

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

10ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial de
Lubrificantes
PIL – 10ª EDIÇÃO

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

Diretor-Geral

Rodolfo Henrique de Saboia

Diretores

Symone Christine de Santana Araújo

Daniel Maia Vieira

Fernando Moura

Claudio Jorge Martins de Souza

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

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

Fábio da Silva Vinhado - Superintendente Adjunto de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas

Alex Rodrigues Brito de Medeiros – Coordenador do Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas

Cristiane Brito Costa – Assessora Técnica do Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas

Comissão Técnica do Programa Interlaboratorial

Felipe Feitosa de Oliveira – Coordenador de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Helena Silva Pereira Carneiro

Maristela Lopes Silva Melo

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Euler Martins Lage

Graziele Duarte Colbano

Gabrielle Maria Silva Cavalheiro

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Luiz Filipe Paiva Brandão

Larissa Cavalcante Antunes

Maria da Conceição Carvalho França

Pabline Oliveira Xavier

Rafaela Verzani Vacareli

Sumário

1. VISÃO GERAL	6
1.1 Objetivos.....	6
1.2 Instituições Participantes	6
2. METODOLOGIA.....	8
2.1 Amostras	8
2.2 Identificação dos participantes.....	8
2.3 Sigilo de participação.....	8
2.4 Homogeneidade	8
2.5 Método de obtenção do valor designado.....	9
2.6 Avaliação do desempenho do participante.....	9
3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO.....	10
3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos.....	10
3.2 Estatística robusta	16
3.3 Avaliação do ensaio de HTHS.....	46
3.4 Avaliação do ensaio de espuma.....	46
3.5 Avaliação do ensaio de boro	47
3.6 Avaliação do ensaio de nitrogênio	48
3.7 Avaliação do ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)	48
3.8 Avaliação do ensaio de cinzas sulfatadas	48
3.10 Gráficos de desempenho.....	50
4. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	52
4.1 Resumo do tratamento estatístico.....	52
4.2 Recomendações.....	53
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54

1ª versão – Data de publicação 20 de julho de 2023

Dúvidas, sugestões e informações adicionais sobre o Programa Interlaboratorial de Lubrificantes podem ser tratados pelo e-mail: pil_anp@anp.gov.br

1. VISÃO GERAL

O Programa de Comparação Interlaboratorial em Lubrificantes da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (PIL-ANP) é realizado pelo Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas (CPT), vinculado à Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos (SBQ). Este relatório apresenta a análise estatística e a discussão dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes da décima edição do PIL-ANP, que foi conduzida conforme as recomendações da norma ISO/IEC 17043:2023^[1].

1.1 Objetivos

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

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

1.2 Instituições participantes

Estão listadas abaixo, em ordem alfabética de razões sociais, as 49 instituições participantes na 10ª edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes. Nesta edição, tivemos 1 laboratório que se inscreveu, porém não enviou os resultados.

- AFTON CHEMICAL INDÚSTRIA DE ADITIVOS LTDA
- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS – ANP
- ANTON PAAR BRASIL IMP. EXP COM DE INSTRUMENTOS ANALITICOS LTDA
- ARBUZ QUIMICA LTDA
- BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA
- CHROMA LAB CONSULTORIA E DESENVOLVIMENTO LTDA
- COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADE – MOOVE
- DUNAX LUBRIFICANTES LTDA
- ECOLUBRI INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES
- ELUS
- ELVIN LUBRIFICANTES INDUSTRIA E COMÉRCIO LTDA
- ENERGIS8 AGROQUIMICA LTDA
- ENERGIS8 INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ENERGY PETRO INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ETERNAL INDÚSTRIA, COMÉRCIO, SERVIÇOS E TRATAMENTO DE RESÍDUOS DA AMAZÔNIA LTDA
- FUCHS LUBRIFICANTES DO BRASIL LTDA
- FUNDAÇÃO DE APOIO A SERVIÇOS TÉCNICOS, ENSINO E FOMENTO A PESQUISA – UFC
- FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA – UFMG
- FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP – UNESP
- GTOIL DO BRASIL-EIRELI
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A. – CTIC SC
- ICONIC LUBRIFICANTES AS – CTIC DUQUE DE CAXIAS
- INGRAX INDUSTRIA E COMERCIO DE GRAXAS S.A.
- INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO SA- IPT

- LUBRASIL LUBRIFICANTES LTDA
- LUBRIFICANTES FENIX LTDA
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS LTDA
- PAX LUBRIFICANTES LTDA
- PETRÓLEO BRASILEIRO S.A
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL S.A.
- PROMAX PRODUTOS MÁXIMOS S/A INDÚSTRIA E COMÉRCIO
- QUANTIQ DISTRIBUIDORA LTDA
- SAFRA QUIMICA LTDA
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL – SENAI-LABELT
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL – SENAI-LELCO
- SGS DO BRASIL LTDA
- SJC BIOENERGIA
- SRIII INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES EIRELI
- TAMCO LUBRIFICANTES E DERIVADOS LTDA
- TECHOLEO SERVICOS E ANÁLISES TECNICAS LTDA
- TECLUB INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- TEXSA DO BRASIL LTDA
- ULTRAX DO BRASIL INDÚSTRIA QUÍMICA LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
- VIBRA ENERGIA S/A
- YPF BRASILCOMERCIO DE DERIVADOS DE PETROLEO LTDA

2. METODOLOGIA

2.1 Amostras

A amostra foi obtida através da mistura de óleos lubrificantes automotivos coletados pelo Programa de Monitoramento de Lubrificantes, PML. Todas as amostras utilizadas foram consideradas conformes quanto à qualidade e possuíam o mesmo grau de viscosidade.

Ensaio de homogeneidade foram conduzidos, com o intuito de garantir que os resultados obtidos pelos participantes não fossem influenciados pela heterogeneidade.

O volume de amostra enviado a cada laboratório variou entre um e dois litros, a depender da quantidade de ensaios selecionados no formulário de inscrição. A coleta e o transporte das amostras foram de responsabilidade exclusiva do laboratório inscrito.

2.2 Identificação dos participantes

Visando preservar o sigilo dos resultados reportados no programa interlaboratorial, o código de identificação do participante foi enviado para os e-mails informados no formulário de inscrição, sendo este um código sigiloso conhecido apenas pelos representantes do laboratório e a comissão organizadora do programa.

2.3 Sigilo de participação

A coordenação deste programa mantém os códigos em absoluto sigilo e, desta forma, os mesmos só poderão ser informados a terceiros mediante uma autorização formal do responsável do laboratório participante ou solicitação de representante legal credenciado da própria empresa participante.

2.4 Homogeneidade

A avaliação da homogeneidade das amostras preparadas foi realizada a fim de evitar intercorrências causadas por eventuais falhas no processo de homogeneização. Dez amostras foram selecionadas aleatoriamente após o término do envase dos óleos. As análises físico-químicas listadas na Tabela 1 foram realizadas em duplicata. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente seguindo o método descrito na norma ISO 13528:2015^[2], sendo constatada, ao final das análises, a homogeneidade do lote enviado aos participantes.

Tabela 1 – Parâmetros de avaliação da homogeneidade das amostras.

Produto	Parâmetro	Norma
Óleo Lubrificante Automotivo	VISCOSIDADE DINÂMICA A BAIXA TEMPERATURA - CCS	ASTM D5293
	VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 100°C	ASTM D7042
	FÓSFORO	ASTM D6481
	CÁLCIO	ASTM D6481
	ZINCO	ASTM D6481

2.5 Método de obtenção do valor designado

O valor designado ou valor real convencional foi obtido por consenso mediante tratamento robusto da média dos resultados obtidos por todos os participantes em cada ensaio, conforme indicado pela norma ISO 13528:2015, Anexo C^[2]. 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 ocorre um ajuste de dados. Após essa etapa, são calculados os parâmetros estatísticos de média robusta e desvio padrão robusto.

2.6 Avaliação do desempenho dos participantes

Os resultados dos ensaios são avaliados por meio de uma estatística de desempenho para permitir a comparação com parâmetros preestabelecidos.

Essa comparação é realizada medindo-se a diferença entre o valor médio obtido pelo laboratório e o valor de consenso do grupo. A diferença é dividida pelo desvio padrão robusto do grupo.

Na análise dos resultados, foi utilizado o método z-score para realizar a avaliação de desempenho dos laboratórios, de acordo com a seguinte fórmula:

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{S_R}$$

onde:

x_i = valor obtido pelo laboratório;

x_{pt} = valor de consenso;

S_R = desvio padrão robusto do grupo.

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

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

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

3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO

3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos

Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 1).

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura	HTHS
Unidade	mm ² /s (cSt)	mm ² /s (cSt)	Adimensional	mPa.s	mPa.s
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 14173	
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D 2270	ASTM D5293	ASTM D4741/D5481/D4683
1	15,54	114,38	143	6589	
2	15,43	114,10	143		
3	15,03	116,30	134		
4	15,20	111,85	142	6424	
5	15,00	114,36	136		
6					
7	15,45	116,56	139		
8	14,91	115,60	133		
9	15,52	114,35	143		
10	10,71	109,30			
11	115,40	15,38	140	6584	
12	14,74	114,65	132	6038	
13	15,41	115,55	140	6591	
14	14,54	102,20	140		
15	15,18	114,31	139		
16	15,31	115,77	138		
17	15,36	115,60	139	6388	
19	15,60	116,73	142		
20					
21	15,32	116,25	138	6317	
22	15,75	115,56	145		
23	15,20	115,51	137		
24	15,39	116,19	139	6266	
25	15,36	115,20	139		
26	16,02	118,70	145		
27	15,26	115,65			
28	15,16	113,69	139	6508	
29	13,62	99,38	137		
30	15,37	116,15	139	6528	
31	15,34	115,75	139	6550	
32	15,36	115,70	139	6407	4,3
33	15,19	115,92	137		
34	15,30	115,75	138	6319	
35	15,40	115,88	139	6407	
36	15,17	113,31	140	6620	
37					
38	20,80	114,37	208		
39	15,42	115,50	141	6266	
40	15,44	114,31	142	6121	
41	15,39	115,55	140		
42	15,10	113,36	139		
43	15,29	114,91	139		
44	15,38	115,79	139	6704	
45	15,36	112,90	143		
46	15,40	115,68	140	6608	
47	25,87	116,35			
48	15,34	115,00	140	6341	
49	15,16	115,25	137	6586	
51	15,38	115,35	140	5953	

Tabela 3. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 2)

Ensaio	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez	Perda por Evaporação - NOACK	Espuma - Sequência II - TENDÊNCIA	IBT (TBN)
Unidade	°C	°C	%	mL	mgKOH/g
Metodologia	NBR 11341	NBR 11349 NBR 15468	NBR 14157-2	NBR 14235	NBR 5798
	ASTM D92	ASTM D97/D5950/D7346	ASTM D5800 (Proced B)	ASTM D892	ASTM D2896
1		-30	4,3		
2	205,0				9,1
3	235,5				
4	233,0	-30			
5	224,0				
6					
7	235,0				
8	231,0	-24	10,8	25	
9	226,5	-32			
10		-30			
11	222,5	-33	8,9		7,6
12	227,0	-27		10	
13	223,5		9,9		7,8
14	224,0				8,8
15	231,0				7,8
16	229,0				
17	180,0	-30		30	8,0
19	221,0	-33			8,5
20					
21	231,0	-30	9,6	330	7,5
22	255,0	-29			
23	227,0	-36			
24	227,5	-30	13,1	0	7,3
25					7,4
26	239,5	-30	15,8		
27					
28	237,0	-32	9,7		7,8
29	230,5	32			7,5
30		-29			
31	224,0	-30	9,1	20	
32	248,0	-21	6,6	250	7,6
33	236,0		9,2	0	
34	237,0	-27		100	
35	230,0	-30		30	7,7
36	235,5	-33	8,2	130	7,0
37	228,5	-27			
38					6,6
39	229,0	-27	9,5	340	7,6
40	230,0	-30		0	8,0
41	248,0	-33			3,3
42	241,0				7,8
43	231,0	-29			
44	225,0	-34	12,4	110	7,8
45	230,0	-30	8,3	330	
46	234,0	-27		20	7,5
47					
48	229	-29	8,7	300	7,7
49	223		7,6		8,7
51	233	-33			7,6

Tabela 4. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 3)

Ensaio	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	Cálcio	Zinco	Enxofre	Magnésio
Unidade	mm2/s (cSt)	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14325	NBR 14325	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14533	NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D6278/D7109	ASTM D6278/D7109	ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751	ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751	ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751	ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751
1	13,62	12,32	0,192	0,097	0,481	0,074
2						
3						
4			0,221	0,109	0,063	0,020
5			0,215	0,102	0,475	0,011
6						
7						
8	13,51	9,41	0,219	0,106	0,496	
9						
10						
11	13,24	14,08	0,168	0,098	0,577	0,015
12			0,209	0,106	0,482	
13	13,49	12,50	0,212	0,113		0,018
14			0,217	0,107		0,020
15			0,207	0,102	0,444	
16						
17			0,211	0,109	0,384	
19	14,00	10,29	0,206	0,109		
20			0,255	0,142	0,393	0,017
21	13,47	12,57	0,222	0,110	0,507	0,016
22			0,222	0,115	0,375	
23						
24			0,218	0,107	0,537	0,014
25						
26	12,85	19,79	0,216	0,115	0,297	
27						
28	12,86	15,17	0,213	0,113	0,490	
29			0,211	0,106	0,447	
30			0,213	0,102		0,016
31			0,220	0,105		
32	13,26	13,92	0,220	0,113	0,481	0,016
33	13,32	12,31	0,211	0,110	0,478	
34			0,217	0,110	0,491	0,015
35			0,208	0,108	0,488	
36	13,75	9,36	0,203	0,111	0,460	
37						
38						
39	13,46	12,65	0,213	0,111	0,491	
40			0,217	0,107	0,483	
41			0,202	0,102	4,874	0,012
42						
43						
44	13,28	13,63				
45						
46			0,209	0,109	0,567	
47						
48			0,216	0,115		0,014
49			0,215	0,107	0,488	
51			0,222	0,115	0,511	0,015

Tabela 5. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4)

Ensaio	Fósforo	Molibdênio	Boro	Nitrogênio	Viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C) mPa.s	Cinzas sulfatadas
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m		% m/m
Metodologia	NBR 14786	NBR 14786	NBR 14786			
	ASTM D4951/D6481/D6595	ASTM D4951/D7751	ASTM D4951	ASTM D5291/D5762	ASTM D4684	ASTM D874
1	0,090	0,005				
2						0,98
3						
4	0,074	0,006				
5	0,083	0,005				
6						
7						
8	0,108					
9				0,210		
10						
11	0,087					
12	0,095					
13	0,098	0,009		0,060		0,97
14		0,005				
15	0,090					
16						
17	0,097					
19	0,094	0,006				
20	0,106	0,008				0,84
21	0,099	0,007				
22	0,121	0,074				
23						
24	0,097	0,006				
25						
26	0,112					
27						
28	0,095					
29	0,101					
30	0,093	0,007	0,004			
31						
32	0,098	0,006	0,005		80547	0,94
33	0,097	0,007				
34	0,098	0,007				
35	0,097	0,007				
36	0,098					
37						
38						
39	0,099					1,02
40	0,096					
41	0,096	0,004	0,002			0,00
42						
43						0,91
44						
45						0,98
46	0,103					
47						
48	0,100	0,006	0,004			0,97
49	0,097					
51	0,098	0,007	0,003			

As Tabelas 6, 7, 8, 9 e 10 trazem a relação de ensaios com resultados questionáveis, insatisfatórios, não realizados ou excluídos apresentados após a aplicação de estatística robusta e cálculos de z-score (ou z'-score, quando aplicável).

