Todos os laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 20 e 45 tiveram seus resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados para os laboratórios 14, 18, 21, 22, 25, 32, 52, 56 e 60 foram considerados insatisfatórios.

b) Viscosidade cinemática a 40°C - NBR 10441/ASTM D 445/EN ISO 3104

Cinquenta e um laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 3, 14, 33, 43, 45, 47, 55 e 62 tiveram seus resultados considerados insatisfatórios.

c) Índice de acidez - NBR 14448/ASTM D 664/EN 14104

Quarenta e cinco laboratórios realizaram este ensaio. Apenas o laboratório 31 obteve resultado considerado questionável, enquanto os resultados dos laboratórios 13, 25, 51 e 60 foram considerados insatisfatórios.

d) Estabilidade à oxidação a 110°C - EN 14112/15751

Quarenta e seis laboratórios realizaram este ensaio. O resultado do laboratório 25 foi considerado questionável. Os laboratórios 33 e 60 apresentaram resultados considerados insatisfatórios.

e) Índice de iodo - EN 14111

Quarenta e três laboratórios realizaram este ensaio. Os resultados dos laboratórios 15, 39 e 61 foram considerados questionáveis. Apenas o laboratório 54 obteve resultado considerado insatisfatórios.

f) Teor de água - ASTM D 6304/EN ISO 12937

Cinquenta laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 1, 15, 38, e 59 obtiveram resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados dos laboratórios 11, 25, 34, 41, 55, 56 e 62 foram considerados insatisfatórios.

g) Ponto de entupimento de filtro a frio - NBR 14747/ASTM D 6371/EN 116

Dezessete laboratórios não realizaram este ensaio. Os laboratórios 21, 25 e 30 apresentaram resultados considerados questionáveis. Nenhum resultado foi considerado insatisfatório.

h) Enxofre total - NBR 15867/ASTM D 5453/EN ISO 20846/20884

Trinta e nove laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 11, 13, 26 e 42 obtiveram resultados considerados insatisfatórios. Nenhum resultado foi considerado questionável.

i) Ponto de fulgor - NBR 14598/ASTM D93/ISO 3679

Quarenta e nove laboratórios realizaram este ensaio. Os resultados dos laboratórios 21, 33, 45, e 55 foram considerados questionáveis, enquanto os resultados dos laboratórios 32 e 56 foram considerados insatisfatórios.

j) Cinzas sulfatadas - NBR 6294/ASTM D874/EN ISO 3987

Trinta e sete laboratórios realizaram este ensaio. Nenhum laboratório obteve resultado considerado resultados questionável, enquanto os resultados dos laboratórios 41, 62 e 64 foram considerados insatisfatórios.

k) Teor de éster – EN 14103

Dezoito laboratórios não realizaram este ensaio. Os laboratórios 34, 51 e 62 apresentaram resultados considerados questionáveis. Os resultados dos laboratórios 5, 17 e 38 foram considerados insatisfatórios.

l) Glicerol livre- NBR 15908/15341/15771/ASTM D6584/EN 14105/14106

Para a análise do glicerol livre não foi possível o emprego da estatística robusta, sendo necessária a aplicação das medidas aritméticas de tendência central e dispersão. Trinta e quatro laboratórios realizaram o ensaio, no entanto, os resultados dos laboratórios 14, 38, 43, 44 e 57 foram excluídos pelo teste de Grubbs para avaliação de dispersos. Os laboratórios 3, 22, 28 e 33 apresentaram resultado considerado questionável.

m) Glicerol total - NBR 15908/15344/ASTM D 6584/EN 14105

Trinta e quatro laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 63 e 64 obtiveram resultados questionáveis, enquanto o resultado do laboratório 61 foi considerado insatisfatório.

n) Monoglicerol - NBR 15908/15342/ASTM D6584/EN 14105

Vinte e três laboratórios não realizaram este ensaio. Os resultados dos laboratórios 28, 38 e 43 foram considerados questionáveis. Nenhum resultado foi considerado insatisfatório.

o) Diglicerol - NBR 15908/15342/ASTM D6584/EN 14105

Trinta e quatro laboratórios realizaram este ensaio. Apenas os resultados dos laboratórios 43 e 44 foram considerados questionável e insatisfatório, respectivamente.

