

RELATÓRIO FINAL PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL ETANOL



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis

Superintendência de Biocombustíveis
e Qualidade de Produtos – SBQ
Centro de Pesquisas e Análises
Tecnológicas – CPT

PIC – 29ª Edição
Junho de 2022

PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL **ETANOL**

PIC – 29ª EDIÇÃO
JUNHO DE 2022

Superintendência de Biocombustíveis e
Qualidade de Produtos – SBQ
Centro de Pesquisas e Análises
Tecnológicas – CPT



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

Junho, 2022

Diretor-Geral

Rodolfo Saboia

Diretores

Symone Araújo

Daniel Maia Vieira

Fernando Moura

Cláudio J. de Souza

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Carlos Orlando Enrique da Silva – Superintendente de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Danielle Machado e Silva Conde – Superintendente Adjunta de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas – CPT

Alex Rodrigues Brito de Medeiros – Coordenador do CPT

Elaboração

Edneia Caliman – Coordenadora de Qualidade de Combustíveis

Thiago Karashima – Especialista em Regulação

Jacqueline Cristine Tolentino Temistocles – Especialista em Regulação

Fillipe Augusto da Costa Garcia – Especialista em Regulação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	5
2	OBJETIVO	5
3	LISTA DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES	6
4	PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA	8
5	HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE	8
6	ANÁLISE ESTATÍSTICA	9
6.1	MÉTODO DE OBTENÇÃO DO VALOR DESIGNADO, DA SUA INCERTEZA E DO DESVIO-PADRÃO PARA AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO.....	9
6.2	AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DOS PARTICIPANTES	9
6.3	REPRODUTIBILIDADE DO GRUPO.....	10
7	RECLAMAÇÕES, APELAÇÕES E QUESTIONAMENTOS.....	10
8	RESULTADOS E GRÁFICOS.....	11
8.1	ASPECTO	12
8.2	COR.....	13
8.3	ACIDEZ TOTAL	14
8.4	CONDUTIVIDADE ELÉTRICA.....	16
8.5	MASSA ESPECÍFICA A 20 °C, DIGITAL.....	18
8.6	TEOR ALCOÓLICO, DIGITAL	20
8.7	MASSA ESPECÍFICA A 20 °C, MANUAL.....	22
8.8	TEOR ALCOÓLICO, MANUAL.....	24
8.9	POTENCIAL HIDROGENIÔNICO (PH)	26
8.10	TEOR DE ETANOL	28
8.11	TEOR DE ÁGUA	30
8.12	TEOR DE RESÍDUO POR EVAPORAÇÃO	32
8.13	TEOR DE MATERIAL NÃO VOLÁTIL	33
8.14	TEOR DE HIDROCARBONETOS	34
8.15	TEOR DE CLORETO E SULFATO	35
8.16	TEORES DE FERRO, COBRE E SÓDIO	36
8.17	TEOR DE ENXOFRE.....	37
9	SUMÁRIO DAS ALTERAÇÕES	39

1 INTRODUÇÃO

O Programas de Comparação Interlaboratorial em Combustíveis – PIC é um programa de ensaio de proficiência que visa a avaliação do desempenho de laboratórios que realizam a análise da qualidade dos combustíveis automotivos gasolina, óleo diesel e etanol. 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.

Esta rodada do programa de comparação interlaboratorial em combustíveis contou com a participação de quarenta e sete laboratórios, pertencentes a empresas de inspeção da qualidade, instituições de pesquisa, órgãos governamentais e laboratórios independentes.

2 OBJETIVO

Entre os objetivos do PIC 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 para a solução de problemas analíticos;
- Agregar valor ao controle da qualidade dos laboratórios e
- Identificar diferenças interlaboratoriais nas análises propostas.

3 LISTA DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS - CENTRO DE PESQUISA E ANÁLISES TECNOLÓGICAS - CPT - BRASÍLIA-DF

ANALYSIS BRASIL LTDA - ANALYSIS BRASIL - PORTO NACIONAL - PORTO NACIONAL-TO

ANALYSIS BRASIL LTDA - ANALYSIS BRASIL - BELÉM - BELÉM-PA

ANALYSIS BRASIL LTDA - ANALYSIS BRASIL - MANAUS - MANAUS-AM

ANALYSIS BRASIL LTDA - ANALYSIS BRASIL - TERESINA - TERESINA-PI

ANALYTICAL TECHNOLOGY SERVIÇOS ANALITICOS E AMBIENTAIS LTDA - ANALYTICAL TECHNOLOGY SERVIÇOS ANALITICOS E AMBIENTAIS LTDA - SÃO PAULO-SP

BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - UNIDADE SANTOS - SANTOS-SP

BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - UNIDADE SUAPE - IPOJUCA-PE

CAOA MONTADORA DE VEÍCULOS LTDA - CENTRO DE PESQUISA E EFICIÊNCIA ENERGÉTICA - ANÁPOLIS-GO

CENTRO DE INOVACAO E TECNOLOGIA SENAI - SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL / DRMG - LABORATORIO DE ENSAIOS EM COMBUSTÍVEIS - CENTRO DE INOVACAO E TECNOLOGIA SENAI - SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL / DRMG - BELO HORIZONTE -MG

CHRONION ANÁLISES QUÍMICAS E COMÉRCIO LTDA. - CHRONION ANÁLISES QUÍMICAS - QUATRO BARRAS -PR

FACULDADES CATOLICAS - LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO DE COMBUSTÍVEIS - RIO DE JANEIRO-RJ

FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - LABORATÓRIO DE ENSAIOS DE COMBUSTÍVEIS DA UFMG (LEC-UFMG) - BELO HORIZONTE-MG

FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP - FUNDUNESP - CEMPEQC - CENTRO DE MONITORAMENTO E PESQUISA DA QUALIDADE DE COMBUSTÍVEIS, BIOCOMBUSTÍVEIS, PETRÓLEO E DERIVADOS - ARARAQUARA-SP

FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE REGIONAL DE BLUMENAU - LABORATÓRIO DE ANÁLISES COMBUSTÍVEIS - FURB - BLUMENAU-SC

INSTITUTO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA E REGULAÇÃO -IBTR - LABORATÓRIO DE COMBUSTÍVEIS DO IBTR - CAMAÇARI-BA

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLOGICAS DO ESTADO DE SAO PAULO SA - IPT - LABORATÓRIO DE BIOENERGIA E EFICIÊNCIA ENERGÉTICA – LBE - SÃO PAULO-SP

INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGÍA NORMALIZACIÓN Y METROLOGÍA - PARAGUAY - LABORATORIO DE COMBUSTIBLES Y LUBRICANTES - INTN - SÃO JOSÉ DOS PINHAIS-PR

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES - RIO DE JANEIRO - RIO DE JANEIRO-RJ

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK MANAUS - AM - MANAUS-AM

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK ARATU - CANDEIAS-BA

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK FORTALEZA - CE - FORTALEZA-CE

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - LABORATÓRIO SÃO LUÍS-MA - SÃO LUÍS-MA.-MA

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK BELÉM - PA - BELEM-PA

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK SUAPE - PE - IPOJUCA-PE

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - PARANAGUÁ - PARANAGUÁ-PR

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK RIO GRANDE - RIO GRANDE-RS

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK SANTOS - SÃO CAETANO DO SUL-SP

INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA - INTERTEK DO BRASIL INSPEÇÕES - SERRA - VILA VELHA -ES

ISATEC BRASIL INSPEÇÕES TÉCNICA LTDA - ISATEC RIO GRANDE - RIO GRANDE-RS

ISATEC BRASIL INSPEÇÕES TÉCNICAS LTDA - ISATEC SANTOS - SANTOS-SP

ISATEC BRASIL INSPEÇÕES TÉCNICAS LTDA - ISATEC ARATU - CANDEIAS-BA

PETRÓLEOS PARAGUAYOS - PETROPAR- - DEPARTAMENTO CONTROL DE CALIDAD - PLANTA VILLA ELISA DE PETROPAR - SÃO JOSÉ DOS PINHAIS-PR

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - SENAI - LABORATÓRIO DE ENSAIOS EM ÓLEOS LUBRIFICANTES E COMBUSTÍVEIS - LELCO - SÃO PAULO-SP

SGS DO BRASIL - SGS DO BRASIL - SANTOS -SP

SUPERINSPECT LTDA - SUPERINSPECT FILIAL SANTOS - SANTOS-SP

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS - CENTRAL ANALÍTICA - IQ - UNICAMP - CAMPINAS-SP

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS - LABORATÓRIO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO E SEPARAÇÃO - GOIÂNIA-GO

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO - LABORATÓRIOS DE COMBUSTÍVEIS DA UFPE - RECIFE-PE

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ - LABORATÓRIO DE COMBUSTÍVEIS E LUBRIFICANTES - FORTELEZA-CE

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO - LABORATÓRIO DE ANÁLISES E PESQUISA EM QUÍMICA ANALÍTICA DE PETRÓLEO E BIOCOMBUSTÍVEIS - LAPQAP - SÃO LUÍS-MA

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ - LABORATÓRIO DE PESQUISA E ANÁLISE DE COMBUSTÍVEIS - LAPAC - BELÉM-PA

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ - LACAUT - LABORATÓRIO DE ANÁLISES DE COMBUSTÍVEIS AUTOMOTIVOS - CURITIBA -PR

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO/ESCOLA DE QUÍMICA - LABORATÓRIO DE COMBUSTÍVEIS E DERIVADOS DE PETRÓLEO - LABCOM - RIO DE JANEIRO -RJ

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE - LABORATÓRIO DE COMBUSTÍVEIS E LUBRIFICANTES DA UFRN (LCL-UFRN) - NATAL-RN

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL - LABORATÓRIO DE COMBUSTÍVEIS DO CENTRO DE COMBUSTÍVEIS, BIOCOMBUSTÍVEIS, LUBRIFICANTES E ÓLEOS DO INSTITUTO DE QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, LABCOM/CECOM - IQ/UFRGS - PORTO ALEGRE-RS

VULCANO LABORATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS S/S LTDA - VULCANO LABORATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS - PAULÍNIA-SP

4 PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Os itens de ensaio foram preparados pelo CPT, a partir de matrizes de combustíveis automotivos gasolina, óleo diesel e etanol adquiridos em posto de revenda de combustíveis.

As alíquotas de 1 L foram obtidas a partir da homogeneização por recirculação, por tempo suficiente, e envasadas por gravidade. Para a gasolina, a homogeneização e envase foram realizados na temperatura aproximada de 15 °C, por meio de tanque de mistura encamisado. Os itens de ensaio das matrizes gasolina e óleo diesel S10 foram envasados em frascos de alumínio, sem revestimento interno. Os frascos foram previamente inspecionados, limpos, secos e ambientados com a própria matriz antes de serem preenchidos com o material de análise. Foram utilizados conjuntos novos, sem uso, de tampas e selos revestidos em alumínio.

Os itens de ensaio da matriz etanol foram embalados em recipientes de plástico PEAD, com volume nominal de 500 mL.

As alíquotas de 50 mL de óleo diesel S500 foram preparadas a partir da dopagem com biodiesel B100 ao óleo diesel comercial e homogeneização por agitação. Foram utilizados frascos de vidro âmbar, com batoque e tampa.

Apesar de todos os esforços, no que se refere à utilização de frascos de melhor qualidade e ao envio dos itens de ensaio via aérea, os participantes listados a seguir relataram a ocorrência de vazamentos. Não obstante, ao avaliar os resultados e desempenhos desses participantes, não foi encontrada nenhuma tendência que revele algum efeito prático do vazamento sobre os resultados avaliados:

Cod_lab Informe qual item de ensaio apresentou vazamento ou dano.

LAB_051	Gasolina C (frasco de 1L, de alumínio); Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_096	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_228	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_231	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_412	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_447	Óleo diesel B S500 (frasco de 50 mL, de vidro);
LAB_473	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_557	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_560	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_562	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_593	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico); Óleo diesel B S10 (frasco de 1L, de alumínio);
LAB_652	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_705	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_705	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_719	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);
LAB_829	Etanol (frascos de 500 mL, de plástico);

5 HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE

Com base na experiência acumulada ao longo das edições anteriores, nas quais ficou demonstrada a homogeneidade e a 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.

