

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

11ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial
de Lubrificantes
PIL – 11ª 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

Maristela Lopes Silva Melo – Coordenadora de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Helena Silva Pereira Carneiro

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Pabline Oliveira Xavier

Bruna Sequins de Paula

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Felipe Feitosa de Oliveira

Graziele Duarte Colbano

Gabrielle Maria Silva Cavalheiro

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Helena Silva Pereira Carneiro

Larissa Cavalcante Antunes

Luiz Filipe Paiva Brandão

Maria da Conceição Carvalho França

Maristela Lopes Silva Melo

Sumário

1. VISÃO GERAL	6
1.1 Objetivos.....	6
1.2 Instituições Participantes	6
2. METODOLOGIA.....	7
2.1 Amostras	7
2.2 Identificação dos participantes.....	7
2.3 Sigilo de participação	7
2.4 Homogeneidade	7
2.5 Método de obtenção do valor designado.....	8
2.6 Avaliação do desempenho do participante.....	8
3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO	9
3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos.....	9
3.2 Estatística robusta	15
3.3 Avaliação do ensaio de Demulsibilidade.....	33
3.4 Avaliação do ensaio de Espuma.....	34
3.5 Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas	35
3.6 Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball	35
3.7 Avaliação do ensaio de teor de água – Karl Fisher	36
3.8 Avaliação do ensaio de nitrogênio	37
3.9 Avaliação do ensaio de magnésio	37
3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio.....	37
3.11 – Avaliação do ensaio de boro.....	37
3.12 – Avaliação do ensaio de cálcio	37
3.13 – Avaliação do ensaio de zinco	38
3.14 – Avaliação do ensaio de corrosividade ao cobre 3h 100 °C	38
3.15 – Gráficos de desempenho.....	40
4. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	42
4.1 Resumo do tratamento estatístico.....	42
4.2 Recomendações.....	43
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44

1ª versão – Data de publicação 19 de dezembro de 2023

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

O CPT/ANP agradece à **PETRONAS LUBRIFICANTES** pela gentileza no fornecimento da amostra utilizada nessa edição.

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 nona 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, todas as instituições participantes na 11ª edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes.

- AFTON CHEMICAL INDÚSTRIA DE ADITIVOS LTDA.
- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS - ANP
- ARBUZ QUIMICA LTDA
- BIOENERGÉTICA VALE DO PARACATU S.A
- CBDL INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA
- CHEMLUB PRODUTOS QUÍMICOS LTDA.
- COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADES - MOOVE
- ELUS SERVIÇOS DE INSTRUMENTAÇÃO LTDA
- ENERGIS 8 AGROQUIMICA LTDA
- ENERGIS8 INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ENERGY PETRO INDUSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- FALUB INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- FUCHS LUBRIFICANTES DO BRASIL LTDA
- FUNDAÇÃO DE APOIO A SERVIÇOS TÉCNICOS, ENSINO E FOMENTO À PESQUISA
- FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA
- FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP - FUNDUNESP
- GC. INDUSTRIAL IMPORTADORA E EXPORTADORA DE LUBRIFICANTES LTDA
- GT OIL DO BRASIL-EIRELI
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A
- INFRALUB LABORATORIO LTDA
- INGRAX INDUSTRIA E COMERCIO DE GRAXAS S.A.
- IPS - INDUSTRIA PETROQUIMICA DO SUL
- LUBRIFICANTES FENIX LTDA
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS LTDA
- P. PRADO SOUSA LUBRIFICANTES LTDA
- PAX LUBRIFICANTES LTDA

- PETROBRAS - PETRÓLEO BRASILEIRO SA
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL S/A
- PROMAX PRODUTOS MÁXIMOS S/A INDÚSTRIA E COMÉRCIO
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
- SR III INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- TAMCO LUBRIFICANTES E DERIVADOS LTDA
- TECLUB INDUSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- TEXSA DO BRASIL LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
- VIBRA ENERGIA S/A

2. METODOLOGIA

2.1 Amostras

A amostra de óleo para compressor foi fornecida por um produtor autorizado pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis.

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

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 para compressor	VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 40°C	ASTM D7042
	VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 100°C	ASTM D7042

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	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez
Unidade	mm ² /s (cSt)	mm ² /s (cSt)	Adimensional	°C	°C
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 11341	NBR 11349 NBR 15468
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D 2270	ASTM D92	ASTM D97/D5950/ D7346
1	8,08	46,52	147	244,0	
2	8,15	47,02	147	241,5	-40
4	8,05	46,85	144	221,0	
5	8,36	48,82	147		-39
6	8,16	46,99	147	242,0	-42
8	8,07	46,50	147		
9	8,09	47,34	144	241,0	-39
10	8,12	47,87	143	257,5	-30
12	8,14	47,28	146	237,0	-39
13	47,35	11,20	239	237,0	-39
14	8,12	47,04	146	240,0	-42
15	7,57	47,41	125	241,3	
17	8,13	47,39	144	242,0	-36
18	8,12	46,69	148		
19	8,11	46,98	146	239,0	-36
20	47,73			238,4	-42
21	8,43	47,39	156	229,0	-42
22	8,26	47,91	134	236,0	-42
23	7,98	47,18	141	239,0	
24	8,10	47,19	145	243,0	
25	8,26	47,77	148	248,0	-39
26			142	239,0	
27	8,09	47,02	145	254,0	
30	8,02	46,47	144	237,5	-39
31	8,13	46,96	146	243,0	
32	8,13	47,30	146	242,0	-38
33	8,14	46,30	150		
35	8,11	47,03	146	246,0	-40
36	8,17	47,33	146	247,0	-42
37	8,08	47,15	148	240,5	-42
38					
39	8,12	46,99	147	242,0	
40	8,08	47,20			
41	8,13	46,77	148	231,0	
42	8,15	47,32			
43	8,27	47,35	146	240,0	-44
44	8,30			239,0	
45	8,13	47,08	146		-40
46	7,77	48,77	127	239,5	
47	8,15	47,18	147	243,0	-39
49	8,13	47,36	145	250,3	-30

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

Ensaio	Demulsibilidade - óleo	Demulsibilidade - água	Demulsibilidade - emulsão	Demulsibilidade - tempo	Espuma - Sequência II - TENDÊNCIA
Unidade	mL	mL	mL	min	mL
Metodologia	NBR 14172	NBR 14172	NBR 14172	NBR 14172	NBR 14235
	ASTM D1404	ASTM D1404	ASTM D1404	ASTM D1404	ASTM D892
1					
2					
4	39	38	3	30	
5	40	40	0	30	
6					
8					
9	43	37	0	30	0
10					
12	40	40	1	30	55
13	40	40	0	4	
14	40	40	0	20	20
15					
17	40	40	0	15	30
18	38	42	0	20	10
19	40	40	0	11	0
20	40	40	0	15	10
21	40	40	0	20	
22					
23					
24					
25	40	40	0	18	10
26	40	40	0	30	
27					
30	1	38	42	30	
31					
32	41	39	0	15	
33					
35	41	39	0	20	10
36					
37	41	39	0	20	20
38					
39					
40					
41	41	39	1	20	10
42					
43	42	39	0	25	10
44					
45					
46					
47	41	39	0	30	0
49	40	30	10	30	10

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

Ensaio	IAT	Teor de água Karl Fischer	Massa específica a 20°C	Desgaste em 4 esferas	Four Ball	Corrosividade ao cobre
Unidade	mgKOH/g	% m/m	g/mL	mm	kgf	-
Metodologia	NBR 14448 NBR 14248	NBR 14325	NBR 14065	-	NBR 15353	NBR 14359
		ASTM D6278/D7109	ASTM D4052	ASTM D4172	ASTM D2783	ASTM D130
1						1a
2	0,1	0,00	840,1050	0,79	126	1b
4	0,1		0,8401			1a
5						1a
6	0,3	0,01	0,8399			1a
8	0,1	0,00	0,8404			1a
9	0,1		0,8400			1a
10	0,1		0,8400			
12	0,1		0,8402			1a
13	0,3		0,8350			1a
14	0,1	0,00	0,8400	0,51	126	1a
15						
17	0,3					1b
18	0,1	0,01		1,20		1b
19						
20	0,1		0,8407		126	1a
21			0,8395			
22	0,1	0,00	0,8402			
23	0,1	0,01	0,8410			1a
24	0,2	1,35	0,8402			
25						1b
26	0,1	205,00	0,8385			1b
27	0,1	0,00	0,8400			1a
30						
31			0,8402			1a
32	0,1		0,8403			1b
33	0,2		0,8403			
35	0,1	0,00	0,8402	0,59		1a
36		0,00	0,8403			
37	0,2	0,01	0,8437	0,47	80	1b
38	0,2	0,04	0,8401			1a
39	0,4	0,00				1a
40						
41	0,1					1a
42		33,65	0,8402			1a
43	0,1	0,00	0,8405			1b
44		0,00				
45			0,8401			1a
46						1a
47	0,1		0,8404		126	
49	0,2		0,8414			1a

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

Ensaio	Cálcio	Enxofre	Fósforo	Zinco	Magnésio	Molibdênio	Boro	Nitrogênio
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 NBR 14066 ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	NBR 14786 NBR 14533 ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7 751	NBR 14786 ASTM D4951/D6481/ D6595	NBR 14786 NBR 14066 ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	NBR 14786 NBR 14066 ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	NBR 14786 ASTM D4951/D7751	NBR 14786 ASTM D4951	ASTM D5291/D5762
1								
2	0,000		0,019	0,001				
4								
5	0,001	0,062	0,015	0,003				
6	0,001	0,042	0,018	0,003				
8								
9	0,000	0,021	0,013	0,000	0,000	0,000		
10								
12	0,000	0,043	0,016	0,000	0,000	0,000		
13								
14	0,000	0,043	0,017	0,000	0,000	0,000	0,000	
15								
17	0,009	0,043	0,014	0,001		0,000		
18								
19	0,001	0,046	0,019	0,003				
20		0,036						
21	0,000		0,038	0,000		0,000		
22		0,041						
23								
24								
25								
26	0,000		26,493	0,000	0,000	0,000	0,000	
27	0,001	0,044	0,022	0,002		0,000		
30	0,000	246,570	146,000	0,000				
31	0,000	0,038	0,015	0,000	0,000	0,000	0,000	
32	0,000	0,040	0,016	0,000	0,001	0,000		
33								
35	0,000		0,017	0,000	0,000	0,000	0,001	0,034
36								
37	0,000	0,036	0,033	0,000				
38			0,580					
39	0,001	0,044	0,017	0,003				
40								
41	0,000	0,043	0,018	0,000		0,000		
42								
43	0,000	0,331	0,148	0,000	0,000	0,000	0,000	0,055
44								
45		0,045	0,016					
46	0,000	0,056	0,017	0,000		0,000		
47	0,000	0,044	0,018	0,001	0,000			
49	0,002	0,045	0,018	0,003				0,033

As Tabelas 6, 7, 8 e 9 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 para compressor após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).