p) Triglicerol - NBR 15908/15342/ASTM D 6584/EN 14105

Trinta e quatro laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 47, 63 e 64 obtiveram resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados dos laboratórios 22, 43 e 61 foram considerados insatisfatórios.

q) Metanol – NBR 15343/EN 14110

Dezesseis laboratórios não realizaram este ensaio. O laboratório 14 apresentou resultado considerado insatisfatório e o laboratório 62, questionável.

r) Sódio – NBR 15553/15554/15556/EN 14108/14538

Trinta e quatro laboratórios realizaram este ensaio. Foram considerados questionáveis os resultados apresentados pelos laboratórios 3 e 21, enquanto os resultados dos laboratórios 12, 13, 22, 28 e 30 foram considerados insatisfatórios

s) Potássio - NBR 15553/15555/15556/EN 14109/14538

Vinte e sete laboratórios realizaram este ensaio. Todos os resultados apresentados foram considerados satisfatórios.

t) Cálcio - NBR 15553/15556/EN 14538

Trinta laboratórios realizaram este ensaio. Destes, apenas os laboratórios 13, 22, 28 e 62 apresentaram resultados considerados insatisfatórios, sendo que os resultados dos laboratórios 21 e 33 foram considerados questionáveis.

u) Magnésio - NBR 15553/15556/EN 14538

Trinta e cinco laboratórios realizaram este ensaio. Os laboratórios 13, 22 e 28 apresentaram resultados considerados insatisfatórios, sendo que nenhum resultado foi considerado questionável.

v) Fósforo - NBR 15553/ASTM D4951/EN 14107

Trinta e cinco laboratórios realizaram este ensaio. Apenas o laboratório 38 apresentou resultado considerado insatisfatório. Os laboratórios 47 e 63 apresentaram resultados considerados questionáveis.

5.1. Análise do desempenho

Inicialmente, os laboratórios 4, 9, 10, 16, 27, 36, 50 e 53 devem ser destacados, pois realizaram todos os ensaios apresentando 100% de resultados considerados satisfatórios nesta edição do PIB.

Com relação aos laboratórios 21, 25, 43, 45, 55, 60 e 62, sugere-se a aplicação de ações corretivas urgentemente, uma vez que os referidos laboratórios obtiveram um percentual global de resultados não satisfatórios maior que 20%.

6. Considerações Finais

Recomenda-se aos laboratórios participantes que observem os resultados considerados questionáveis e/ou insatisfatórios e verifiquem quais fatores podem estar ocasionando essas não conformidades, de modo que sejam adotadas ações corretivas e preventivas para adequar os resultados de seus ensaios.

As seguintes instruções também devem ser observadas:

- ✓ Ler com atenção as instruções contidas no protocolo, antes de iniciar as análises das amostras;
- ✓ Checar os resultados quanto a erros de digitação, transcrição, unidades e cálculo;
- ✓ Observar a homogeneidade da amostra ou prováveis contaminações no laboratório;
- ✓ Assegurar-se de sempre utilizar a versão mais atualizada do método ou norma para cada ensaio;
- ✓ Checar os procedimentos do método ou da norma, passo a passo, com o analista responsável;
- ✓ Checar a calibração dos instrumentos;
- ✓ Checar a qualidade de reagentes e padrões utilizados quanto à data de validade e contaminação;
- ✓ Checar os equipamentos de forma a operá-los de acordo com as instruções do manual;
- ✓ Quando necessário, realizar manutenção e/ou reparos dos equipamentos com o fabricante ou representante autorizado;
- ✓ Após o problema ter sido detectado e solucionado, realizar verificações periódicas com materiais de referência certificados para assegurar a confiabilidade metrológica do ensaio;
- ✓ Providenciar treinamento para os analistas novos e, se necessário, promover cursos de aperfeiçoamento para os analistas experientes;
- ✓ Reavaliar sempre os procedimentos internos de análise atendendo as normas NBR e métodos ASTM;
- ✓ Adotar cartas de controle para os equipamentos de análise.