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).

Ensaio	Identificação do laboratório										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Viscosidade Cinemática a 100°C					q	n		q		i	e
Viscosidade Cinemática a 40°C				i		n				i	e
Índice de Viscosidade	q	q	i			n		i	q	n	
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)		n	n		n	n	n	n	n	n	
Ponto de Fulgor	n	i				n				n	
Ponto de Fluidez		n	n		n	n	n	q			
Perda por Evaporação Noack	i	n	n	n	n	n	n		n	n	
IBT (TBN)	n	i	n	n	n	n	n	n	n	n	
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda		n	n	n	n	n	n		n	n	
Cálcio	i	n	n			n	n		n	n	i
Zinco	q	n	n			n	n		n	n	q
Enxofre		n	n	i		n	n		n	n	q
Magnésio	i	n	n			n	n	n	n	n	
Fósforo		n	n	i	i	n	n	q	n	n	q
Molibdênio		n	n			n	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	13	5	4	12	10	0	4	11	5	3	14

Tabela 7. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 2).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	12	13	14	15	16	17	19	20	21	
Viscosidade Cinemática a 100°C	i		i					n		
Viscosidade Cinemática a 40°C			i					n		
Índice de Viscosidade	i							n		
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)			n	n	n		n	n		
Ponto de Fulgor						i		n		
Ponto de Fluidez		n	n	n	n			n		
Perda por Evaporação Noack	n		n	n	n	n	n	n		
IBT (TBN)	n		i		n		q	n		
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n		n	n	n	n		n		
Cálcio					n			i		
Zinco					n			i		
Enxofre		n	n		n	q	n	q		
Magnésio	n			n	n	n	n			
Fósforo			n		n			q		
Molibdênio	n	q		n	n	n				
Total de ensaios realizados	10	13	9	9	4	11	11	6	15	

Tabela 8. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 3).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
Viscosidade Cinemática a 100°C	q				i			i		
Viscosidade Cinemática a 40°C					i			i		
Índice de Viscosidade	i				i	n				
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)	n	n		n	n	n		n		
Ponto de Fulgor	i			n		n			n	
Ponto de Fluidez		q		n		n		e		
Perda por Evaporação Noack	n	n	q	n	i	n		n	n	
IBT (TBN)	n	n			n	n			n	n
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n	n	n	n	i	n		n	n	n
Cálcio		n		n		n				
Zinco		n		n		n				
Enxofre	q	n		n	i	n			n	n
Magnésio	n	n		n	n	n	n	n		n
Fósforo	i	n		n	i	n				n
Molibdênio	e	n		n	n	n	n	n		n
Total de ensaios realizados	10	5	14	4	11	2	13	10	10	9

Tabela 9. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41
Viscosidade Cinemática a 100°C						n	i			
Viscosidade Cinemática a 40°C						n				
Índice de Viscosidade						n	i			
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)		n				n	n			n
Ponto de Fulgor	q						n			q
Ponto de Fluidez	i	n					n			
Perda por Evaporação Noack			n	n		n	n		n	n
IBT (TBN)		n	n		q	n	i			i
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda		n	n	n		n	n		n	n
Cálcio						n	n			
Zinco						n	n			
Enxofre						n	n			e
Magnésio		n		n	n	n	n	n	n	
Fósforo						n	n			
Molibdênio					n	n	n	n	n	
Total de ensaios realizados	15	11	12	12	13	2	4	13	11	12

Tabela 10. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 5).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	42	43	44	45	46	47	48	49	51	
Viscosidade Cinemática a 100°C						i				
Viscosidade Cinemática a 40°C				q						
Índice de Viscosidade				q		n				
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)	n	n		n		n			q	
Ponto de Fulgor						n				
Ponto de Fluidez	n					n		n		
Perda por Evaporação Noack	n	n	q		n	n			n	
IBT (TBN)		n		n		n		i		
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n	n		n	n	n	n	n	n	
Cálcio	n	n	n	n		n				
Zinco	n	n	n	n		n				
Enxofre	n	n	n	n	q	n	n			
Magnésio	n	n	n	n	n	n		n		
Fósforo	n	n	n	n		n				
Molibdênio	n	n	n	n	n	n		n		
Total de ensaios realizados	5	5	9	6	11	2	13	11	13	

3.2 Estatística robusta

3.2.1 - Viscosidade cinemática a 100°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
10	10,71	-4,62	-28,85	Insatisfatório
29	13,62	-1,71	-10,66	Insatisfatório
14	14,54	-0,79	-4,91	Insatisfatório
12	14,74	-0,59	-3,66	Insatisfatório
8	14,91	-0,42	-2,60	Questionável
5	15,00	-0,33	-2,04	Questionável
3	15,03	-0,30	-1,85	
42	15,10	-0,23	-1,45	
28	15,16	-0,17	-1,07	
49	15,16	-0,17	-1,04	
36	15,17	-0,16	-1,01	
15	15,18	-0,15	-0,91	
33	15,19	-0,14	-0,85	
4	15,20	-0,13	-0,79	
23	15,20	-0,13	-0,79	
27	15,26	-0,07	-0,41	
43	15,29	-0,03	-0,21	
34	15,30	-0,03	-0,16	
16	15,31	-0,02	-0,13	
21	15,32	-0,01	-0,04	
31	15,34	0,01	0,05	
48	15,34	0,01	0,05	
17	15,36	0,03	0,18	
25	15,36	0,03	0,18	
32	15,36	0,03	0,18	
45	15,36	0,03	0,21	
30	15,37	0,04	0,24	
44	15,38	0,05	0,33	
51	15,38	0,05	0,34	
24	15,39	0,06	0,37	
41	15,39	0,06	0,40	
35	15,40	0,07	0,43	
46	15,40	0,07	0,44	
13	15,41	0,08	0,52	
39	15,42	0,09	0,55	
2	15,43	0,10	0,65	
40	15,44	0,11	0,71	
7	15,45	0,12	0,74	
9	15,52	0,19	1,18	
1	15,54	0,21	1,30	
19	15,60	0,27	1,71	
22	15,75	0,42	2,62	Questionável
26	16,02	0,70	4,36	Insatisfatório
38	20,80	5,47	34,18	Insatisfatório
47	25,87	10,54	65,85	Insatisfatório

nº de Resultados Satisfatórios	36
Média Robusta	15,33
Desvio Padrão Robusto	0,16
Mediana	15,36
Média Aritmética	15,52
Desvio Padrão Aritmético	1,94
Reprodutibilidade do grupo	0,46
Intervalos do Grupo	
3 sigma acima	15,81
3 sigma abaixo	14,85

Figura 1. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 100 °C.

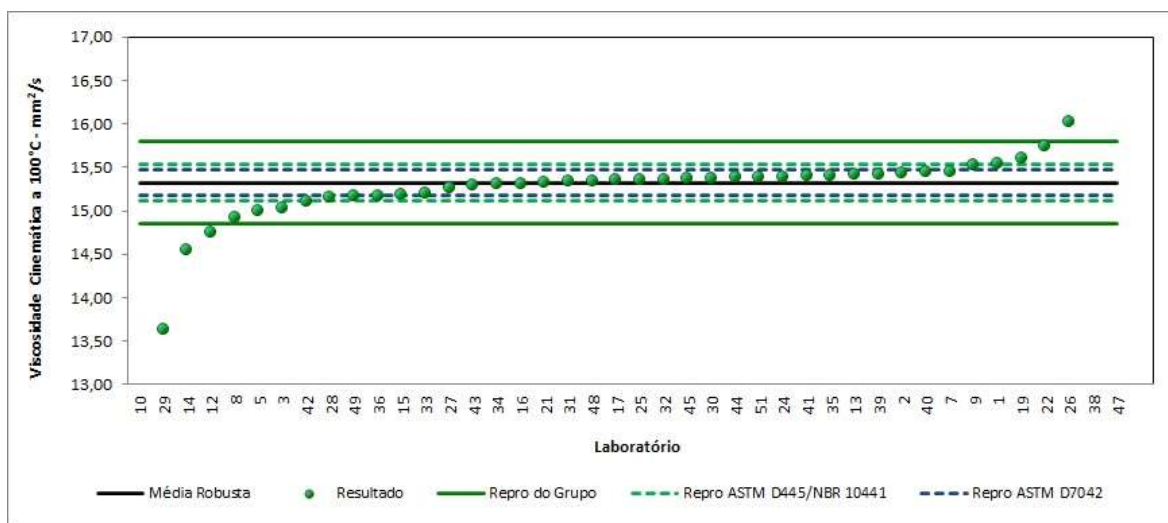
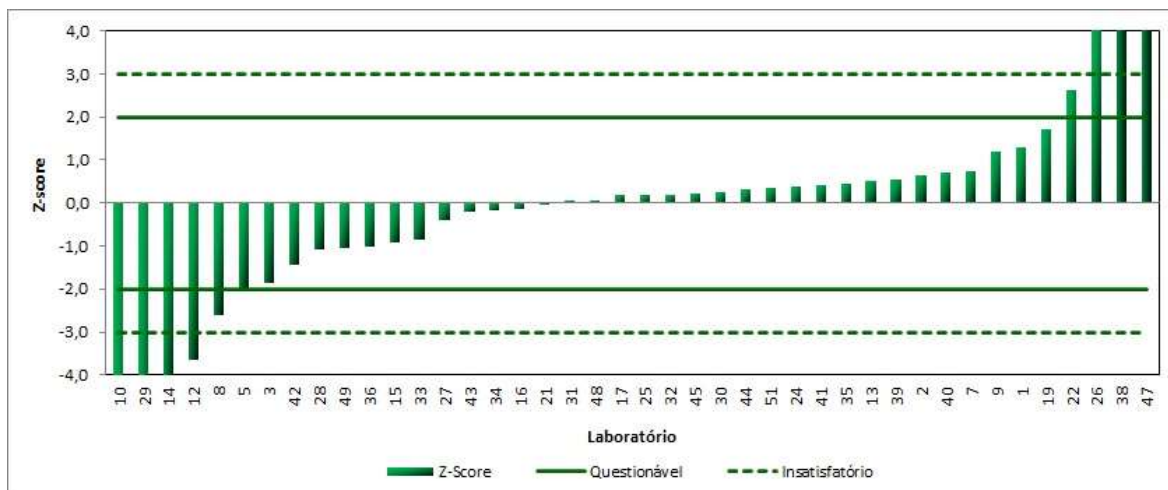


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 100 °C.



Observação 1: O laboratório 11 foi excluído do tratamento estatístico, pois o resultado era discrepante em relação aos demais. Provavelmente, foi reportada a viscosidade cinemática a 40°C e não a 100°C.

Observação 2: Os laboratórios 10, 38 e 47 foram excluídos da escala do gráfico da figura 1 para facilitar a visualização.

3.2.2 – Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
29	99,38	-15,83	-16,06	Insatisfatório
14	102,20	-13,01	-13,20	Insatisfatório
10	109,30	-5,91	-6,00	Insatisfatório
4	111,85	-3,36	-3,41	Insatisfatório
45	112,90	-2,31	-2,34	Questionável
36	113,31	-1,90	-1,93	
42	113,36	-1,85	-1,88	
28	113,69	-1,52	-1,54	
2	114,10	-1,11	-1,13	
15	114,31	-0,90	-0,91	
40	114,31	-0,90	-0,91	
9	114,35	-0,86	-0,87	
5	114,36	-0,85	-0,86	
38	114,37	-0,84	-0,85	
1	114,38	-0,83	-0,84	
12	114,65	-0,56	-0,57	
43	114,91	-0,30	-0,30	
48	115,00	-0,21	-0,21	
25	115,20	-0,01	-0,01	
49	115,25	0,04	0,04	
51	115,35	0,14	0,14	
39	115,50	0,29	0,29	
23	115,51	0,30	0,30	
13	115,55	0,34	0,34	
41	115,55	0,34	0,34	
22	115,56	0,35	0,36	
8	115,60	0,39	0,40	
17	115,60	0,39	0,40	
27	115,65	0,44	0,45	
46	115,68	0,47	0,48	
32	115,70	0,49	0,50	
31	115,75	0,54	0,55	
34	115,75	0,54	0,55	
16	115,77	0,56	0,57	
44	115,79	0,58	0,59	
35	115,88	0,67	0,68	
33	115,92	0,71	0,72	
30	116,15	0,94	0,95	
24	116,19	0,98	0,99	
21	116,25	1,04	1,06	
3	116,30	1,09	1,11	
47	116,35	1,14	1,16	
7	116,56	1,35	1,37	
19	116,73	1,52	1,54	
26	118,70	3,49	3,54	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	39
Média Robusta	115,21
Desvio Padrão Robusto	0,99
Mediana	115,51
Média Aritmética	114,46
Desvio Padrão Aritmético	3,33
Reprodutibilidade do grupo	2,81
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	118,17
3 sigma Abaixo	112,25

Figura 3. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 40 °C.

