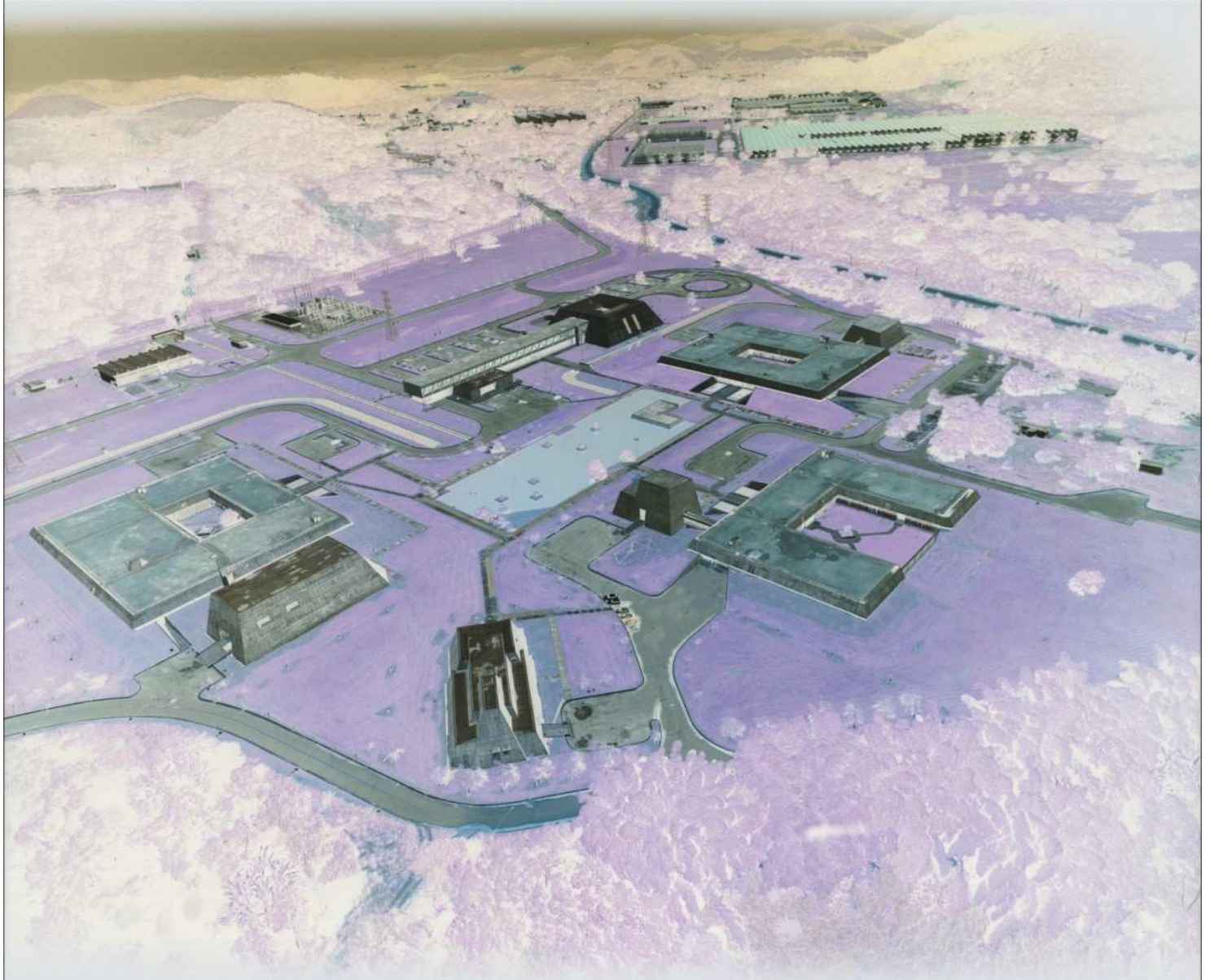


Relatório Final da Comparação Interlaboratorial do Teor de Água em Álcool Etílico Combustível



Inmetro

Diretoria de Metrologia Científica e Industrial

PEP-Dimci

Programa de ensaios de proficiência em metrologia científica e industrial

COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DE TEOR DE ÁGUA EM ÁLCOOL COMBUSTÍVEL

RELATÓRIO FINAL - Nº 001/2009

ORGANIZAÇÃO PROMOTORA DA COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL



Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro
Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci
Endereço: Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém - Duque de Caxias
RJ - Brasil - CEP: 25250-020
E-mail para contato: pep-dimci@inmetro.gov.br

COMITÊ DE ORGANIZAÇÃO

Dameres da Silva Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)
Janaína Marques Rodrigues (Inmetro/Dimci/Dquim)
Paulo Roberto da Fonseca Santos (Inmetro/Dimci/Dicep)

COMITÊ TÉCNICO

Eliane Cristina Pires do Rego (Inmetro/Dimci/Dquim)
Evelyn Freitas Guimarães (Inmetro/Dimci/Dquim)
Fernanda Figueiredo Nunes (Inmetro/Dimci/Dquim)
Janaína Marques Rodrigues (Inmetro/Dimci/Dquim)
Joyce Costa Andrade (Inmetro/Dimci/Dicep)

SUMÁRIO

1. Introdução	2
2. Preparação dos Itens de Comparação	3
3. Homogeneidade e Estabilidade dos Itens de Comparação	3
3.1. Homogeneidade	3
3.1.1. Homogeneidade do Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC)	4
3.1.2. Homogeneidade do Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC)	4
3.1.3. Incerteza da Homogeneidade do Álcool Etílico Combustível	5
3.2. Estabilidade	6
3.2.1. Estabilidade do Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC)	7
3.2.2. Estabilidade do álcool etílico hidratado combustível (AEHC)	7
3.2.3. Incerteza da Estabilidade	8
4. Análise Estatística	9
4.1. Teste de Grubbs	9
4.2. Desvio Padrão da Repetitividade e Reprodutibilidade	9
5. Resultados dos Laboratórios	10
6. Repetitividade e Reprodutibilidade	17
7. Conclusões	21
8. Laboratórios Participantes	22
9. Referências Bibliográficas	24

1. Introdução

Ao longo das últimas décadas, o Brasil desenvolveu uma forte tradição no uso do álcool etílico como combustível para abastecer a frota de veículos (álcool etílico hidratado combustível) e ainda para ser utilizado como mistura carburante na gasolina (álcool etílico anidro combustível). Para atender a demanda do País foi instalado um parque de destilarias capaz de produzir o suficiente para atender ao mercado consumidor. [1]

Com o interesse crescente do mercado internacional no álcool etílico anidro combustível (AEAC) e no álcool etílico hidratado combustível (AEHC), o Brasil sente a necessidade de se estabelecer como líder na produção de combustíveis de fontes renováveis, visando substituir 5% dos combustíveis derivados do petróleo consumidos atualmente no mundo.

Dentre os parâmetros que impactam diretamente a qualidade do AEAC e do AEHC, está o teor de água. O excesso de água aumenta a condutividade do álcool e, conseqüentemente, contribui para a diminuição do poder calorífico.

Tendo em vista a importância da medição do teor de água em álcool combustível, a Comissão Especial de Estudos Temporária para o Álcool Etílico Combustível da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) solicitou ao Inmetro que organizasse uma comparação interlaboratorial para a estimativa da repetitividade e da reprodutibilidade dos métodos descritos na norma NBR 15531 Álcool etílico - Determinação do teor de água - Método volumétrico de Karl Fischer e no projeto de norma, ABNT 00:001.61-004, Determinação do teor de água - Método coulométrico de Karl Fischer, para AEAC e AEHC.

No âmbito deste contexto, o Inmetro, através da Divisão de Comparações Interlaboratoriais e Ensaio de Proficiência (Dicep) e da Divisão de Metrologia Química (Dquim), organizou a Comparação Interlaboratorial (CI) de Teor de água em álcool combustível.

Uma CI compreende a organização, o desempenho e a avaliação nos mesmos itens ou em itens de ensaio similares, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições predeterminadas. A participação em CI é uma ferramenta utilizada para vários propósitos, dentre estes a determinação das características de desempenho de um método de medição, que é o propósito desta comparação.

Esta CI, portanto, tem por finalidade determinar a estimativa dos parâmetros de precisão, repetitividade e reprodutibilidade, dos métodos de Karl Fischer para a determinação do teor de água em álcool combustível descritos na norma e projeto de norma citados acima.

Cabe destacar, que os laboratórios participantes desta CI têm a oportunidade de implantar melhorias nas diferentes atividades em que os laboratórios atuam, caso seja necessário.