6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística foi realizada por meio do software Excel, e quando necessário, foram realizadas análises pelo software estatístico R. Quando necessário, resultados reportados pelos participantes e valores finais dos estimadores foram arredondados para a quantidade de algarismos significativos ou casas decimais adequadas, conforme ABNT NBR 5891 (regra do par mais próximo), ou de acordo com a norma de ensaio mais empregada.

6.1 Método de obtenção do valor designado, da sua incerteza e do desvio-padrão para avaliação de desempenho

Para resultados de natureza quantitativa (grandezas), o valor designado foi 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}) foi a análise robusta, descrita como “algoritmo A”, no item C.3 da norma ABNT NBR ISO/IEC 13528:2015. Como resultado da análise robusta pelo algoritmo A, temos que $x_{pt} = x^*$ e $\sigma_{pt} = s^*$, onde x^* é a média robusta e s^* é o desvio-padrão robusto. Esse método é baseado na mediana do conjunto de dados e sua principal característica é a atenuação do efeito dos valores dispersos (*outliers*), por meio de sucessivas iterações nas quais os dados são ajustados. Após essa etapa são calculadas as estimativas dos parâmetros estatísticos (média robusta e desvio-padrão robusto).

Em alguns casos, a análise estatística robusta não foi capaz de atingir a convergência esperada após um número razoável de iterações, sendo necessária a exclusão de valores dispersos antes da estimação do valor de consenso e do desvio-padrão para avaliação da proficiência. A avaliação de valores dispersos (*outliers*) utilizou o teste de Grubbs, para detecção de um valor disperso apenas e o teste GESD (*Generalized Extreme Studentized Deviate*) para detecção de múltiplos valores dispersos simultâneos.

Os valores classificados como dispersos, que foram eventualmente excluídos dos cálculos de x_{pt} e de σ_{pt} , tiveram seu desempenho avaliado.

Para resultados de natureza qualitativa (atributos, escalas ordinais, etc), foi adotado como valor designado a moda dos resultados, exceto quando indicado especificamente.

6.2 Avaliação do Desempenho dos Participantes

O desempenho dos participantes será avaliado por meio do escore z (*z-score*):

$ z \leq 2$ indica desempenho <u>satisfatório</u>
$2 < z < 3$ indica desempenho <u>questionável</u>
$ z \geq 3$ indica desempenho <u>insatisfatório</u>

O z-score é dado pela fórmula:

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

onde x_i é o resultado reportado pelo participante, x_{pt} é o valor de consenso e σ_{pt} é o desvio-padrão robusto.

Quando a incerteza do valor designado, $u(x_{pt})$, foi maior ou igual a 30% do desvio-padrão robusto, foi necessário incluir $u(x_{pt})$ no denominador do escore de avaliação de desempenho, passando a ser denominado z'-score:

$$z'_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

Para resultados de natureza qualitativa, valores diferentes do valor designado serão classificados como insatisfatórios, exceto quando indicado especificamente.

6.3 Reprodutibilidade do grupo

O valor estimado da reprodutibilidade do grupo é calculado a partir da premissa de que a diferença entre dois resultados quaisquer (x_1 e x_2) obtidos pelo grupo segue uma distribuição t de Student. Assim, a diferença $|x_1 - x_2|$ será superior à reprodutibilidade do grupo, R' , em um caso em vinte. A reprodutibilidade do grupo é calculada da seguinte forma

$$R' = t_{n-1; 0,05} \times \sqrt{2} \times s^*$$

em que $t_{n-1; 0,05}$ é o valor crítico da distribuição t de Student, com $n - 1$ graus de liberdade e nível de confiança de 95%; s^* é o desvio-padrão robusto.

A comparação de R' com o valor de reprodutibilidade publicado na norma de ensaio fornece um parâmetro de desempenho do grupo no que diz respeito ao nível de precisão.

7 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 e de melhoria serão implementadas.

8 RESULTADOS E GRÁFICOS

As tabelas e gráficos a seguir resumem os resultados e as análises de desempenho desta rodada do PIC.

Nos gráficos, as seguintes legendas significam:

Legenda	Definição
X_{pt}	Valor de consenso, ou valor designado
$u(X_{pt})$	Incerteza padrão de X_{pt}
$2 * u(X_{pt})$	Incerteza expandida de X_{pt}
σ_{pt}	Desvio-padrão robusto

8.1 Aspecto

Aspecto, visual

Laboratório	Resultado Reportado	Resultado		Estatística	
		Ajustado	Desempenho	Moda:	LII
LAB_051	L.I.I.	LII	Satisfatório		
LAB_096	Límpido e livre de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_132	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_158	Límpido e isento de impureza.	LII	Satisfatório		
LAB_174	Límpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_177	LÍMPIDO E ISENTO DE IMPUREZAS	LII	Satisfatório		
LAB_228	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_231	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_245	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_341	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_412	Límpido e isento de impureza	LII	Satisfatório		
LAB_433	Limpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_436	L.I.I.	LII	Satisfatório		
LAB_447	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_453	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_473	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_479	L.I.I.	LII	Satisfatório		
LAB_480	Límpido e isento de material particulado	LII	Satisfatório		
LAB_493	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_529	Límpido e isento de impurezas(LII)	LII	Satisfatório		
LAB_544	LÍMPIDO E LIVRE DE IMPUREZAS	LII	Satisfatório		
LAB_557	HOMOGÊNEO, LÍMPIDO E ISENTO DE IMPUREZAS.	LII	Satisfatório		
LAB_560	Límpido isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_562	LII - Límpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_567	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_580	L.I.I.	LII	Satisfatório		
LAB_593	LII	LII	Satisfatório		
LAB_611	Límpido isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_617	L.I.I.	LII	Satisfatório		
LAB_633	LII	LII	Satisfatório		
LAB_640	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_646	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_652					
LAB_705	LÍMPIDO E ISENTO DE IMPUREZAS	LII	Satisfatório		
LAB_719	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_756	LII	LII	Satisfatório		
LAB_805	Límpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_811	Límpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_829	Límpido e isento de impurezas (LII)	LII	Satisfatório		
LAB_840	Límpido e Isento de Impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_842	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		
LAB_889	LÍMPIDO E ISENTO DE IMPUREZAS	LII	Satisfatório		
LAB_914	Límpido e Isento de Impurezas (LII)	LII	Satisfatório		
LAB_983	Límpido e isento de impurezas	LII	Satisfatório		

Considerando a ausência de uma norma de ensaio que estabeleça a forma de reportar o resultado, e a fim de permitir a comparação, optamos por ajustar os resultados reportados. O critério utilizado foi o de similaridade dos textos.

8.2 Cor

Cor, visual

<u>Laboratório</u>	<u>Resultado Reportado</u>	<u>Estatística</u>
LAB_051	Incolor	Moda: Incolor
LAB_096	Incolor	
LAB_132	Incolor	<u>Frequências</u>
LAB_158	Isento de corante	
LAB_174	Incolor	
LAB_177	INCOLOR	
LAB_228		
LAB_231	Isento de corante	
LAB_245	Levemente amarelado	
LAB_341	Incolor	
LAB_412	Incolor	
LAB_433	Incolor	
LAB_436	INCOLOR	
LAB_447	Incolor	
LAB_453	Incolor	
LAB_473	Incolor	
LAB_479	Incolor	
LAB_480	Incolor	
LAB_493	Levemente amarelo	
LAB_529	Incolor	
LAB_544	INCOLOR	
LAB_557	INCOLOR	
LAB_560	Incolor	
LAB_562	Incolor	
LAB_567	Incolor	
LAB_580	Incolor	
LAB_593	Incolor	
LAB_611	Incolor	
LAB_617	Incolor	
LAB_633	Incolor	
LAB_640	incolor	
LAB_646	Incolor	
LAB_652		
LAB_705	INCOLOR	
LAB_719	Incolor	
LAB_756	INCOLOR	
LAB_805	Incolor	
LAB_811	Incolor	
LAB_829	Incolor	
LAB_840	Incolor	
LAB_842	Transparente	
LAB_889	INCOLOR	
LAB_914	Incolor	
LAB_983	Incolor	

Optamos por não realizar a análise de desempenho, no caso do ensaio de cor visual, pelo seguinte motivo:

- subjetividade: não existe escala de possíveis valores a serem reportados, ficando o resultado totalmente dependente do juízo pessoal de cada observador.

8.3 Acidez Total

Acidez Total [mg/L]

NBR 9866, NBR 16047
ISO 17315

Laboratório	Resultado	z-score	Observação	Método
LAB_051				
LAB_096	14,8	-0,7		NBR 9866
LAB_132				
LAB_158				
LAB_174	15,0	-0,5		NBR 9866
LAB_177	16,8	0,4		NBR 9866
LAB_228				
LAB_231	15,8	-0,1		NBR 16047
LAB_245	19,6	2,0		NBR 9866
LAB_341	12,0	-2,2	Questionável	NBR 9866
LAB_412				
LAB_433	18,0	1,1		NBR 9866
LAB_436	15,0	-0,5		NBR 16047
LAB_447				
LAB_453	17,7	0,9		NBR 9866
LAB_473				
LAB_479				
LAB_480				
LAB_493				
LAB_529				
LAB_544	14,4	-0,9		NBR 9866
LAB_557	13,9	-1,1		NBR 9866
LAB_560	25,5	5,2	Insatisfatório	NBR 9866
LAB_562				
LAB_567				
LAB_580				
LAB_593				
LAB_611				
LAB_617				
LAB_633	17,4	0,8		NBR 9866
LAB_640	16,7	0,4		NBR 9866
LAB_646				
LAB_652				
LAB_705	16,9	0,5		NBR 16047
LAB_719				
LAB_756				
LAB_805				
LAB_811	16,8	0,4		NBR 9866
LAB_829				
LAB_840	14,2	-1,0		NBR 9866
LAB_842				
LAB_889	17,2	0,7		NBR 9866
LAB_914				
LAB_983				