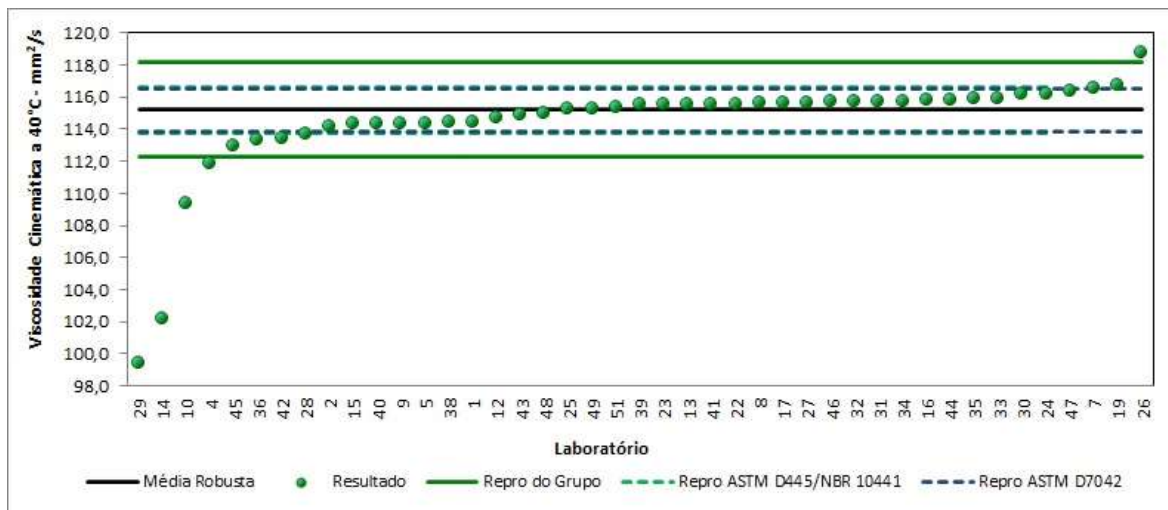
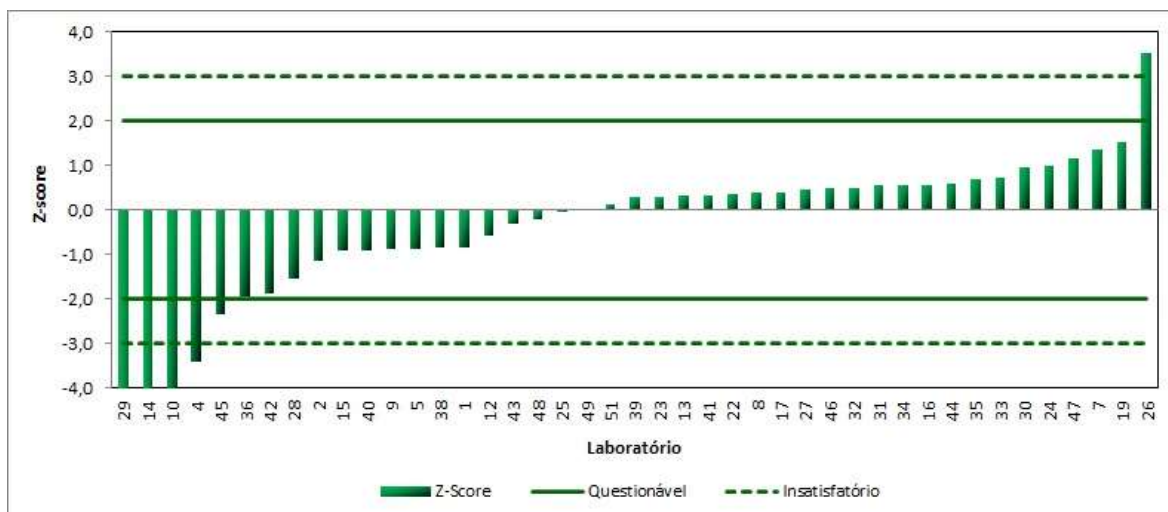


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 40 °C.



Observação 3: O laboratório 11 foi excluído do tratamento estatístico, pois o resultado era discrepante em relação aos demais. Provavelmente, foi reportada a viscosidade cinemática a 100°C e não a 40°C.

3.2.3 – Índice de Viscosidade

Normas: NBR 14358/ASTM D 2270

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
12	132	-7	-4,13	Insatisfatório
8	133	-6	-3,55	Insatisfatório
3	134	-6	-3,26	Insatisfatório
5	136	-3	-1,82	
33	137	-3	-1,53	
23	137	-2	-1,24	
29	137	-2	-1,24	
49	137	-2	-1,24	
21	138	-2	-0,96	
16	138	-1	-0,67	
34	138	-1	-0,67	
15	139	-1	-0,38	
30	139	-1	-0,38	
31	139	-1	-0,38	
35	139	-1	-0,38	
43	139	-1	-0,38	
7	139	0	-0,09	
17	139	0	-0,09	
24	139	0	-0,09	
25	139	0	-0,09	
28	139	0	-0,09	
32	139	0	-0,09	
42	139	0	-0,09	
44	139	0	-0,09	
14	140	0	0,20	
36	140	0	0,20	
46	140	0	0,20	
51	140	0	0,20	
11	140	1	0,49	
13	140	1	0,49	
41	140	1	0,49	
48	140	1	0,49	
39	141	1	0,78	
19	142	2	1,35	
40	142	2	1,35	
4	142	3	1,64	
1	143	4	2,22	Questionável
2	143	4	2,22	Questionável
9	143	4	2,22	Questionável
45	143	4	2,22	Questionável
22	145	5	3,09	Insatisfatório
26	145	5	3,09	Insatisfatório
38	208	69	39,75	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	33
Média Robusta	139
Desvio Padrão Robusto	1,73
Mediana	139
Média Aritmética	141
Desvio Padrão Aritmético	10,83
Repro do grupo	4,94
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	144
3 sigma Abaixo	134

Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para índice de viscosidade.

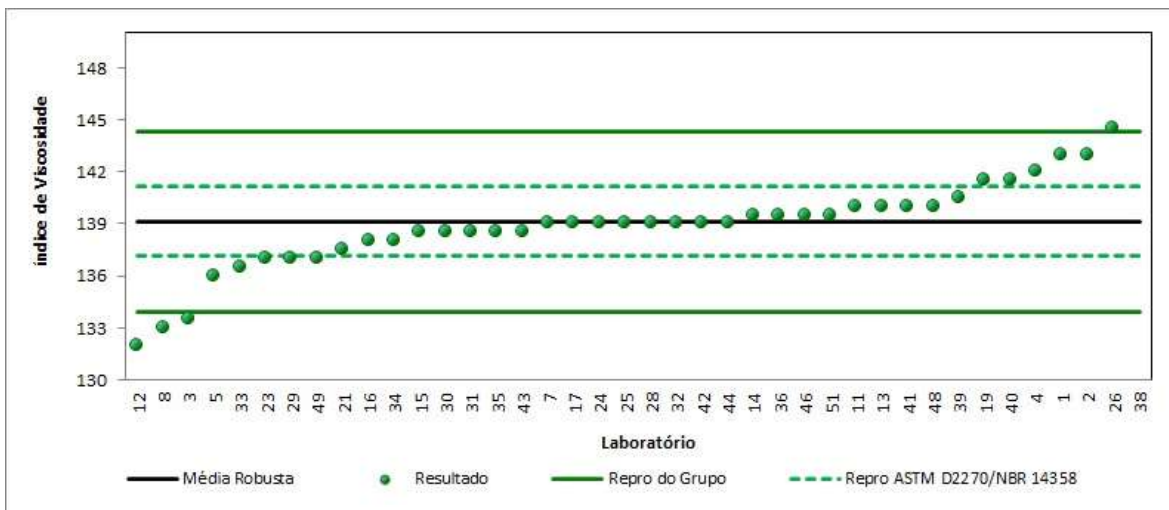
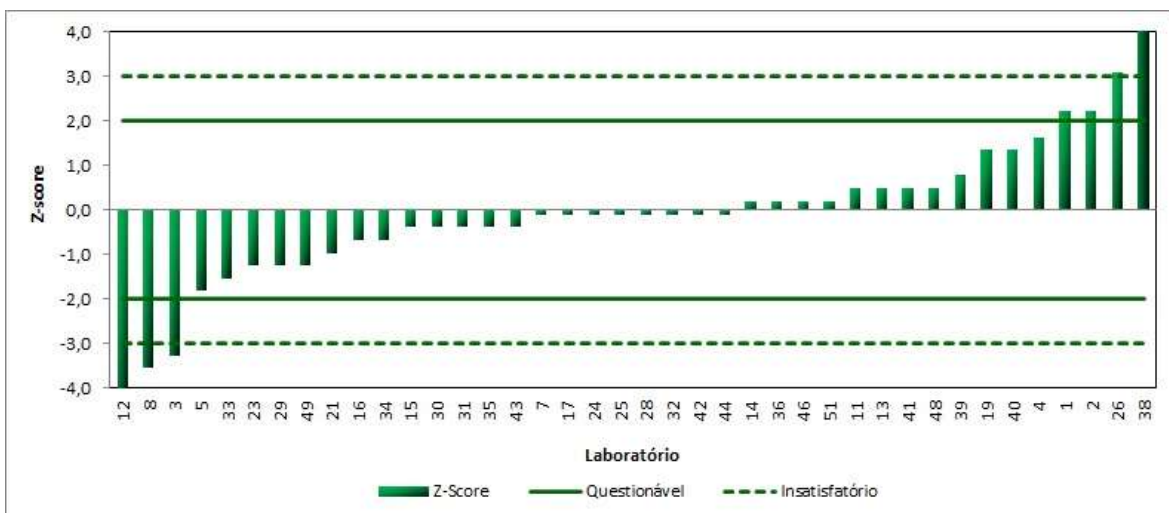


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: índice de viscosidade.



Observação 4: O laboratório 38 foi excluído da escala do gráfico da figura 5 para facilitar a visualização.

3.2.4 – Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura - CCS

Normas: NBR 14173/ASTM D5293

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
51	5953	-472	-2,40	Questionável
12	6038	-387	-1,97	
40	6121	-304	-1,55	
24	6266	-159	-0,82	
39	6266	-159	-0,82	
21	6317	-108	-0,56	
34	6319	-106	-0,55	
48	6341	-84	-0,43	
17	6388	-37	-0,20	
32	6407	-18	-0,10	
35	6407	-18	-0,10	
4	6424	-1	-0,01	
28	6508	83	0,41	
30	6528	103	0,52	
31	6550	125	0,62	
11	6584	159	0,80	
49	6586	161	0,81	
1	6589	164	0,82	
13	6591	166	0,83	
46	6608	183	0,92	
36	6620	195	0,98	
44	6704	279	1,41	

Nº de Resultados Satisfatórios	21
Média Robusta	6426
Desvio Padrão Robusto	197
Mediana	6415
Média Aritmética	6414
Desvio Padrão Aritmético	199
Repro do grupo	580
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	7018
3 sigma Abaixo	5835

Figura 7. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade dinâmica à baixa temperatura - CCS.

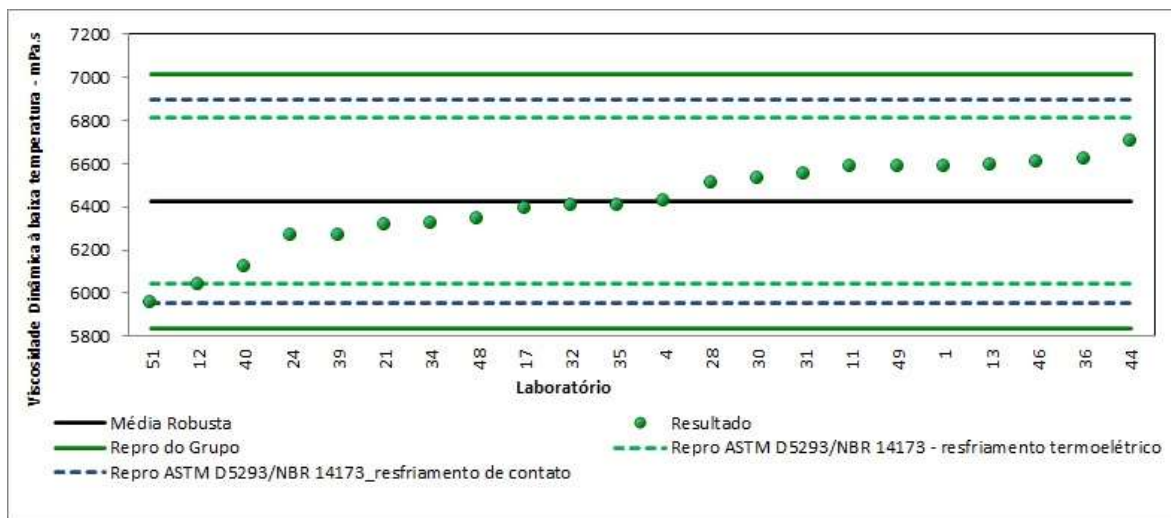
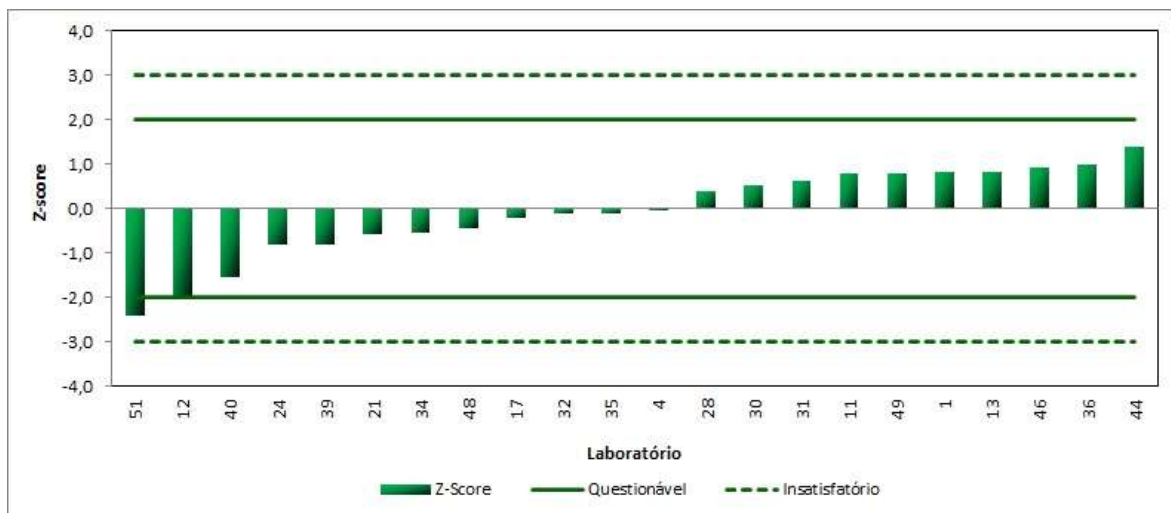


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade dinâmica à baixa temperatura - CCS.