As determinações envolvendo a medição do teor de água no álcool combustível estão expressas neste relatório em g água/100 g álcool, sendo esta unidade representada por % m/m.

2. Preparação dos Itens de Comparação

Para a determinação do teor de água foram envasadas ampolas de 20 mL de álcool etílico anidro combustível e de álcool etílico hidratado combustível. Todas as ampolas foram identificadas e embaladas para o transporte.

No Laboratório de Análise Orgânica da Divisão de Metrologia Química (Dquim) do Inmetro, as ampolas foram estocadas nas condições de climatização do laboratório (20 ± 2) °C.

3. Homogeneidade e Estabilidade dos Itens de Comparação

Para os estudos de homogeneidade e estabilidade foram selecionadas ampolas aleatoriamente, seguindo o critério de aleatoriedade da ASTM E 826.[2].

3.1. Homogeneidade

O estudo da homogeneidade da amostra é um dos fatores preponderantes para a garantia da manutenção das propriedades físico-químicas do material estudado. Os estudos de homogeneidade do álcool etílico anidro combustível e do álcool etílico hidratado combustível foram realizados de acordo com a ISO GUIDE 35 [3] e as medições foram realizadas de acordo com o projeto de norma ABNT 00:001.61-004 Álcool etílico - Determinação do teor de água – Método coulométrico de Karl Fischer.

Nas medições de teor de água foi utilizado um titulador automático Karl Fischer Coulométrico Titrino modelo 728 Stirrer KF Coulometer (Metrohm). A célula de titulação utilizada foi sem diafragma.

Os estudos foram executados num total de 2 (dois) dias, sendo 1 (um) dia para a realização do estudo com cada tipo de álcool.

Em seu total foram utilizadas 10 ampolas de AEAC e 9 ampolas de AEHC. Sendo que para o primeiro, de cada ampola, foram obtidos 3 resultados consecutivos (três análises independentes) e para o segundo, 5 resultados consecutivos (cinco análises independentes).

Todas as medições foram realizadas entre 63 % e 65 % de umidade relativa e a uma temperatura ambiente entre 21,6 °C e 21,7 °C, as quais foram medidas pelo termohigrômetro Thermo-Hygro, calibrado em 02/06/09.

Os resultados do estudo de homogeneidade foram avaliados pela Análise de Variância (ANOVA), que permite calcular o desvio padrão entre as unidades do material (S_{bb}) e o desvio padrão da repetitividade do método de medição (s_r).

3.1.1. Homogeneidade do Álcool Etilico Anidro Combustível (AEAC)

A Tabela 1 apresenta os resultados referentes à determinação do teor de água (% m/m) encontrados para o AEAC e seus respectivos desvios e médias.

Tabela 1. Resultados das medições do teor de água (% m/m) do estudo de homogeneidade do AEAC.

AMOSTRA	ANÁLISE 1	ANÁLISE 2	ANÁLISE 3	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
AEAC 61	0,3847	0,3860	0,3882	0,3863	0,0018
AEAC 1565	0,3788	0,3780	0,3751	0,3773	0,0019
AEAC 2153	0,3779	0,3770	0,3767	0,3772	0,0006
AEAC 510	0,3664	0,3651	0,3672	0,3662	0,0011
AEAC 997	0,3706	0,3728	0,3744	0,3726	0,0019
AEAC 1170	0,3750	0,3705	0,3774	0,3743	0,0035
AEAC 242	0,3781	0,3765	0,3703	0,3750	0,0041
AEAC 999	0,3735	0,3721	0,3731	0,3729	0,0007
AEAC 1882	0,3778	0,3818	0,3791	0,3796	0,0020
AEAC 620	0,3704	0,3732	0,3681	0,3706	0,0026

A Tabela 2 apresenta os valores de ANOVA, a qual permite calcular o desvio padrão entre as unidades do material (S_{bb}) e o desvio padrão da repetitividade do método de medição (s_r).

Tabela 2. Análise de variância na verificação da homogeneidade do AEAC.

Fonte da variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática (MQ)
Entre grupos	0,0007964	9	8,849E-05
Dentro dos grupos	0,0001050	20	5,252E-06
Total	0,0009014	29	

A partir dos dados da Tabela 2, a incerteza referente à homogeneidade das ampolas de AEAC foi calculada, conforme descrito no tópico 3.1.3.

3.1.2. Homogeneidade do Álcool Etilico Hidratado Combustível (AEHC)

A Tabela 3 apresenta os resultados referentes à determinação do teor de água (% m/m) encontrados para o AEHC e seus respectivos desvios e médias.

Tabela 3. Resultados das medições do teor de água (% m/m) do estudo de homogeneidade do AEHC.

AMOSTRA	ANÁLISE 1	ANÁLISE 2	ANÁLISE 3	ANÁLISE 4	ANÁLISE 5	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
AEHC 22	7,3584	7,3238	7,4019	7,4376	7,3342	7,3712	0,0478
AEHC 1282	7,4505	7,1828	7,4484	7,4002	7,5046	7,3973	0,1255
AEHC 1600	7,0018	7,1455	7,0938	7,2843	7,2261	7,1503	0,1106
AEHC 2197	7,3295	7,2010	7,3557	7,3398	7,1258	7,2704	0,1016
AEHC 227	7,3363	7,2802	7,0907	7,3190	6,8379	7,1728	0,2113
AEHC 1881	7,4793	7,1939	6,9053	7,2422	7,0849	7,1811	0,2110
AEHC 1200	7,4050	7,2040	7,3513	7,4984	7,4059	7,3729	0,1082
AEHC 908	7,3750	7,1889	7,3662	7,0433	7,4644	7,2876	0,1692
AEHC 116	6,9767	6,9202	6,8603	7,1042	7,1957	7,0114	0,1369

A Tabela 4 apresenta os valores de ANOVA, a qual permite calcular o desvio padrão entre as unidades do material (S_{bb}) e o desvio padrão da repetitividade do método de medição (s_r).

Tabela 4: Tabela de ANOVA para o AEHC (one way layout)

Fonte da variação	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática (MQ)
Entre grupos	0,6537096	8	0,0817137
Dentro dos grupos	0,7553582	36	0,0209821
Total	1,4090679	44	

A partir dos dados da Tabela 4, a incerteza referente à homogeneidade das ampolas de AEAC foi calculada, conforme descrito no tópico 3.1.3.

3.1.3. Incerteza da Homogeneidade do Álcool Etílico Combustível

O desvio padrão entre os grupos de amostras (S_{bb}) foi determinado pela Equação 1:

$$S_{bb} = \sqrt{\frac{MQ_{entre} - MQ_{dentro}}{n}} \quad (1)$$

Onde:

MQ_{entre} = Média quadrática entre grupos;

MQ_{dentro} = Média quadrática dentro dos grupos;

n = representa o número de replicatas das amostras.

A repetitividade do método (s_r) também foi avaliada, sendo calculada pela Equação 2:

$$s_r = \sqrt{MQ_{dentro}} \quad (2)$$

A incerteza da homogeneidade ($u_{homog.}$) para este estudo é expressa pela Equação 3:

$$u_{homog.} = \sqrt{S_{bb} + s_r} \quad (3)$$

A contribuição percentual (%H) da incerteza da homogeneidade é expressa pela Equação 4:

$$\%H = \left(\frac{u_{homog.}}{médiageral} \right) \times 100 \quad (4)$$

Comumente, a incerteza da homogeneidade é expressa somente como o desvio padrão entre os grupos de amostras, sendo, portanto ($U_{homog} = S_{bb}$). Contudo, neste estudo adotou-se uma estimativa mais rigorosa, sendo a repetitividade do método também considerada para a estima da incerteza da homogeneidade.

Os resultados obtidos para o estudo de homogeneidade do AEAC estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5: Resultados da ANOVA para o AEAC.

S_{bb} (% m/m)	s_r (% m/m)	u_{homog} (% m/m)	%H
0,005	0,002	0,005	1,53

Os resultados obtidos para o estudo de homogeneidade do AEHC estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6: Resultados da ANOVA para o AEHC.

S_{bb} (% m/m)	s_r (% m/m)	u_{homog} (% m/m)	%H
0,110	0,145	0,182	2,51

As amostras dos lotes de AEAC e de AEHC utilizados nesta CI possuem um grau de heterogeneidade de 1,53 % e 2,51 %, respectivamente. Este percentual é aceitável, confirmando a homogeneidade do lote.