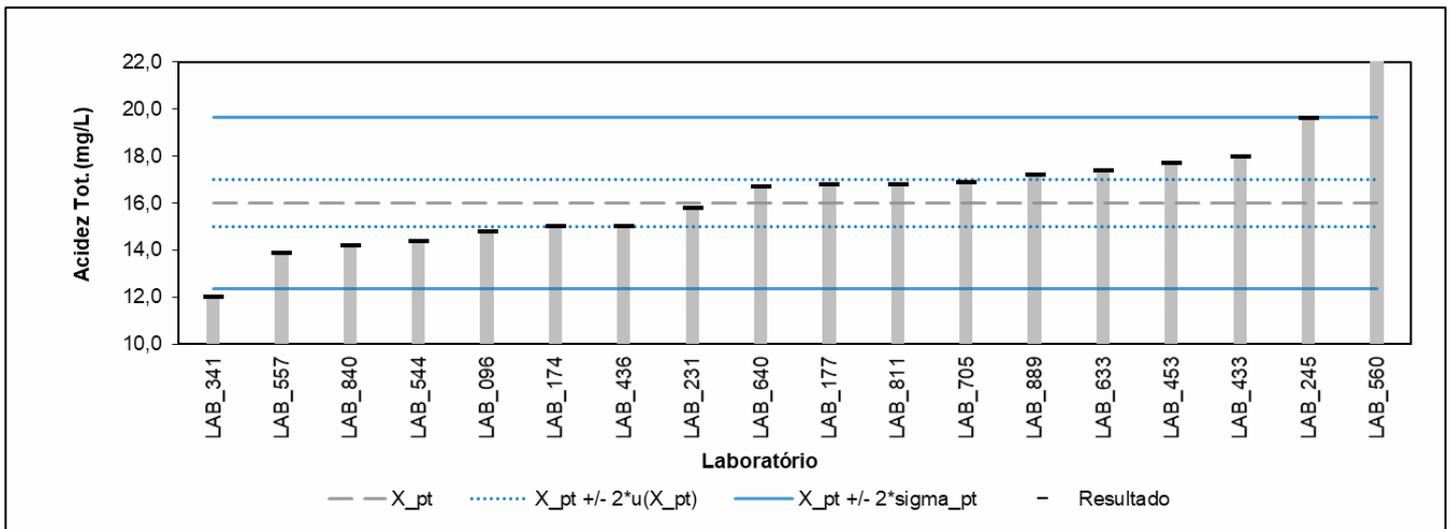
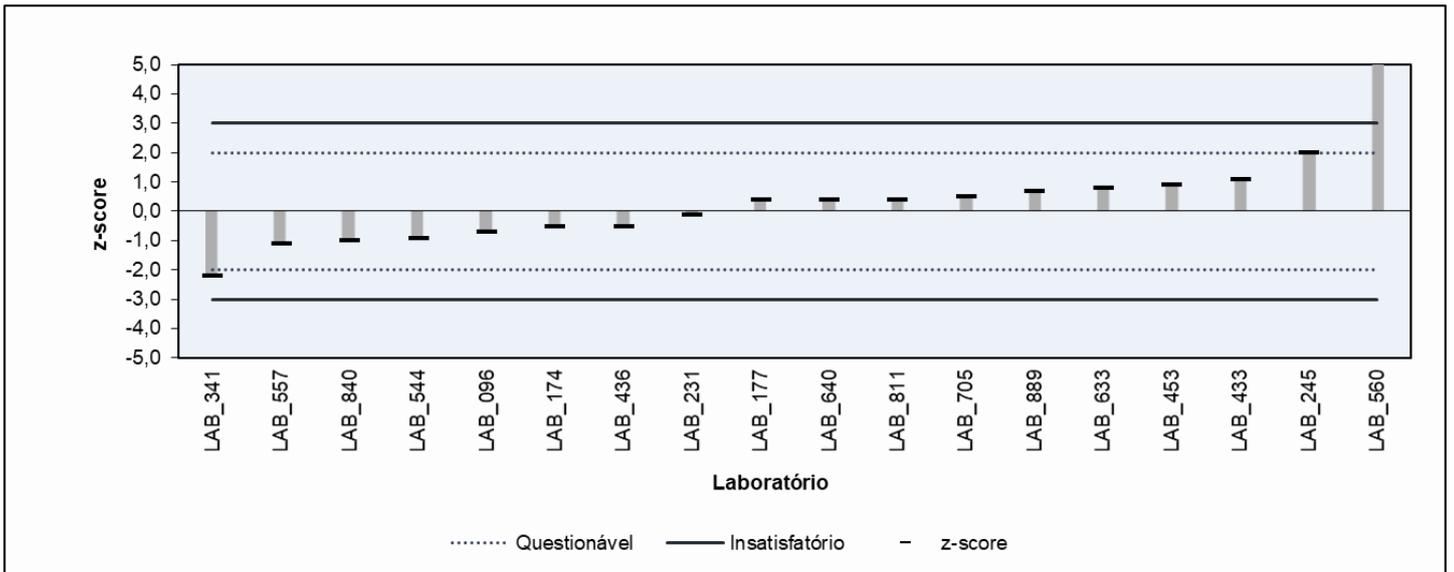
Nº de resultados Satisfatórios	16
Valor de Consenso (X _{pt})	16,0
Desvio Padrão Robusto (sigma _{pt})	1,83
Mediana	16,8
Média Aritmética	16,0
Desvio Padrão Aritmético	1,86
Repro do Grupo	5,5
Repro NBR 9866	6,0
Incerteza padrão: u(X _{pt})	0,50
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,27

Frequências

NBR 9866	15
NBR 16047	3

LAB_557 classificado como outlier pelo teste de Grubbs; resultado excluído dos cálculos de valor de conseso, desvio-padrão robusto, média e desvio-padrão aritméticos, reprodutibilidade do grupo.

Resultados arredondados para uma casa decimal.



8.4 Condutividade Elétrica

Condutividade Elétrica [µS/m]

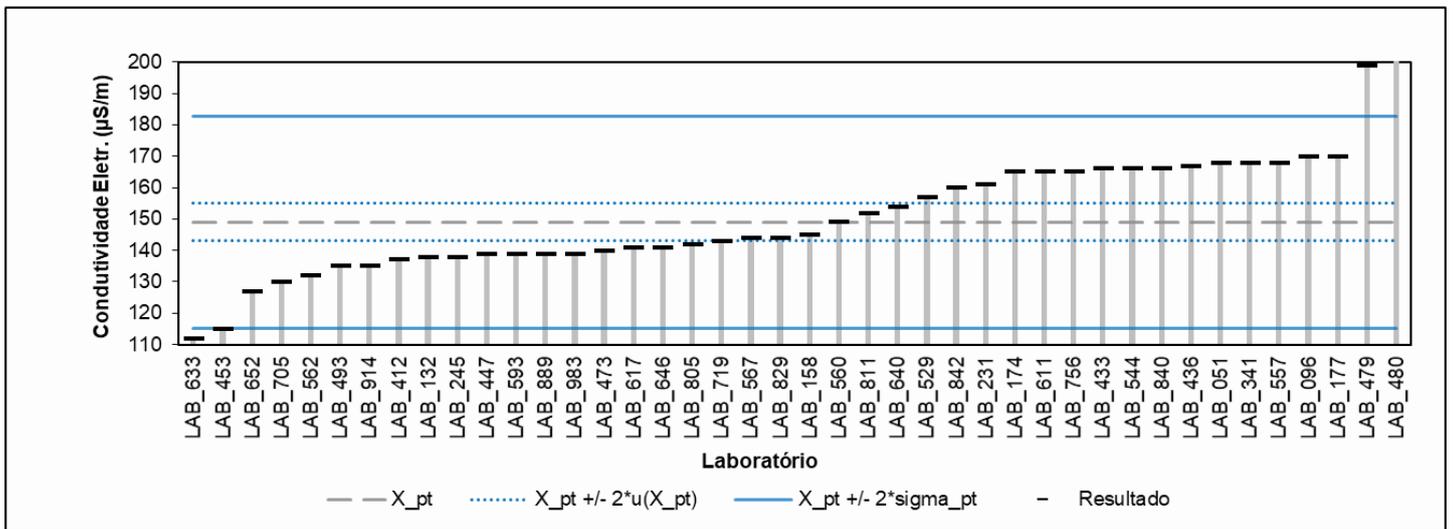
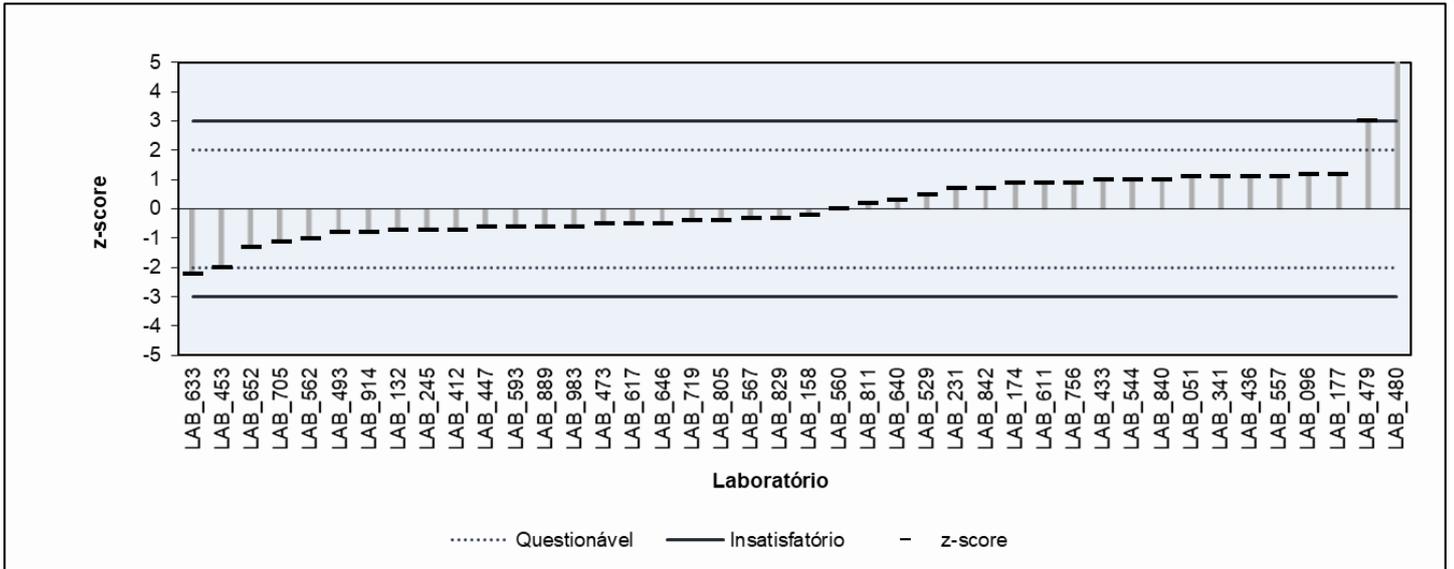
NBR 10547
ISO 17308

Laboratório	Resultado	z-score	Observação	Método
LAB_051	168	1,1		NBR 10547
LAB_096	170	1,2		NBR 10547
LAB_132	138	-0,7		NBR 10547
LAB_158	145	-0,2		NBR 10547
LAB_174	165	0,9		NBR 10547
LAB_177	170	1,2		NBR 10547
LAB_228				
LAB_231	161	0,7		NBR 10547
LAB_245	138	-0,7		NBR 10547
LAB_341	168	1,1		NBR 10547
LAB_412	137	-0,7		NBR 10547
LAB_433	166	1,0		NBR 10547
LAB_436	167	1,1		NBR 10547
LAB_447	139	-0,6		NBR 10547
LAB_453	115	-2,0		NBR 10547
LAB_473	140	-0,5		NBR 10547
LAB_479	199	3,0	Insatisfatório	NBR 10547
LAB_480	288	8,2	Insatisfatório	NBR 10547
LAB_493	135	-0,8		NBR 10547
LAB_529	157	0,5		NBR 10547
LAB_544	166	1,0		NBR 10547
LAB_557	168	1,1		NBR 10547
LAB_560	149	0,0		NBR 10547
LAB_562	132	-1,0		NBR 10547
LAB_567	144	-0,3		NBR 10547
LAB_580				NBR 10547
LAB_593	139	-0,6		NBR 10547
LAB_611	165	0,9		NBR 10547
LAB_617	141	-0,5		NBR 10547
LAB_633	112	-2,2	Questionável	NBR 10547
LAB_640	154	0,3		NBR 10547
LAB_646	141	-0,5		NBR 10547
LAB_652	127	-1,3		NBR 10547
LAB_705	130	-1,1		NBR 10547
LAB_719	143	-0,4		NBR 10547
LAB_756	165	0,9		NBR 10547
LAB_805	142	-0,4		NBR 10547
LAB_811	152	0,2		NBR 10547
LAB_829	144	-0,3		NBR 10547
LAB_840	166	1,0		NBR 10547
LAB_842	160	0,7		NBR 10547
LAB_889	139	-0,6		NBR 10547
LAB_914	135	-0,8		NBR 10547
LAB_983	139	-0,6		NBR 10547

Nº de resultados Satisfatórios	39
Valor de Consenso (X _{pt})	149
Desvio Padrão Robusto (sigma _{pt})	16,9
Mediana	145
Média Aritmética	150
Desvio Padrão Aritmético	17,3
Repro do Grupo	48
Repro NBR 10547	22
Incerteza padrão: u(X _{pt})	3
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,18

LAB_480 classificado como outlier pelo teste de Grubbs; resultado excluído dos cálculos de valor de consenso, desvio-padrão robusto, média e desvio-padrão aritméticos, reprodutibilidade do grupo.

Resultados arredondados para número inteiro.