3.2.5. Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
17	180,0	-50,3	-7,42	Insatisfatório
2	205,0	-25,3	-3,73	Insatisfatório
19	221,0	-9,3	-1,38	
11	222,5	-7,8	-1,15	
49	223,0	-7,3	-1,08	
13	223,5	-6,8	-1,01	
5	224,0	-6,3	-0,93	
14	224,0	-6,3	-0,93	
31	224,0	-6,3	-0,93	
44	225,0	-5,3	-0,79	
9	226,5	-3,8	-0,56	
12	227,0	-3,3	-0,49	
23	227,0	-3,3	-0,49	
24	227,5	-2,8	-0,42	
37	228,5	-1,8	-0,27	
16	229,0	-1,3	-0,20	
39	229,0	-1,3	-0,20	
48	229,0	-1,3	-0,20	
40	230,0	-0,4	-0,06	
35	230,0	-0,3	-0,05	
45	230,0	-0,3	-0,05	
29	230,5	0,2	0,03	
8	231,0	0,7	0,10	
15	231,0	0,7	0,10	
21	231,0	0,7	0,10	
43	231,0	0,7	0,10	
4	233,0	2,7	0,39	
51	233,0	2,7	0,39	
46	234,0	3,7	0,54	
7	235,0	4,7	0,69	
3	235,5	5,2	0,76	
36	235,5	5,2	0,76	
33	236,0	5,7	0,84	
28	237,0	6,7	0,98	
34	237,0	6,7	0,98	
26	239,5	9,2	1,35	
42	241,0	10,7	1,57	
32	248,0	17,7	2,61	Questionável
41	248,0	17,7	2,61	Questionável
22	255,0	24,7	3,64	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	34
Média Robusta	230,3
Desvio Padrão Robusto	6,8
Mediana	230,0
Média Aritmética	229,7
Desvio Padrão Aritmético	11,6
Repro do grupo	19,4
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	250,7
3 sigma Abaixo	210,0

Figura 9. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

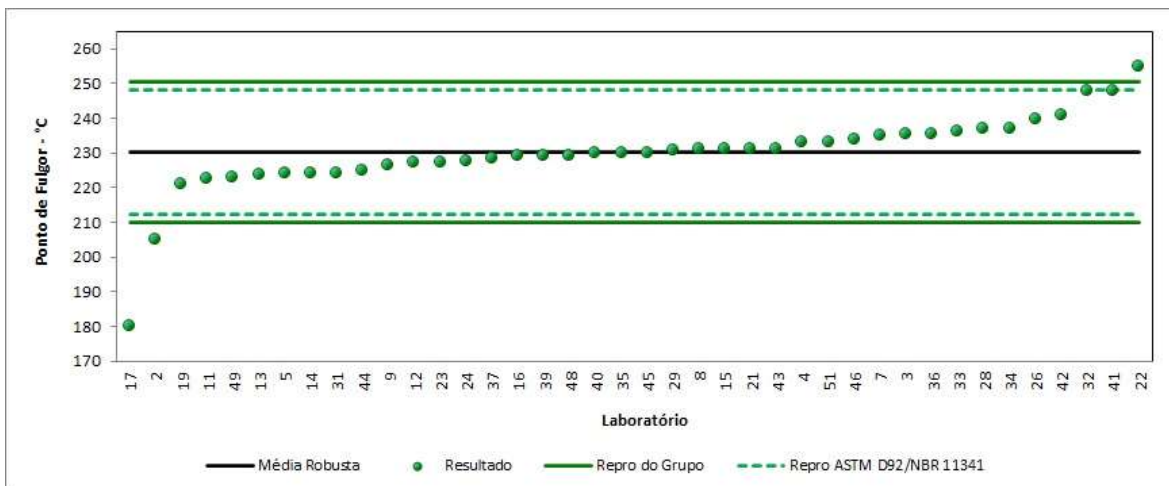
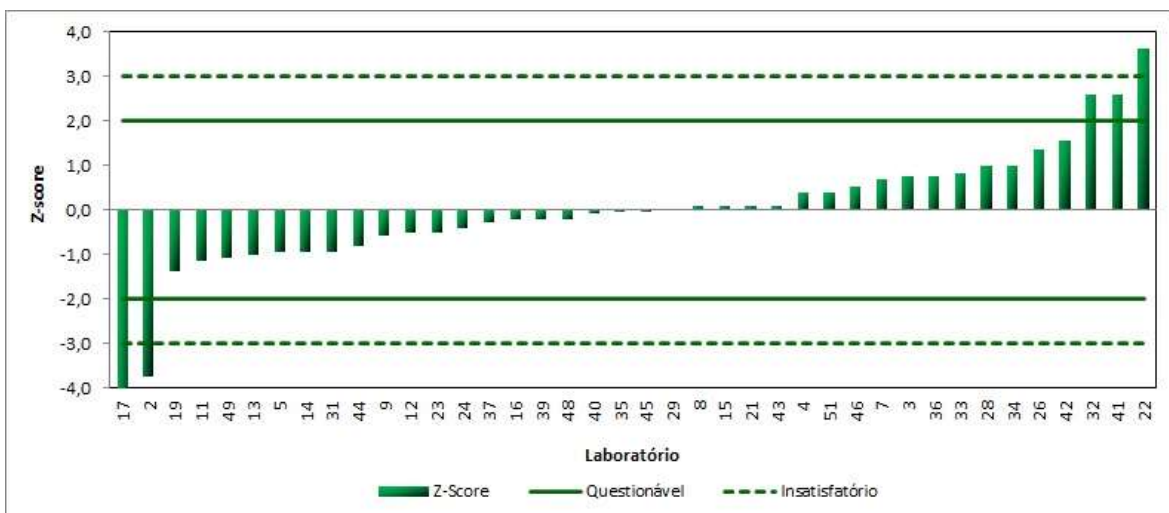


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor.



3.2.6 – Ponto de Fluidez

Normas: NBR 11349/15468 / ASTM D97/D5950/D7346

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
23	-36	-6	-2,50	Questionável
44	-34	-4	-1,70	
36	-33	-3	-1,30	
41	-33	-3	-1,30	
51	-33	-3	-1,30	
11	-33	-3	-1,10	
19	-33	-3	-1,10	
9	-32	-2	-0,70	
28	-32	-2	-0,70	
1	-30	0	0,00	
4	-30	0	0,00	
10	-30	0	0,00	
17	-30	0	0,00	
21	-30	0	0,00	
24	-30	0	0,00	
31	-30	0	0,00	
35	-30	0	0,00	
40	-30	0	0,00	
26	-30	0	0,20	
45	-30	0	0,20	
30	-29	1	0,40	
43	-29	1	0,40	
22	-29	1	0,60	
48	-29	1	0,60	
12	-27	3	1,20	
34	-27	3	1,20	
37	-27	3	1,20	
39	-27	3	1,20	
46	-27	3	1,20	
8	-24	6	2,40	Questionável
32	-21	9	3,60	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	28
Média Robusta	-30
Desvio Padrão Robusto	2
Mediana	-30
Média Aritmética	-30
Desvio Padrão Aritmético	3
Repro do grupo	7
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	-23
3 sigma Abaixo	-37

Figura 11. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez.

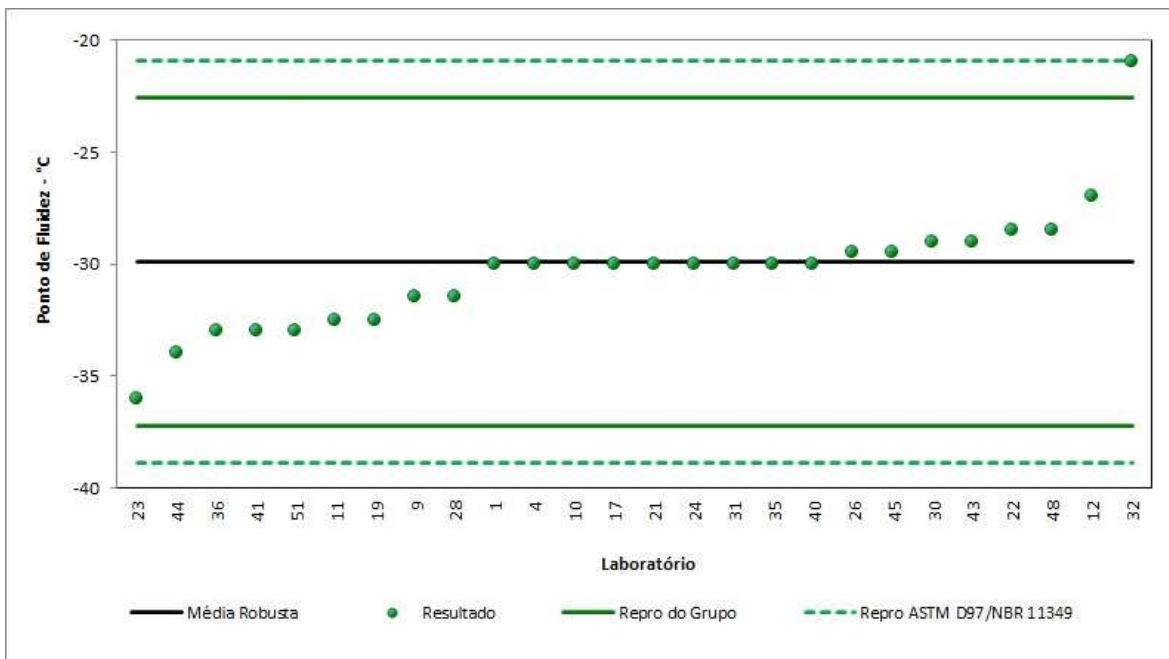
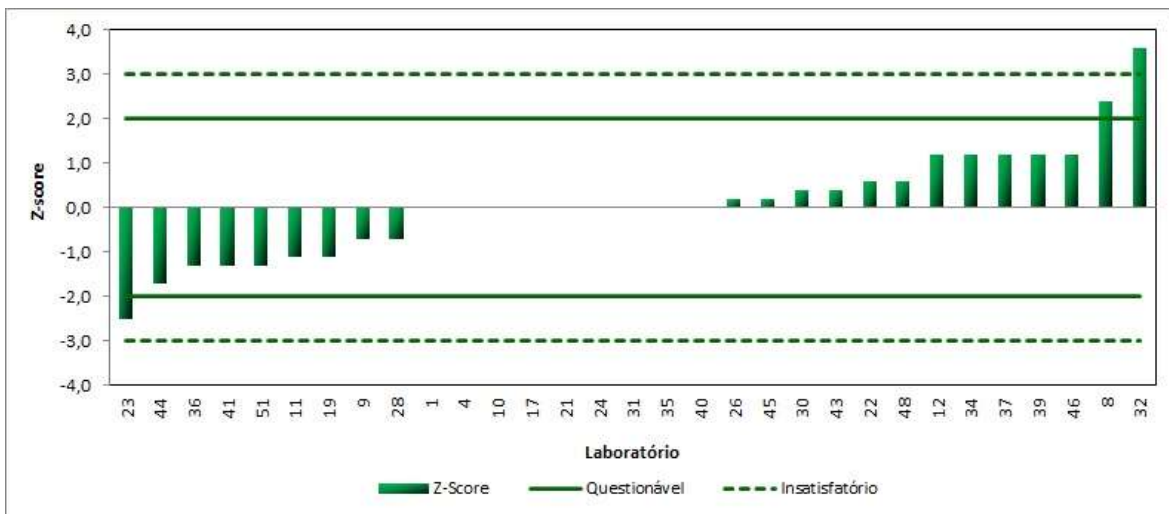


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez.



Observação 5: O laboratório 29 foi excluído do tratamento estatístico, pois o resultado era discrepante em relação aos demais. Provavelmente houve um descuido ao transcrever o resultado que foi informado sem o sinal negativo.

3.2.7 – Número de Basicidade - TBN

Normas: NBR 5798/ASTM D2896

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
41	3,35	-4,35	-14,30	Insatisfatório
38	6,61	-1,09	-3,60	Insatisfatório
36	7,04	-0,66	-2,20	Questionável
24	7,25	-0,45	-1,50	
25	7,35	-0,35	-1,10	
21	7,47	-0,24	-0,80	
29	7,52	-0,18	-0,60	
46	7,53	-0,17	-0,60	
32	7,60	-0,11	-0,30	
39	7,60	-0,11	-0,30	
51	7,60	-0,10	-0,30	
11	7,65	-0,05	-0,20	
48	7,70	0,00	0,00	
35	7,72	0,01	0,00	
28	7,75	0,05	0,20	
42	7,75	0,05	0,20	
15	7,76	0,05	0,20	
44	7,79	0,09	0,30	
13	7,80	0,10	0,30	
40	7,95	0,25	0,80	
17	8,00	0,30	1,00	
19	8,46	0,76	2,50	Questionável
49	8,65	0,95	3,10	Insatisfatório
14	8,80	1,10	3,60	Insatisfatório
2	9,07	1,37	4,50	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	7,70
Desvio Padrão Robusto	0,30
Mediana	7,70
Média Aritmética	7,59
Desvio Padrão Aritmético	1,03
Repro do grupo	0,89
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	8,61
3 sigma Abaixo	6,79

Figura 13. Representação das médias dos resultados para número de basicidade.

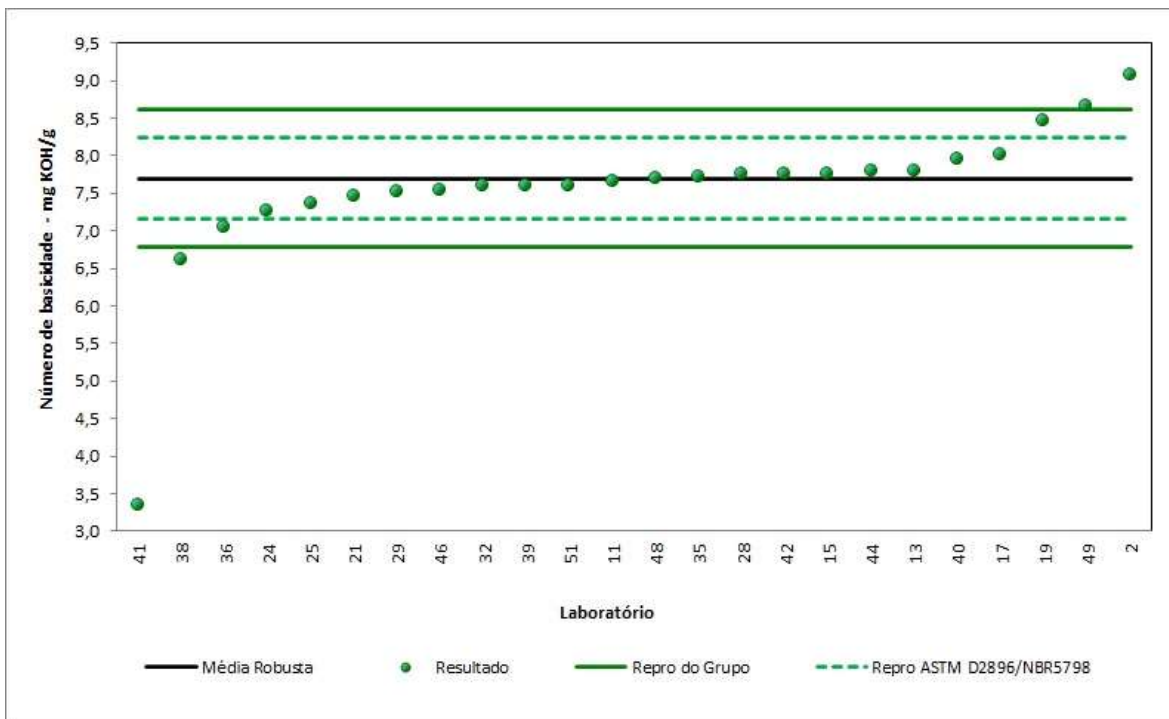
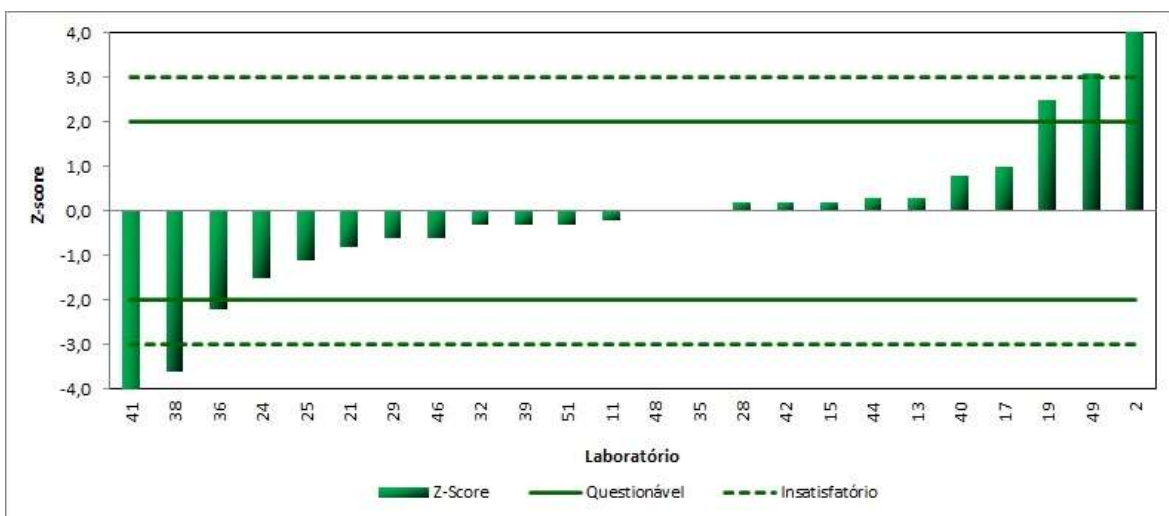


