

PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA EM BIODIESEL



Produto: Biodiesel

PLANO DE AÇÃO PARA O ANO DE 2022
MOD04 rev20

Última atualização: 30/05/2022

Apoio:



ASSOCIAÇÃO REDE DE METROLOGIA E ENSAIOS DO RIO GRANDE DO SUL

Rua Santa Catarina, 40 – Salas 801 e 802 - CEP 91030-330 PORTO ALEGRE - RS – BRASIL

FONE: (0XX51) 2200-3988 - CNPJ: 97.130.207/0001-12

e-mail: interlab@redemetrologica.com.br - Internet: <http://www.redemetrologica.com.br>

• INTRODUÇÃO

Este Plano apresenta as atividades a serem realizadas no PEP em Biodiesel da Rede Metrológica RS, de acordo com o ABNT NBR ISO/IEC 17043 e ISO 13528.

• OBJETIVO

O Programa de Ensaios de Proficiência em Biodiesel tem o propósito de:

- determinar o desempenho individual dos participantes para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos participantes;
- propiciar subsídios aos participantes para a identificação e solução de problemas analíticos;
- identificar diferenças interlaboratoriais;
- agregar valor ao controle da qualidade dos participantes; e
- fornecer confiança adicional aos clientes dos participantes.

• COORDENAÇÃO

A Coordenação deste Ensaio de Proficiência será conduzida pela Rede Metrológica RS, com o devido apoio do Grupo técnico de Biodiesel.

Integrantes do Grupo Técnico de Biodiesel:

Nome	Entidade	E-mail
*Fabiana de Medeiros	Bianchini	fabiana.medeiros@bianchinisa.com.br
Alana Schilling		laboratorio.canoas@bianchinisa.com.br

* Responsável pelo GT

Contatos na Secretaria Executiva:

João Carlos Guimarães Lerch (Secretario Executivo) – redemetrologica@terra.com.br

Marília Rodrigues (Coordenadora dos EP ou PI)– interlab@redemetrologica.com.br

• RECONHECIMENTOS

A Rede Metrológica RS é acreditada pela CGCRE como PEP N°002 – Escopo no link: <https://www.gov.br/inmetro/pt-br/assuntos/acreditacao/organismos-acreditados/provedores-de-ensaios-de-proficiencia/escopos/PEP0002.pdf>. Isso significa dizer que os ensaios de proficiência promovidos pela Rede Metrológica RS são realizados de acordo com um sistema da qualidade devidamente documentado e auditado. Esta ação pioneira é mais uma demonstração do compromisso assumido da Rede Metrológica RS para a melhoria contínua de seus processos, apoiando o aprimoramento da qualidade dos participantes.

A Rede Metrológica RS é uma das maiores provedoras da América do Sul de Ensaios de Proficiência, cadastrada no EPTIS (*European Proficiency Testing Information System*) desde novembro de 2006.

• PARTICIPANTES

O PEP em Biodiesel da Rede Metrológica RS está aberto a todos os participantes de ensaios com atuação na área que desejarem participar, mediante preenchimento de uma ficha de inscrição on-line, disponível no site www.redemetrologica.com.br link Interlaboratoriais, e pagamento da taxa de participação no prazo limite estipulado neste documento.

O número mínimo de participantes será de 15 participantes. Cada laboratório receberá um código para garantir a confidencialidade do Programa. Somente o laboratório saberá o seu código.

• CERTIFICADOS

Ao final do programa, serão fornecidos certificados de participação (via sistema) a todos os participantes. Aqueles que desejarem obter um certificado de desempenho (em pdf), evidenciando a desempenho do laboratório ao longo do programa, deverão efetuar solicitação por escrito (via e-mail) à Rede Metrológica RS e enviar cópia do código de seu laboratório.