Ensaio	Identificação do laboratório											
	1	2	4	5	6	8	9	10	12	13	14	
Viscosidade Cinemática a 100°C				i						i		
Viscosidade Cinemática a 40°C	q			i		q		q		i		
Índice de Viscosidade										i		
Ponto de Fulgor			i	n		n		i				
Ponto de Fluidez	n		n			n		i				
IAT	n			n	i					i		
Massa específica a 20°C	n	e		n						i		
Enxofre	n	n	n	i		n	i	n		n		
Fósforo	n		n			n		n		n		
Total de ensaios realizados	4	8	6	6	9	5	9	7	9	7	8	
Resultados satisfatórios	75,00%	87,50%	83,33%	50,00%	88,89%	80,00%	88,89%	57,14%	100,00%	28,57%	100,00%	
Resultados insatisfatórios	0,00%	12,50%	16,67%	50,00%	11,11%	0,00%	11,11%	28,57%	0,00%	71,43%	0,00%	
Resultados questionáveis	25,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	20,00%	0,00%	14,29%	0,00%	0,00%	0,00%	
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	26,7%	53,3%	40,0%	40,0%	60,0%	33,3%	60,0%	46,7%	60,0%	46,7%	53,3%	

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

	Identificação do laboratório									
	15	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viscosidade Cinemática a 100°C	i				i	i	q	q		q
Viscosidade Cinemática a 40°C							q			
Índice de Viscosidade	i				n	i	i	q		
Ponto de Fulgor			n			i				q
Ponto de Fluides	n		n					n	n	
IAT	n	i		n		n				n
Massa específica a 20°C	n	n	n	n		q		q		n
Enxofre	n		n			n		n	n	n
Fósforo	n		n		n	i	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	4	8	4	7	7	7	8	6	6	5
Resultados satisfatórios	50,00%	87,50%	100,00%	100,00%	85,71%	28,57%	62,50%	50,00%	100,00%	60,00%
Resultados insatisfatórios	50,00%	12,50%	0,00%	0,00%	14,29%	57,14%	12,50%	0,00%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	14,29%	25,00%	50,00%	0,00%	40,00%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	26,7%	53,3%	26,7%	46,7%	46,7%	46,7%	53,3%	40,0%	40,0%	33,3%

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

	Identificação do laboratório									
	26	27	30	31	32	33	35	36	37	38
Viscosidade Cinemática a 100°C	n									n
Viscosidade Cinemática a 40°C	n		q			q				n
Índice de Viscosidade						q				n
Ponto de Fulgor		i				n				n
Ponto de Fluidez	n	n		n		n				n
IAT			n	n				n		q
Massa específica a 20°C	i		n						i	
Enxofre	n		i			n	n	n		n
Fósforo	e	q	i			n		n	i	i
Total de ensaios realizados	5	8	7	7	9	5	8	6	9	3
Resultados satisfatórios	60,00%	75,00%	57,14%	100,00%	100,00%	60,00%	100,00%	100,00%	77,78%	33,33%
Resultados insatisfatórios	40,00%	12,50%	28,57%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	22,22%	33,33%
Resultados questionáveis	0,00%	12,50%	14,29%	0,00%	0,00%	40,00%	0,00%	0,00%	0,00%	33,33%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	33,3%	53,3%	46,7%	46,7%	60,0%	33,3%	53,3%	40,0%	60,0%	20,0%

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

	Identificação do laboratório									
	39	40	41	42	43	44	45	46	47	49
Viscosidade Cinemática a 100°C					q	i		i		
Viscosidade Cinemática a 40°C								i		
Índice de Viscosidade		n		n		n		i		
Ponto de Fulgor		n	q	n			n			q
Ponto de Fluidez	n	n	n	n		n		n		i
IAT	i	n		n		n	n	n		
Massa específica a 20°C	n	n	n			n		n		i
Enxofre		n		n	i	n		i		
Fósforo		n		n	i	n				
Total de ensaios realizados	7	2	7	3	9	3	7	6	9	9
Resultados satisfatórios	85,71%	100,00%	85,71%	100,00%	66,67%	66,67%	100,00%	33,33%	100,00%	66,67%
Resultados insatisfatórios	14,29%	0,00%	0,00%	0,00%	22,22%	33,33%	0,00%	66,67%	0,00%	22,22%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	14,29%	0,00%	11,11%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	11,11%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	46,7%	13,3%	46,7%	20,0%	60,0%	20,0%	46,7%	40,0%	60,0%	60,0%

3.2 Estatística robusta

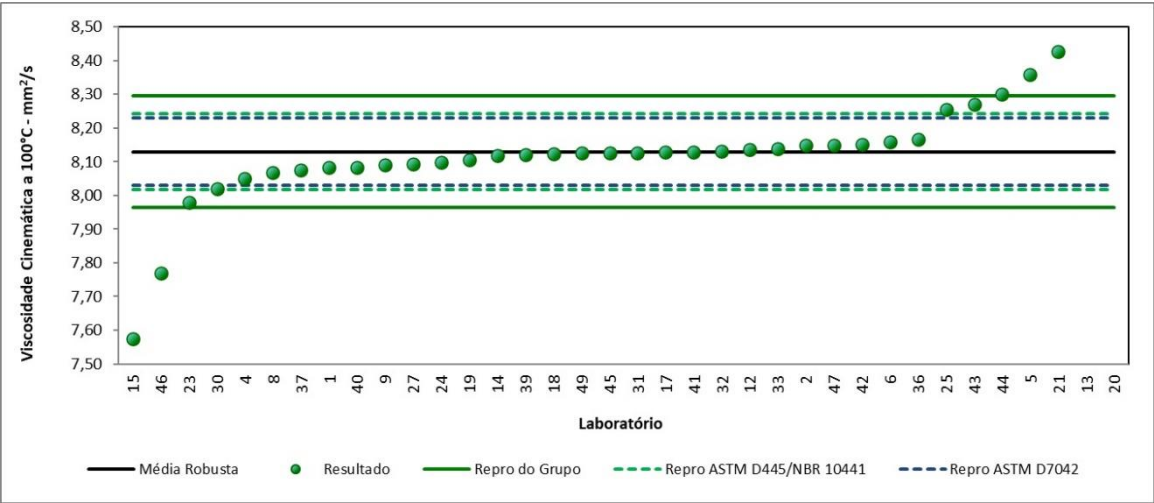
3.2.1 - Viscosidade cinemática a 100°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	7,57	-0,56	-10,07	Insatisfatório
46	7,77	-0,36	-6,51	Insatisfatório
23	7,98	-0,15	-2,71	Questionável
30	8,02	-0,11	-1,99	
4	8,05	-0,08	-1,43	
8	8,07	-0,06	-1,10	
37	8,08	-0,05	-0,97	
1	8,08	-0,05	-0,87	
40	8,08	-0,05	-0,86	
9	8,09	-0,04	-0,72	
27	8,09	-0,04	-0,66	
24	8,10	-0,03	-0,56	
19	8,11	-0,02	-0,45	
35	8,11	-0,02	-0,37	
10	8,12	-0,01	-0,27	
14	8,12	-0,01	-0,19	
39	8,12	-0,01	-0,18	
18	8,12	-0,01	-0,13	
49	8,13	0,00	-0,06	
45	8,13	0,00	-0,05	
31	8,13	0,00	-0,05	
17	8,13	0,00	0,00	
41	8,13	0,00	0,00	
32	8,13	0,00	0,04	
12	8,14	0,01	0,11	
33	8,14	0,01	0,18	
2	8,15	0,02	0,36	
47	8,15	0,02	0,36	
42	8,15	0,02	0,41	
6	8,16	0,03	0,55	
36	8,17	0,04	0,68	
25	8,26	0,13	2,26	Questionável
22	8,26	0,13	2,29	Questionável
43	8,27	0,14	2,54	Questionável
44	8,30	0,17	3,08	Insatisfatório
5	8,36	0,23	4,16	Insatisfatório
21	8,43	0,30	5,38	Insatisfatório
13	47,35	39,22	709,70	Insatisfatório
20	47,73	39,60	716,49	Insatisfatório

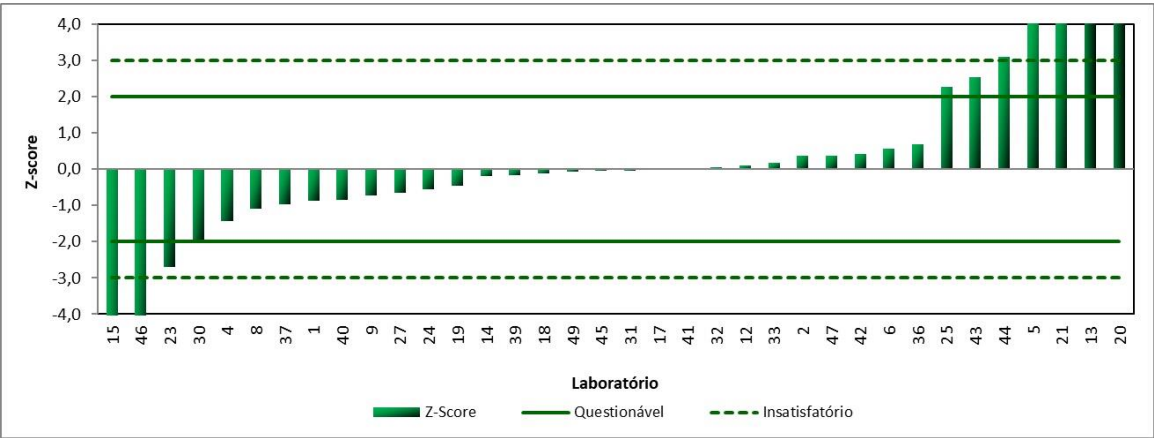
nº de Resultados Satisfatórios	28
Média Robusta	8,13
Desvio Padrão Robusto	0,06
Mediana	8,13
Média Aritmética	10,14
Desvio Padrão Aritmético	8,81
Reprodutibilidade do grupo	0,16
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	8,30
3 sigma Abaixo	7,96

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



Observação: Os laboratórios 13 e 20 foram excluídos da escala para facilitar a leitura do gráfico.