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Número de basicidade.



3.2.8 – Perda por Evaporação - Noack

Normas: NBR 14157-2/ASTM D5800 (Procedimento B)

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
1	4,3	-4,9	-3,40	Insatisfatório
32	6,6	-2,6	-1,80	
49	7,6	-1,7	-1,10	
36	8,2	-1,0	-0,70	
45	8,3	-0,9	-0,60	
48	8,7	-0,6	-0,40	
11	8,9	-0,3	-0,20	
31	9,1	-0,1	-0,10	
33	9,2	-0,1	0,00	
39	9,5	0,3	0,20	
21	9,6	0,4	0,30	
28	9,7	0,5	0,30	
13	9,9	0,7	0,40	
8	10,8	1,6	1,10	
44	12,4	3,2	2,20	Questionável
24	13,1	3,9	2,70	Questionável
26	15,8	6,6	4,50	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	13
Média Robusta	9,2
Desvio Padrão Robusto	1,44
Mediana	9,2
Média Aritmética	9,5
Desvio Padrão Aritmético	2,6
Repro do grupo	4,3
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	13,5
3 sigma Abaixo	4,9

Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de perda por evaporação - Noack.

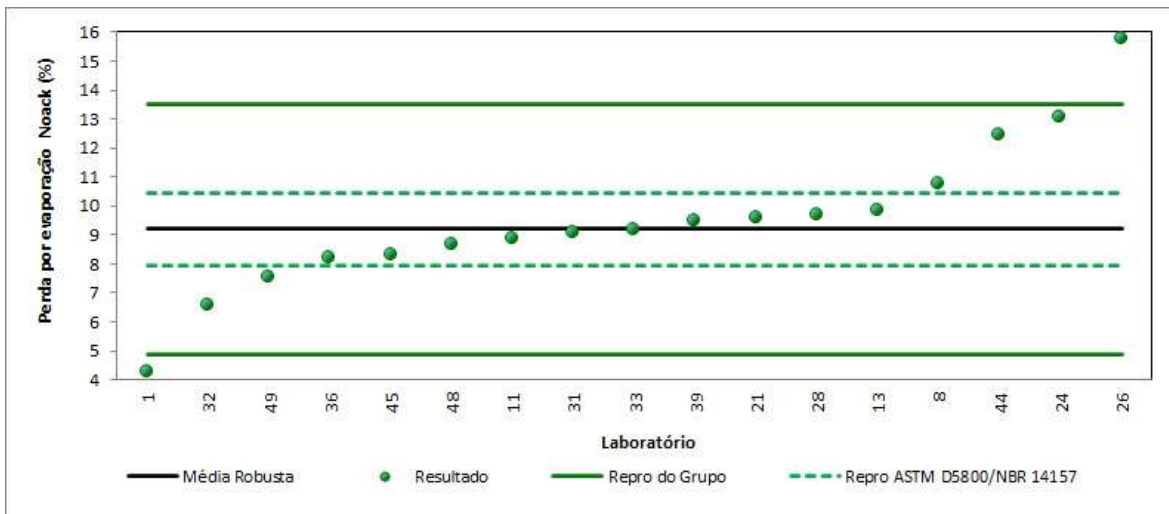
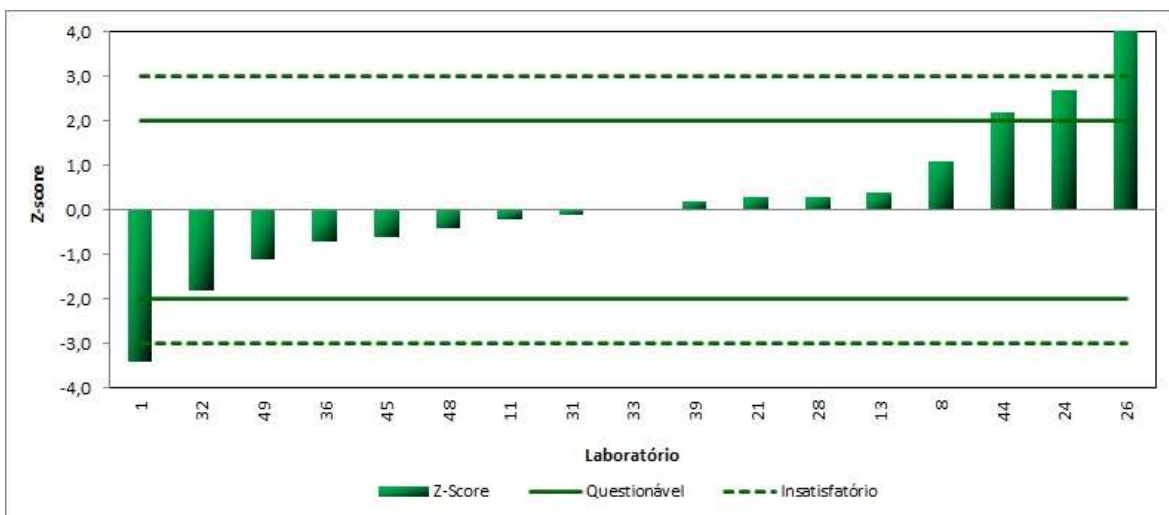


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Perda por Evaporação – Noack.



3.2.9 – Estabilidade ao Cisalhamento - Perda

Normas: NBR 14325/ASTM D6278/D7109

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
36	9,36	-3,26	-1,49	
8	9,41	-3,22	-1,47	
19	10,29	-2,34	-1,07	
33	12,31	-0,32	-0,15	
1	12,32	-0,31	-0,14	
13	12,50	-0,12	-0,06	
21	12,57	-0,06	-0,03	
39	12,65	0,03	0,01	
44	13,63	1,01	0,46	
32	13,92	1,30	0,59	
11	14,08	1,46	0,67	
28	15,17	2,55	1,16	
26	19,79	7,17	3,28	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	11
Média Robusta	12,62
Desvio Padrão Robusto	2,19
Mediana	12,57
Média Aritmética	12,92
Desvio Padrão Aritmético	2,71
Repro do grupo	6,74
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	19,18
3 sigma Abaixo	6,06

Figura 17. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de estabilidade ao cisalhamento - perda

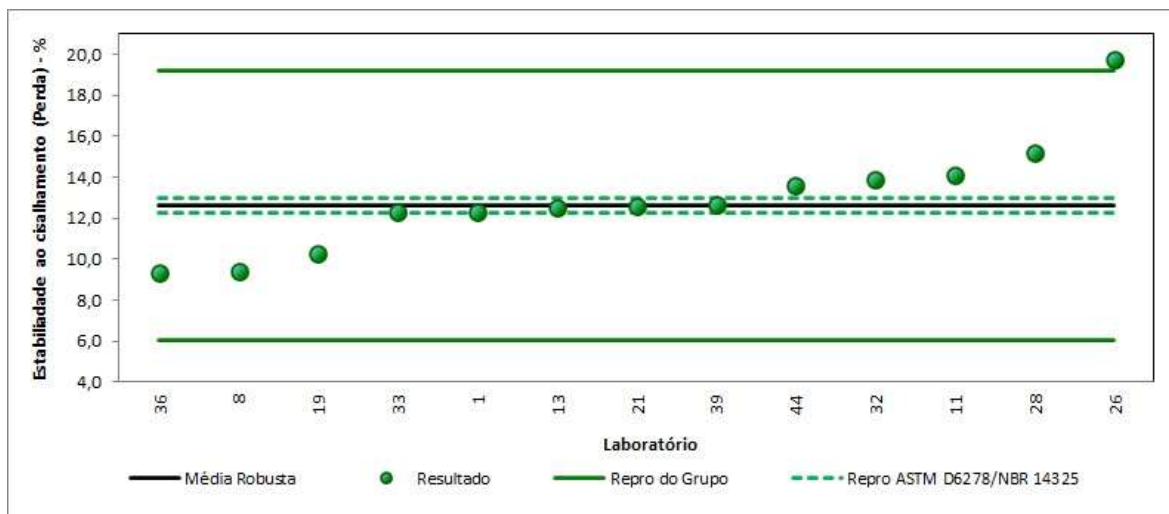
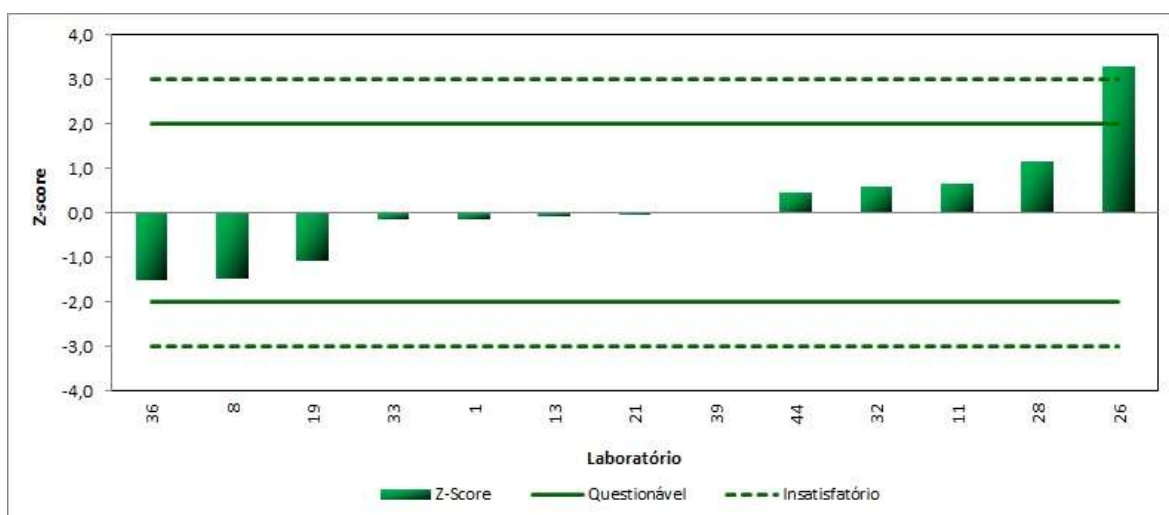


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Estabilidade ao cisalhamento - perda.



Observação 6: A viscosidade do óleo após cisalhamento deve ser medida no mesmo tubo viscosimétrico utilizado na análise do óleo sem cisalhar. Assim, caso o tubo viscosimétrico apresente tendências, essas não interferirão no cálculo da perda, visto que tanto o resultado de viscosidade inicial quanto o final apresentaram a mesma tendência para mais ou menos. Por isso, o fato de um laboratório apresentar resultado insatisfatório ou questionável na medida da viscosidade cinemática a 100°C não necessariamente implica que este obterá o mesmo resultado no parâmetro perda de viscosidade.

3.2.10 - Cálcio

Normas: NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
11	0,168	-0,046	-6,60	Insatisfatório
1	0,192	-0,022	-3,10	Insatisfatório
41	0,202	-0,012	-1,70	
36	0,203	-0,012	-1,60	
19	0,206	-0,009	-1,20	
15	0,207	-0,007	-1,00	
35	0,208	-0,006	-0,80	
46	0,209	-0,006	-0,80	
12	0,209	-0,005	-0,70	
17	0,211	-0,004	-0,50	
33	0,211	-0,004	-0,50	
29	0,211	-0,003	-0,40	
13	0,212	-0,002	-0,30	
39	0,213	-0,002	-0,20	
30	0,213	-0,001	-0,10	
28	0,213	-0,001	-0,10	
49	0,215	0,001	0,10	
5	0,215	0,001	0,10	
26	0,216	0,002	0,30	
48	0,216	0,002	0,30	
14	0,217	0,003	0,40	
34	0,217	0,003	0,40	
40	0,217	0,003	0,40	
24	0,218	0,004	0,60	
8	0,219	0,005	0,60	
32	0,220	0,006	0,80	
31	0,220	0,006	0,90	
4	0,221	0,007	1,00	
22	0,222	0,008	1,10	
21	0,222	0,008	1,20	
51	0,222	0,008	1,20	
20	0,255	0,041	5,90	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	0,214
Desvio Padrão Robusto	0,007
Mediana	0,214
Média Aritmética	0,213
Desvio Padrão Aritmético	0,013
Repro do grupo	0,020
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,235
3 sigma Abaixo	0,193

Figura 19. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor Cálcio.