• ITENS DE ENSAIO E RODADA

O PEP em Biodiesel será realizado, em 2022, em 01 rodada e possui os seguintes parâmetros:

Parâmetro	Unidade	Faixas prováveis	Critério de aceitação CV _{interno}	Quantidade de amostra a ser fornecida (aprox.)
Rodada única				
Massa específica a 20°C	kg/m ³	800,0 – 900,0	5%	01 Frasco 1L escuro para biodiesel
Viscosidade cinemática a 40°C	mm ² /s	4,000 - 5,000	5%	
Teor de água	mg/kg	50 - 250	5%	
Ponto de fulgor	°C	90,0 – 160,0	5%	
Teor de éster	% massa	90,0 – 100,0	5%	
Cinzas sulfatadas	% massa	0,001 – 0,007	30%	
Enxofre total	mg/kg	0,5 – 15	10%	
Ponto de entupimento de filtro a frio	°C	-6 até 10	50%	
Índice de acidez	mg KOH/g	0,1 – 1,0	10%	
Glicerol livre	% massa	0,001 – 0,03	10%	
Glicerol total	% massa	0,05 – 0,30	10%	
Monoacilglicerol	% massa	0,100 – 1,000	10%	
Diacilglicerol	% massa	0,050 – 0,300	10%	
Triacilglicerol	% massa	0,001 – 0,300	10%	
Metanol e/ou Etanol	% massa	0,01 – 0,40	10%	
Índice de Iodo	g/100g	110 – 140	10%	
Estabilidade à oxidação a 110°C	h	5,0 – 20,0	10%	
Corrosividade ao Cobre	-	Qualitativo	-	
**Ester Linolênico	% massa	1,0 – 10,0	5%	
Sódio	mg/kg	0,5 – 10,0	15%	01 Frasco de aprox. 60mL
Potássio	mg/kg			
Cálcio	mg/kg			
Magnésio	mg/kg			
Fósforo	mg/kg			
			10%	

**parâmetro fora do escopo de acreditação.

As análises propostas deverão ser realizadas em duplicata, devendo constar o registro dos dois resultados na ficha eletrônica de registro dos resultados.

O provedor informa aos participantes que caso o valor encontrado no ensaio seja inferior ao LQ, o valor do LQ do laboratório deve ser reportado como resultado encontrado no PEP (via 1) e esta informação também deve ser descrita nas observações.

• LOCAL DA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO, OBTENÇÃO DA MATRIZ PARA PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (SUBCONTRATADO)

As amostras serão preparadas a partir da utilização da matriz Biodiesel (a matriz será da produção da mesma empresa), no Laboratório Bianchini (Rua Antonio João Bianchini, 1.800 – Canoas – RS).

- **PREPARAÇÃO DOS ITENS DE ENSAIO (ADIÇÃO E FORMULAÇÃO)**

A preparação das amostras é de responsabilidade da Rede Metrológica RS, contando com o apoio do Grupo Técnico da área. No tanque ou tambor o lote será homogeneizado e após os frascos serão envasados em ordem, fechados e etiquetados. Estes serão mantidos em temperatura ambiente para posterior envio, conforme o cronograma da rodada. Para os metais o mesmo procedimento será realizado em tambor menor.

Após recebimento das amostras o laboratório deverá conferir e preencher o formulário FR-75 Controle de recebimento de amostras, de acordo com as instruções da rodada. O mesmo será enviado por e-mail e deverá retornar preenchido para o e-mail interlab@redemetrologica.com.br.

- **TESTES DE HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE (SUBCONTRATADO)**

A Rede Metrológica RS executa uma análise estatística com relação à homogeneidade, visando verificar se a variabilidade proveniente da eventual falta de homogeneidade ou estabilidade das amostras não é significativa perante a variabilidade total dos ensaios. Para estas amostras, a Rede Metrológica designará um laboratório acreditado, de acordo com a ISO/IEC 17025, para a realização dos ensaios em questão. O laboratório Bianchini acreditado CRL 0731 (Rua Antônio João Bianchini, 1.800 – Canoas – RS) realizará os ensaios em questão. Os testes de homogeneidade e estabilidade serão realizados durante a rodada do ensaio de proficiência.