8.5 Massa Específica a 20 °C, Digital

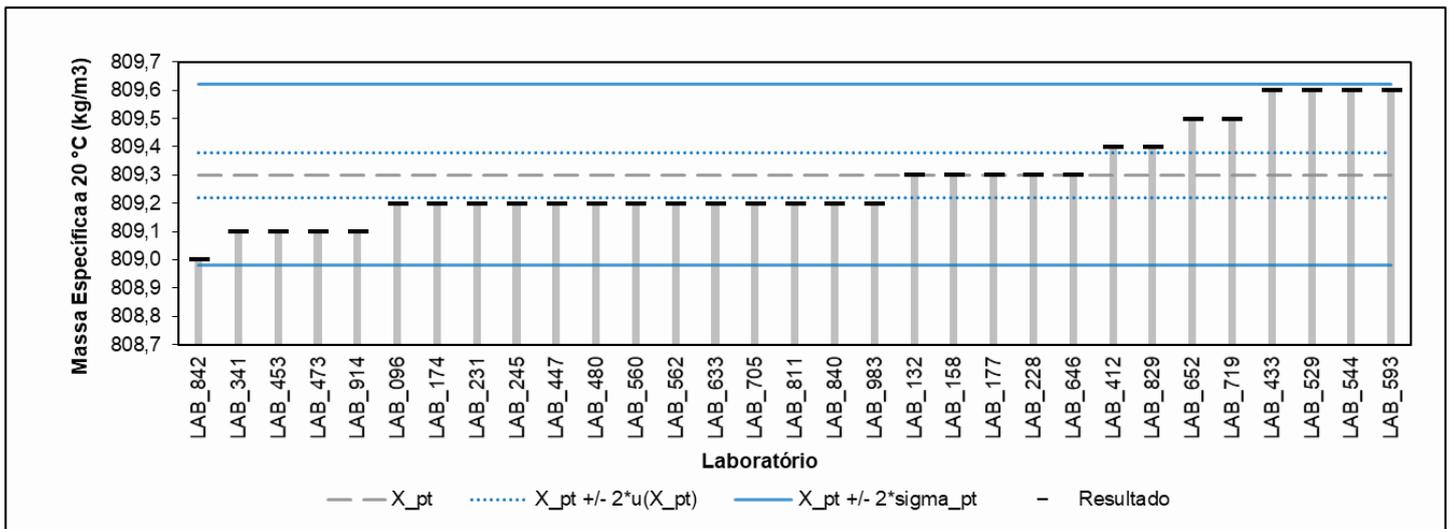
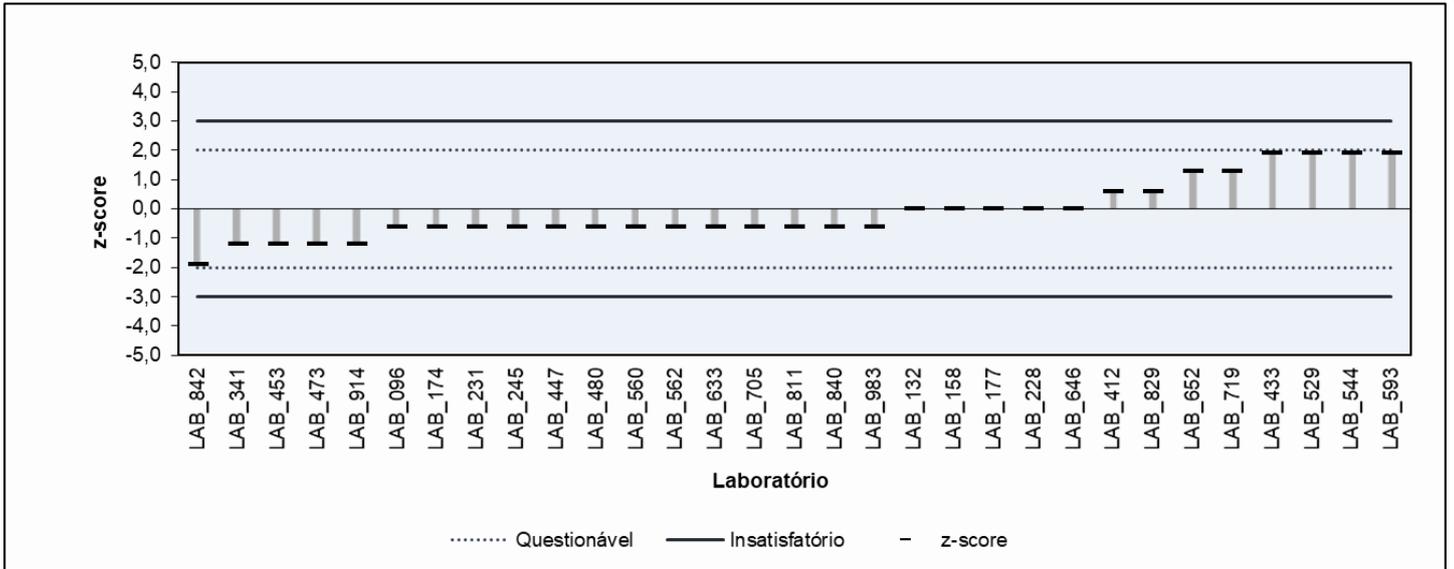
Massa Específica a 20°C, Digital [kg/m³]

NBR 15639, ASTM D4052

Laboratório	Resultado	z-score	Observação	Método
LAB_051				
LAB_096	809,2	-0,6		ASTM D4052
LAB_132	809,3	0,0		ASTM D4052
LAB_158	809,3	0,0		ASTM D4052
LAB_174	809,2	-0,6		ASTM D4052
LAB_177	809,3	0,0		ASTM D4052
LAB_228	809,3	0,0		ASTM D4052
LAB_231	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_245	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_341	809,1	-1,2		ASTM D4052
LAB_412	809,4	0,6		NBR 15639
LAB_433	809,6	1,9		ASTM D4052
LAB_436				
LAB_447	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_453	809,1	-1,2		ASTM D4052
LAB_473	809,1	-1,2		NBR 15639
LAB_479				
LAB_480	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_493				
LAB_529	809,6	1,9		NBR 15639
LAB_544	809,6	1,9		ASTM D4052
LAB_557				
LAB_560	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_562	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_567				
LAB_580				
LAB_593	809,6	1,9		NBR 15639
LAB_611				
LAB_617				
LAB_633	809,2	-0,6		ASTM D4052
LAB_640				
LAB_646	809,3	0,0		NBR 15639
LAB_652	809,5	1,3		NBR 15639
LAB_705	809,2	-0,6		NBR 15639
LAB_719	809,5	1,3		NBR 15639
LAB_756				
LAB_805				
LAB_811	809,2	-0,6		ASTM D4052
LAB_829	809,4	0,6		NBR 15639
LAB_840	809,2	-0,6		ASTM D4052
LAB_842	809,0	-1,9		NBR 15639
LAB_889				
LAB_914	809,1	-1,2		NBR 15639
LAB_983	809,2	-0,6		NBR 15639

Nº de resultados Satisfatórios	31
Valor de Consenso (X _{pt})	809,3
Desvio Padrão Robusto (sigma _{pt})	0,16
Mediana	809,2
Média Aritmética	809,3
Desvio Padrão Aritmético	0,17
Repro do Grupo	0,5
Repro ASTM D4052	0,52
Repro NBR 15639	0,83
Incerteza padrão: u(X _{pt})	0,04
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,25

Frequências	
NBR 15639	18
ASTM D4052	13



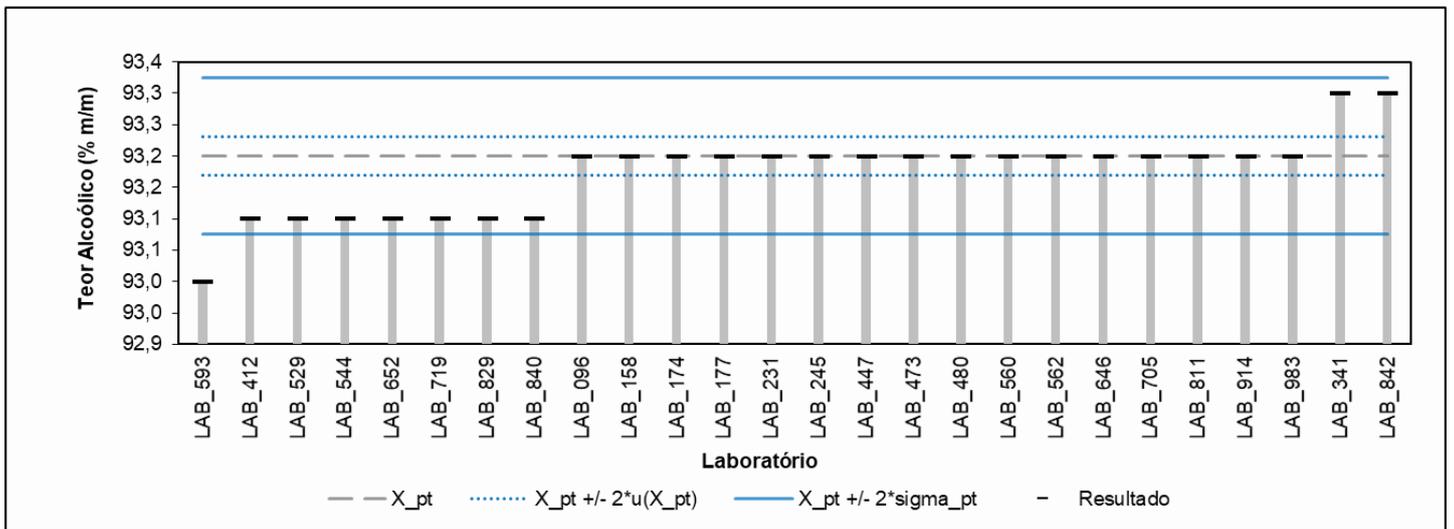
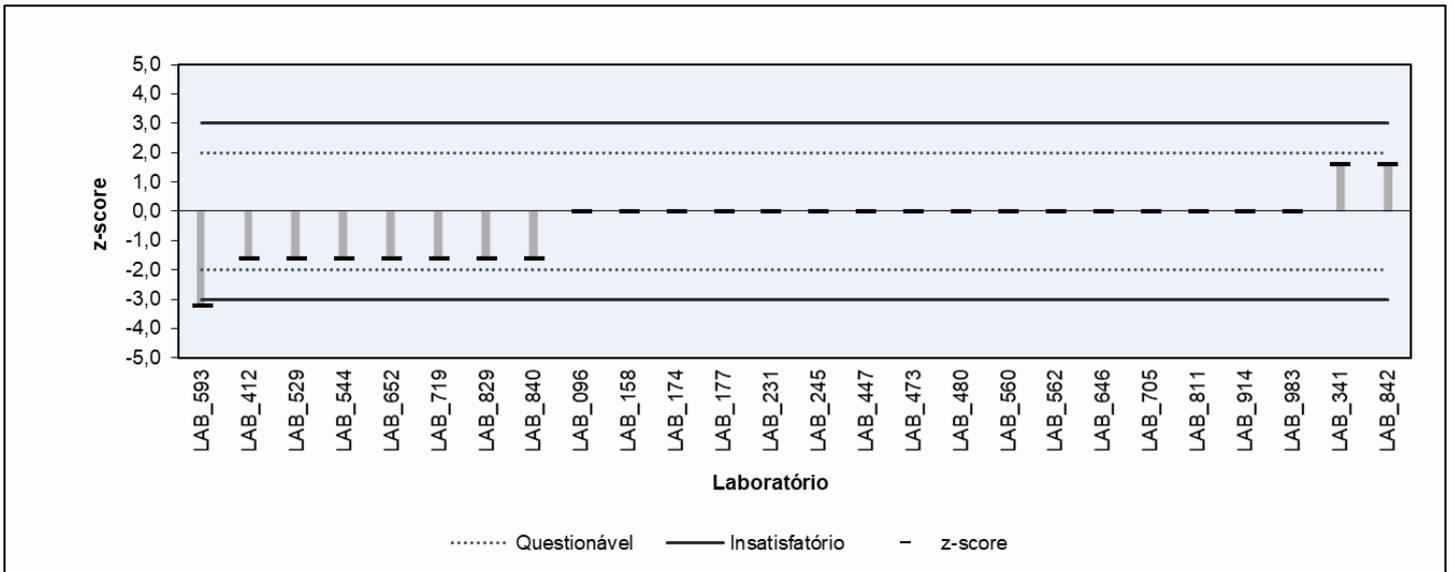
8.6 Teor Alcoólico, Digital

Teor Alcoólico, Digital [% m/m]

NBR 15639

Laboratório	Resultado	z-score	Observação
LAB_051			
LAB_096	93,2	0,0	
LAB_132			
LAB_158	93,2	0,0	
LAB_174	93,2	0,0	
LAB_177	93,2	0,0	
LAB_228			
LAB_231	93,2	0,0	
LAB_245	93,2	0,0	
LAB_341	93,3	1,6	
LAB_412	93,1	-1,6	
LAB_433			
LAB_436			
LAB_447	93,2	0,0	
LAB_453			
LAB_473	93,2	0,0	
LAB_479			
LAB_480	93,2	0,0	
LAB_493			
LAB_529	93,1	-1,6	
LAB_544	93,1	-1,6	
LAB_557			
LAB_560	93,2	0,0	
LAB_562	93,2	0,0	
LAB_567			
LAB_580			
LAB_593	93,0	-3,2	Insatisfatório
LAB_611			
LAB_617			
LAB_633			
LAB_640			
LAB_646	93,2	0,0	
LAB_652	93,1	-1,6	
LAB_705	93,2	0,0	
LAB_719	93,1	-1,6	
LAB_756			
LAB_805			
LAB_811	93,2	0,0	
LAB_829	93,1	-1,6	
LAB_840	93,1	-1,6	
LAB_842	93,3	1,6	
LAB_889			
LAB_914	93,2	0,0	
LAB_983	93,2	0,0	