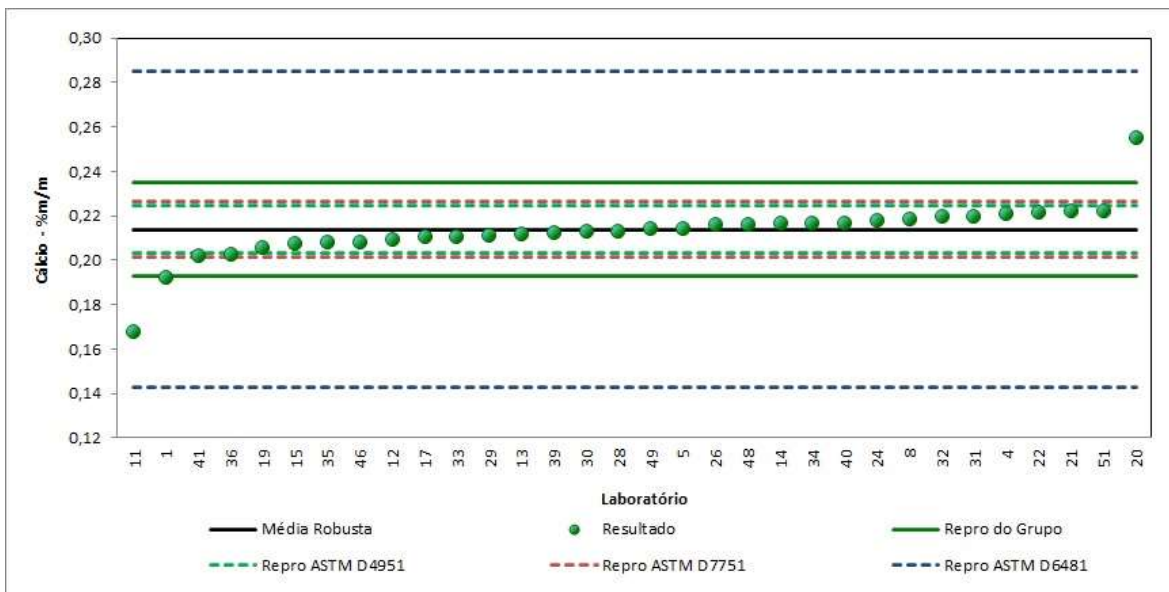
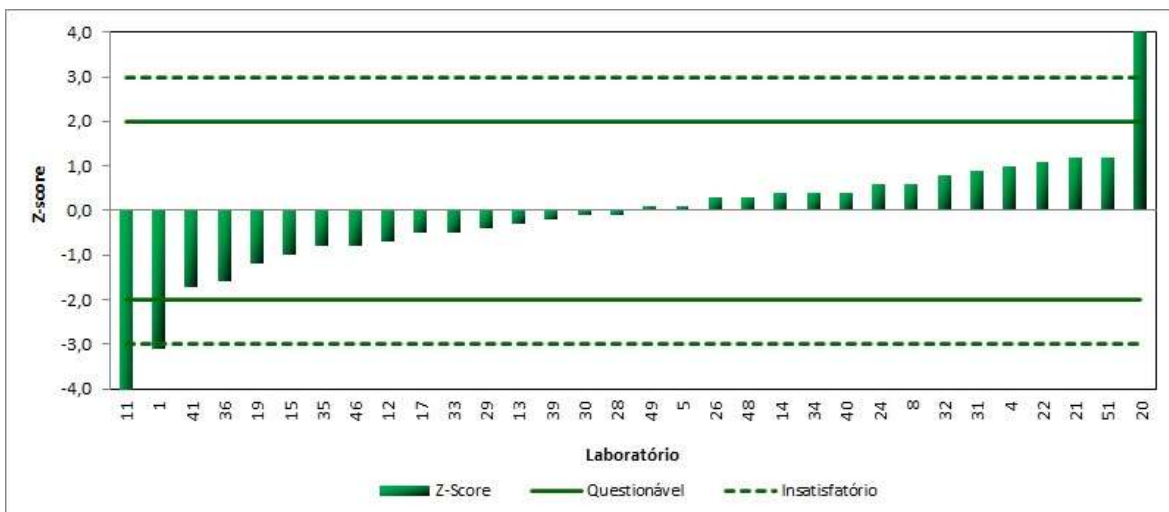


Figura 20. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.



3.2.11 - Zinco

Normas: NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
1	0,097	-0,012	-2,70	Questionável
11	0,098	-0,011	-2,50	Questionável
30	0,102	-0,007	-1,60	
41	0,102	-0,007	-1,60	
15	0,102	-0,006	-1,50	
5	0,102	-0,006	-1,40	
31	0,105	-0,004	-0,90	
8	0,106	-0,002	-0,60	
12	0,106	-0,002	-0,50	
29	0,106	-0,002	-0,50	
49	0,107	-0,002	-0,50	
14	0,107	-0,001	-0,30	
24	0,107	-0,001	-0,30	
40	0,107	-0,001	-0,30	
35	0,108	0,000	-0,10	
17	0,109	0,000	0,00	
19	0,109	0,000	0,00	
46	0,109	0,000	0,00	
4	0,109	0,001	0,10	
33	0,110	0,001	0,20	
34	0,110	0,002	0,40	
21	0,110	0,002	0,40	
36	0,111	0,002	0,50	
39	0,111	0,002	0,50	
28	0,113	0,004	1,00	
13	0,113	0,005	1,10	
32	0,113	0,005	1,20	
51	0,115	0,006	1,50	
26	0,115	0,007	1,50	
48	0,115	0,007	1,50	
22	0,115	0,007	1,60	
20	0,142	0,034	7,80	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	0,108
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,109
Média Aritmética	0,109
Desvio Padrão Aritmético	0,008
Repro do grupo	0,012
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,121
3 sigma Abaixo	0,096

Figura 21. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio teor de Zinco.

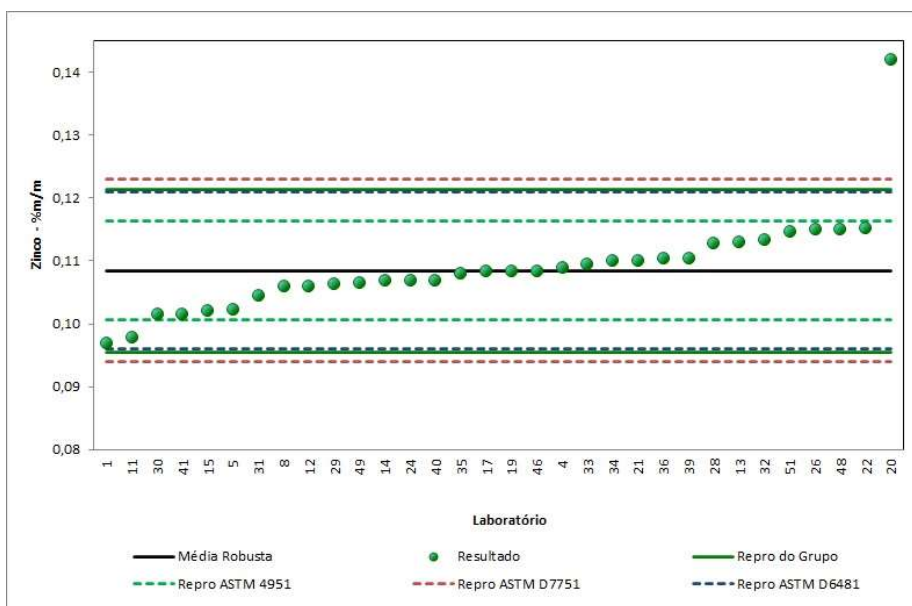
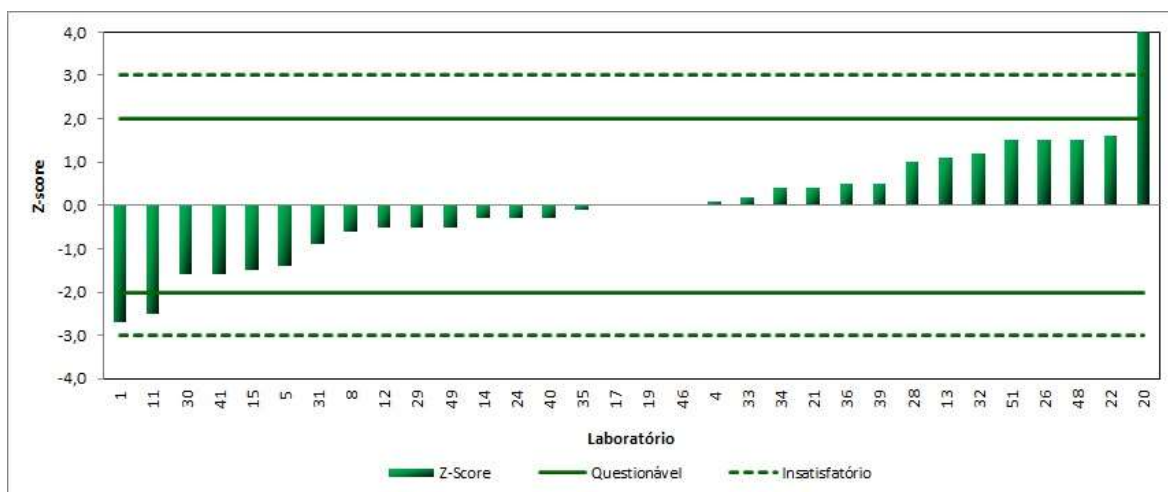


Figura 22. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco.



3.2.12 - Enxofre

Normas: NBR 14786/14533 / ASTM D4951/D6481/D4294/D2622/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
4	0,063	-0,415	-11,70	Insatisfatório
26	0,297	-0,182	-5,10	Insatisfatório
22	0,375	-0,103	-2,90	Questionável
17	0,384	-0,095	-2,70	Questionável
20	0,393	-0,085	-2,40	Questionável
15	0,444	-0,034	-1,00	
29	0,447	-0,031	-0,90	
36	0,460	-0,018	-0,50	
5	0,475	-0,003	-0,10	
33	0,478	0,000	0,00	
32	0,481	0,003	0,10	
1	0,481	0,003	0,10	
12	0,482	0,004	0,10	
40	0,483	0,005	0,10	
35	0,488	0,010	0,30	
49	0,488	0,010	0,30	
28	0,490	0,012	0,30	
34	0,491	0,013	0,40	
39	0,491	0,013	0,40	
8	0,496	0,018	0,50	
21	0,507	0,029	0,80	
51	0,511	0,033	0,90	
24	0,537	0,059	1,70	
46	0,567	0,089	2,50	Questionável
11	0,577	0,099	2,80	Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	0,478
Desvio Padrão Robusto	0,036
Mediana	0,482
Média Aritmética	0,455
Desvio Padrão Aritmético	0,101
Repro do grupo	0,104
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,585
3 sigma Abaixo	0,371

Figura 23. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Enxofre.

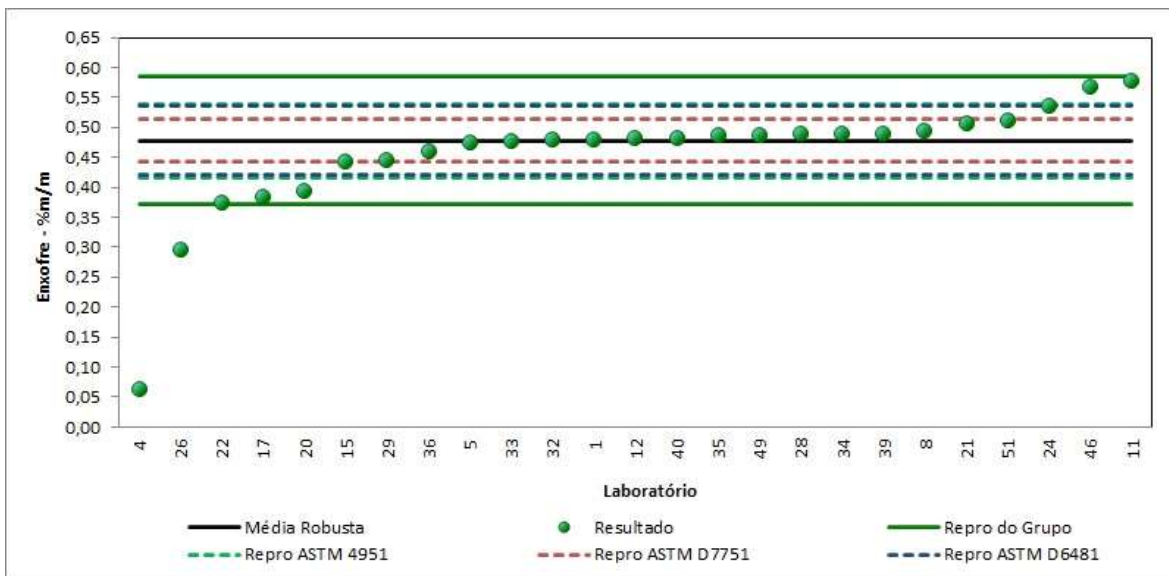
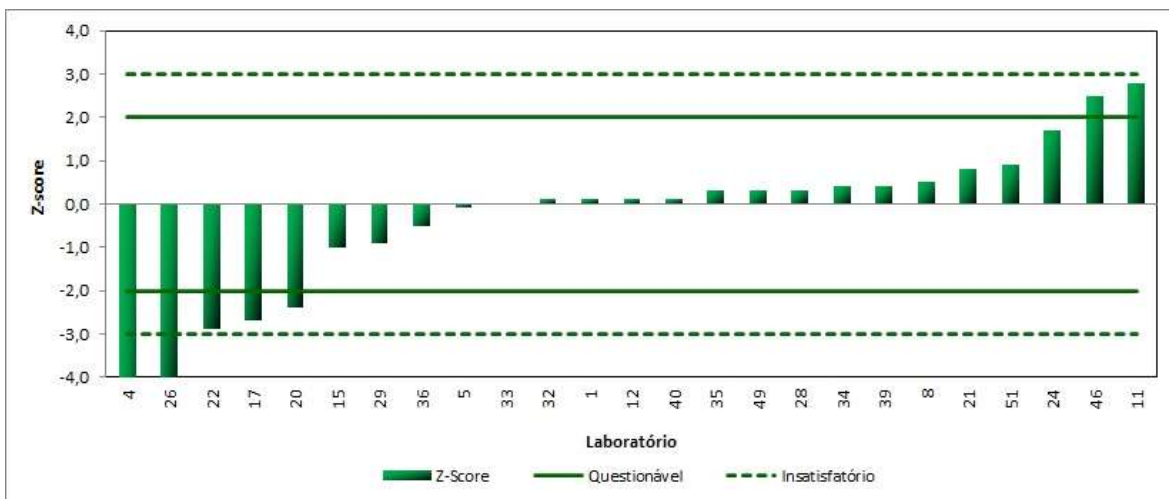


Figura 24. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre.



Observação 7: O laboratório 41 foi excluído do tratamento estatístico, pois o resultado era discrepante em relação aos demais.