A análise estatística dos dados provenientes destes ensaios será conduzida por um profissional de formação de nível superior em engenharia.

Norma utilizada e justificativa para escolha: A norma utilizada para avaliação de desempenho e testes de homogeneidade e estabilidade é a **ISO 13528** - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*, sendo esta norma recomendada pela norma **ISO/IEC 17043**. Os detalhes sobre a parte estatística do PEP estão no RM85.

Obs: "as amostras do PEP devem ser tratadas como amostras de rotina"

- **ENVIO DOS ITENS DE ENSAIO**

Em data previamente determinada será realizado o envio e cada laboratório receberá em suas instalações as amostras para análise dos itens de ensaio. Este envio será realizado mediante a contratação de serviços de transporte com esta finalidade. Os custos de transporte já estão incluídos no valor da inscrição.

Em data definida previamente pelo provedor o laboratório deve receber as amostras e manter as mesmas em condições de caixa (sem abrir as mesmas e sem acrescentar gelo) para garantir que as condições de transporte e armazenamento sejam as mesmas para todos os laboratórios participantes da rodada de comparação. O objetivo é garantir que as alterações nas amostras, caso ocorram, não tenham diferenças significativas entre os laboratórios.

- **ESCOLHA DO MÉTODO DE ENSAIO**

Os participantes do PEP em Biodiesel devem utilizar seus procedimentos de rotina na análise dos itens de ensaio.

Os métodos/técnicas analíticos **sugeridos e equivalentes** para o programa são:

Parâmetro	Método/técnica sugerido e equivalente
Massa específica a 20°C	ABNT NBR 7148 - Método do densímetro, ABNT NBR14065 - Densímetro digital, ASTM D1298 – Densidade API por Hidrômetro, ASTM D4052 – Desímetro digital, EN ISO3675 – Método do hidrômetro, EN ISO 12185.
Viscosidade cinemática a 40°C	ABNT NBR 10441 – Viscosímetro (cálculo), ASTM D 445 - Viscosímetro (cálculo), EN ISO 3104 - Viscosímetro (cálculo)
Teor de água	ASTM D 6304 - Titulação colorimétrica de Karl Fisher, EN 12937 - Titulação colorimétrica de Karl Fisher
Ponto de fulgor	ABNT NBR 14598 - Aparelho de vaso fechado Pensky-Martens, manual ou automatizado, ASTM D93 - copo fechado Pensky-Martens, EN ISO 3679 - Método de copo fechado de equilíbrio rápido.
Teor de éster	ABNT NBR 15764 - Cromatografia gasosa, EN 14103
Cinzas sulfatadas	ABNT NBR 6294, ASTM D874, EN ISO3987
Enxofre total	ABNT NBR 15867 - Espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) , ASTM D5453 – Método Fluorescência ultravioleta, EN ISO20846 – Método Fluorescência ultravioleta,, EN ISO 20884 - Espectrometria de fluorescência de raio-X
Ponto de entupimento de filtro a frio	ABNT NBR 14747, ASTM D 6371, EN 116
Índice de acidez	ABNT NBR 14448 - Método de titulação potenciométrica , ASTM D664 - Titulação potenciométrica, EN 14104
Glicerol livre	ABNT NBR 15771 - Método Volumétrico, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105, EN 14106
Glicerol total	ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Monoacilglicerol	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa, ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Diacilglicerol	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa , ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Triacilglicerol	ABNT NBR 15342 - cromatografia gasosa , ABNT NBR 15344, ABNT NBR 15908 - Cromatografia gasosa, ASTM D6584 - Cromatografia gasosa, EN14105
Metanol e/ou Etanol	ABNT NBR 15343 cromatografia gasosa , EN 14110
Índice de Iodo	EN 14111
Estabilidade à oxidação a 110°C	EN 14112, EN 15751
Corrosividade ao Cobre	ABNT NBR 14359 - Método da lâmina de cobre , ASTM D130, EN ISO 2160
**Ester Linolênico	ABNT NBR 15764 - Cromatografia gasosa, EN 14103
Sódio	ABNT NBR 15554 - espectrometria de AA , ABNT NBR 15555 - espectrometria de AA, ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ABNT NBR 15556 - espectrometria de AA , EN 14108 - espectrometria de AA, EN 14109 - espectrometria de AA, EN 14538 – ICP-OES.
Potássio	
Cálcio	
Magnésio	
Fósforo	ABNT NBR 15553 – ICP-OES, ASTM D 4951 - espectrometria de AA, EN 14107 – espectrometria acoplado ao ICP, EN 16294 – ICP-OES.