3.2. Estabilidade

A estabilidade está definida segundo a ISO Guia 30 [4] como sendo a capacidade do Material de referência (MR) em manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período de tempo preestabelecido, quando estocado nas condições

especificadas e visando identificar se há uma repetitividade em medições da amostra ao longo do tempo.

3.2.1. Estabilidade do Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC)

A Tabela 7 apresenta os valores dos resultados das medições de teor de água (% m/m) do AEAC. As ampolas foram armazenadas na temperatura de (20 ± 2) °C e analisadas em semanas diferentes. Os resultados da regressão linear aplicados aos valores de teor de água são mostrados na Tabela 8.

Tabela 7. Resultados das medições do teor de água (%m/m) no estudo de estabilidade de AEAC.

AMOSTRAS	MEDIÇÃO 1	MEDIÇÃO 2	MEDIÇÃO 3	TEMPO (DIAS)
AEAC 935	0,3682	0,3631	0,3642	0
AEAC 706	0,3649	0,3627	0,3636	
AEAC 1032	0,3654	0,3650	0,3631	7
AEAC 664	0,3690	0,3613	0,3697	
AEAC 937	0,3699	0,3666	0,3654	15
AEAC 689	0,3621	0,3686	0,3689	
AEAC 952	0,3693	0,3697	0,3651	30
AEAC 1753	0,3630	0,3637	0,3663	
AEAC 975	0,3652	0,3697	0,3679	45
AEAC 936	0,3679	0,3678	0,3618	

Tabela 8. Regressão linear para a verificação da estabilidade a 20,0 °C das amostras de AEAC.

	Coeficiente	Erro padrão	$t_{calculado}$	Valor de p
Interseção	0,365212	0,00077	474,0273	3,25E-56
Variável X 1	3,91E-05	3,05E-05	1,283454	0,209854

O valor de p da “Variável X 1” superior a 0,05 indica que a inclinação da regressão linear não é significativa e, portanto, confirma a estabilidade do lote do AEAC.

A partir dos dados da Tabela 8, a incerteza referente à estabilidade das ampolas de AEAC foi calculada conforme descrito no tópico 3.2.3.

3.2.2. Estabilidade do álcool etílico hidratado combustível (AEHC)

A Tabela 9 apresenta os valores dos resultados das medições de teor de água (% m/m) do AEHC. As garrafas foram armazenadas na temperatura de (20 ± 2) °C e analisadas em

semanas diferentes. Os resultados de regressão linear aplicada aos valores de teor de água são mostrados na Tabela 10.

Tabela 9. Resultados das medições de teor de água (% m/m) do estudo de estabilidade de AEHC.

AMOSTRAS	MEDIÇÃO 1	MEDIÇÃO 2	MEDIÇÃO 3	TEMPO (DIAS)
AEHC 429	7,1964	7,1924	7,1786	0
AEHC 562	7,3741	7,3797	7,3995	
AEHC 394	7,3735	7,3749	7,3868	7
AEHC 398	7,4061	7,3817	7,4058	
AEHC 051	7,4108	7,3950	7,3816	15
AEHC 052	7,3814	7,4275	7,4236	
AEHC 415	7,4051	7,3877	7,4008	30
AEHC 427	7,3158	7,2921	7,3018	
AEHC 082	7,2260	7,2290	7,2304	45
AEHC 298	7,3347	7,3288	7,3304	

Tabela 10. Regressão linear para a verificação da estabilidade a 20,0 °C da amostra de AEHC.

	Coeficiente	Erro padrão	t _{calculado}	Valor de p
Interseção	7,360441107	0,02154274	341,6668892	3,10746E-52
Variável X 1	-9,64E-04	8,52E-04	-1,132247983	0,267133694

O valor de p da “Variável X 1” superior a 0,05 indica que a inclinação da regressão linear não é significativa e, portanto, confirma a estabilidade do lote do álcool etílico hidratado combustível.

A partir dos dados da Tabela 10, a incerteza referente à estabilidade das ampolas de AEHC foi calculada conforme descrito no tópico 3.2.3.

3.2.3. Incerteza da Estabilidade

A partir das Tabelas 8 e 10 com os dados da regressão linear, calcula-se a incerteza inerente à estabilidade (u_e). Esta incerteza é calculada através da Equação 5, multiplicando-se o erro padrão pelo tempo de estudo do material, portanto:

$$u_e = s(b1) \cdot t \tag{5}$$

Onde:

s(b1) = erro padrão

t = tempo de estudo

Assim, obtiveram-se as incertezas da estabilidade das amostras de AEAC E AEHC, conforme mostrado na Tabela 11.

Tabela 11. Incerteza referente aos estudos de estabilidade de AEAC e AEHC.

Amostra	Incerteza da estabilidade (u_e) (% m/m)
AEAC	0,0013
AEHC	0,0383

4. Análise Estatística

4.1. Teste de Grubbs

Para verificar a existência de valores dispersos ou *outliers*, tanto para os resultados obtidos nos estudos de homogeneidade e estabilidade, quanto para os resultados enviados pelos laboratórios, foi utilizado o Teste de Grubbs segundo a ISO 5725 (E) [5]. Os resultados foram ordenados em ordem crescente e foi considerada a hipótese de que o menor valor, x_1 , ou o maior valor, x_n , fossem valores dispersos ou *outliers*. Os valores da estatística de Grubbs (G) foram calculados usando-se as Equações 6 e 7; o risco de falsa rejeição foi considerado como 5% e os valores comparados com os valores tabelados.

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s} \quad (6)$$

$$G_n = \frac{x_n - \bar{x}}{s} \quad (7)$$

Onde:

s é o desvio padrão

\bar{x} é a média.

Os valores dispersos ou outliers foram testados pelo Teste de Grubbs para os resultados de cada laboratório. Os valores dispersos foram retirados dos cálculos estatísticos da repetitividade e reprodutibilidade.

4.2. Desvio Padrão da Repetitividade e Reprodutibilidade

O desvio padrão referente à repetitividade (s_r) e reprodutibilidade (s_R) [5] das medições dos laboratórios foi calculado segundo as Equações 8 e 9, com o auxílio das Equações 10 a 12.

$$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) \cdot s_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)} \quad (8)$$

$$s_R^2 = s_l^2 + s_r^2 \quad (9)$$

$$s_l^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\eta} \quad (10)$$

$$s_d^2 = \frac{1}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p n_i \cdot (y_i - \bar{y})^2 \quad (11)$$

$$\eta = \frac{1}{p-1} \cdot \left[\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right] \quad (12)$$

Onde:

- n_i é o número de repetições de cada laboratório;
- p é o número total de laboratórios;
- \bar{y} é a média total;
- y_i é a média de cada laboratório;
- s_i é o desvio padrão de cada laboratório;
- s_r é o desvio padrão referente à repetitividade;
- s_l é o desvio padrão entre laboratórios;
- s_R é o desvio padrão referente à reprodutibilidade;

5. Resultados dos Laboratórios

Os valores encontrados para teor de água (% m/m) por cada laboratório estão relatados, conforme método utilizado e tipo de álcool combustível, nas Tabelas 12, 13, 14 e 15.

NOTAS:

- Os valores em vermelho foram excluídos dos cálculos da repetitividade e reprodutibilidade por serem valores outliers de acordo com o Teste de Grubbs para cada laboratório;
- A norma NBR 15531 (Método volumétrico de Karl Fischer) define a expressão dos resultados de teor de água (%m/m) com 2 casas decimais e o projeto de norma ABNT 00:001.61-004 (Método coulométrico de Karl Fischer) define a expressão dos resultados de teor de água (%m/m) com aproximação de 0,001% em massa, ou seja 3 casas decimais. Apesar disso, alguns laboratórios participantes expressaram os resultados com casas decimais diferentes das recomendadas;
- Os valores estão relatados com o mesmo número de algarismos significativos relatados por cada laboratório e os cálculos estatísticos foram efetuados com este número de casas decimais.