Nº de resultados Satisfatórios	25
Valor de Consenso (X_pt)	93,2
Desvio Padrão Robusto (sigma_pt)	0,06
Mediana	93,2
Média Aritmética	93,2
Desvio Padrão Aritmético	0,07
Repro do Grupo	0,2
Repro NBR 15639	0,3
Incerteza padrão: u(X_pt)	0,02
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,24



8.7 Massa Específica a 20 °C, Manual

Massa Específica a 20°C, Manual [kg/m3]

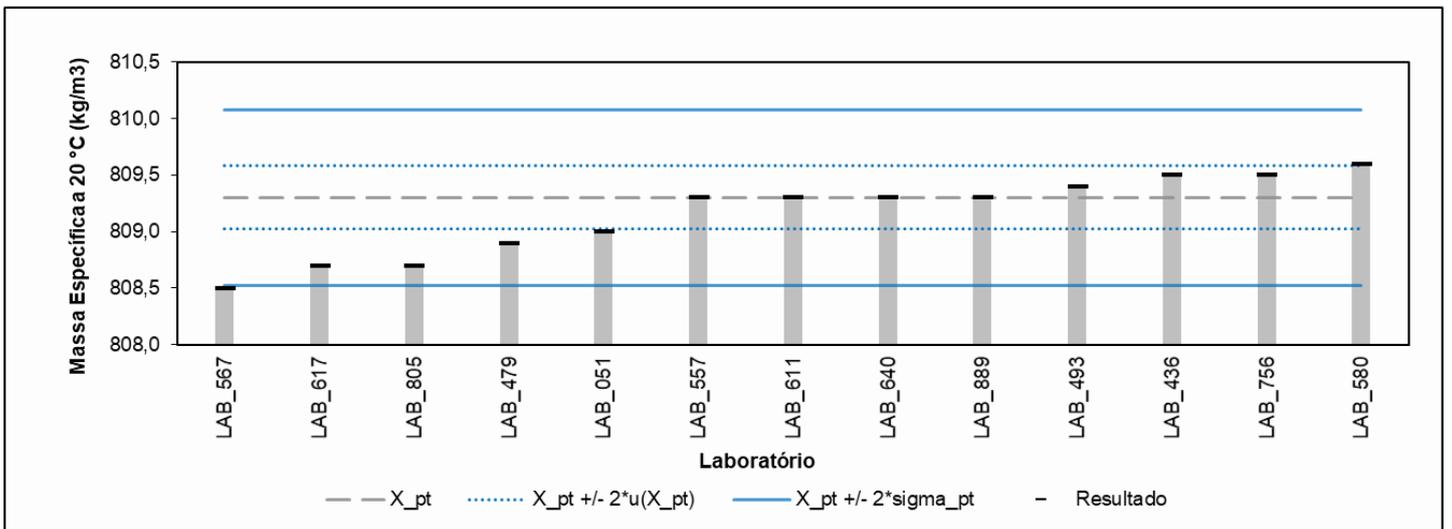
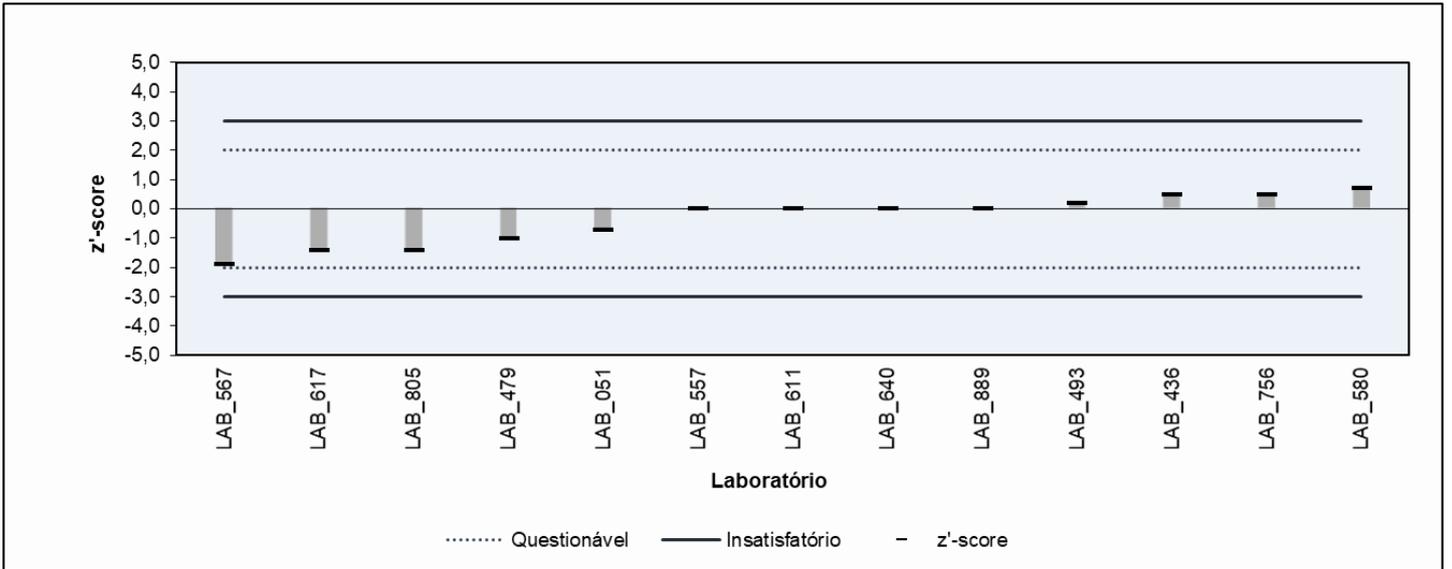
NBR 5992

Laboratório	Resultado	z'-score	Observação
LAB_051	809,0	-0,7	
LAB_096			
LAB_132			
LAB_158			
LAB_174			
LAB_177			
LAB_228			
LAB_231			
LAB_245			
LAB_341			
LAB_412			
LAB_433			
LAB_436	809,5	0,5	
LAB_447			
LAB_453			
LAB_473			
LAB_479	808,9	-1,0	
LAB_480			
LAB_493	809,4	0,2	
LAB_529			
LAB_544			
LAB_557	809,3	0,0	
LAB_560			
LAB_562			
LAB_567	808,5	-1,9	
LAB_580	809,6	0,7	
LAB_593			
LAB_611	809,3	0,0	
LAB_617	808,7	-1,4	
LAB_633			
LAB_640	809,3	0,0	
LAB_646			
LAB_652			
LAB_705			
LAB_719			
LAB_756	809,5	0,5	
LAB_805	808,7	-1,4	
LAB_811			
LAB_829			
LAB_840			
LAB_842			
LAB_889	809,3	0,0	
LAB_914			
LAB_983			

Nº de resultados Satisfatórios	12
Valor de Referência	809,3
Desvio Padrão Robusto (sigma_pt)	0,39
Mediana	809,3
Média Aritmética	809,2
Desvio Padrão Aritmético	0,36
Repro do Grupo	1,2
Repro NBR 5992	0,83
Incerteza padrão: u(X_pt)	0,14
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,36

Valor de referência: valor de consenso do método digital.

Razão entre incerteza e desvio padrão robusto maior que 0,3: adotado z'-score.



8.8 Teor Alcoólico, Manual

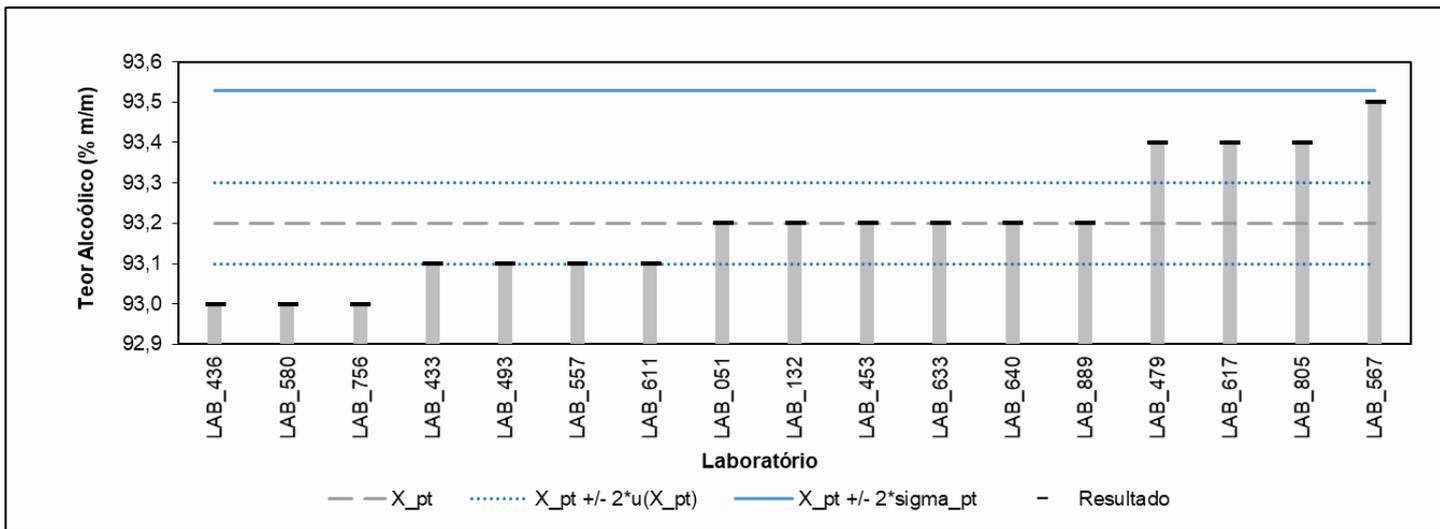
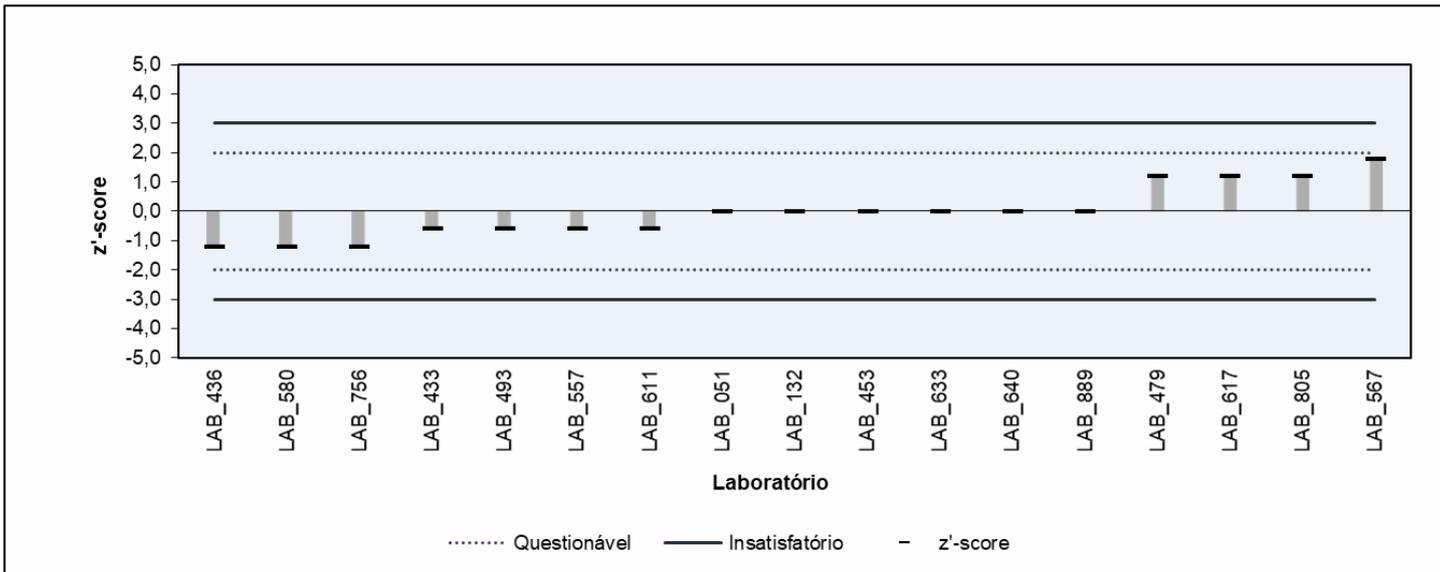
Teor Alcoólico, Manual [% m/m]