****parâmetro fora do escopo de acreditação.**

Informamos que se o laboratório utilizar um método ou técnica diferente das sugeridas e equivalentes deste programa, o mesmo não será considerado nos resultados do grupo para definição da média robusta e desvio robusto. As metodologias analíticas consideradas equivalentes foram definidas pelo Grupo Técnico do programa da área, sendo aprovadas pelo responsável pelo GT.

- **REGISTRO E ENVIO DOS RESULTADOS**

Os dados serão enviados via portal, onde foi desenvolvido um *software* para registro eletrônico dos resultados. Para ter acesso a este portal, cada participante receberá um nome de usuário (código) e uma senha. A partir deste momento, o participante deverá entrar no portal que será informado pela Rede, visando manter a confidencialidade do processo.

O manual de instrução para utilização do portal de registros de resultados ou instruções de como utilizar o site está disponível no site www.redemetrologica.com.br.

- **CONFIDENCIALIDADE**

A política da Rede Metrológica RS visa manter confidencialidade sobre os participantes do Ensaio de Proficiência. Portanto, os participantes inscritos recebem um código/senha de identificação. Apenas é identificada no relatório do programa uma lista com todos os participantes inscritos.

- **INFORMAÇÕES SOBRE APELAÇÕES E PERDA/DANO DE AMOSTRAS**

Caso o participante desejar formalizar uma reclamação sobre o Ensaio de Proficiência deverá preencher o formulário FR 61 – Formulário para reclamação de cliente disponível no *link* “documentos” do site www.redemetrologica.com.br, este documento permite que os participantes apelem contra a avaliação do seu desempenho no programa de ensaios de proficiência. Após preenchimento o laboratório poderá enviar o documento para a sede da Rede Metrológica RS através do e-mail interlab@redemetrologica.com.br. Caso o participante apresente alguma perda ou dano nas amostras enviadas pelo provedor, o mesmo deve entrar em contato por email em até 5 dias úteis após o envio das amostras na data prevista neste documento. Se o dano ou perda forem responsabilidade do provedor e forem procedentes, novas amostras serão enviadas aos cuidados do responsável técnico inscrito na comparação.

- **INFORMAÇÕES SOBRE FALSIFICAÇÕES E CONLUIO**

Pode haver uma tendência entre alguns participantes a fornecer uma falsa impressão otimista sobre suas capacidades. Fraudes podem ocorrer de forma que dados verdadeiramente independentes não sejam apresentados. É fundamental que a participante analise criticamente seus resultados, verificando as informações nas instruções do programa e no site para envio de resultados. Embora seja recomendável que todas as medidas razoáveis sejam tomadas pelos coordenadores para prevenir fraudes, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las. O procedimento, caso o provedor suspeite de conluio ou falsificação, pode ser cancelar o parâmetro analítico ou excluir o laboratório da rodada de comparação. Caso exista suspeita, o provedor irá realizar uma análise crítica do fato e informar aos envolvidos.

- **POTENCIAS FONTES DE ERROS NO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA**

Na execução dos ensaios deste programa o laboratório pode, eventualmente, obter um resultado questionável ou insatisfatório. Dentro deste contexto, o participante deve investigar as causas de variação existentes e tomar ações corretivas adequadas. As potenciais fontes de erro podem ser devido ao treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, condições ambientais da

análise, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, entre outros.