Tabela 12. Resultados dos laboratórios para álcool etílico anidro combustível pelo método volumétrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Volumétrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
AV02	0,37	0,37	0,36	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,39	0,372	2,241
	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,40	0,37	0,37	0,37		
AV06	0,3532	0,3523	0,3524	0,3523	0,3551	0,3543	0,3534	0,3532	0,3523	0,3534	0,353	0,240
	0,3523	0,3521	0,3533	0,3534	0,3533	0,3542	0,3533	0,3532	0,3545	0,3542		
AV11	0,38	0,35	0,42	0,4	0,43	0,43	0,38	0,39	0,39	0,38	0,394	5,101
	0,4	0,41	0,37	0,38	0,38	0,41	0,4	0,4	0,38	0,39		
AV23	0,3962	0,3901	0,3775	0,3785	0,3959	0,3952	0,3872	0,386	0,388	0,3858	0,389	1,627
	0,3981	0,3897	0,3834	0,3857	0,4012	0,3971	0,3862	0,3891	0,3858	0,3884		
AV39	0,364	0,368	0,393	0,371	0,376	0,378	0,386	0,364	0,381	0,363	0,374	2,494
	0,386	0,368	0,381	0,386	0,377	0,373	0,377	0,371	0,36	0,363		
AV40	0,37	0,37	0,37	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,37	0,363	1,574
	0,35	0,36	0,37	0,36	0,36	0,36	0,37	0,36	0,36	0,37		
AV44	0,440	0,389	0,412	0,410	0,409	0,424	0,455	0,401	0,393	0,402	0,416	4,684
	0,410	0,412	0,445	0,440	0,427	0,418	0,439	0,393	0,414	0,391		
AV51	0,3763	0,3769	0,3750	0,3730	0,3748	0,3793	0,3757	0,3725	0,3758	0,3752	0,377	0,592
	0,3768	0,3785	0,3777	0,3777	0,3792	0,3748	0,3797	0,3784	0,3736	0,3798		
AV55	0,371	0,368	0,370	0,366	0,371	0,368	0,367	0,370	0,368	0,371	0,369	0,572
	0,365	0,368	0,365	0,368	0,370	0,372	0,370	0,368	0,369	0,372		
AV60	0,3732	0,3701	0,3696	0,3691	0,3699	0,3731	0,3701	0,3745	0,3692	0,3711	0,372	0,767
	0,3779	0,3778	0,3744	0,3711	0,3703	0,3729	0,3696	0,3732	0,3678	Não realizado		
AV76	0,408	0,405	0,418	0,406	0,396	0,402	0,417	0,414	0,408	0,407	0,453	32,427
	0,409	0,408	0,408	1,010	0,396	0,704	0,421	0,417	0,405	0,404		
AV79	0,3723	0,3712	0,3702	0,3753	0,3744	0,3764	0,3714	0,3707	0,3761	0,3715	0,373	0,575
	0,3744	0,3743	0,3709	0,3707	0,3701	0,3742	0,3706	0,371	0,3748	0,3708		
AV88	0,38	0,38	0,37	0,37	0,38	0,37	0,37	0,37	0,38	0,37	0,377	2,867
	0,38	0,38	0,38	0,41	0,37	0,37	0,37	0,37	0,4	0,37		
AV92	0,3670	0,3678	0,3616	0,3605	0,8467	0,3582	0,3647	0,3652	0,3690	0,3645	0,389	27,731
	0,3705	0,3886	0,3582	0,3645	0,3626	0,3638	0,3628	0,3621	0,3609	0,3627		
AV97	0,36731	0,36404	0,36345	0,36364	0,36752	0,36681	0,36837	0,36585	0,37849	0,38449	0,371	2,264
	0,36291	0,38413	0,3683	0,39391	0,37036	0,36541	0,37037	0,3695	0,37616	0,3775		

Tabela 13. Resultados dos laboratórios para álcool etílico hidratado combustível pelo método volumétrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Volumétrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
HV01	7,7119	7,6971	7,5071	7,5039	7,5358	7,8488	7,7157	7,6491	7,6169	7,5605	7,605	2,091
	7,5875	7,6826	7,44	7,4313	7,8878	7,869	7,6546	7,5057	7,3808	7,3148		
HV10	9,054	7,730	7,988	7,879	7,695	7,685	7,444	7,554	7,384	7,697	7,799	4,471
	7,792	7,793	7,596	7,851	7,690	8,154	7,775	7,783	7,494	7,942		
HV20	6,975	7,722	7,703	7,686	7,669	7,687	7,659	7,625	7,715	7,72	7,647	2,140
	7,568	7,692	7,641	7,693	7,624	7,733	7,732	7,699	7,681	7,717		
HV26	7,4458	7,4473	7,2945	7,3255	7,3232	7,3777	7,3456	7,3635	7,3480	7,4190	7,379	1,103
	7,6186	7,5202	7,3268	7,3350	7,3312	7,3495	7,2734	7,3288	7,3966	7,4020		
HV30	7,52	7,43	7,44	7,65	7,87	7,41	7,4	7,34	7,23	7,34	7,415	3,010
	7,08	7,11	7,41	7,26	7,2	7,56	7,29	7,22	7,64	7,89		
HV36	7,56	7,60	7,33	7,36	7,36	7,45	7,53	7,53	7,48	7,45	7,475	1,176
	7,57	7,61	7,33	7,36	7,46	7,53	7,48	7,46	7,52	7,52		
HV49	7,55	7,49	7,46	7,51	7,52	7,49	7,47	7,51	7,54	7,58	7,508	0,410
	7,48	7,47	7,51	7,51	7,51	7,51	*751	*755	7,49	7,54		
HV50	7,264	7,632	7,486	7,698	7,580	7,665	7,833	8,026	7,910	7,812	7,810	2,901
	8,020	8,020	7,867	7,726	7,730	7,655	8,120	8,048	8,041	8,058		
HV53	7,535	7,556	7,544	7,459	7,470	7,469	7,547	7,606	7,591	7,560	7,527	0,725
	7,507	7,554	7,453	7,507	7,462	7,440	7,520	7,548	7,613	7,602		
HV68	7,528	7,552	7,383	7,419	7,5	7,463	7,378	7,385	7,414	7,403	7,466	1,236
	7,509	7,44	7,681	7,535	7,459	7,527	7,457	7,35	7,312	7,623		
HV71	7,390	7,381	7,385	7,380	7,380	7,367	7,362	7,399	7,364	7,378	7,391	0,226
	7,385	7,400	7,408	7,384	7,412	7,412	7,408	7,413	7,390	7,412		
HV77	7,1	7,19	7,03	7,07	7,25	7,34	7,36	7,29	7,22	7,23	7,195	2,071
	7,17	7,22	7,1	7,15	7,38	7,36	7,34	7,33	6,85	6,92		
HV80	7,23131	7,14172	7,55661	7,87622	7,16594	7,4735	7,45655	7,44325	7,16104	7,54547	7,425	5,121
	7,48754	6,04122	7,65516	7,75731	7,52211	7,67451	7,59438	7,56219	7,63061	7,52671		
HV86	7,2488	7,2381	7,2388	7,2490	7,2271	7,2141	7,2419	7,2595	7,2434	7,2262	7,240	0,185
	7,2438	7,2351	7,2552	7,2476	7,2437	7,2465	7,2418	7,2420	7,2041	7,2522		
HV93	7,2712	7,2491	7,2473	7,2301	7,2762	7,2871	7,2342	7,2421	7,2284	7,2145	7,238	0,323
	7,2142	7,2232	7,2112	7,2291	7,2701	7,2123	7,2521	7,2322	7,2242	7,2105		
HV95	7,2214	7,1945	7,2512	7,2445	7,2812	7,2302	7,2495	7,2434	7,2713	7,261	7,249	0,346
	7,2711	7,2114	7,2524	7,2824	7,2402	7,2705	7,2324	7,2219	7,2815	7,2712		

* Resultados excluídos para o cálculo da média e RSD (%), pois após emissão do relatório preliminar o laboratório informou que se tratava de um erro de digitação.