NBR 5992

Laboratório	Resultado	z'-score	Observação
LAB_051	93,2	0,0	
LAB_096			
LAB_132	93,2	0,0	
LAB_158			
LAB_174			
LAB_177			
LAB_228			
LAB_231			
LAB_245			
LAB_341			
LAB_412			
LAB_433	93,1	-0,6	
LAB_436	93,0	-1,2	
LAB_447			
LAB_453	93,2	0,0	
LAB_473			
LAB_479	93,4	1,2	
LAB_480			
LAB_493	93,1	-0,6	
LAB_529			
LAB_544			
LAB_557	93,1	-0,6	
LAB_560			
LAB_562			
LAB_567	93,5	1,8	
LAB_580	93,0	-1,2	
LAB_593			
LAB_611	93,1	-0,6	
LAB_617	93,4	1,2	
LAB_633	93,2	0,0	
LAB_640	93,2	0,0	
LAB_646			
LAB_652			
LAB_705			
LAB_719			
LAB_756	93,0	-1,2	
LAB_805	93,4	1,2	
LAB_811			
LAB_829			
LAB_840			
LAB_842			
LAB_889	93,2	0,0	
LAB_914			
LAB_983			

Nº de resultados Satisfatórios	17
Valor de Consenso (X_pt)	93,2
Desvio Padrão Robusto (sigma_pt)	0,16
Mediana	93,2
Média Aritmética	93,2
Desvio Padrão Aritmético	0,15
Repro do Grupo	0,5
Repro NBR 5992	0,3
Incerteza padrão: u(X_pt)	0,05
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,30

Razão entre incerteza e desvio padrão robusto maior que 0,3: adotado z'-score.



8.9 Potencial Hidrogeniônico (pH)

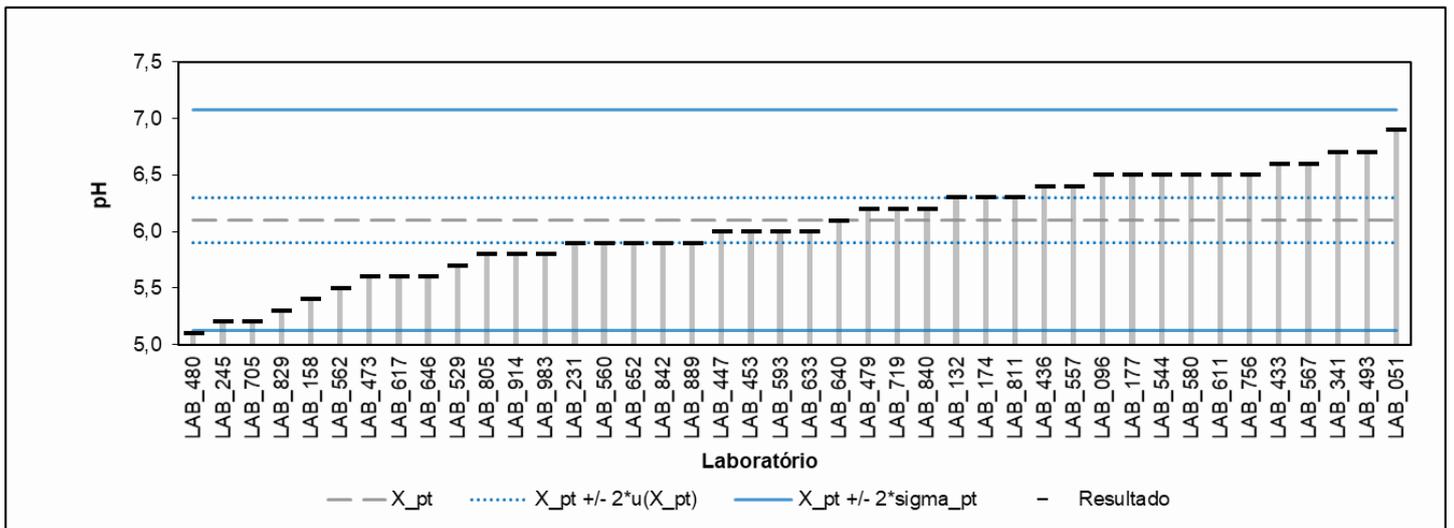
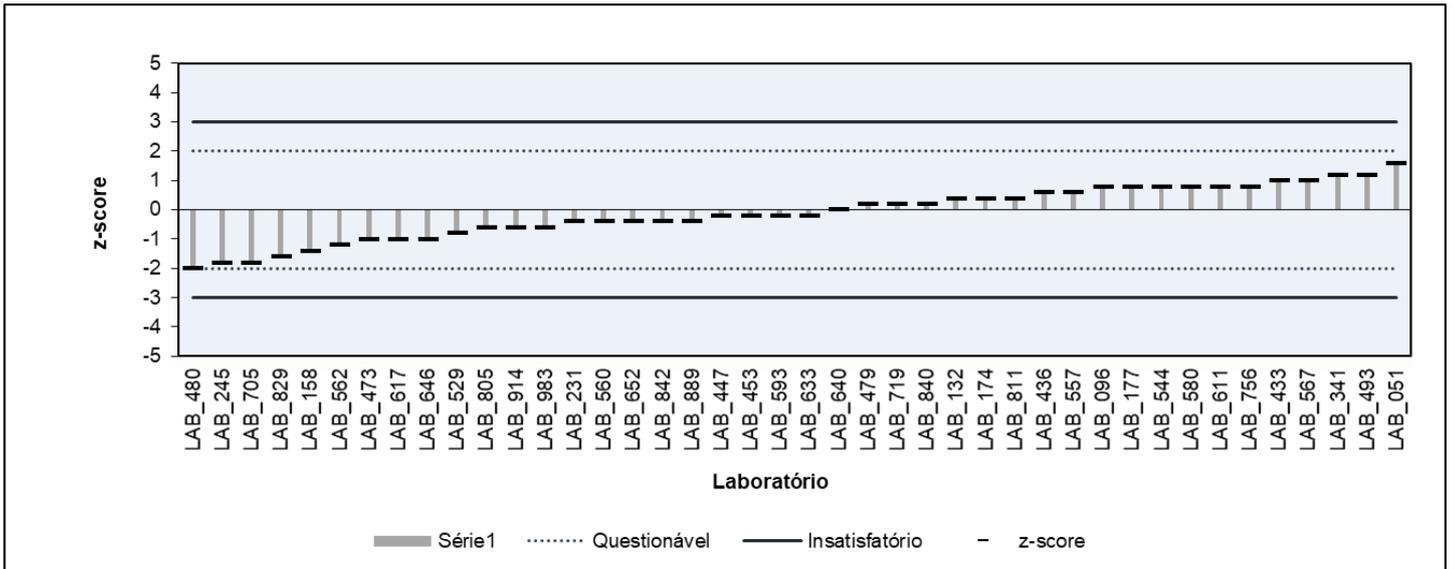
pH

NBR 10891

Laboratório	Resultado	z-score	Observação
LAB_051	6,9	1,6	
LAB_096	6,5	0,8	
LAB_132	6,3	0,4	
LAB_158	5,4	-1,4	
LAB_174	6,3	0,4	
LAB_177	6,5	0,8	
LAB_228			
LAB_231	5,9	-0,4	
LAB_245	5,2	-1,8	
LAB_341	6,7	1,2	
LAB_412			
LAB_433	6,6	1,0	
LAB_436	6,4	0,6	
LAB_447	6,0	-0,2	
LAB_453	6,0	-0,2	
LAB_473	5,6	-1,0	
LAB_479	6,2	0,2	
LAB_480	5,1	-2,0	
LAB_493	6,7	1,2	
LAB_529	5,7	-0,8	
LAB_544	6,5	0,8	
LAB_557	6,4	0,6	
LAB_560	5,9	-0,4	
LAB_562	5,5	-1,2	
LAB_567	6,6	1,0	
LAB_580	6,5	0,8	
LAB_593	6,0	-0,2	
LAB_611	6,5	0,8	
LAB_617	5,6	-1,0	
LAB_633	6,0	-0,2	
LAB_640	6,1	0,0	
LAB_646	5,6	-1,0	
LAB_652	5,9	-0,4	
LAB_705	5,2	-1,8	
LAB_719	6,2	0,2	
LAB_756	6,5	0,8	
LAB_805	5,8	-0,6	
LAB_811	6,3	0,4	
LAB_829	5,3	-1,6	
LAB_840	6,2	0,2	
LAB_842	5,9	-0,4	
LAB_889	5,9	-0,4	
LAB_914	5,8	-0,6	
LAB_983	5,8	-0,6	

Nº de resultados Satisfatórios	42
Valor de Consenso (X_pt)	6,1
Desvio Padrão Robusto (sigma_pt)	0,49
Mediana	6,0
Média Aritmética	6,0
Desvio Padrão Aritmético	0,46
Repro do Grupo	1,4
Repro NBR 10891	0,4
Incerteza padrão: u(X_pt)	0,1
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,20

Resultados arredondados para uma casa decimal.



8.10 Teor de Etanol

Teor de Etanol [% volume]