- **ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS**

O método estatístico utilizado será o da estatística robusta. A estatística robusta sofre pouca influência de valores dispersos (*outliers*). A análise dos dados será executada por um profissional estatístico. A análise estatística será realizada utilizando a norma ISO 13258 - *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.

Seguindo o critério de desempenho pelo Z score para avaliação da exatidão é utilizada a fórmula abaixo:

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

Onde:

x_i é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

x_{pt} é o valor da média robusta dos participantes;

σ_{pt} é o desvio robusto.

A avaliação dos laboratórios em relação a sua precisão é realizada através do Coeficiente de Variação Interno ($CV_{Interno}$). A fórmula e os critérios para interpretação dos resultados estão descritos a seguir:

- Fórmula para o Cálculo do $CV_{Interno}$:

$$CV_{Interno}(\%) = \frac{(s_{Lab})}{\bar{X}_{Lab}} \times 100\%$$

Onde: \bar{X}_{Lab} é a média aritmética dos resultados obtidos pelo participante;

s_{Lab} Desvio padrão das vias do laboratório participante.

- Classificação dos Desempenhos dos participantes para precisão (repetitividade):

Se $CV_{Interno}(\%) < 10\%$ = Resultado Satisfatório

Se $CV_{Interno}(\%) \geq 10\%$ = Resultado Insatisfatório

Nota 1: O critério do CV interno para classificação de desempenho pode ser modificado dependendo do PEP que está sendo conduzido, adequando o mesmo aos métodos avaliados. Ver critério na tabela de parâmetros

Outras opções para designação do valor de referência (Desvio Padrão – Equação de Horwitz):

O valor do desvio padrão da rodada do EP (σ_{PT}) será determinado usando as equações de Horwitz, descritas a seguir. O valor a ser utilizado como referência no nível de concentração a ser utilizado na equação de Horwitz será obtido através do procedimento de estimativa do valor de

consenso ou através de um valor designado por laboratório especialista (valor de amostras analisadas do lote produzido ou valor dos testes de homogeneidade realizados).

A seguir as equações que devem ser usadas conforme o nível de concentração do analíto, sendo representado por sua fração mássica (c).

Quando $c < 1,2 \times 10^{-7}$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,22 \times c$$

Quando $1,2 \times 10^{-7} < c < 0,138$, utilizar (esta faixa é a mais usual):

$$\sigma_{PT} = 0,02 \times c^{0,8495}$$

Quando $c > 0,138$, utilizar:

$$\sigma_{PT} = 0,1 \times c^{0,5}$$

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

O método estatístico utilizado será o da estatística descritiva, utilizando a MODA para avaliação de desempenho. Em estatística descritiva, a moda é o valor que detém o maior número de observações, ou seja, o valor ou valores mais frequentes. A moda não é necessariamente única, ao contrário da média ou da mediana. É especialmente útil quando os valores ou observações não são numéricos.

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (Rede Metrológica RS).

• AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO E DETERMINAÇÃO DO VALOR DESIGNADO

O desempenho de cada laboratório participante do Ensaio de Proficiência será avaliado a partir da análise estatística dos resultados enviados, sendo definida a estimativa do valor de consenso.

O Escore Z será reportado e os desempenhos dos participantes serão classificados como SATISFATÓRIO, QUESTIONÁVEL ou INSATISFATÓRIO, para cada um dos parâmetros em análise.

Se $|Z| \leq 2$ = Resultado Satisfatório

Se $2 < |Z| < 3$ = Resultado Questionável

Se $|Z| \geq 3$ = Resultado Insatisfatório

A incerteza de medição do valor designado é calculada pelo provedor para cada parâmetro analisado com base na rodada de comparação, através o desvio robusto utilizado no cálculo do Z escore.

Caso a análise estatística seja QUALITATIVA:

A avaliação de desempenho será realizada pela MODA e serão classificados como resultados **CONFORME** ou **NÃO CONFORME**, dependendo da maior quantidade de resultados do grupo.

OBSERVAÇÃO:

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiverem **no mínimo 12 participantes com métodos equivalentes**. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada, assim como não será informado os dados de média e desvio robustos do parâmetro não avaliado.