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



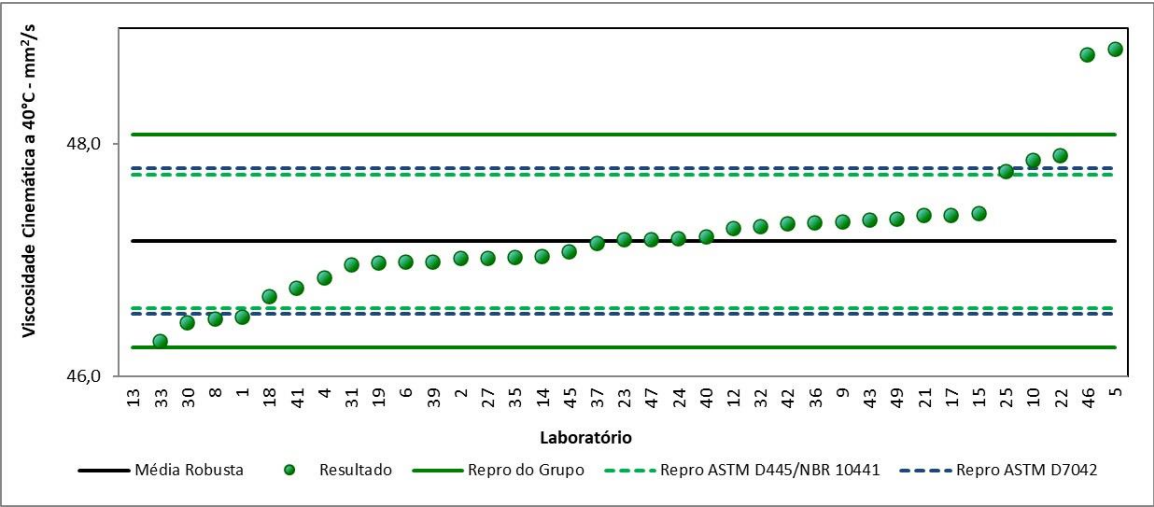
3.2.2 – Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
13	11,20	-35,96	-117,75	Insatisfatório
33	46,30	-0,86	-2,82	Questionável
30	46,47	-0,70	-2,28	Questionável
8	46,50	-0,67	-2,18	Questionável
1	46,52	-0,65	-2,12	Questionável
18	46,69	-0,48	-1,56	
41	46,77	-0,40	-1,30	
4	46,85	-0,31	-1,02	
31	46,96	-0,20	-0,66	
19	46,98	-0,18	-0,60	
6	46,99	-0,17	-0,56	
39	46,99	-0,17	-0,56	
2	47,02	-0,15	-0,48	
27	47,02	-0,15	-0,48	
35	47,03	-0,13	-0,43	
14	47,04	-0,13	-0,42	
45	47,08	-0,09	-0,29	
37	47,15	-0,02	-0,06	
23	47,18	0,02	0,06	
47	47,18	0,02	0,06	
24	47,19	0,03	0,09	
40	47,20	0,04	0,13	
12	47,28	0,11	0,37	
32	47,30	0,13	0,43	
42	47,32	0,16	0,52	
36	47,33	0,16	0,54	
9	47,34	0,17	0,57	
43	47,35	0,18	0,60	
49	47,36	0,20	0,64	
21	47,39	0,23	0,74	
17	47,39	0,23	0,75	
15	47,41	0,24	0,79	
25	47,77	0,61	1,99	
10	47,87	0,70	2,30	Questionável
22	47,91	0,74	2,43	Questionável
46	48,77	1,61	5,26	Insatisfatório
5	48,82	1,66	5,43	Insatisfatório

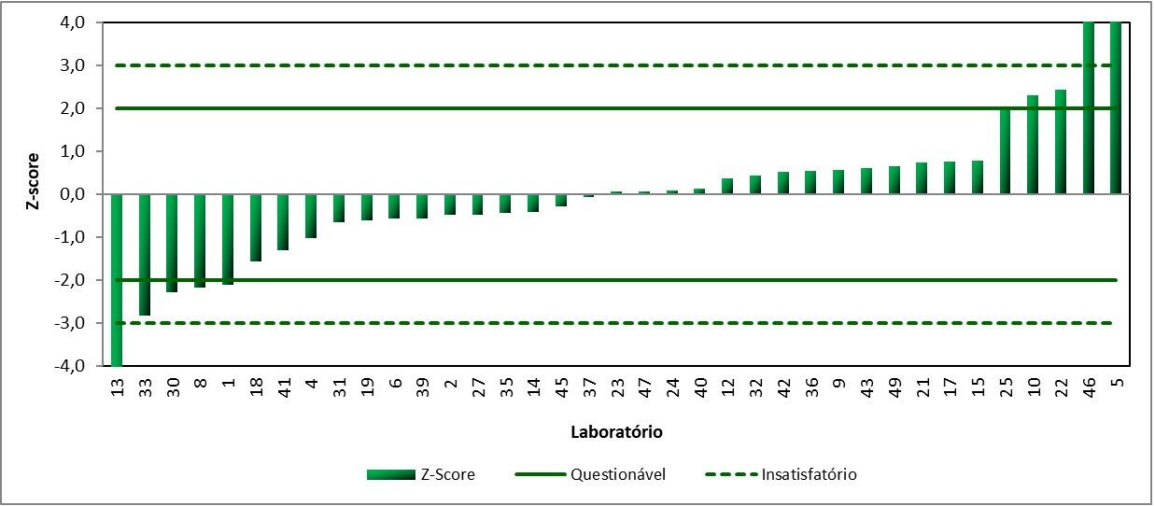
Nº de Resultados Satisfatórios	28
Média Robusta	47,16
Desvio Padrão Robusto	0,31
Mediana	47,18
Média Aritmética	47,21
Desvio Padrão Aritmético	0,53
Reprodutibilidade do grupo	0,88
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	48,08
3 sigma Abaixo	46,25

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



Observação: O laboratório 13 foi excluído da escala para facilitar a leitura do gráfico.

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



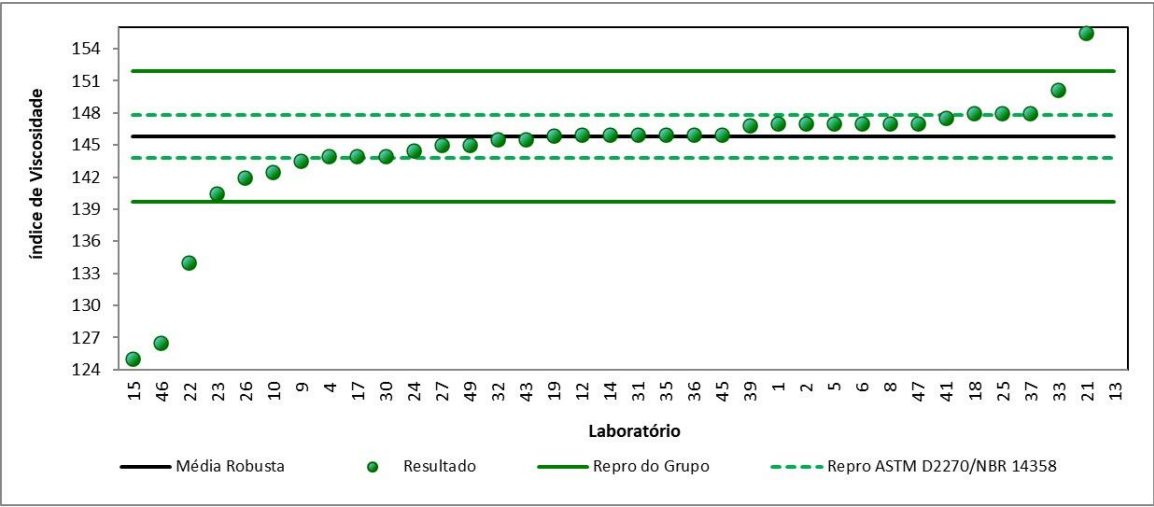
3.2.3 – Índice de Viscosidade

Normas: NBR 14358/ASTM D 2270

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	125	-21	-10,25	Insatisfatório
46	127	-19	-9,51	Insatisfatório
22	134	-12	-5,81	Insatisfatório
23	141	-5	-2,61	Questionável
26	142	-4	-1,87	
10	143	-3	-1,63	
9	144	-2	-1,13	
4	144	-2	-0,89	
17	144	-2	-0,89	
30	144	-2	-0,89	
24	145	-1	-0,64	
27	145	-1	-0,40	
49	145	-1	-0,40	
32	146	0	-0,15	
43	146	0	-0,15	
19	146	0	0,05	
12	146	0	0,10	
14	146	0	0,10	
31	146	0	0,10	
35	146	0	0,10	
36	146	0	0,10	
45	146	0	0,10	
39	147	1	0,50	
1	147	1	0,59	
2	147	1	0,59	
5	147	1	0,59	
6	147	1	0,59	
8	147	1	0,59	
47	147	1	0,59	
41	148	2	0,84	
18	148	2	1,08	
25	148	2	1,08	
37	148	2	1,08	
33	150	4	2,14	Questionável
21	156	10	4,78	Insatisfatório
13	239	93	45,92	Insatisfatório

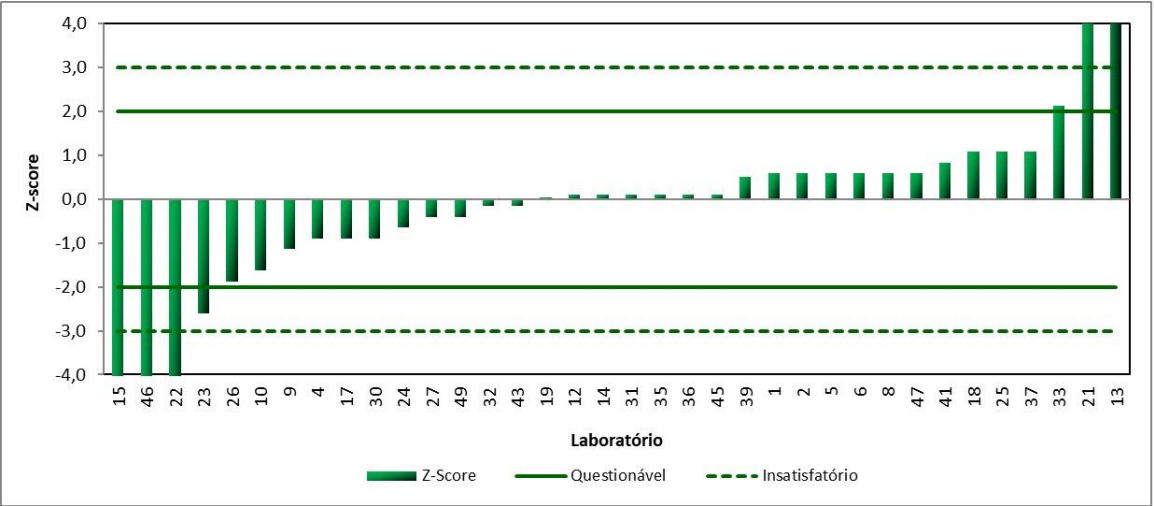
Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	146
Desvio Padrão Robusto	2,03
Mediana	146
Média Aritmética	147
Desvio Padrão Aritmético	16,71
Repro do grupo	5,83
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	152
3 sigma Abaixo	140

Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para o Índice de Viscosidade.