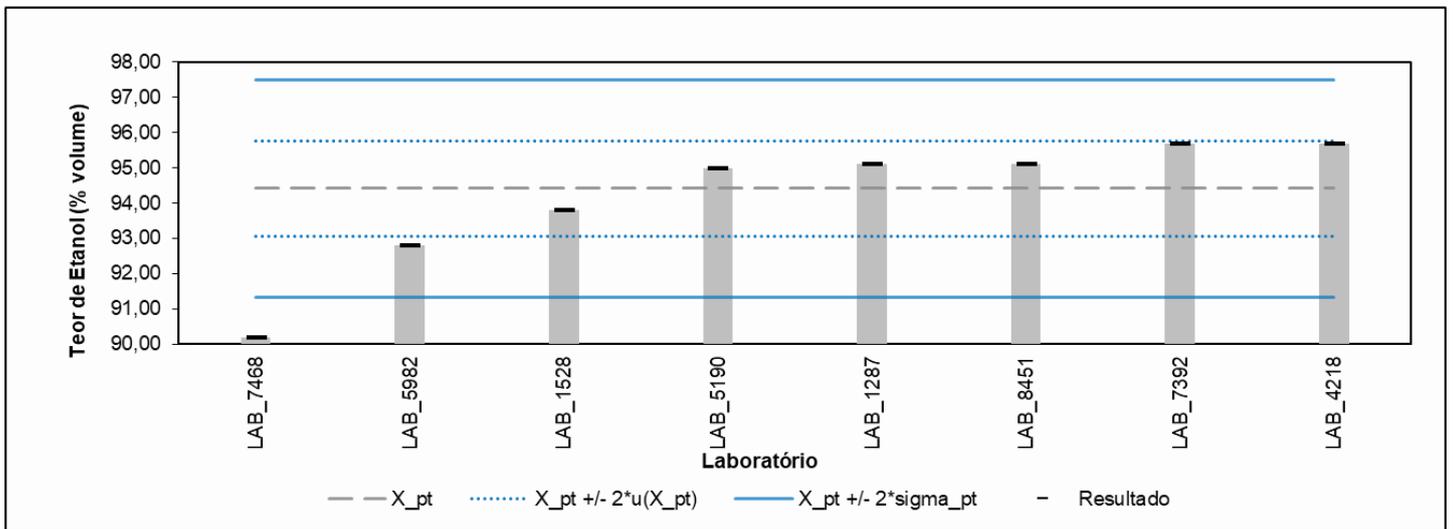
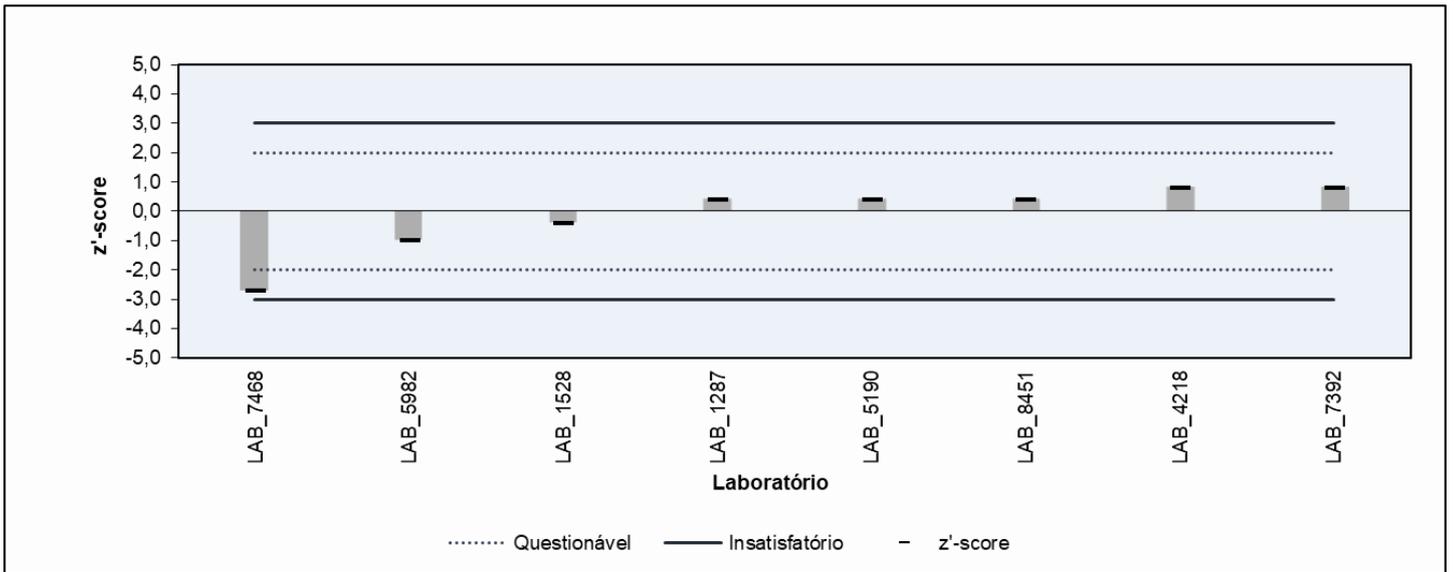
NBR 16041
ASTM D5501

Laboratório	Resultado	z'-score	Observação	Método
LAB_1287	95,10	0,4		NBR 16041
LAB_1528	93,80	-0,4		ASTM D5501
LAB_4218	95,69	0,8		ASTM D5501
LAB_5190	95,00	0,4		ASTM D5501
LAB_5982	92,80	-1,0		NBR 16041
LAB_7392	95,68	0,8		ASTM D5501
LAB_7468	90,20	-2,7	Questionável	NBR 16041
LAB_8451	95,10	0,4		ASTM D5501

Nº de resultados Satisfatórios	7
Valor de Consenso (X _{pt})	94,4
Desvio Padrão Robusto (sigma _{pt})	1,53
Mediana	95,1
Média Aritmética	94,2
Desvio Padrão Aritmético	1,88
Repro do Grupo	5,1
Repro ASTM D5501	1,0
Incerteza padrão: u(X _{pt})	0,68
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,44

Resultados arredondados para duas casas decimais.

Razão entre incerteza e desvio padrão robusto maior que 0,3: adotado z'-score.



8.11 Teor de Água

Teor de Água [% volume]

NBR 15531, NBR 15888
ASTM E203, E1064

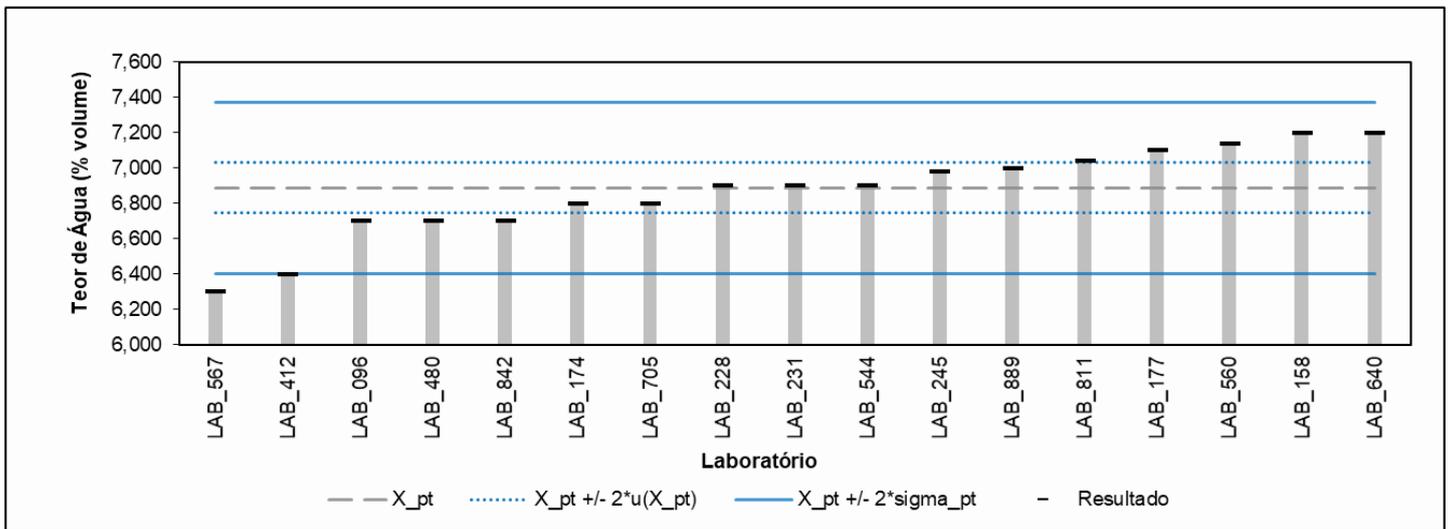
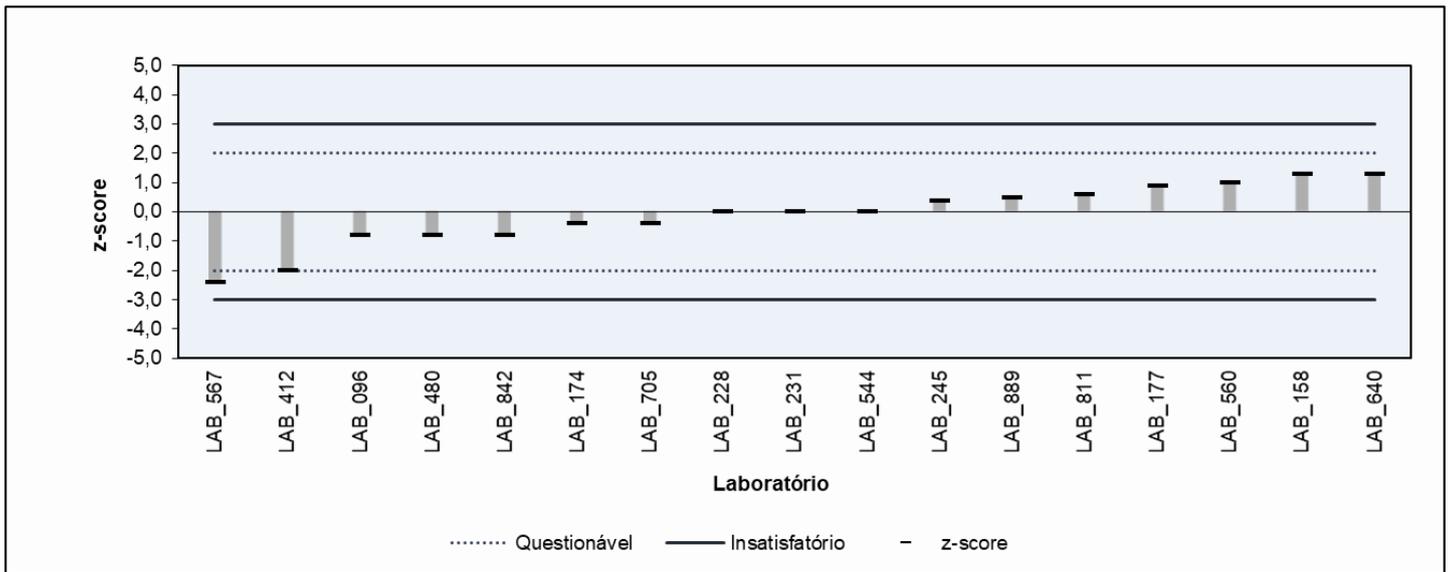
Laboratório	Resultado	z-score	Observação	Método
LAB_051				
LAB_096	6,700	-0,8		não informado
LAB_132				
LAB_158	7,200	1,3		ASTM E203
LAB_174	6,800	-0,4		ASTM E203
LAB_177	7,100	0,9		não informado
LAB_228	6,900	0,0		ASTM E1064
LAB_231	6,900	0,0		NBR 15531
LAB_245	6,979	0,4		ASTM E203
LAB_341				
LAB_412	6,400	-2,0		NBR 15888
LAB_433				
LAB_436				
LAB_447				
LAB_453				
LAB_473				
LAB_479				
LAB_480	6,700	-0,8		NBR 15888
LAB_493				
LAB_529				
LAB_544	6,900	0,0		ASTM E203
LAB_557	0,380			ASTM E203
LAB_560	7,140	1,0		ASTM E203
LAB_562				
LAB_567	6,300	-2,4	Questionável	NBR 15888
LAB_580				
LAB_593				
LAB_611				
LAB_617				
LAB_633				
LAB_640	7,200	1,3		ASTM E203
LAB_646				
LAB_652				
LAB_705	6,800	-0,4		NBR 15888
LAB_719				
LAB_756				
LAB_805				
LAB_811	7,040	0,6		ASTM E203
LAB_829				
LAB_840				
LAB_842	6,700	-0,8		NBR 15531
LAB_889	7,000	0,5		NBR 15531
LAB_914				
LAB_983				

Nº de resultados Satisfatórios	17
Valor de Consenso (X _{pt})	6,889
Desvio Padrão Robusto (sigma _{pt})	0,2427
Mediana	6,900
Média Aritmética	6,508
Desvio Padrão Aritmético	1,5493
Repro do Grupo	0,732
Incerteza padrão: u(X _{pt})	0,072
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,30

Frequências	
ASTM E203	8
NBR 15888	4
NBR 15531	3
não informado	2
ASTM E1064	1

Resultado dos laboratório LAB_557
excluído por ser considerado *outlier*
evidente.

Razão entre incerteza e desvio padrão
robusto maior que 0,3: adotado z'-score.



8.12 Teor de Resíduo por Evaporação

Teor de Resíduo por Evaporação [mg/100 ml] NBR 8644

Laboratório	Resultado	
LAB_051		<p>Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - resultados reportados em formato que impede a análise estatística; - resultados obtidos seguindo métodos diferentes previstos pela mesma norma.
LAB_096	0,4	
LAB_132		
LAB_158		
LAB_174	0,4	
LAB_177	1	
LAB_228		
LAB_231	2 não lavado	
LAB_245	3 não lavado	
LAB_341		
LAB_412	1	
LAB_433		
LAB_436	<1,0	
LAB_447		
LAB_453		
LAB_473		
LAB_479		
LAB_480		
LAB_493		
LAB_529		
LAB_544	0,4	
LAB_557		
LAB_560		
LAB_562		
LAB_567	1,2	
LAB_580		
LAB_593		
LAB_611		
LAB_617		
LAB_633		
LAB_640	< 1	
LAB_646		
LAB_652		
LAB_705		
LAB_719		
LAB_756		
LAB_805		
LAB_811	0,5	
LAB_829		
LAB_840		
LAB_842		
LAB_889		
LAB_914		
LAB_983		

8.13 Teor de Material não Volátil

Teor de Material não Volátil [mg/100 ml] NBR 15559

Laboratório	Resultado
LAB_1287	1,0
LAB_1528	6,6
LAB_4573	50
LAB_5596	8
LAB_5982	1,8
LAB_6849	4,2

Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:

- pequeno número de resultados;
- alta dispersão dos resultados;
- resultados reportados em unidades distintas.