Tabela 14. Resultados dos laboratórios para álcool etílico anidro combustível pelo método coulométrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Coulométrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
Inmetro	0,3652	0,3697	0,3634	0,3641	0,3618	0,3643	0,3648	0,3694	0,3646	0,3689	0,366	0,670
	0,3679	0,3657	0,3679	0,3678	0,3681	0,3690	0,3631	0,3696	0,3657	0,3682		
AC03	0,38	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,37	0,38	0,37	0,372	1,103
	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38		
AC04	0,369	0,368	0,369	0,370	0,364	0,364	0,364	0,364	0,365	0,364	0,367	1,530
	0,370	0,368	0,390	0,367	0,365	0,366	0,365	0,366	0,365	0,365		
AC07	0,385	0,37	0,3856	0,3946	0,3122	0,3405	0,3977	0,3973	0,3944	0,3974	0,379	6,085
	0,3626	0,3595	0,3912	0,4	0,3733	0,3687	0,3828	0,3632	0,3885	0,4063		
AC12	0,3658	0,3658	0,3652	0,3641	0,3637	0,3636	0,3648	0,3651	0,3618	0,3660	0,383	21,519
	0,3622	0,3641	0,7326	0,3627	0,3637	0,3645	0,3643	0,3646	0,3654	0,3645		
AC15	0,376777	0,376339	0,372219	0,371545	0,371957	0,371517	0,378259	0,3841	0,376817	0,379593	0,375	1,176
	0,373126	0,373081	0,376354	0,373112	0,369245	0,372188	0,374642	0,369853	0,375658	0,3862		
AC21	0,3749	0,3662	0,3704	0,3714	0,3661	0,3676	0,3670	0,3652	0,3663	0,3662	0,370	3,096
	0,3668	0,3596	0,4153	0,3751	0,3677	0,3630	0,3591	0,3705	0,3691	0,3706		
AC24	0,349	0,352	0,392	0,405	0,413	0,383	0,349	0,354	0,440	0,362	0,384	7,908
	0,400	0,400	0,422	0,435	0,373	0,370	0,352	0,351	0,360	0,408		
AC35	0,366	0,376	0,365	0,37	0,36	0,358	0,354	0,362	0,356	0,377	0,366	2,088
	0,374	0,369	0,366	0,364	0,363	0,364	0,362	0,367	0,384	0,357		
AC37	0,369	0,372	0,367	0,366	0,371	0,369	0,367	0,373	0,373	0,365	0,370	0,705
	0,372	0,371	0,368	0,371	0,375	0,368	0,369	0,369	0,369	0,372		
AC43	0,376	0,374	0,374	0,374	0,374	0,372	0,373	0,375	0,372	0,373	0,374	0,403
	0,373	0,375	0,372	0,374	0,372	0,375	0,372	0,376	0,373	0,377		
AC48	0,38678	0,37947	0,37547	0,39347	0,45148	0,36391	0,38479	0,38656	0,37183	0,38438	0,430	53,996
	1,40323	0,39680	0,42013	0,37547	0,39394	0,37696	0,39135	0,25361	0,38613	0,32391		
AC54	0,382	0,381	0,38	0,379	0,378	0,382	0,376	0,380	0,381	0,385	0,405	23,468
	0,805	0,429	0,387	0,388	0,377	0,381	0,382	0,377	0,381	0,379		
AC58	0,381	0,390	0,371	0,371	0,376	0,378	0,372	0,374	0,372	0,373	0,375	1,480
	0,369	0,372	0,374	0,372	0,372	0,370	0,388	0,375	0,375	0,374		

Continuação da Tabela 14. Resultados dos laboratórios para álcool etílico anidro combustível pelo método coulométrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Coulométrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
AC66	0,2110	0,2130	0,2120	0,2110	0,2100	0,2090	0,2090	0,2090	0,2100	0,2120	0,211	0,703
	0,210	0,214	0,213	0,211	0,210	0,210	0,211	0,212	0,212	0,213		
AC69	0,440	0,370	0,362	0,37	0,68	0,38	0,373	0,372	0,375	0,373	0,391	17,809
	0,371	0,371	0,374	0,371	0,375	0,373	0,373	0,373	0,377	0,373		
AC84	0,375	0,371	0,371	0,373	0,371	0,376	0,393	0,369	0,368	0,379	0,373	1,739
	0,373	0,372	0,386	0,368	0,367	0,367	0,368	0,371	0,372	0,372		
AC85	0,38	0,37	0,38	0,37	0,38	0,38	0,37	0,37	0,38	0,38	0,375	0,724
	0,37	0,38	0,37	0,37	0,37	0,37	0,38	0,37	0,37	0,37		
AC89	0,382	0,358	0,365	0,381	0,364	0,367	0,374	0,373	0,386	0,371	0,373	1,841
	0,369	0,370	0,374	0,371	0,373	0,371	0,377	0,373	0,385	0,372		
AC91	0,405	0,384	0,373	0,371	0,373	0,371	0,373	0,376	0,374	0,374	0,376	2,001
	0,374	0,369	0,373	0,373	0,375	0,375	0,375	0,373	0,376	0,374		
AC99	0,4011	0,4088	0,3985	0,4007	0,5851	0,5203	0,3960	0,3847	0,4077	0,4012	0,417	11,828
	0,3956	0,3979	0,3915	0,4027	0,3975	0,3879	0,4059	0,4007	0,4506	0,4059		

Tabela 15. Resultados dos laboratórios para álcool etílico hidratado combustível pelo método coulométrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Coulométrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
Inmetro	7,2260	7,3347	7,3357	7,3226	7,3266	7,3396	7,3184	7,3283	7,3004	7,3205	7,300	0,582
	7,3288	7,1842	7,3011	7,2956	7,3011	7,3048	7,3113	7,3275	7,2221	7,2728		
HC08	7,2003	6,8629	7,050	7,4834	7,4534	7,6322	7,5554	7,4383	7,5365	7,439	7,492	4,880
	8,7212	7,3937	7,4870	7,6890	7,5501	7,0735	7,6145	7,7626	7,4471	7,4417		
HC14	7,261	7,333	7,338	7,343	7,291	7,299	7,365	7,367	7,311	7,321	7,335	0,473
	7,359	7,293	7,372	7,381	7,324	7,327	7,332	7,368	7,315	7,397		
HC16	7,409	7,411	7,271	7,301	7,328	7,504	7,404	7,332	7,424	7,364	7,365	1,443
	7,008	7,482	7,372	7,301	7,425	7,433	7,279	7,412	7,442	7,407		
HC25	7,139	7,452	7,328	7,316	7,409	7,215	7,352	7,249	7,481	7,361	7,359	1,355
	7,304	7,357	7,336	7,314	7,433	7,260	7,532	7,490	7,451	7,409		
HC27	7,298	7,109	7,240	7,443	7,204	7,050	7,400	7,541	7,249	7,380	6,915	19,090
	6,991	6,164	7,499	7,406	7,346	7,198	6,802	7,331	1,456	7,202		
HC31	7,485	7,492	7,504	7,466	7,819	7,780	7,169	7,449	7,479	7,472	7,501	1,949
	7,483	7,486	7,489	7,277	7,420	7,678	7,569	7,438	7,460	7,613		
HC32	7,1782	6,9317	7,8031	6,7812	7,9245	7,5654	7,6422	7,871	7,8542	7,4956	7,175	6,859
	6,6868	7,0271	6,7751	6,8665	Não realizado	Não realizado	6,4807	6,7305	6,7815	6,7535		
HC38	6,586	6,704	7,483	6,441	6,792	6,462	6,985	7,202	7,397	7,394	7,027	5,390
	7,322	6,685	6,432	6,883	7,526	7,356	7,467	7,012	7,169	7,244		
HC45	7,247	7,303	7,265	7,316	7,362	7,315	7,43	7,432	7,408	7,4	7,338	0,891
	7,238	7,266	7,321	7,232	7,33	7,35	7,347	7,371	7,417	7,404		
HC47	7,39	7,41	7,50	7,47	7,48	7,44	7,44	7,43	7,39	7,46	7,440	0,625
	7,44	7,50	7,35	7,35	7,49	7,51	7,41	7,44	7,43	7,46		
HC52	7,194	7,554	7,112	6,318	7,322	7,342	7,458	7,345	7,424	7,538	7,391	5,419
	6,888	7,562	7,351	7,387	7,499	7,317	7,344	7,424	8,109	8,338		
HC59	7,424	7,445	7,42	7,427	7,428	7,441	7,45	7,409	7,466	7,431	7,435	0,259
	7,467	7,45	7,427	7,412	7,479	7,415	7,43	7,433	7,421	7,421		
HC61	7,539	7,392	7,381	7,367	7,400	7,394	7,368	7,359	7,367	7,352	7,400	0,568
	7,415	7,393	7,398	7,404	7,456	7,440	7,401	7,421	7,387	7,369		

Continuação da Tabela 15. Resultados dos laboratórios para álcool etílico hidratado combustível pelo método coulométrico.