Observação: O laboratório 13 foi excluído da escala para facilitar a leitura do gráfico.

Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Viscosidade.



3.2.4 – Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
4	221,0	-19,9	-5,78	Insatisfatório
21	229,0	-11,9	-3,46	Insatisfatório
41	231,0	-9,9	-2,87	Questionável
22	236,0	-4,9	-1,42	
13	237,0	-3,9	-1,15	
12	237,0	-3,9	-1,13	
30	237,5	-3,4	-0,99	
20	238,4	-2,5	-0,72	
19	239,0	-1,9	-0,55	
23	239,0	-1,9	-0,55	
26	239,0	-1,9	-0,55	
44	239,0	-1,9	-0,55	
46	239,5	-1,4	-0,40	
14	240,0	-0,9	-0,26	
43	240,0	-0,9	-0,26	
37	240,5	-0,4	-0,11	
9	241,0	0,1	0,03	
15	241,3	0,4	0,10	
2	241,5	0,6	0,18	
6	242,0	1,1	0,32	
17	242,0	1,1	0,32	
32	242,0	1,1	0,32	
39	242,0	1,1	0,32	
24	243,0	2,1	0,61	
31	243,0	2,1	0,61	
47	243,0	2,1	0,61	
1	244,0	3,1	0,90	
35	246,0	5,1	1,48	
36	247,0	6,1	1,77	
25	248,0	7,1	2,06	Questionável
49	250,3	9,4	2,72	Questionável
27	254,0	13,1	3,81	Insatisfatório
10	257,5	16,6	4,82	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	26
Média Robusta	240,9
Desvio Padrão Robusto	3,4
Mediana	241,0
Média Aritmética	240,9
Desvio Padrão Aritmético	6,6
Repro do grupo	9,9
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	251,2
3 sigma Abaixo	230,6

Figura 7. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

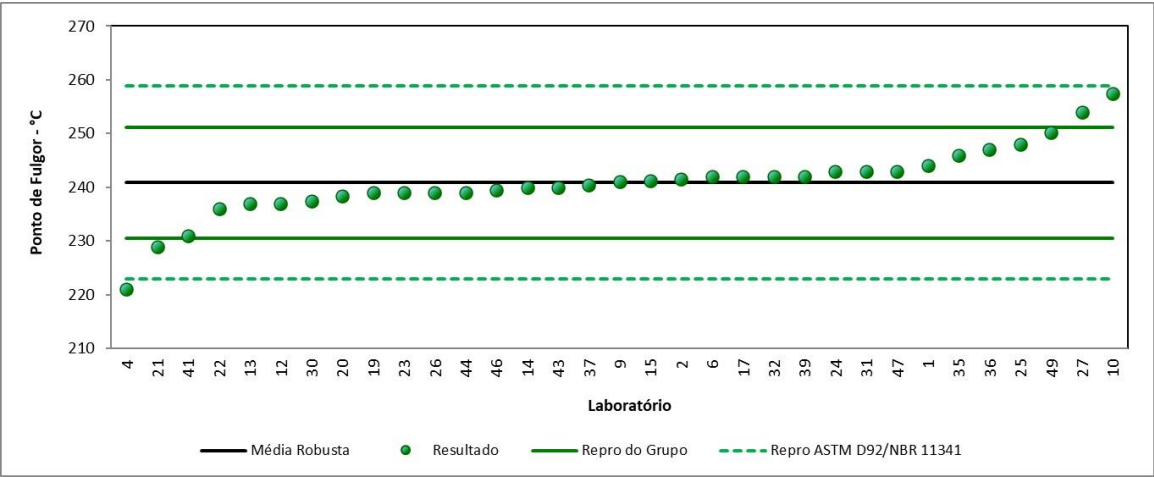
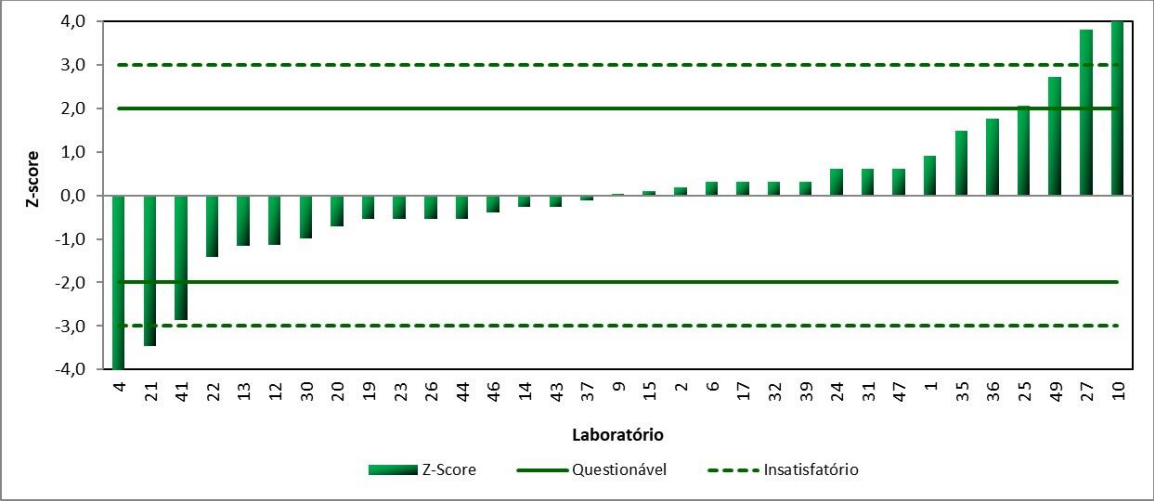


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor



3.2.5 – Ponto de Fluidez

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
43	-44	-4	-1,40	
6	-42	-2	-0,90	
14	-42	-2	-0,90	
20	-42	-2	-0,90	
22	-42	-2	-0,90	
36	-42	-2	-0,90	
37	-42	-2	-0,90	
21	-42	-2	-0,70	
35	-40	-1	-0,30	
2	-40	0	-0,10	
45	-40	0	-0,10	
5	-39	1	0,20	
9	-39	1	0,20	
12	-39	1	0,20	
13	-39	1	0,20	
25	-39	1	0,20	
30	-39	1	0,20	
47	-39	1	0,20	
32	-38	2	0,80	
17	-36	4	1,30	
19	-36	4	1,30	
10	-30	10	3,60	Insatisfatório
49	-30	10	3,60	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	21
Média Robusta	-40
Desvio Padrão Robusto	3
Mediana	-39
Média Aritmética	-39
Desvio Padrão Aritmético	3
Repro do grupo	8
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	-32
3 sigma Abaixo	-47

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

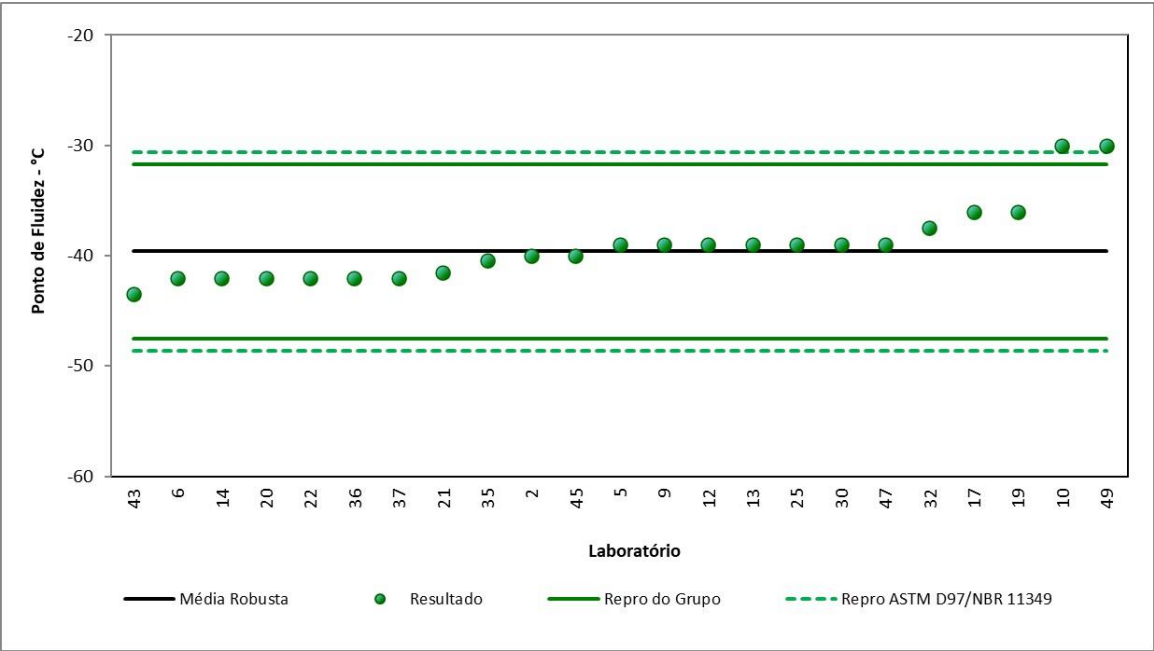
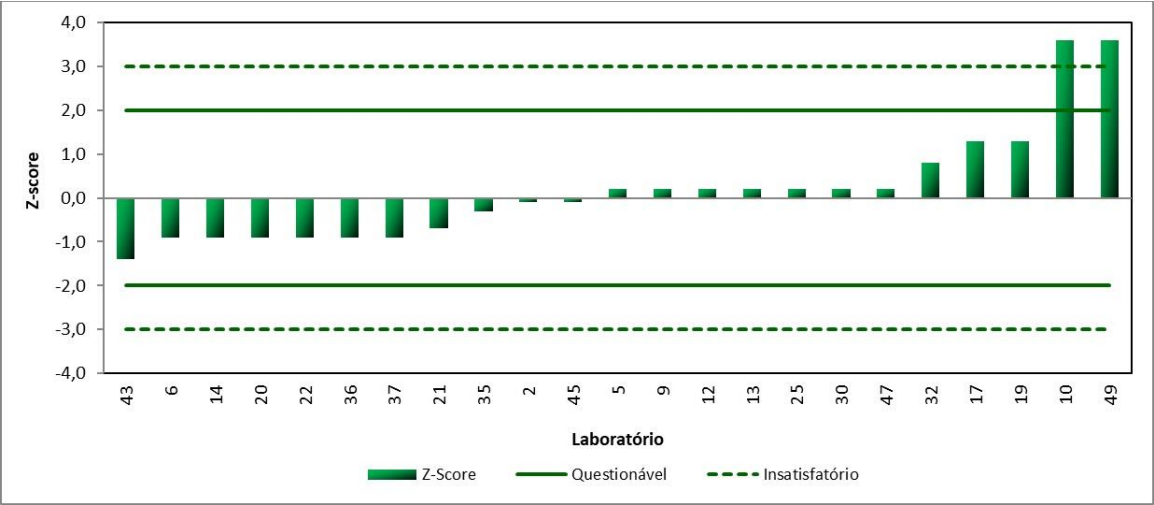