O provedor após análise crítica dos resultados poderá não reportar avaliação de desempenho caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. A justificativa estará descrita nas considerações finais.

Responsável pelos cálculos: Marília Rodrigues (Rede Metrológica RS).

• **RELATÓRIOS DO PROGRAMA**

Será elaborado pela equipe da Rede Metrológica RS um Relatório Parcial da rodada do Ensaio de Proficiência, contendo informações como:

- identificação clara dos itens de ensaio, incluindo detalhes de preparação das amostras;
- participantes identificados apenas por códigos e seus resultados;
- procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- dados estatísticos incluindo a estimativa do valor real e os desempenhos dos participantes;
- comentários sobre o desempenho dos participantes.

Este Relatório será enviado por e-mail para todos os participantes do Programa e disponibilizado na página da Rede Metrológica RS na Internet.

• **COMO SE INSCREVER**

Os participantes que desejarem participar deste Ensaio de Proficiência deverão preencher a ficha de inscrição, disponível no site da Rede Metrológica RS, e efetuar o pagamento da taxa, conforme o caso abaixo:

- Participantes <i>do RS associados à Rede Metrológica RS</i>	R\$ 1.157,00
- Participantes <i>do RS não associados a Rede Metrológica RS</i>	R\$ 1.373,00
- <i>Demais participantes da Região Sul e do Sudeste</i>	R\$ 1.552,00
- Participantes <i>da Região Centro-oeste</i>	R\$ 1.765,00
- Participantes <i>das Regiões Norte e Nordeste</i>	R\$ 2.182,00

A taxa de inscrição já inclui as despesas de transporte. O pagamento poderá ser efetuado à vista.

Forma de pagamento:

A nota fiscal e o boleto bancário serão enviados por e-mail ao participante.

Prazo de Pagamento: 30 (trinta) dias a contar da data de emissão da nota fiscal.

Condições Especiais de Pagamento (depósito bancário e parcelamento): a solicitação deve ser realizada no ato da inscrição, estando sujeita a aprovação. No caso de depósitos bancários o comprovante deverá ser encaminhado para o e-mail administrativo@redemetrologica.com.br

Cancelamento de boletos e notas fiscais deve ser solicitado no mês da emissão.

• **CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O ANO DE 2022**

- Prazo Limite para Inscrição no Programa: **19 de agosto de 2022.**
- Pagamento em 30 dias após confirmação do PEP por e-mail aos inscritos.
- Envio das senhas/usuários: **09 de setembro de 2022.**
- Envio dos itens de ensaio: **13 de setembro de 2022.**
- Envio dos resultados (dados), via portal: **29 de setembro de 2022.**
- Divulgação do relatório aos participantes: **até 15 de novembro de 2022.**

Qualquer dúvida sobre o programa ou sobre o processo de inscrição, pedimos a gentileza de contatar nossa Secretaria Executiva.

REFERÊNCIAS NORMATIVAS:

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.

ABNT ISO/IEC 17.043 – Avaliação da Conformidade – Requisitos Gerais para Ensaio de proficiência.

ABNT NBR ISO 9001 – Sistema de gestão da qualidade – Requisitos.

ISO 5725 – 5 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method.

ISO 5725 – 6 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values.

ISO 13528 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

MONTGOMERY, D.C. (2004), Introdução ao controle estatístico da qualidade. LTC: Rio de Janeiro.

PROFICIENCY TESTING AUSTRALIA (PTA). Guide to Proficiency Testing Australia. Revised July, 2012.

PROCEDIMENTOS UTILIZADOS NO PROJETO E IMPLEMENTAÇÃO DO PROGRAMA:

RM82 - Manual da Qualidade do Provedor de Ensaio de Proficiência

RM 36 - Procedimento para realização de Ensaio de Proficiência.