Lab	Teor de água em massa (%) - Método Coulométrico										Média	RSD (%)
	1ª dia		2ª dia		3ª dia		4ª dia		5ª dia			
HC63	7,43	7,43	7,43	7,38	7,45	7,48	7,40	7,45	7,42	7,41	7,434	0,303
	7,44	7,45	7,44	7,41	7,46	7,44	7,46	7,44	7,43	7,43		
HC67	7,403767	7,425119	7,388498	7,378792	7,419589	7,419959	7,409006	7,393509	7,541039	7,533980	7,437	0,708
	7,394598	7,410763	7,431224	7,464237	7,380181	7,459456	7,493468	7,416024	7,544365	7,441591		
HC82	6,975	6,999	7,266	7,403	7,270	7,173	7,203	7,210	7,101	7,180	7,152	2,376
	6,923	6,636	7,254	7,352	7,270	7,250	7,155	7,164	7,118	7,139		
HC87	7,413	7,414	7,428	7,426	7,429	7,415	7,429	7,447	7,416	7,424	7,429	0,140
	7,431	7,423	7,423	7,430	7,442	7,446	7,438	7,435	7,440	7,438		
HC96	4,333	4,540	4,258	4,200	4,213	4,338	4,024	4,453	4,630	4,808	4,268	8,008
	4,556	3,802	4,12	4,073	4,659	4,202	3,596	4,794	4,077	3,693		

6. Repetitividade e Reprodutibilidade

Os valores de repetitividade e reprodutibilidade do teor de água (% m/m) para cada método estudado e para cada tipo de álcool combustível (AEAC e AEHC) estão relatados nas Tabelas 16 e 17 como desvio padrão (% m/m) e desvio padrão relativo (% DPR). Os desvios foram calculados através das Equações 8 e 9, com o auxílio das Equações 10, 11 e 12 descritas no item 4.2. Foram utilizados os valores das medições encontrados por cada laboratório, excluindo-se os valores outliers marcados em vermelho nas Tabelas 12, 13, 14 e 15. No método coulométrico, um laboratório foi excluído dos cálculos estatísticos porque seus valores, tanto para álcool anidro (CI/AC66) como para álcool hidratado (CI/HC96), desviavam mais do que 40% do valor de referência (média global, sem os valores outliers).

Tabela 16. Repetitividade e reprodutibilidade do teor de água pelo método volumétrico.

Tipo de álcool etílico combustível	Média total % m/m	Repetitividade (s_r)		Reprodutibilidade (s_R)	
		% m/m	% DPR	% m/m	% DPR
Anidro	0,378	0,009	2,41	0,019	5,07
Hidratado	7,463	0,126	1,69	0,221	2,96

Tabela 17. Repetitividade e reprodutibilidade do teor de água pelo método coulométrico.

Tipo de álcool etílico combustível	Média total % m/m	Repetitividade (s_r)		Reprodutibilidade (s_R)	
		% m/m	% DPR	% m/m	% DPR
Anidro	0,375	0,021	5,72	0,023	6,02
Hidratado	7,347	0,195	2,65	0,224	3,05

Nas figuras 1, 2, 3 e 4 estão demonstrados os valores médios de teor de água (% m/m) obtidos pelos laboratórios, com seus respectivos desvios, sem a exclusão dos valores outliers realizada nos cálculos estatísticos da repetitividade e reprodutibilidade. Para interpretação dos gráficos, devem-se considerar as seguintes definições:

- A linha preta representa a média total de todos os laboratórios (Y), após a exclusão dos valores outliers;
- O intervalo entre $Y \pm s_r$, ou seja, o desvio da repetitividade é definido entre as linhas azuis.
- O intervalo entre $Y \pm s_R$, ou seja, o desvio da reprodutibilidade é definido entre as linhas vermelhas.

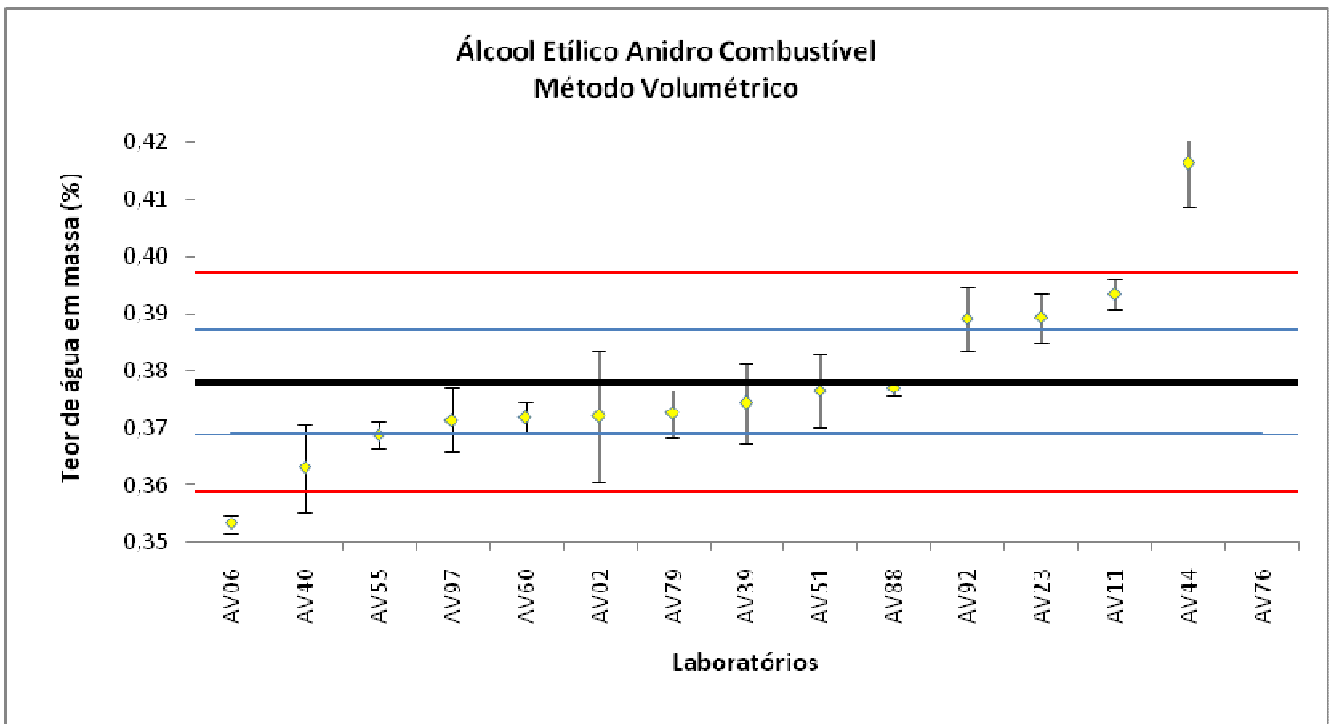


Figura 1. Resultados dos laboratórios para álcool etílico anidro combustível pelo método volumétrico.

Através do gráfico, pode-se concluir que:

- A média total (\bar{Y}) apresenta o valor de 0,378 (% m/m);
- O desvio da repetitividade (s_r) é definido entre 0,369 e 0,387 (% m/m), ou seja, $\bar{Y} \pm s_r$;
- O desvio da reprodutibilidade (s_R) é definido entre 0,359 e 0,397 (% m/m), ou seja, $\bar{Y} \pm s_R$;
- O laboratório, código CI/AV76, extrapolou a escala do gráfico.

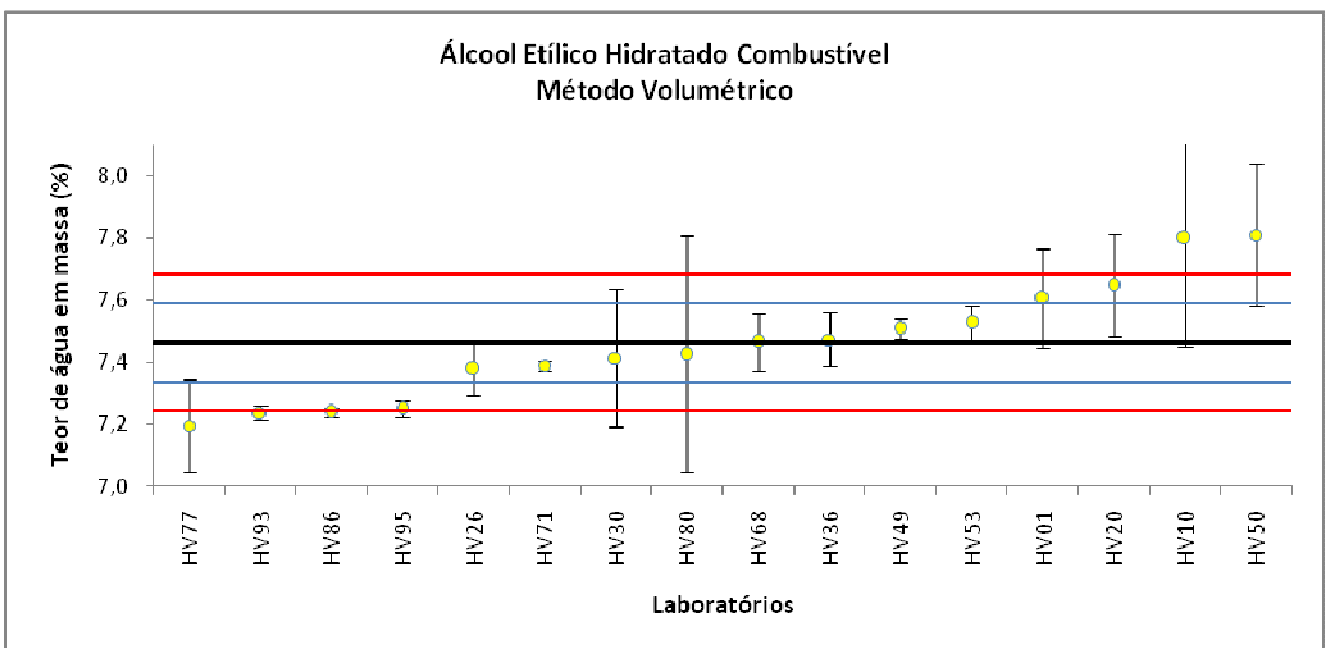


Figura 2. Resultados dos laboratórios para álcool etílico hidratado combustível pelo método volumétrico.

Através do gráfico, pode-se concluir que:

- A média total (Y) apresenta o valor de 7,463 (% m/m);
- O desvio da repetitividade (S_r) é definido entre 7,337 e 7,589 (% m/m), ou seja, $Y \pm S_r$;
- O desvio da reprodutibilidade (S_R) é definido entre 7,242 e 7,684 (% m/m), ou seja, $Y \pm S_R$.

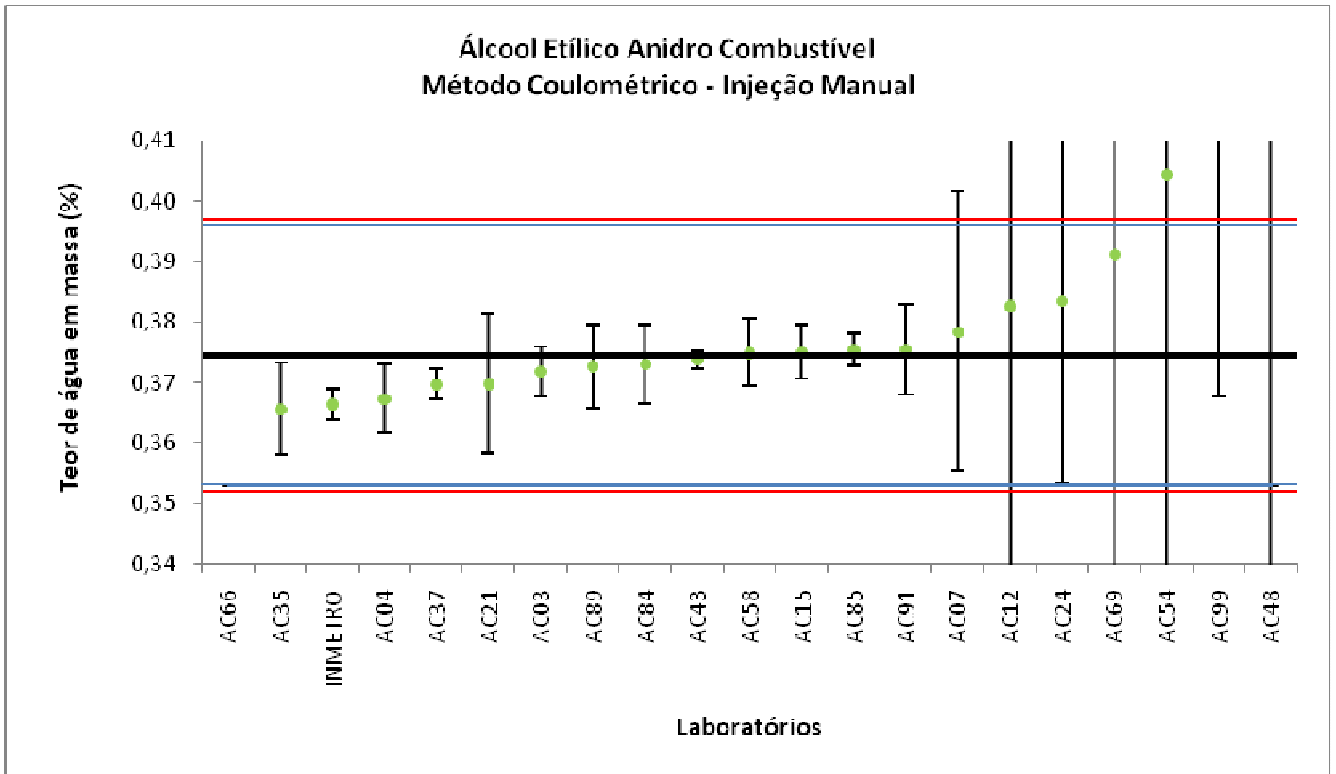


Figura 3. Resultados dos laboratórios para álcool etílico anidro combustível pelo método coulométrico.

Através do gráfico, pode-se concluir que:

- A média total (Y) apresenta o valor de 0,375 (% m/m);
- O desvio da repetitividade (s_r) é definido entre 0,353 e 0,396 (% m/m), ou seja, $Y \pm s_r$;
- O desvio da reprodutibilidade (s_R) é definido entre 0,352 e 0,397 (% m/m), ou seja, $Y \pm s_R$;
- Os laboratórios, código CI/AC48, código CI/AC66 e código CI/AC99, extrapolaram a escala do gráfico.

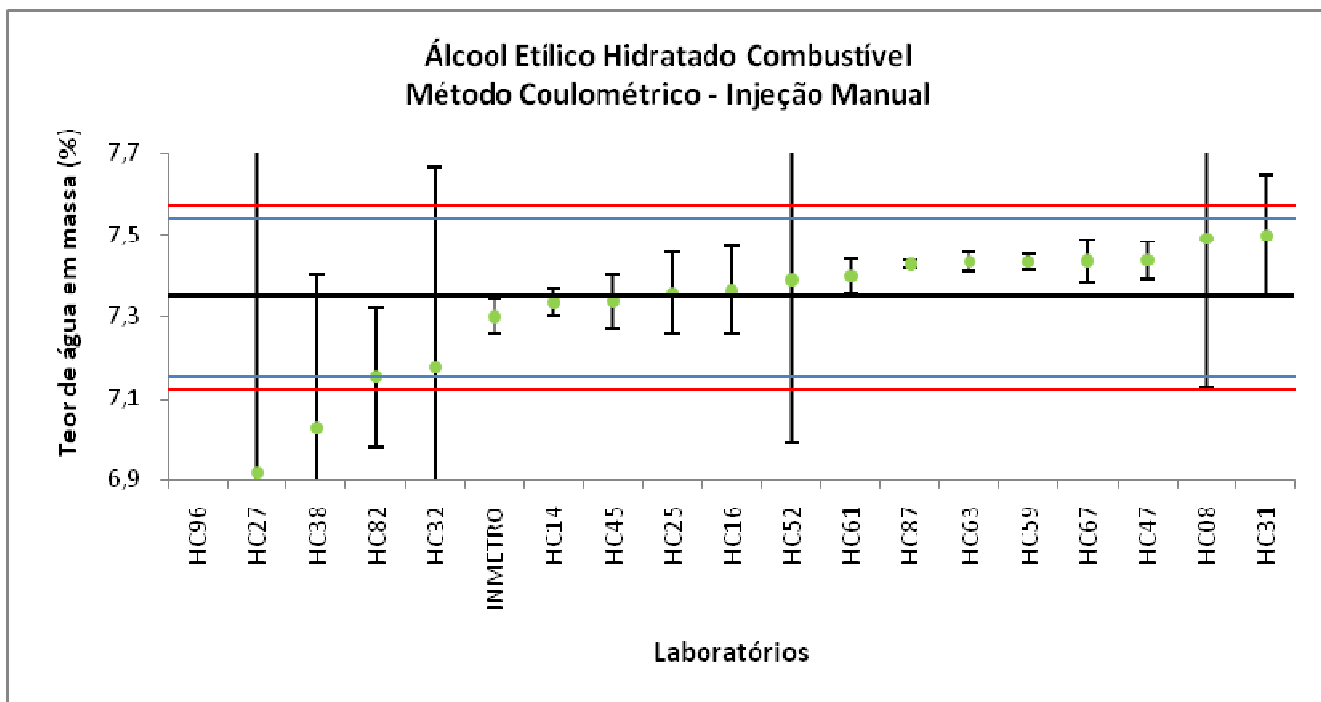


Figura 4. Resultados dos laboratórios para álcool etílico hidratado combustível pelo método coulométrico.