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez



3.2.6 – Índice de Acidez – IAT

Normas: NBR14448/ NBR14248/ASTM D664/ ASTM D974

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
27	0,1	-0,05	-0,80	
47	0,1	-0,05	-0,80	
14	0,1	-0,03	-0,50	
26	0,1	-0,02	-0,30	
32	0,1	-0,02	-0,30	
18	0,1	-0,01	-0,20	
43	0,1	-0,01	-0,10	
20	0,1	0,00	0,00	
22	0,1	0,00	0,00	
35	0,1	0,00	0,00	
23	0,1	0,00	0,10	
2	0,1	0,00	0,10	
10	0,1	0,01	0,20	
9	0,1	0,02	0,20	
8	0,1	0,02	0,20	
41	0,1	0,03	0,50	
12	0,1	0,04	0,60	
4	0,1	0,05	0,70	
24	0,2	0,05	0,80	
37	0,2	0,07	1,00	
33	0,2	0,07	1,10	
49	0,2	0,10	1,60	
38	0,2	0,14	2,20	Questionável
13	0,3	0,19	3,00	Insatisfatório
17	0,3	0,21	3,30	Insatisfatório
6	0,3	0,24	3,80	Insatisfatório
39	0,4	0,30	4,70	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	22
Média Robusta	0,10
Desvio Padrão Robusto	0,06
Mediana	0,12
Média Aritmética	0,15
Desvio Padrão Aritmético	0,09
Repro do grupo	0,19
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,29
3 sigma Abaixo	-0,09

Figura 11. Representação das médias dos resultados para Índice de Acidez.

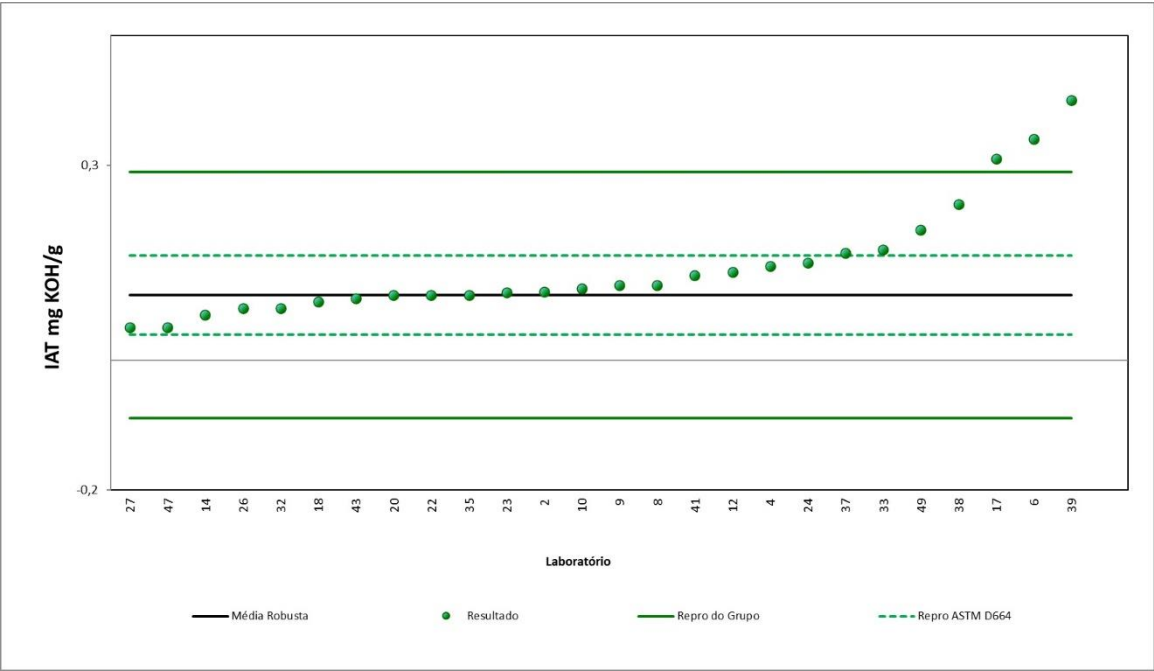
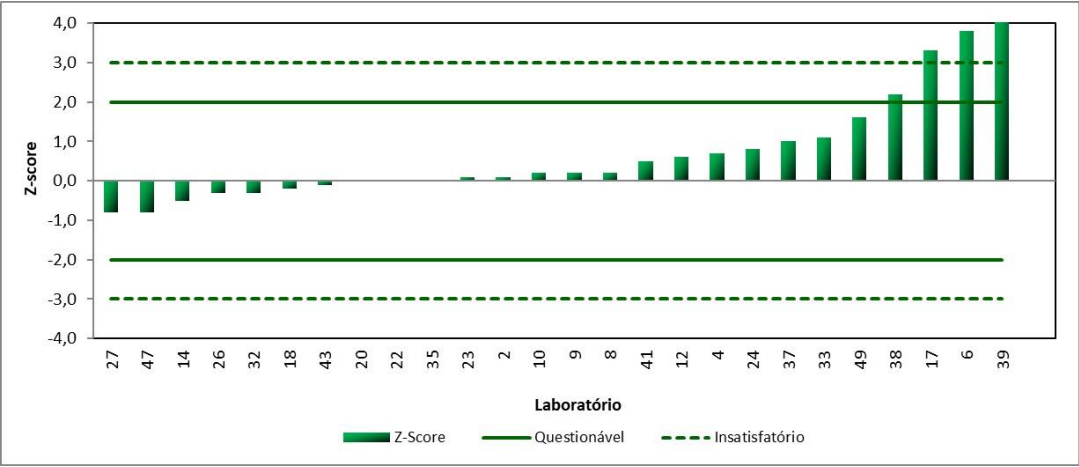


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Acidez.



3.2.7 – Massa Específica a 20°C

Normas: NBR 14065/ASTM D 4052

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
13	0,8350	-0,01	-16,50	Insatisfatório
26	0,8385	0,00	-5,40	Insatisfatório
21	0,8395	0,00	-2,20	Questionável
6	0,8399	0,00	-0,90	
10	0,8400	0,00	-0,80	
9	0,8400	0,00	-0,60	
14	0,8400	0,00	-0,60	
27	0,8400	0,00	-0,60	
45	0,8401	0,00	-0,50	
38	0,8401	0,00	-0,30	
4	0,8401	0,00	-0,30	
31	0,8402	0,00	0,00	
12	0,8402	0,00	0,00	
22	0,8402	0,00	0,00	
24	0,8402	0,00	0,00	
35	0,8402	0,00	0,00	
42	0,8402	0,00	0,00	
32	0,8403	0,00	0,20	
33	0,8403	0,00	0,20	
36	0,8403	0,00	0,30	
8	0,8404	0,00	0,70	
47	0,8404	0,00	0,70	
43	0,8405	0,00	1,00	
20	0,8407	0,00	1,40	
23	0,8410	0,00	2,60	Questionável
49	0,8414	0,00	3,70	Insatisfatório
37	0,8437	0,00	11,10	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	21
Média Robusta	0,84
Desvio Padrão Robusto	0,0003
Mediana	0,84
Média Aritmética	0,84
Desvio Padrão Aritmético	0,00
Repro do grupo	0,00
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,84
3 sigma Abaixo	0,84

O laboratório 2 foi excluído dos cálculos estatísticos por não ter reportado o valor na unidade g/ml, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Figura 13. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de Massa Específica a 20°C.