3.2.13 - Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
4	0,074	-0,023	-6,00	Insatisfatório
5	0,083	-0,014	-3,60	Insatisfatório
11	0,087	-0,010	-2,70	Questionável
1	0,090	-0,007	-1,80	
15	0,090	-0,007	-1,80	
30	0,093	-0,004	-1,00	
19	0,094	-0,003	-0,80	
12	0,095	-0,002	-0,60	
28	0,095	-0,002	-0,60	
41	0,096	-0,001	-0,30	
40	0,096	-0,001	-0,30	
17	0,097	-0,001	-0,10	
24	0,097	-0,001	-0,10	
49	0,097	-0,001	-0,10	
33	0,097	0,000	0,00	
35	0,097	0,000	0,00	
13	0,098	0,000	0,10	
34	0,098	0,000	0,10	
32	0,098	0,001	0,20	
51	0,098	0,001	0,30	
36	0,098	0,001	0,40	
21	0,099	0,002	0,50	
39	0,099	0,002	0,50	
48	0,100	0,002	0,60	
29	0,101	0,004	0,90	
46	0,103	0,005	1,40	
20	0,106	0,009	2,30	Questionável
8	0,108	0,010	2,70	Questionável
26	0,112	0,015	3,90	Insatisfatório
22	0,121	0,024	6,20	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	23
Média Robusta	0,097
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,097
Média Aritmética	0,097
Desvio Padrão Aritmético	0,008
Repro do grupo	0,011
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,109
3 sigma Abaixo	0,085

Figura 25. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.

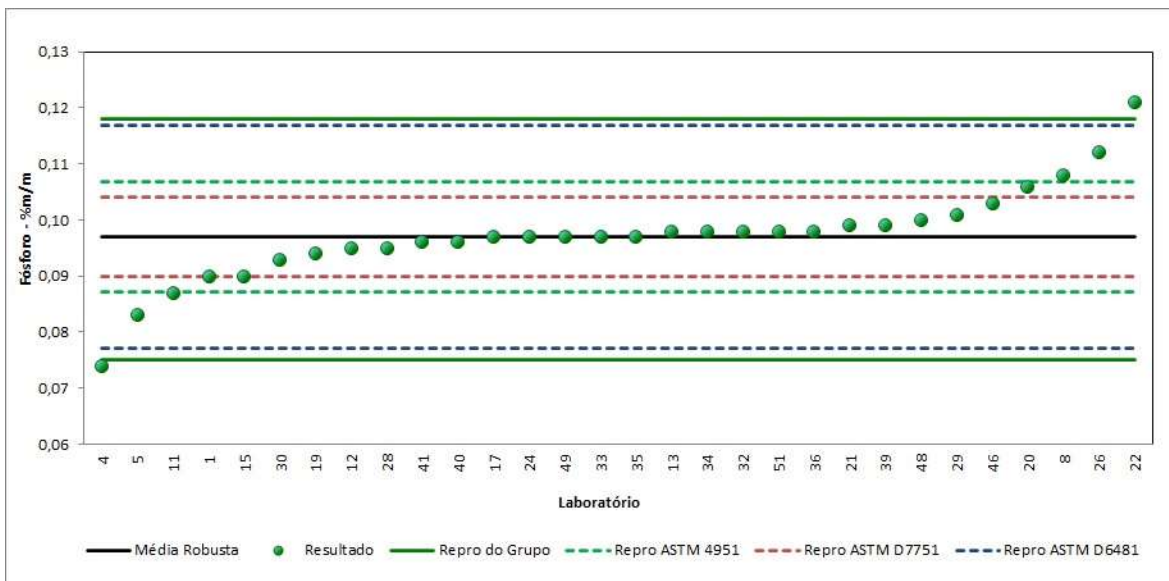
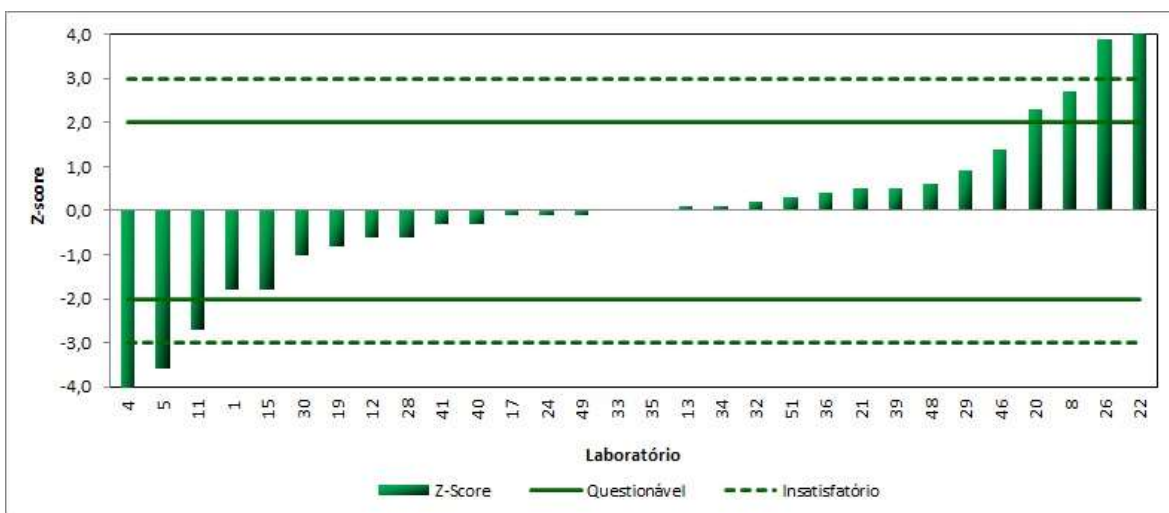


Figura 26. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.



3.2.14 – Magnésio

Normas: NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/ D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
5	0,011	0,00	-1,98	
41	0,012	0,00	-1,50	
24	0,014	0,00	-0,69	
48	0,014	0,00	-0,69	
11	0,015	0,00	-0,43	
34	0,015	0,00	-0,29	
51	0,015	0,00	-0,15	
32	0,016	0,00	-0,09	
21	0,016	0,00	0,11	
30	0,016	0,00	0,11	
20	0,017	0,00	0,51	
13	0,018	0,00	0,72	
14	0,020	0,00	1,52	
4	0,020	0,00	1,72	
1	0,074	0,06	23,62	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	14
Média Robusta	0,02
Desvio Padrão Robusto	0,00
Mediana	0,02
Média Aritmética	0,02
Desvio Padrão Aritmético	0,02
Reprodutibilidade do grupo	0,01
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,02
3 sigma Abaixo	0,01

Figura 27. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Magnésio.

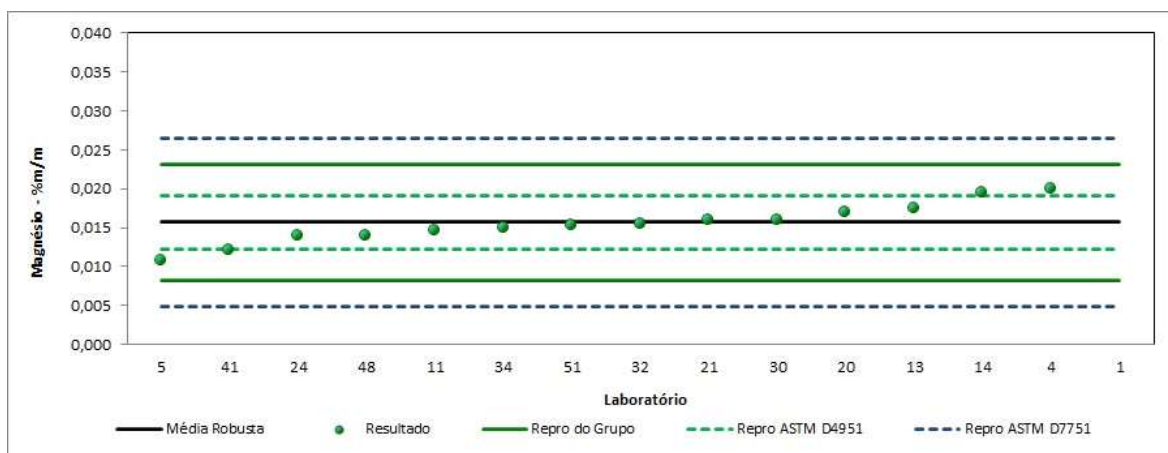
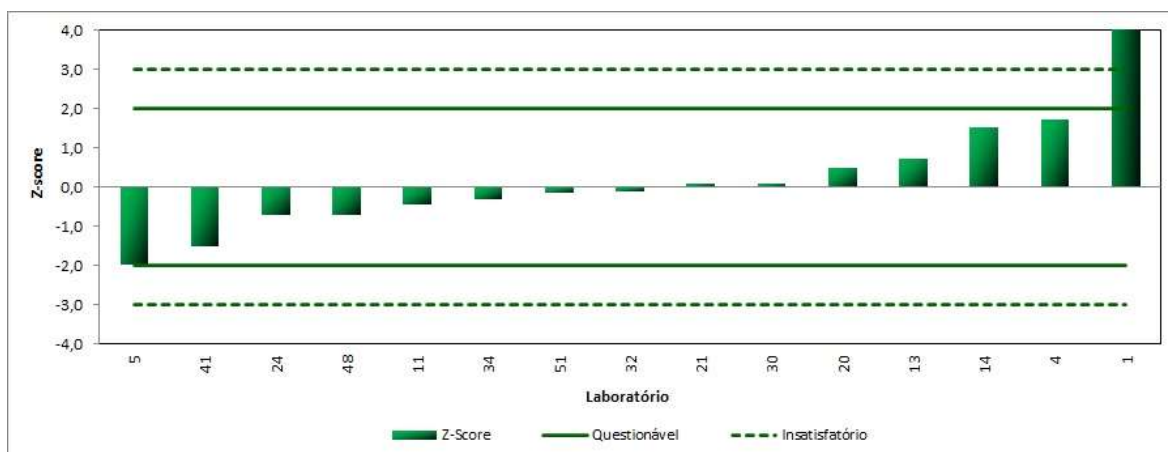


Figura 28. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Magnésio.



Observação 8: O laboratório 1 foi excluído da escala do gráfico da figura 1 para facilitar a visualização.

Observação 9: A amostra não foi dopada com magnésio, mas parte dos óleos lubrificantes utilizados no preparo continham esse elemento. Assim, optou-se por realizar o tratamento estatístico apesar dos resultados de parte dos laboratórios serem abaixo das faixas de trabalho dos métodos avaliados e possivelmente próximos dos limites de detecção/quantificação dos laboratórios. Dessa forma, os laboratórios devem avaliar criticamente esses resultados e usá-los para auxiliar na determinação dos limites de quantificação de seus métodos.

3.2.15 – Molibdênio

Normas: NBR 14786/ ASTM D4951/ D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
41	0,0041	-0,002	-1,6	
5	0,0045	-0,002	-1,3	
14	0,0045	-0,002	-1,3	
1	0,0046	-0,001	-1,2	
19	0,0055	-0,001	-0,5	
4	0,0060	0,000	-0,1	
24	0,0060	0,000	-0,1	
48	0,0060	0,000	-0,1	
32	0,0062	0,000	0,0	
33	0,0065	0,000	0,3	
35	0,0065	0,000	0,3	
51	0,0067	0,001	0,4	
21	0,0069	0,001	0,6	
30	0,0070	0,001	0,7	
34	0,0070	0,001	0,7	
20	0,0080	0,002	1,5	
13	0,0090	0,003	2,3	Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	16
Média Robusta	0,006
Desvio Padrão Robusto	0,001
Mediana	0,006
Média Aritmética	0,006
Desvio Padrão Aritmético	0,001
Repro do grupo	0,004
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,010
3 sigma Abaixo	0,002

Figura 29. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Molibdênio.

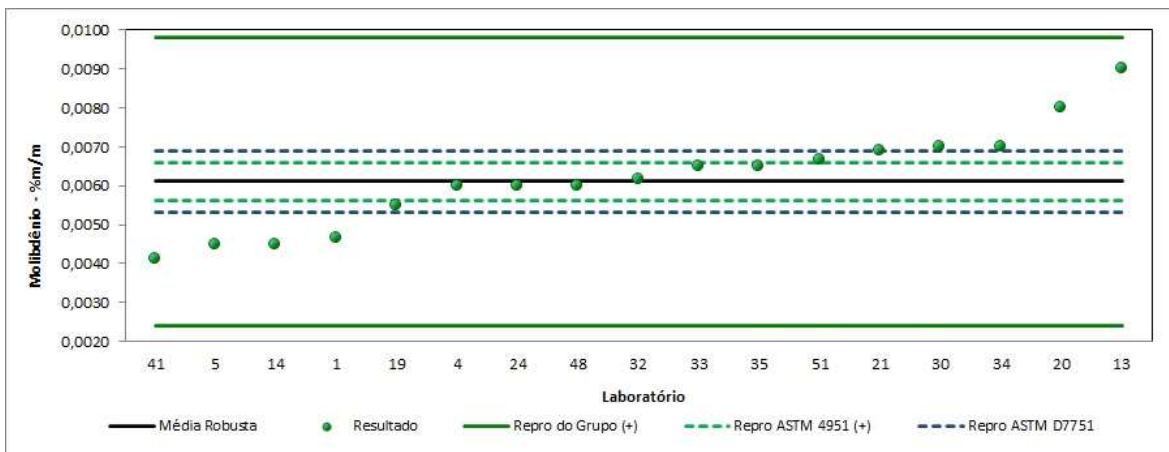
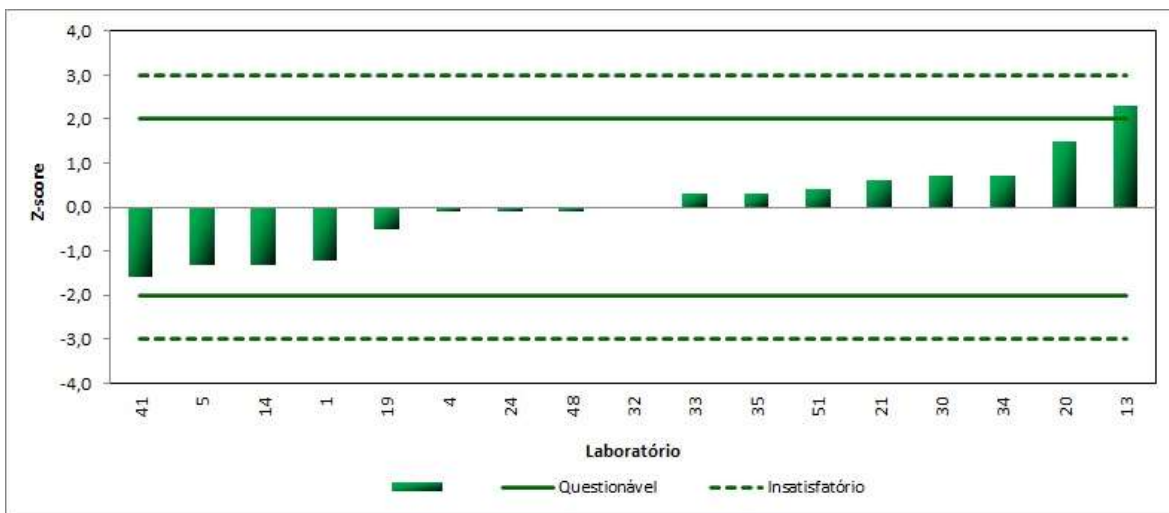


Figura 30. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Molibdênio.