8.14 Teor de Hidrocarbonetos

Teor de Hidrocarbonetos, NBR 13993

Laboratório	Resultado Reportado	Desempenho	Estatística
LAB_051			Moda: "Não detectado"/"<2"
LAB_096			
LAB_132	Não detectado	Satisfatório	
LAB_158	Não detectado	Satisfatório	
LAB_174	< 2	Satisfatório	
LAB_177	Não detectado	Satisfatório	
LAB_228	<2	Satisfatório	
LAB_231	Não detectado	Satisfatório	
LAB_245	<2	Satisfatório	
LAB_341	Não detectado	Satisfatório	
LAB_412	3	Insatisfatório	
LAB_433	<2	Satisfatório	
LAB_436	<1,0	Satisfatório	
LAB_447	<2	Satisfatório	
LAB_453	0	Satisfatório	
LAB_473	Não detectado	Satisfatório	
LAB_479			
LAB_480	Não detectado	Satisfatório	
LAB_493	<3	Insatisfatório	
LAB_529	0	Satisfatório	
LAB_544	<2	Satisfatório	
LAB_557	NÃO DETECTADO	Satisfatório	
LAB_560	Não detectado	Satisfatório	
LAB_562	< 2	Satisfatório	
LAB_567	<2	Satisfatório	
LAB_580			
LAB_593	0	Satisfatório	
LAB_611			
LAB_617			
LAB_633			
LAB_640	< 2	Satisfatório	
LAB_646	0	Satisfatório	
LAB_652	Não detectado	Satisfatório	
LAB_705	NÃO DETECTADO	Satisfatório	
LAB_719	ND	Satisfatório	
LAB_756			
LAB_805			
LAB_811	0	Satisfatório	
LAB_829	< 2	Satisfatório	
LAB_840	>1	Insatisfatório	
LAB_842			
LAB_889	<2	Satisfatório	
LAB_914	Não detectado	Satisfatório	
LAB_983	<2	Satisfatório	

A NBR 13993:2018 prevê o resultado "não detectado" quando não se visualiza qualquer volume da camada oleosa. Isto é, quando não existe camada oleosa aparente, reporta-se como "não detectado".

Na versão anterior, NBR 13993:2013 (versão corrigida de 2015), não existia a previsão do resultado "não detectado", mas apenas "<2" (quando não havia camada oleosa aparente, ou quando o volume da camada oleosa era maior que zero e inferior a 0,5 mL).

Frente a isso, nesta rodada do PIC, consideramos os valores "não detectado" e "<2" como **satisfatórios**.

Os valores "ND", "<1" e "0", apesar de não previstos no rol de possíveis resultados da NBR 13993, foram considerados **satisfatórios**.

8.15 Teor de Cloreto e Sulfato

Teor de Cloreto e Sulfato [mg/kg] NBR 10894, ASTM D7328, D7319

Laboratório	Cloreto	Sulfato	Método
LAB_1287	0,31	1,61	ASTM D7319
LAB_1528	<0,1	1,0	NBR 10894
LAB_2439	0,4	1,8	NBR 10894
LAB_3298	<0,1	0,2	NBR 10894
LAB_4218	0,2	1,3	NBR 10894
LAB_5190	< 1,0	< 1,0	NBR 10894

Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:

- pequeno número de resultados;
- resultados reportados em formato que impede a análise estatística.

8.16 Teores de Ferro, Cobre e Sódio

Teor de Ferro [mg/kg] NBR 11331

Laboratório	Ferro
LAB_1287	<0,1
LAB_1311	0,19
LAB_1528	0,11
LAB_2439	<0,04
LAB_3461	0,28
LAB_4218	<0,02
LAB_5190	<1

Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:

- pequeno número de resultados;
- resultados reportados em formato que impede a análise estatística.

Teor de Cobre [mg/kg] NBR 11331

Laboratório	Cobre
LAB_1287	<0,01
LAB_1311	<0,01
LAB_1528	<0,01
LAB_2439	<0,02
LAB_3461	ND
LAB_4218	<0,01
LAB_5190	0,05

Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:

- pequeno número de resultados;
- resultados reportados em formato que impede a análise estatística.

Teor de Sódio [mg/kg] NBR 10442

Laboratório	Sódio
LAB_1287	0,57
LAB_1311	0,5
LAB_1528	0,64
LAB_2439	0,5
LAB_4218	0,6
LAB_5190	<1
LAB_5982	<0,1

Optamos por não realizar a análise de desempenho neste ensaio, pelo seguinte motivo:

- pequeno número de resultados;
- resultados reportados em formato que impede a análise estatística.

8.17 Teor de Enxofre

Teor de Enxofre [mg/kg]

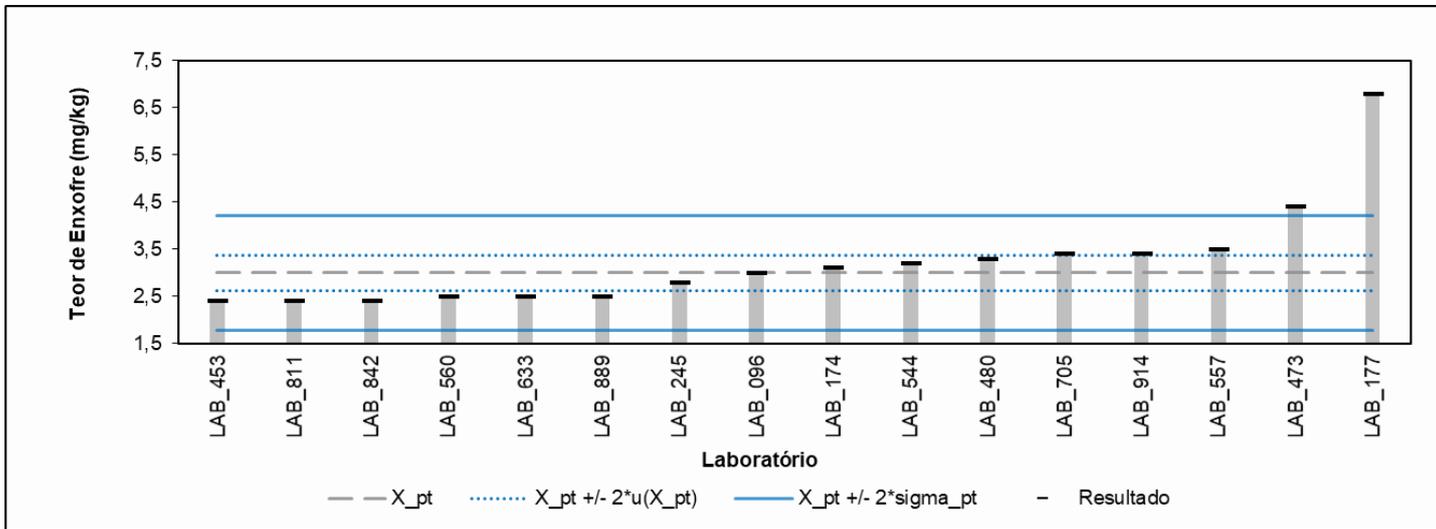
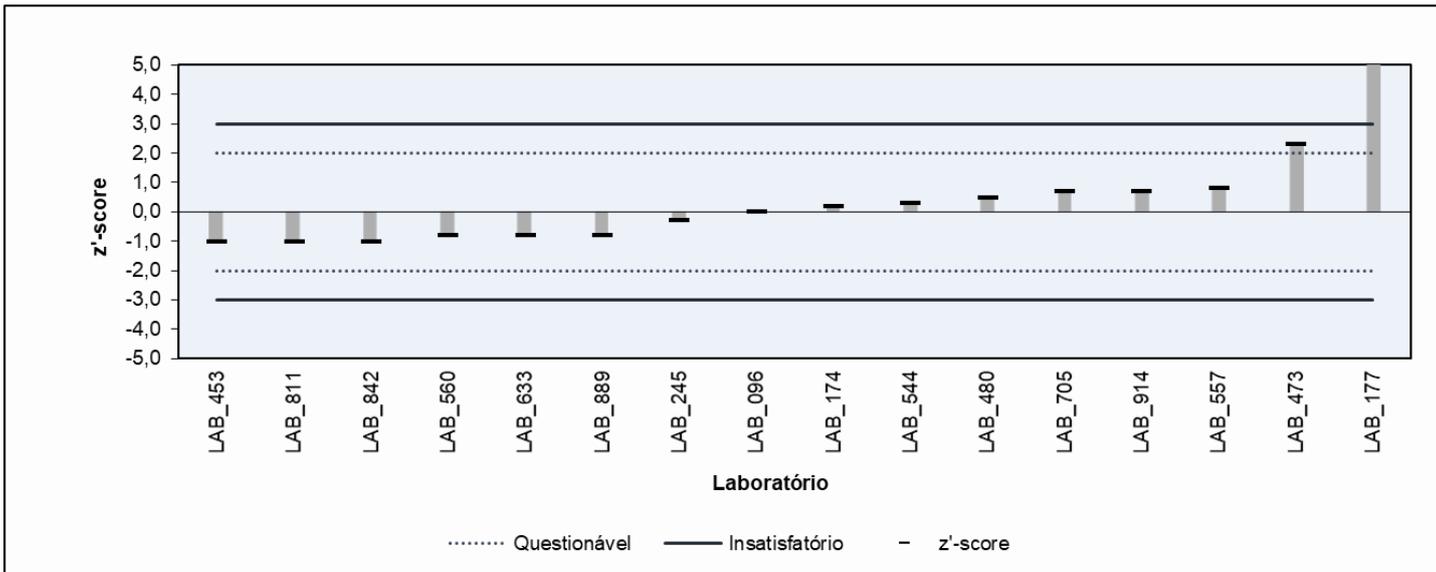
ASTM D5453 EN 15485, EN 15486, EN 15837

Laboratório	Resultado	z'-score	Observação	Método
LAB_051				
LAB_096	3,0	0,0		ASTM D5453
LAB_132				
LAB_158				
LAB_174	3,1	0,2		ASTM D5453
LAB_177	6,8	6,2	Insatisfatório	ASTM D5453
LAB_228				
LAB_231				
LAB_245	2,8	-0,3		ASTM D5453
LAB_341				
LAB_412				
LAB_433				
LAB_436				
LAB_447				
LAB_453	2,4	-1,0		ASTM D5453
LAB_473	4,4	2,3	Questionável	ASTM D5453
LAB_479				
LAB_480	3,3	0,5		ASTM D5453
LAB_493				
LAB_529				
LAB_544	3,2	0,3		ASTM D5453
LAB_557	3,5	0,8		ASTM D5453
LAB_560	2,5	-0,8		ASTM D5453
LAB_562				
LAB_567				
LAB_580				
LAB_593				
LAB_611				
LAB_617				
LAB_633	2,5	-0,8		ASTM D5453
LAB_640				
LAB_646				
LAB_652				
LAB_705	3,4	0,7		ASTM D5453
LAB_719				
LAB_756				
LAB_805				
LAB_811	2,4	-1,0		ASTM D5453
LAB_829				
LAB_840				
LAB_842	2,4	-1,0		ASTM D5453
LAB_889	2,5	-0,8		ASTM D5453
LAB_914	3,4	0,7		ASTM D5453
LAB_983				

Nº de resultados Satisfatórios	14
Valor de Consenso (X_pt)	3,0
Desvio Padrão Robusto (sigma_pt)	0,61
Mediana	3,1
Média Aritmética	3,2
Desvio Padrão Aritmético	1,10
Repro do Grupo	1,8
Repro ASTM D5453	1,3
Incerteza padrão: u(X_pt)	0,19
Incerteza/Desvio Padrão Robusto	0,31

Resultados arredondados para uma casa decimal.

Razão entre incerteza e desvio padrão robusto maior que 0,3: adotado z'-score.



9 SUMÁRIO DAS ALTERAÇÕES

As seguintes alterações foram implementadas neste relatório final, em comparação com o relatório preliminar, enviado em 28 de abril, de 2022:

- Ensaio Teor de Hidrocarbonetos: alterado o critério de avaliação de desempenho dos laboratórios, levando a modificação no desempenho geral dos participantes.



anp

Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis