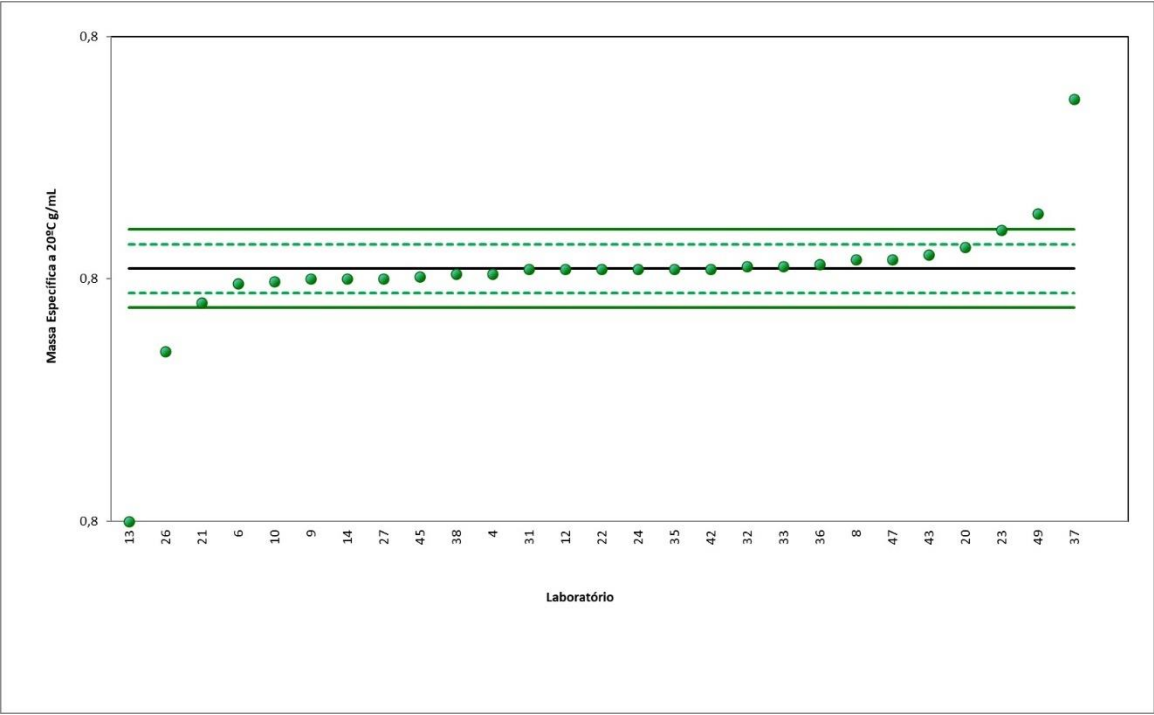
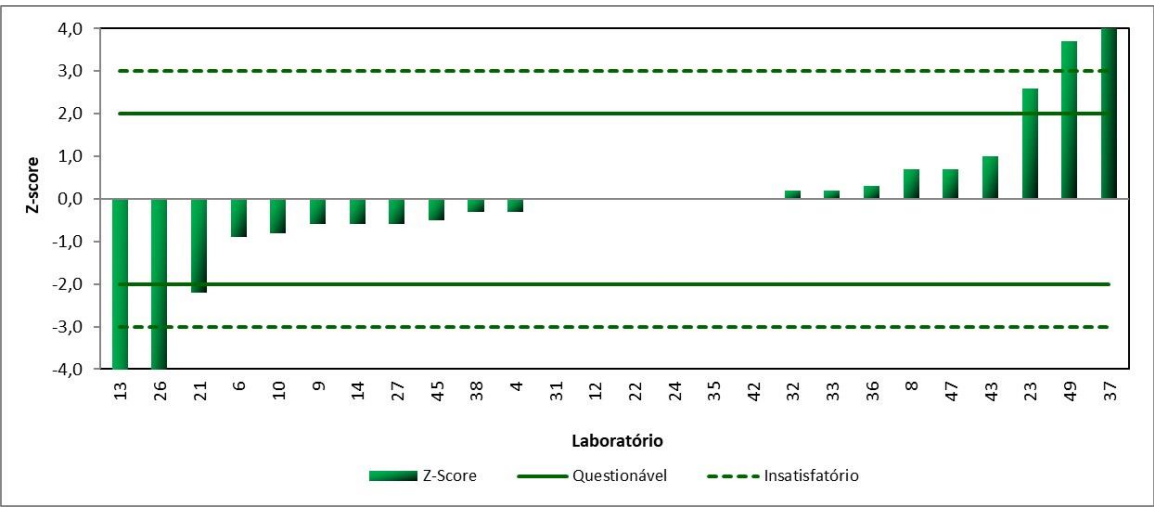


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Massa Específica a 20°C.



3.2.8 - Enxofre

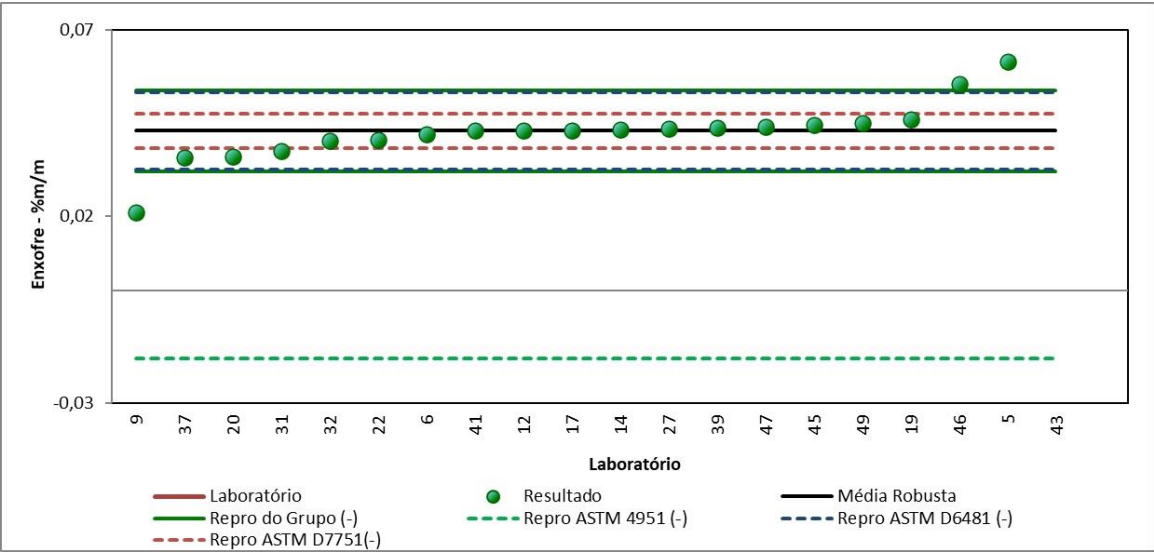
Normas: NBR 14786/14533 / ASTM D4951/D6481/D4294/D2622/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
9	0,021	-0,022	-6,10	Insatisfatório
37	0,036	-0,007	-2,00	
20	0,036	-0,007	-1,90	
31	0,038	-0,005	-1,50	
32	0,040	-0,003	-0,80	
22	0,041	-0,002	-0,70	
6	0,042	-0,001	-0,30	
41	0,043	0,000	0,00	
12	0,043	0,000	0,00	
17	0,043	0,000	0,00	
14	0,043	0,000	0,10	
27	0,044	0,001	0,20	
39	0,044	0,001	0,20	
47	0,044	0,001	0,30	
45	0,045	0,002	0,40	
49	0,045	0,002	0,60	
19	0,046	0,003	0,90	
46	0,056	0,013	3,50	Insatisfatório
5	0,062	0,019	5,10	Insatisfatório
43	0,331	0,288	79,60	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	16
Média Robusta	0,043
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,043
Média Aritmética	0,057
Desvio Padrão Aritmético	0,065
Repro do grupo	0,011
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,054
3 sigma Abaixo	0,032

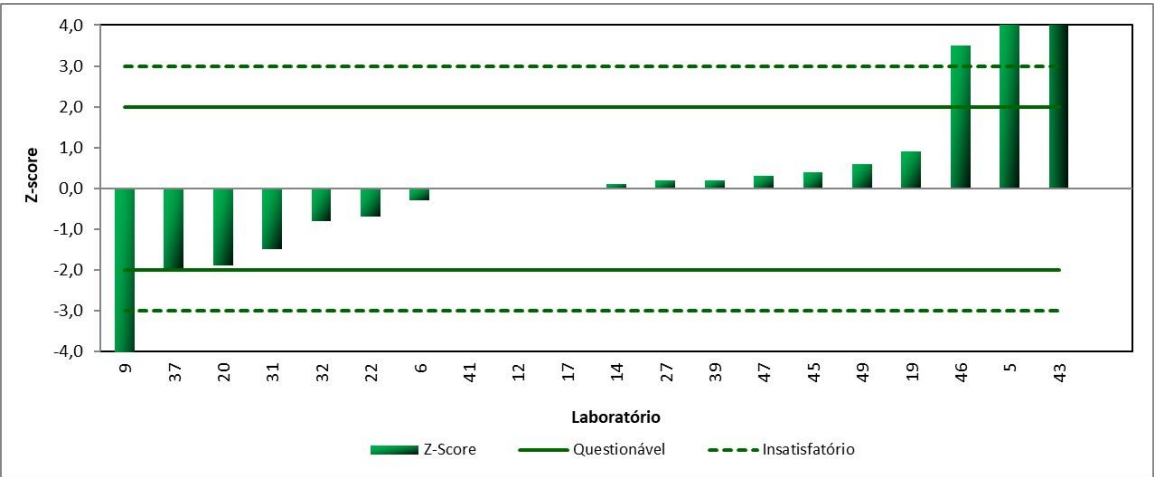
O laboratório 30 foi excluído dos cálculos estatísticos por ter reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Enxofre.



Observação: O laboratório 43 foi excluído da escala para facilitar a leitura do gráfico.

Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre



3.2.9 - Fósforo

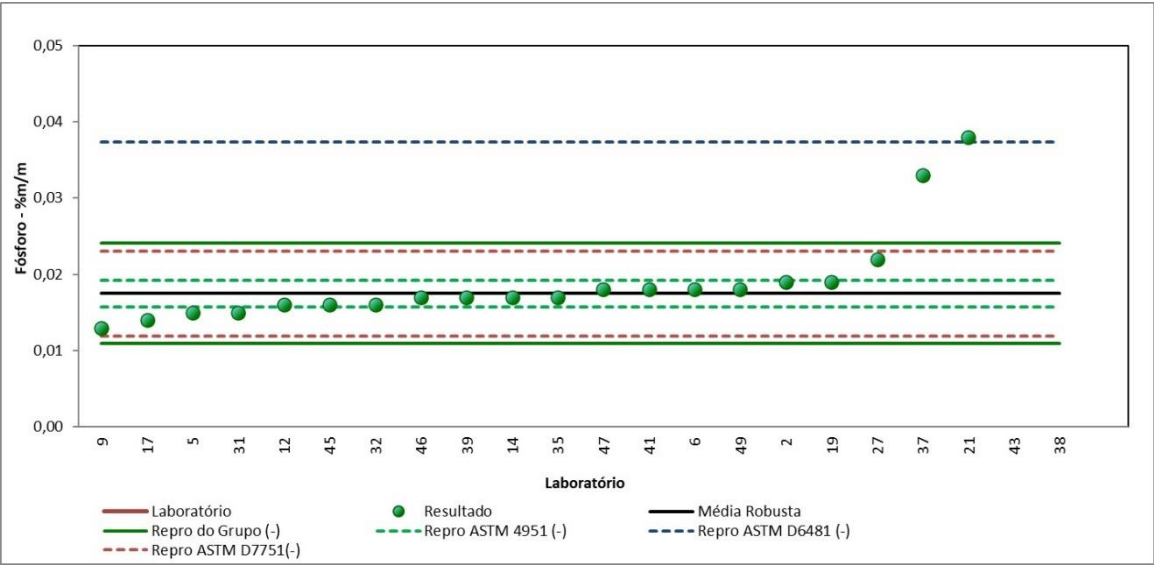
Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
9	0,013	-0,004	-2,00	
17	0,014	-0,003	-1,60	
5	0,015	-0,003	-1,40	
31	0,015	-0,002	-1,10	
12	0,016	-0,002	-0,70	
45	0,016	-0,001	-0,70	
32	0,016	-0,001	-0,60	
46	0,017	-0,001	-0,40	
39	0,017	-0,001	-0,40	
14	0,017	-0,001	-0,20	
35	0,017	0,000	-0,20	
47	0,018	0,000	0,10	
41	0,018	0,001	0,20	
6	0,018	0,001	0,20	
49	0,018	0,001	0,30	
2	0,019	0,001	0,60	
19	0,019	0,001	0,60	
27	0,022	0,005	2,10	Questionável
37	0,033	0,016	7,20	Insatisfatório
21	0,038	0,020	9,30	Insatisfatório
43	0,148	0,130	59,30	Insatisfatório
38	0,580	0,563	256,40	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,017
Desvio Padrão Robusto	0,002
Mediana	0,017
Média Aritmética	0,050
Desvio Padrão Aritmético	0,122
Repro do grupo	0,006
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,024
3 sigma Abaixo	0,011

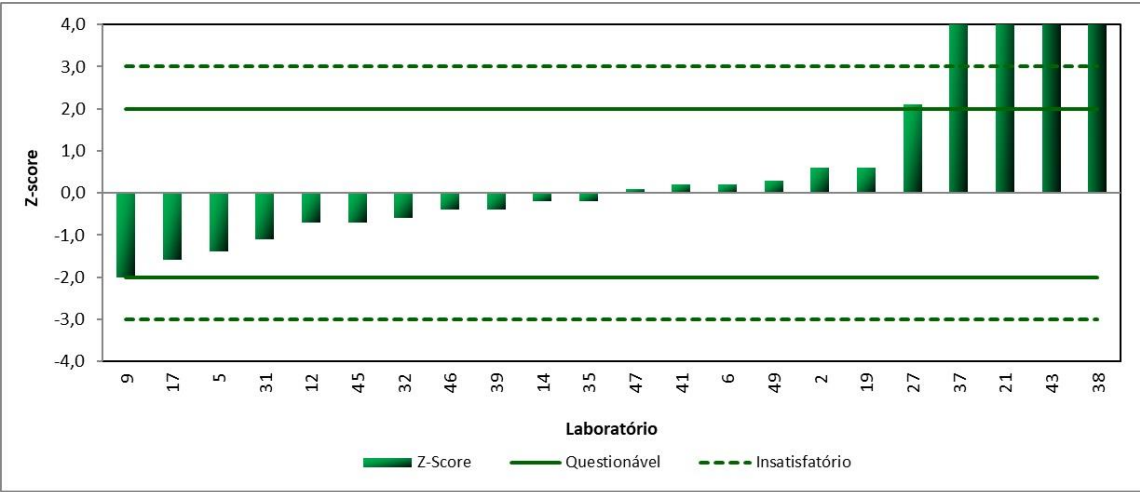
Os laboratórios 26 e 30 foram excluídos dos cálculos estatísticos por terem reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Figura 17. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.



Observação: O laboratório 43 e 38 foi excluído da escala para facilitar a leitura do gráfico.

Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.



3.3 – Avaliação do ensaio de Demulsibilidade

Norma: ASTM D1401

Vinte um laboratórios enviaram resultados para a análise, no entanto, pela natureza dos resultados não foi possível realizar qualquer tipo de análise estatística. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 10.

Por meio dos resultados é possível constatar que o laboratório 30 não soube distinguir corretamente a fase oleosa da emulsão, invertendo as duas. O laboratório 49 obteve uma parcela de emulsão muito superior aos demais, sendo nítido que algum fator atrapalhou a separação das fases. Esse laboratório deve ficar atento às condições do ensaio, tais como temperatura do banho, velocidade e tempo de agitação da mistura.

Tabela 10. Resultados para o ensaio de Demulsibilidade – Óleo/Água/Emulsão

Laboratório	Óleo (mL)	Água (mL)	Emulsão (mL)	Tempo (min)
4	39	38	3	30
5	40	40	0	30
9	43	37	0	30
12	40	40	1	30
13	40	40	0	4
14	40	40	0	20
17	40	40	0	15
18	38	42	0	20
19	40	40	0	11
20	40	40	0	15
21	40	40	0	20
25	40	40	0	18
26	40	40	0	30
30	1	38	42	30
32	41	39	0	15
35	41	39	0	20
37	41	39	0	20
41	41	39	1	20
43	42	39	0	25
47	41	39	0	30
49	40	30	10	30

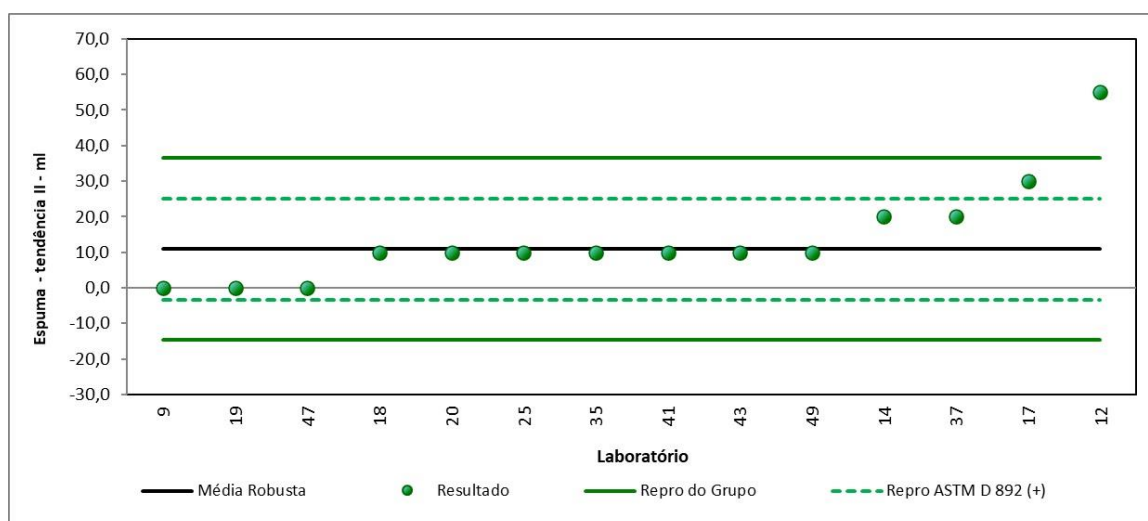
3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

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.

Catorze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Optou-se por não realizar qualquer tipo de análise estatística com base nos valores apresentados, pois quando se considera os resultados e a reprodutibilidade da norma ASTM D892, apenas dois resultados se destacam. A título de comparação, eles estão dispostos na figura 19. Os laboratórios 12 e 17 devem se atentar às condições de ensaio, pois obtiveram ensaios acima da reprodutibilidade da norma.

Figura 19. Representação dos resultados para o ensaio de espuma.



3.5 – Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas

Normas: ASTM D4172

Apenas cinco laboratórios reportaram resultados para o ensaio de desgaste em 4 esferas, número inferior ao mínimo necessário para a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 11. Recomenda-se que o laboratório 18 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

Tabela 11. Resultados por laboratório para o ensaio de desgaste em quatro esferas

Laboratório	Resultado (mm)
2	0,79
14	0,51
18	1,20
35	0,59
37	0,47

3.6 – Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball

Norma: ASTM 2783

Seis laboratórios reportaram resultados para o ensaio de extrema pressão Four Ball. Com base nos valores reportados, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 12.

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de extrema pressão Four Ball

Laboratório	Resultado (mm)
2	126
14	126
20	126
37	80
47	126

Considerando apenas a mediana para o ensaio (126 kgf) e a reprodutibilidade da norma ASTM D2783 para a mediana em questão, recomenda-se que o laboratório 37 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

3.7 – Avaliação do ensaio de teor de água – Karl Fisher

Norma: ASTM D6304

Dezoito laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de água. Apesar da quantidade de reporte, optou-se por não realizar a análise estatística, visto que todos os resultados são muito próximos.

Pelos resultados pode-se inferir que dois (2) laboratórios reportaram seus valores em mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções. Apesar disso, avaliando os resultados, ao serem convertidos para a unidade correta, a mediana dos valores seria 0,00. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 12. Recomenda-se que o laboratório 24 avalie seu resultado criticamente para encontrar eventuais fontes de erro.

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de água – Karl Fisher

Laboratório	Resultado (%m/m)
2	0,00
6	0,01
8	0,00
14	0,00
18	0,01
22	0,00
23	0,01
24	1,35
26	205,00
27	0,00
35	0,00
36	0,00
37	0,01
38	0,04
39	0,00
42	33,65
43	0,00
44	0,00

3.8 – Avaliação do ensaio de nitrogênio

Normas: ASTM D5291/NBR 5762

Apenas três 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 13.

Tabela 13. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de nitrogênio.

Laboratório	Resultado (% m/m)
35	0,034
43	0,055
49	0,033

3.9 – Avaliação do ensaio de magnésio

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

Apenas nove laboratórios reportaram resultados para o ensaio de magnésio. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento, todos os resultados reportados foram zero ou muito próximo de zero.

3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio

Normas: NBR 14786/ASTM D4951/D7751

Apenas treze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de molibdênio. Não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento. Todos os resultados reportados foram zero ou muito próximo de zero.

3.11 – Avaliação do ensaio de boro

Normas: ASTM D4951

Apenas cinco laboratórios reportaram resultados para o ensaio de boro. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. Uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento, todos os resultados reportados foram zero ou muito próximo de zero.

3.12 – Avaliação do ensaio de cálcio

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

Vinto e dois laboratórios reportaram resultados para o ensaio de cálcio. Não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento e todos os resultados reportados foram zero ou muito próximo de zero.