RM85 - Procedimento para Designação do Valor de Referência e Cálculo de Incerteza na área de Ensaio

RM72 - Cartilha para Preparação de Amostras Líquidas

Rev.	Data	Alteração	Elaboração	Análise e Aprovação
16	JUL/2018	Inclusão do FR 75 – Formulário do controle de recebimento	Filipe Albano	João Lerch
17	AGO/2018	Inclusão da citação do RM85 nos testes de homogeneidade e estabilidade. Inclusão da opção do uso da equação de Horwitz e também do uso de laboratórios especialistas para designar os valores de referência do PEP.	Filipe Albano	João Lerch
18	AGO/2019	Inclusão do anexo e do logo acreditação em todas as páginas (utilizar o logo quando o PEP for acreditado)	Filipe Albano	João Lerch
19	MAR/2021	Ajuste do escopo acreditado com informação do link para escopo. E ajuste nas observações sobre as avaliações por consenso com menos de 12 participantes com métodos sugeridos/equivalentes.	Marília Rodrigues	João Lerch
20	JUL/2021	Ajuste do logo da CGCRE e retirada de 02 referências normativas (GUM e Guia 35).	Marília Rodrigues	João Lerch

ANEXO (informações sobre as normas/técnicas do PEP)

MÉTODO	TÍTULO	Técnica do ensaio
NBR 6294	Óleos lubrificantes e aditivos - Determinação de cinza sulfatada	-
NBR 7148	Petróleo e produtos de petróleo - Determinação da massa específica, densidade relativa e ^o API - Método do densímetro	Método do densímetro
NBR 10441	Produtos de petróleo - Líquidos transparentes e opacos - Determinação da viscosidade cinemática e cálculo da viscosidade dinâmica	Viscosímetro capilar (cálculo)
NBR 14065	Destilados de petróleo e óleos viscosos - Determinação da massa específica e da densidade relativa pelo densímetro digital.	densímetro digital
NBR 14359	Produtos de petróleo - Determinação da corrosividade - Método da lâmina de cobre	Método da lâmina de cobre
NBR 14448	Produtos de petróleo - Determinação do índice de acidez pelo método de titulação potenciométrica	método de titulação potenciométrica
NBR 14598	Produtos de petróleo - Determinação do ponto de fulgor pelo aparelho de vaso fechado Pensky-Martens	Aparelho de vaso fechado Pensky-Martens, manual ou automatizado.
NBR 14747	Óleo Diesel - Determinação do ponto de entupimento de filtro a frio	-
NBR 15342	Biodiesel - Determinação de monoglicerídeos e diglicerídeos em biodiesel de mamona por cromatografia gasosa	cromatografia gasosa
NBR 15343	Biodiesel - Determinação da concentração de metanol e/ou etanol por cromatografia gasosa	cromatografia gasosa
NBR 15344	Biodiesel - Determinação de glicerina total e do teor de triglicerídeos em biodiesel	-
NBR 15553	Produtos derivados de óleos e gorduras - Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos - Determinação dos teores de cálcio, magnésio, sódio, fósforo e potássio por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)	espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)
NBR 15554	Produtos derivados de óleos e gorduras - Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos - Determinação do teor de sódio por espectrometria de absorção atômica	espectrometria de absorção atômica
NBR 15555	Produtos derivados de óleos e gorduras - Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos - Determinação do teor de potássio por espectrometria de absorção atômica	espectrometria de absorção atômica
NBR 15556	Produtos derivados de óleos e gorduras - Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos - Determinação do teor de sódio, potássio, magnésio e cálcio por espectrometria de absorção atômica	espectrometria de absorção atômica
NBR 15764	Biodiesel - Determinação do teor total de ésteres por cromatografia gasosa	Cromatografia gasosa
NBR 15771	Biodiesel - Determinação de glicerina livre - Método Volumétrico	Método Volumétrico
NBR 15867	Biodiesel - Determinação do teor de enxofre por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)	espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)
NBR 15908	Biodiesel - Determinação da glicerina livre, monoglicerídeos, diglicerídeos, triglicerídeos e glicerina total por cromatografia gasosa	Cromatografia gasosa
NBR 15995	Biodiesel - Determinação da contaminação total	-