Observação 10: O laboratório 22 foi excluído do tratamento estatístico, pois o resultado era discrepante em relação aos demais.

3.3 – Avaliação do ensaio Viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS

Normas: ASTM D4741/ D5481/D4683

Somente um laboratório reportou resultado para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS, por isso não foi possível a realização do tratamento estatístico. O resultado recebido está disposto na Tabela 11.

Por se tratar de uma amostra 15W40, o resultado obtido foi considerado coerente.

Tabela 11. Resultados por laboratório para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS

Laboratório	Resultado (mPa.s)
32	4,3

3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

Normas: ASTM D892/NBR 14235

Neste ensaio, o laboratório participante deveria reportar os valores encontrados para a **tendência** de formação de espuma, ou seja, o volume de espuma observado ao cessar o fluxo de gás no sistema.

Dezessete laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Observou-se que os resultados enviados podem ser divididos em dois grupos, havendo a suspeita de que parte do grupo reportou a **estabilidade** em lugar da **tendência**. Por isso, optou-se por não realizar análise a avaliação de desempenho dos participantes com base nos valores apresentados. A título de comparação, os valores reportados estão dispostos na Tabela 12, em ordem crescente.

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de Espuma Sequência II - Tendência

Laboratório	Resultado (ml)
24	0
33	0
40	0
12	10
31	20
46	20
8	25
17	30
35	30
34	100
44	110
36	130
32	250
48	300
21	330
45	330
39	340

3.5 – Avaliação do ensaio de teor de Boro

Normas: NBR 14786/ASTM D4951

Somente 5 laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de Boro. Com base na quantidade de reportes, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 13.

Tabela 13. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Boro

Laboratório	Resultado (%m/m)
41	0,002
51	0,003
48	0,004
30	0,004
32	0,005

3.6 – Avaliação do ensaio de nitrogênio

Normas: ASTM D5291/NBR 5762

Apenas dois laboratórios reportaram resultados para o ensaio de nitrogênio. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico para o ensaio. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 14

Tabela 14. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de nitrogênio.

Laboratório	Resultado (% m/m)
9	0,210
13	0,060

3.7 – Avaliação do ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)

Normas ASTM D4684

Apenas um laboratório reportou resultado para o ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. O resultado recebido está disposto na Tabela 15.

Tabela 15. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura

Laboratório	Resultado (mPa.s)
32	80547

3.8 – Avaliação do ensaio cinzas sulfatadas

Normas ASTM D874

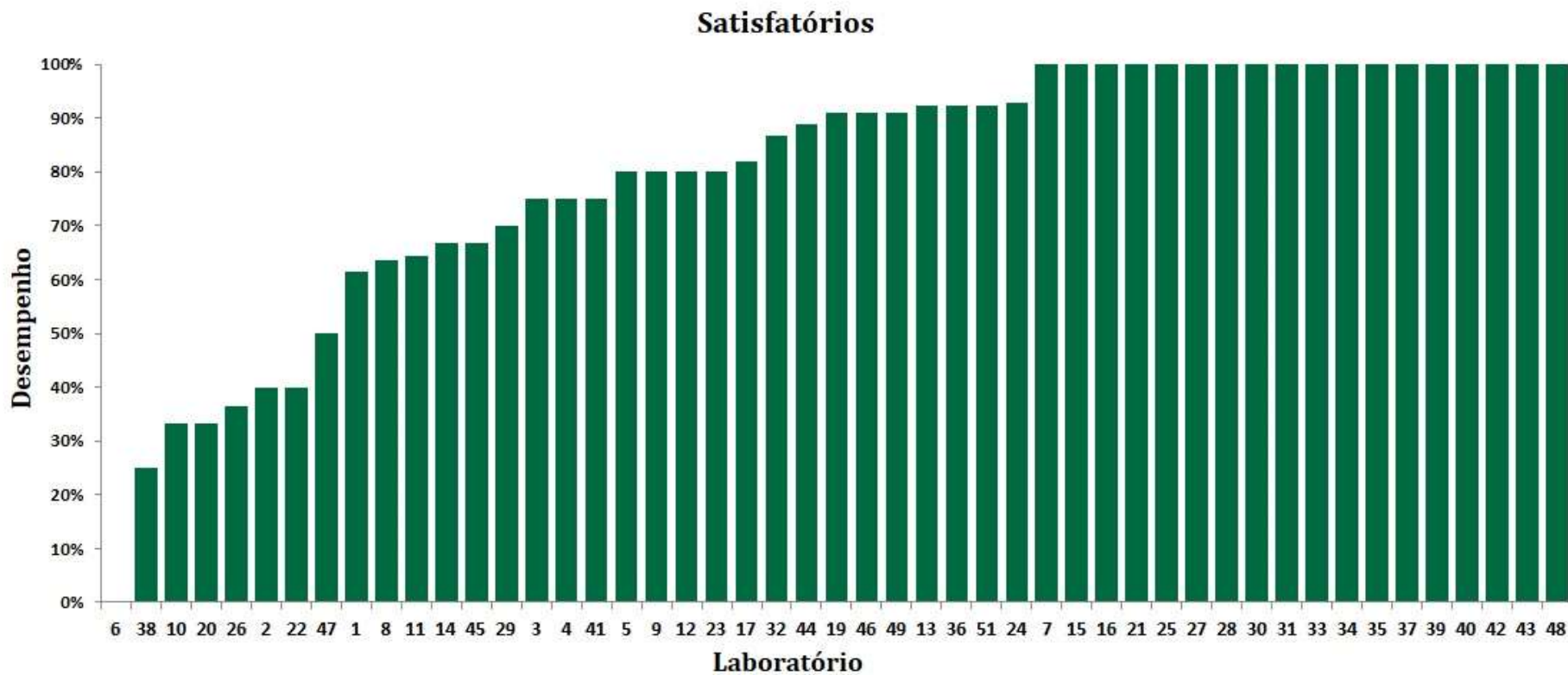
Apenas nove laboratórios reportaram resultados para o ensaio de cinzas sulfatadas. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 16. Pela observação dos resultados, recomenda-se que o laboratório 41 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

Tabela 16. Resultados por laboratório para o ensaio de cinzas sulfatadas (%m/m)

Laboratório	Resultado (% m/m)
41	0,00
20	0,84
43	0,91
32	0,94
13	0,97
48	0,97
45	0,98
2	0,98
39	1,02

3.9 – Gráficos de desempenho

Figura 31. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



Dezoito participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram.

Figura 32. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

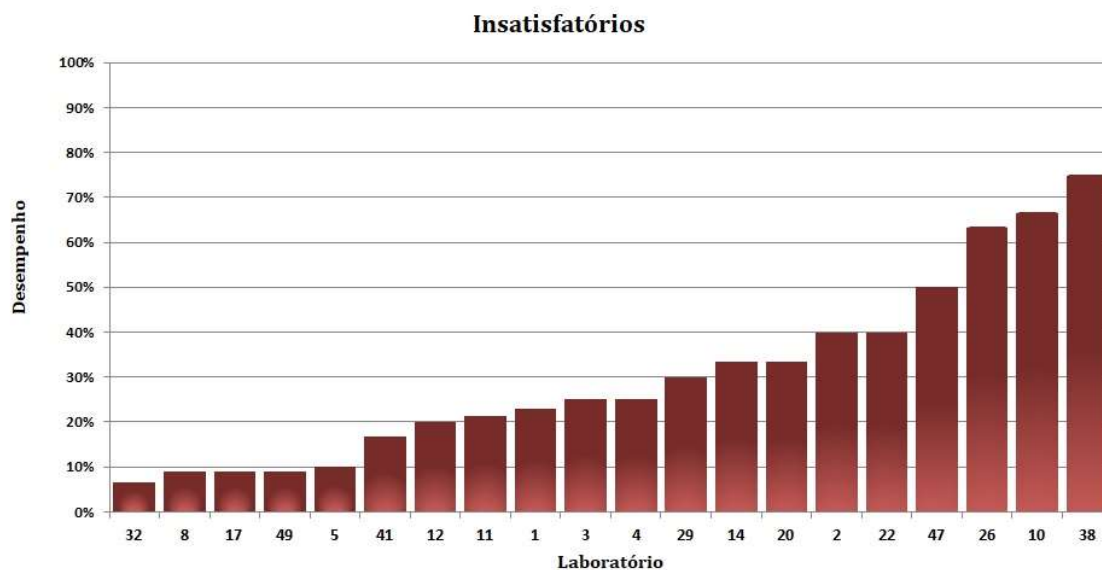
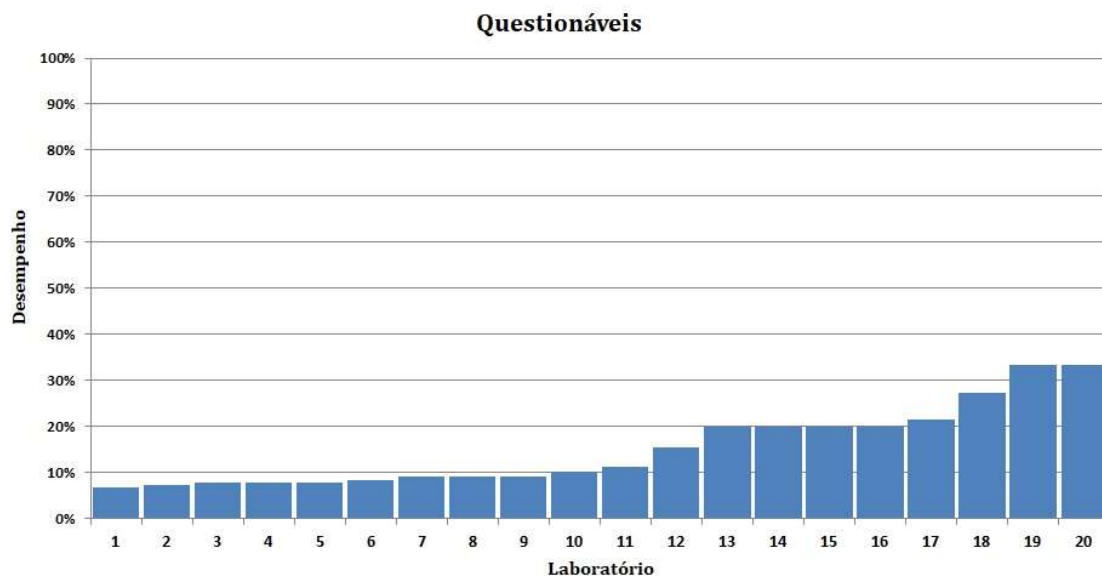


Figura 33. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



Recomendamos que os representantes dos laboratórios com alta porcentagem de resultados questionáveis e insatisfatórios leiam a seção 4.2 – Recomendações.

4 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

4.1. Resumo do tratamento estatístico

Ensaio	Unidade	Nº de Resultados Satisfatórios	Média Robusta	Desvio Padrão Robusto	Mediana	Média Aritmética	Desvio Padrão Aritmético	Repro do grupo	Intervalos do Grupo	
									3 sigma acima	3 sigma abaixo
Viscosidade Cinemática a 100°C	mm ² /s (cSt)	36	15,33	0,16	15,36	15,52	1,94	0,46	15,81	14,85
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm ² /s (cSt)	39	115,21	0,99	115,51	114,46	3,33	2,81	118,17	112,25
Índice de Viscosidade	Adimensional	33	139,15	1,73	139,00	140,76	10,83	4,94	144,35	133,96
Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS	mPa.s	21	6426	197	6415	6414	199	580	7018	5835
Ponto de Fulgor	°C	34	230,3	6,8	230,0	229,7	11,6	19,4	250,7	210,0
Ponto de Fluidez	°C	28	-30	2	-30	-30	3	7	-23	-37
Perda por Evaporação - NOACK	%	13	9,2	1,4	9,2	9,5	2,6	4,3	13,5	4,9
IBN - TBN	mg KOH/g	18	7,70	0,30	7,70	7,59	1,03	0,89	8,61	6,79
Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	% m/m	11	12,62	2,19	12,565	12,92	2,71	6,74	19,18	6,06
Cálcio	% m/m	29	0,214	0,007	0,214	0,213	0,013	0,020	0,235	0,193
Zinco	% m/m	29	0,108	0,004	0,109	0,109	0,008	0,012	0,121	0,096
Enxofre	% m/m	18	0,478	0,036	0,482	0,455	0,101	0,104	0,585	0,371
Magnésio	% m/m	14	0,016	0,002	0,016	0,019	0,015	0,008	0,023	0,008
Fósforo	% m/m	23	0,097	0,004	0,097	0,097	0,008	0,011	0,109	0,085
Molibdênio	% m/m	16	0,006	0,001	0,006	0,006	0,001	0,004	0,010	0,002

4.2. Recomendações

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

- Investigar possíveis causas de eventuais desvios da idealidade;
- Verificar se o protocolo do Programa Interlaboratorial foi seguido, principalmente quanto a data de realização dos ensaios e a realização dos ensaios em duplicatas reais.
- Analisar criticamente os resultados tais como: erros de digitação, transcrição, unidades e cálculos;
- Verificar os equipamentos utilizados, bem como as condições ambientais do teste, padrões empregados, calibrações;
- Assegurar-se de sempre utilizar a versão mais atualizada do método ou norma para cada ensaio;
- Realizar verificações periódicas com materiais de referência certificados para assegurar a confiabilidade metrológica do ensaio;
- Providenciar treinamento para os analistas novos e, se necessário, promover cursos de aperfeiçoamento para os analistas experientes;
- Adotar cartas de controle para os equipamentos de análise.

Para os laboratórios que tiveram os resultados considerados satisfatórios e que participaram de várias rodadas do programa, é possível analisar os sinais dos z-scores obtidos nas participações anteriores, por exemplo caso tenham ocorrido alterações entre valores positivos e negativos. Muitos escores positivos ou negativos em sequência podem indicar erros sistemáticos dos sistemas de medição, tendência positiva ou negativa, que geralmente pode ser corrigida com ações técnicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ABNT NBR ISO/IEC 17043:2022. Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência (2022);
- [2] ISO 13528:2015. Statistical Methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons (2016);
- [3] PD ISO Guide 30:2015. Reference Materials – Selected Terms and Definitions (2015).