3.13 – Avaliação do ensaio de zinco

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

Vinto e dois laboratórios reportaram resultados para o ensaio de zinco. Não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento e todos os resultados reportados foram zero ou muito próximo de zero.

3.14 – Avaliação do ensaio de corrosividade ao cobre 3h a 100°C

Normas: ASTM D130 / NBR 14359

Vinte e nove laboratórios reportaram resultados para o ensaio de corrosividade ao cobre. Esse ensaio é peculiar na forma de reporte dos resultados, que é não numérica, dessa forma não é possível realizar um tratamento estatístico. Vinte um laboratórios reportaram 1a e os demais 1b. Isso demonstra o consenso do grupo e todos foram considerados satisfatórios.

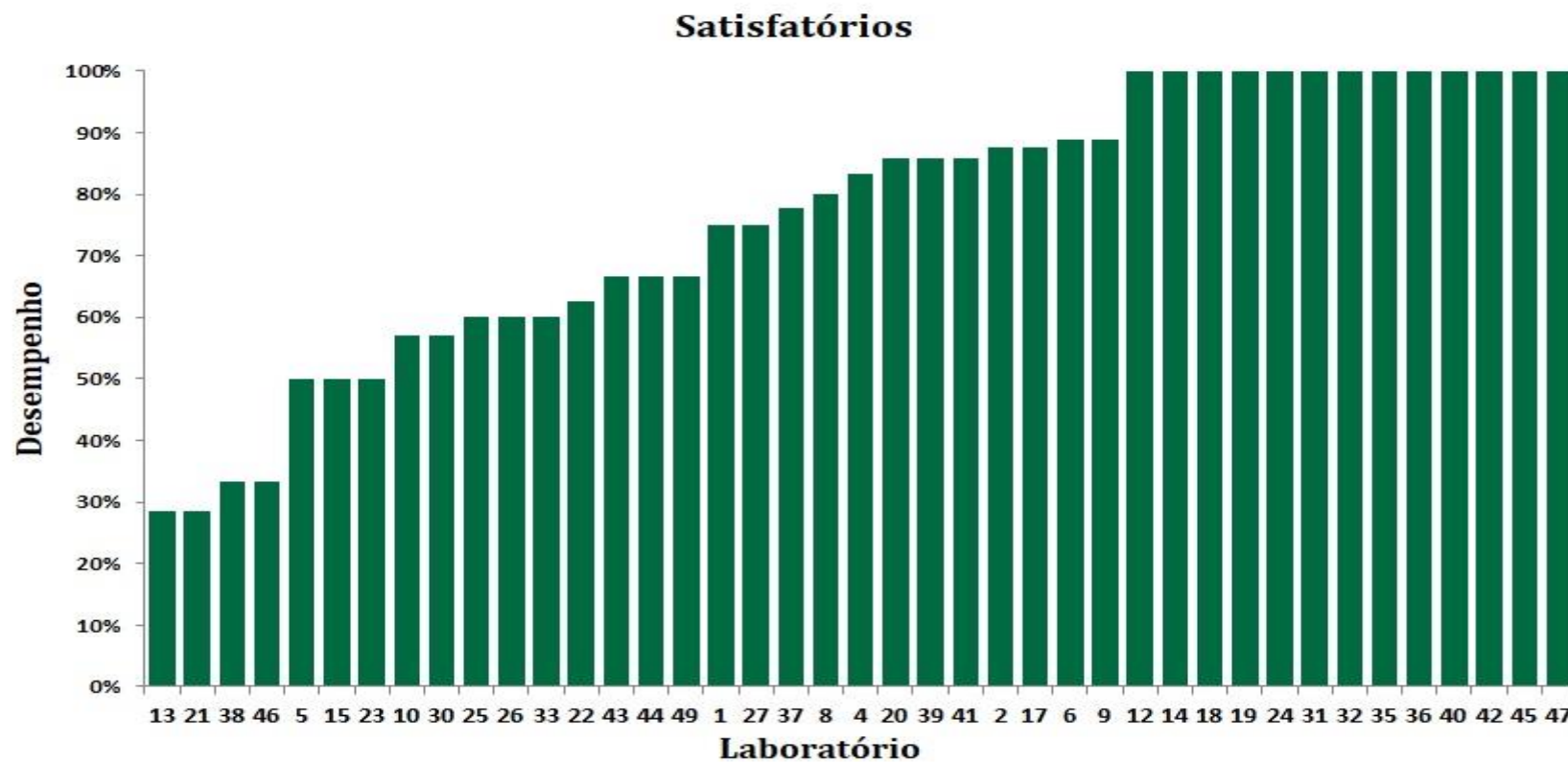
Tabela 14. Resultados por laboratório para o ensaio de corrosividade ao cobre 3h a 100°C.

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	1a
2	1b
4	1a
5	1a
6	1a
8	1a
9	1a
12	1a
13	1a
14	1a
17	1b
18	1b
20	1a
23	1a
25	1b
26	1b
27	1a
31	1a

32	1b
35	1a
37	1b
38	1a
39	1a
41	1a
42	1a
43	1b
45	1a
46	1a
49	1a

3.15 – Gráficos de desempenho

Figura 20. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



Treze participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram e que foi possível a análise estatística.

Figura 21. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

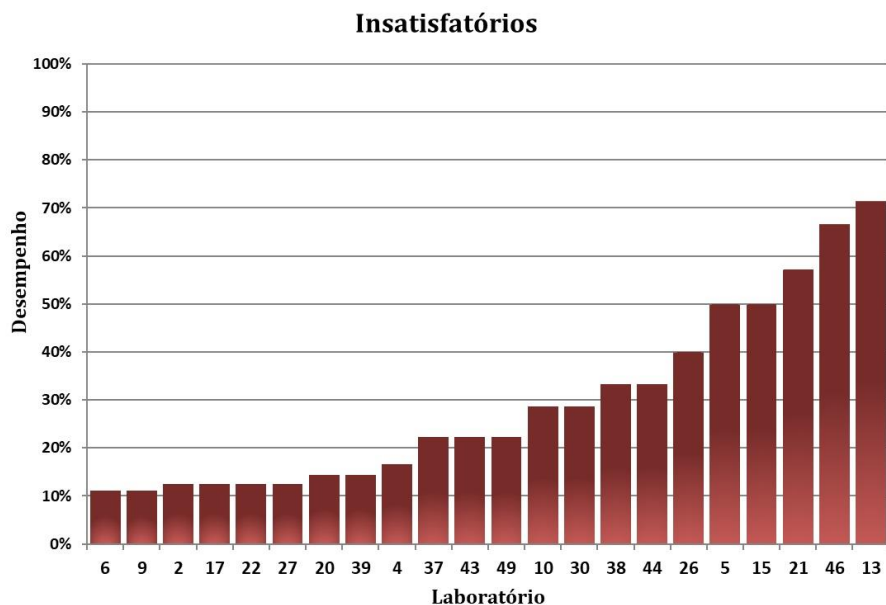
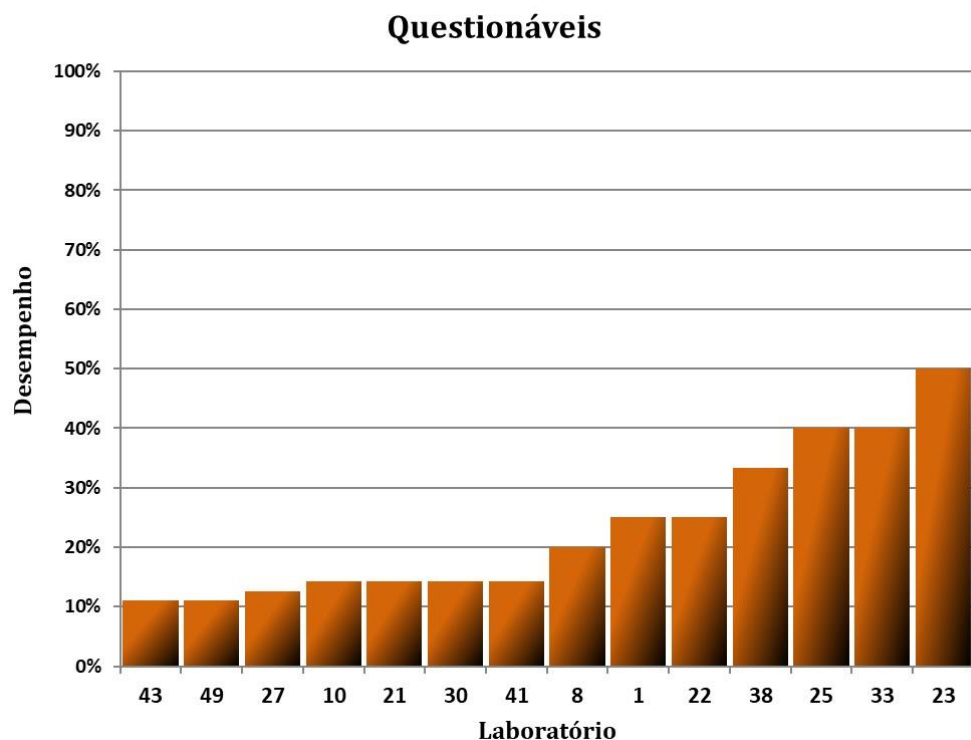


Figura 22. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



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)	28	8,13	0,06	8,13	10,14	8,81	0,16	8,30	7,96
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm ² /s (cSt)	28	47,16	0,31	47,18	47,21	0,53	0,88	48,08	46,25
Índice de Viscosidade	Adimensional	29	145,80	2,03	146,00	147,18	16,71	5,83	151,89	139,71
Ponto de Fulgor	°C	26	240,9	3,4	241,0	240,9	6,6	9,9	251,2	230,6
Ponto de Fluidez	°C	21	-40	3	-39	-39	3	0	-32	-47
IAT	mg KOH/g	22	0,10	0,06	0,12	0,15	0,09	0,19	0,29	-0,09
Massa específica a 20°C	g/mL	21	0,84	0,00	0,84	0,84	0,00	0,00	0,84	0,84
Enxofre	% m/m	16	0,0430	0,0036	0,0432	0,0570	0,0648	0,0107	0,0538	0,0322
Fósforo	% m/m	17	0,017	0,002	0,017	0,050	0,122	0,006	0,024	0,011

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;
- 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).