Através do gráfico, pode-se concluir que:

- A média total (\bar{Y}) apresenta o valor de 7,347 (% m/m);
- O desvio da repetitividade (s_r) é definido entre 7,153 e 7,542 (% m/m), ou seja, $\bar{Y} \pm s_r$;
- O desvio da reprodutibilidade (s_R) é definido entre 7,123 e 7,572 (% m/m), ou seja, $\bar{Y} \pm s_R$;
- O laboratório, código CI/HC96, extrapolou a escala do gráfico.

7. Conclusões

Esta comparação interlaboratorial atingiu o objetivo de determinar a estimativa dos parâmetros de precisão, repetitividade e reprodutibilidade, de métodos de Karl Fischer para a determinação do teor de água (% m/m) em álcool etílico combustível, conforme norma NBR 15531 (método volumétrico) e projeto de norma ABNT 00:001.61-004 (método coulométrico).

Apenas no método coulométrico, o laboratório com os códigos CI/AC66 (álcool anidro) e CI/HC96 (álcool hidratado) foi excluído dos cálculos de repetitividade e reprodutibilidade. Os resultados reportados desviavam mais do que 40% dos valores médios obtidos pelos demais participantes. Os resultados deste laboratório sugerem a existência de erro sistemático na determinação de teor de água em álcool combustível pelo método coulométrico. Sugerimos a revisão dos procedimentos aplicados, dos padrões, reagentes e equipamentos utilizados, e dos cálculos efetuados.

Como o objetivo desta intercomparação não foi avaliar o desempenho de laboratórios participantes e sim avaliar o desempenho dos métodos em função da faixa de teor de água no álcool etílico combustível, não foram feitos gráficos de desempenho Z-score. Nos gráficos das figuras 1, 2, 3 e 4 estão representados os valores médios e desvios obtidos pelos laboratórios participantes, sem a exclusão de valores aberrantes. O valor de referência é a média global de todos os laboratórios, excluídos os valores aberrantes. As linhas representam os valores de repetitividade e reprodutibilidade obtidos por cada método e tipo de amostra. Assim, o laboratório pode visualizar se a faixa de valores obtidos está dentro do valor de repetitividade e reprodutibilidade do método utilizado.

Conhecendo os valores de repetitividade e reprodutibilidade dos métodos, de acordo com a faixa estudada, os laboratórios têm a oportunidade de implantar melhorias nas diferentes etapas da determinação de teor de água em álcool etílico combustível, caso seja necessário. É possível avaliar se o desvio encontrado em uma análise rotineira trata-se do erro aleatório inerente à determinação ou se existem fatores externos influenciando a qualidade das medições.

Finalmente, deve-se ressaltar que a determinação da repetitividade e da reprodutibilidade de um método através de uma comparação interlaboratorial fornece uma estimativa real do desempenho do método, dando maior confiabilidade ao mesmo, permitindo também que o laboratório utilize essa informação para implantar a metodologia de maneira adequada e monitorar a qualidade de suas medições.

8. Laboratórios Participantes

Trinta laboratórios se inscreveram nesta comparação e vinte e oito enviaram os resultados. No ato da inscrição os laboratórios escolhiam o álcool e o método de análise, podendo ser mais de um álcool e método. Ressaltamos que o Inmetro não somente organizou esta CI, mas também fez a análise pelo método coulométrico para os dois tipos de álcool e seus resultados são demonstrados neste relatório sem o código de identificação. Desta forma, o Inmetro também é um laboratório participante, sendo então 29 laboratórios participantes desta CI. Lembramos que os valores encontrados pelo Inmetro não devem ser considerados como valores de referência.

Dos laboratórios que enviaram resultados do AEAC, incluindo o Inmetro, 15 analisaram pelo método volumétrico e 21 pelo método coulométrico – injeção manual e dos que enviaram resultados do AEHC, incluindo o Inmetro, 16 analisaram pelo método volumétrico e 19 pelo método coulométrico – injeção manual. Dos laboratórios envolvidos, apenas 7 laboratórios fizeram as determinações pelos dois métodos e para os dois tipos de álcoois envolvidos.

A identidade dos participantes em relação aos resultados da comparação é confidencial, sendo conhecido apenas pelo responsável do laboratório e pela organização desta comparação interlaboratorial. Os laboratórios foram codificados de forma a não haver possibilidade de associação do resultado com o respectivo laboratório. Os laboratórios participantes não têm conhecimento da identificação dos outros laboratórios. A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação do Programa é apresentada na Tabela 18

Tabela 18: Laboratórios participantes

1.	Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas - CPT
2.	Analyser Com. e Indústria Ltda. - EPP Analyser
3.	BRASKEM S/A Laboratório UNIB-RS
4.	Centro de Pesquisas da Petrobras – CENPES CENPES/PDAB/COMB
5.	CTC-Centro de Tecnologia Canavieira Laboratório de Análises
6.	Escola de Química da Universidade Federal de Química - UFRJ LCEQ - Laboratório de Caracterização da Escola de Química
7.	Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa Laboratório de Ensaio de Combustíveis - LEC - UFMG
8.	Importadora e Exportadora de Medidores Polimate Ltda Polimate SP
9.	Instituto de Pesquisa Matogrossense - IPEM Central Analítica de Combustíveis - CEANC/UFMT

10.	Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo Combustíveis e Lubrificantes
11.	Instituto de Química - Universidade de São Paulo LACE - Laboratório de Cromatografia e Eletroforese Capilar
12.	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - Inmetro Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Dimci Divisão de Metrologia Química - Dquim Laboratório de Química Orgânica - Labor
13.	Instituto Nacional de Tecnologia - INT Laboratório de Corrosão e Proteção - LACOR
14.	Laboratório de Combustíveis da UFPE
15.	Metrohm Pensalab Instrumentação Analítica Ltda. Metrohm
16.	Mettler Toledo Indústria e Comércio Ltda. Laboratório de Desenvolvimento
17.	Petrobras Transporte - Transpetro S.A. Petrobras Transpetro Lab. Campos Elíseos
18.	Petrobras Transporte - Transpetro S.A. Petrobras Transpetro Lab. Ilha d'Água
19.	Petróleo Brasileiro S.A./CENPES Lab. de Eletroquímica (312-Radial 3) - gerência QM
20.	Qualitylab Consultoria em Química Ltda Qualitylab
21.	Saybolt Concremat Inspeções Técnicas Ltda Laboratório Aratu
22.	Saybolt Concremat Inspeções Técnicas Ltda
23.	SENAI - SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL CTS Ambiental
24.	SGS do Brasil L SGS Santos
25.	SGS do Brasil Ltda SGS do Brasil Ltda – Macéio – AL/LAB 559
26.	SGS do Brasil Ltda SGS do Brasil Ltda – CABEDELO–PB/LAB 556
27.	SGS do Brasil Ltda LAB 558
28.	Universidade Federal do Rio Grande do Sul Laboratório de Oleoquímica
29.	Universidade Federal do Rio Grande do Sul Laboratório de Combustíveis – CECOM – IQ - UFRGS

Total de participantes: 29 laboratórios

O código de cada participante não está associado à ordem da lista de participantes.

9. Referências Bibliográficas

- [1] Evelyn de F. Guimarães, Rafael A. L. da Silva, Marcus H. C. de la Cruz, Janaína M. R. Caixeiro¹, Vanderléa de Souza “Ensaio metrológicos na determinação do teor de água no álcool combustível”. Enqualab-2006 – Congresso e Feira da Qualidade em Metrologia, São Paulo, 2006.
- [2] ASTM E 826, “Standard practice for testing homogeneity of materials for development of reference materials”, *American Society for Testing and Materials*, West Conshohocken, Pa, 1996.
- [3] NBR ISO/IEC GUIDE 35, “Reference materials, General and statistical principles for certification”, 2006.
- [4] NBR ISO Guia 30, “Termos e definições relacionados com materiais de referência”, 2000.
- [5] ISO 5725 (E), “Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results”, 1994.



Programa de Ensaios de Proficiência da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - PEP Dimci
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 - Xerém / Duque de Caxias - RJ - Brasil CEP: 25250 - 020
Fax: +55 21 2679-9745 / www.inmetro.gov.br / pep-dimci@inmetro.gov.br