ASTM D93	Flash point by Pensky-Martens closed cup tester	copo fechado Pensky-Martens
ASTM D130	Corrosiveness to copper from petroleum products by copper strip test	-
ASTM D445	Kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity)	Viscosímetro capilar (cálculo)
ASTM D613	Cetane number of Diesel fuel oil	-
ASTM D664	Acid number of petroleum products by potentiometric titration	Titulação potenciométrica
ASTM D874	Sulfated ash from lubricating oils and additives	-
ASTM D1298	Density, relative density (specific gravity) or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer	Densidade API por Hidrômetro
ASTM D4052	Density and relative density of liquids by digital density meter	Desímetro digital
ASTM D4951	Determination of additive elements in lubricating oils by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry	espectrometria de absorção atômica
ASTM D5453	Determination of total sulfur in light hydrocarbons, spark ignition engine fuel, diesel engine fuel, and engine oil by ultraviolet fluorescence	fluorescência ultravioleta
ASTM D6304	Determination of water in petroleum products, lubricating oils, and additives by coulometric Karl Fisher titration	Titulação colorimétrica de Karl Fisher,
ASTM D6371	Cold filter plugging point of Diesel and heating fuels	-
ASTM D6584	Determination of total monoglyceride, total diglyceride, total triglyceride, and free and total glycerin in b-100 biodiesel methyl esters by gas chromatography	Cromatografia gasosa
ASTM D6890	Determination of ignition delay and derived cetane number (DCN) of Diesel fuel oils by combustion in a constant volume chamber	-
EN 116	Determination of cold filter plugging point	-
EN ISO 2160	Petroleum products - Corrosiveness to copper - Copper strip test	-
EN ISO 3104	Petroleum products - Transparent and opaque liquids - Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity	Viscosímetro (cálculo)
EN ISO 3675	Crude petroleum and liquid petroleum products - Laboratory determination of density - Hydrometer method	Método do hidrômetro
EN ISO 3679	Determination of flash point - Rapid equilibrium closed cup method	Método de copo fechado de equilíbrio rápido
EN ISO 3987	Petroleum products - Lubricating oils and additives - Determination of sulfated ash	-
EN ISO 5165	Diesel fuels - Determination of the ignition quality of diesel fuels - Cetane engine method	-
EN ISO 12185	Crude petroleum and liquid petroleum products. Oscillating U-tube method	-

EN 12662	Liquid Petroleum Products - Determination of contamination in middle distillates	-
EN ISO 12937	Petroleum Products - Determination of water - Coulometric Karl Fischer titration method	Titulação colorimétrica de Karl Fisher
EN 14103	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents	-
EN 14104	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of acid value	-
EN 14105	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of free and total glycerol and mono-, di- and triglyceride content - (Reference Method)	-
EN 14106	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of free glycerol content	-
EN 14107	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of phosphorous content by inductively coupled plasma (ICP) emission spectrometry	ICP
EN 14108	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry	espectrometria de absorção atômica
EN 14109	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry	espectrometria de absorção atômica
EN 14110	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of methanol content	-
EN 14111	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of iodine value	-
EN 14112	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of oxidation stability (accelerated oxidation test)	-
EN 14538	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP-OES)	ICP-OES
EN 15751	Fat and oil derivatives - Fatty acid methyl esters (FAME) and blends with diesel fuel. Determination of oxidation stability by accelerated oxidation method	-
EN 16294	Petroleum Products And Fat And Oil Derivatives - Determination of Phosphorus Content In Fatty Acid Methyl Esters (Fame) - Optical Emission Spectral Analysis With Inductively Coupled Plasma (ICP OES)	ICP-OES
EN ISO 20846	Petroleum Products - Determination of sulfur content of automotive fuels - Ultraviolet fluorescence method	Método Fluorescência ultravioleta
EN ISO 20884	Petroleum Products - Determination of sulfur content of automotive fuels - Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry	Espectrometria de fluorescência de raio-X