

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

13^a Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial
de Lubrificantes
PIL – 13^a EDIÇÃO

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



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
Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Andre Luis de Aguiar Cavalcante	Maristela Lopes Silva Melo
Bianca Silva Perinazzo	Paulo Roberto Rodrigues de Matos
Bruna Sequins de Paula	Vianney Oliveira dos Santos Júnior
Bruno N. L. Bezerra de Oliveira	
Felipe Feitosa de Oliveira	
Grazielle Duarte Colbano	
Guilherme Vianna de Melo Jacintho	
Helena Silva Pereira Carneiro	
Larissa Cavalcante Antunes	
Luiz Filipe Paiva Brandão	
Maria da Conceição Carvalho França	

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	13
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

1^a versão – Data de publicação 10 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 **GOIASMIX LUBRIFICANTES LTDA** 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 13^a edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes.

- AFTON CHEMICAL INDÚSTRIA DE ADITIVOS LTDA.
- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS - ANP
- AIVA LUBRIFICANTES E SOLUÇÕES AMBIENTAIS LTDA
- ANTON PAAR BRASIL IMPORTACAO EXPORTACAO E COMERCIO DE INSTRUMENTOS ANALITICOS LTDA
- ARBUZ QUÍMICA LTDA
- BIONERGÉTICA VALE DO PARACATU S.A
- CONSULTORIA E ENGENHARIA DO BRASIL LTDA
- COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADES SA
- ECOLUBRI INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ELVIN LUBRIFICANTES INDUSTRIA E COMERCIO LTDA
- ENERGY PETRO INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- FALUB INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES
- FUCHS LUBRIFICANTES DO BRASIL LTDA
- FUNDAÇÃO DE APOIO A SERVIÇOS TÉCNICOS, ENSINO E FOMENTO A PESQUISA
- FUNDUNESP – FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP
- GC INDUSTRIAL, IMPORTADORA E EXPORTADORA DE LUBRIFICANTES LTDA
- GOIÁSMIX LUBRIFICANTES LTDA
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A.
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A.

- INFRALUB LABORATÓRIO LTDA
- INGRAX INDUSTRIA E COMERCIO DE GRAXAS S.A.
- ITAIPU BINACIONAL
- LUBRIFICANTES FENIX LTDA
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS
- P. PRADO SOUSA LUBRIFICANTES LTDA.
- PAX LUBRIFICANTES LTDA
- PETROBRAS PETRÓLEO BRASILEIRO SA
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL S/A
- POOL-LAB COMÉRCIO DE EQUIPAMENTOS E ANÁLISES DE PRODUTOS DE PETRÓLEO E ÁLCOOIS
- PROMAX PRODUTOS MÁXIMOS S/A INDÚSTRIA E COMÉRCIO
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - LELCO
- SGS DO BRASIL
- SJC BIOENERGIA LTDA
- TECLUB INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA.
- TEXSA DO BRASIL LTDA
- TS - TECNOLOGIA EM ANÁLISE DE SOLO E SERVIÇOS AGRICOLA LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
- VIBRA ENERGIA S.A

2.1 Amostras

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

Ensaios 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 hidráulico	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:

$|z| \geq 3$ Resultado Insatisfatório

$2 < |z| < 3$ Resultado Questionável

$|z| \leq 2$ Resultado Satisfatório

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)

Ensaios	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
	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	8,240	53,61	125	219,0	-12
3	8,220	53,43	134		
4	8,282	54,54	119	210,0	-15
5	8,470				
6	8,172	53,35	124	235	
7	8,170	53,74	122		-15
8	8,147	54,10	121	217,0	
9	7,440	49,07	117	233,0	
10	8,262	54,50	123	217,0	
11	8,235	53,54	125	224,0	
12	8,169	53,53	123		-15
13	8,188	53,54	124	214,0	-12
14	8,173	53,72	123	215,8	-15
15	8,344	53,29	129	207,0	-12
16	8,190	53,70			
17	8,015	54,15	116	212,0	
18	8,208	53,74	124	207,0	
20	7,900	53,68	119	206,0	-21
21	8,182	53,53	124	215,5	-15
24	8,280	53,64	127	211,0	
25	8,182	53,64	123		-13
26	8,160	53,35	123	214,0	-12
27	8,235	53,59	125	210,0	-12
28	8,132	53,40	122	220,0	-15
29	8,170	53,63	125	207,5	
31	7,445	52,23	104	220,0	-12
32	8,050	54,28	117		
33	8,038	54,05	117	216,5	-9
34	53,63	12,33	122	219,5	
35	8,141			212,5	
36	8,200	53,57	124	207,0	
38	8,164	53,56	123	219,0	-12
39	7,992	50,67	128	214,0	
40	7,766	49,97	122		-15
42	8,229	53,74			
43	7,205	62,42	63	200,0	-21

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

Ensaios	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					0
3					
4					
5					
6	20	5	55	30	5
7	30	0	50	30	420
8					
9					
10					
11					
12	40	40	0	20	10
13	0	0	80	30	40
14	30	0	50	30	10
15					
16					
17	0	0	80	30	
18	33	0	47	30	
20					
21					
24					
25					
26					
27	31	0	49	30	30
28	1	0	79	30	20
29					
31					
32					
33	28	0	52	30	
34					
35					
36	0	0	80	30	0
38					
39					
40					
42					
43	1,5	0		20	

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

Ensaio	IAT	Corrosividade ao cobre	Desgaste em 4 esferas	Four Ball	Teor de água Karl Fischer
Unidade	mgKOH/g	-	mm	kgf	% m/m
Metodologia	NBR 14448 NBR 14248	NBR 14359	-	NBR 15353	NBR 14325
		ASTM D130	ASTM D4172	ASTM D2783	ASTM D6278/D7109
1	0,3	1A			
3	0,4				
4	0,1				0,01
5					65
6	0,3	1A			54
7		1A	0,84		
8		1A			
9	0,3				
10	0,1	1A			
11	0,4	1A			0,01
12	0,5	1B		160	0,02
13	0,4	1A		160	0,00
14	0,2	1A	1,60	500	
15	0,3	1A			102
16					
17		1A			0,03
18	0,5				90
20	0,4	1A			
21	0,5	1A	0,50	140	0,01
24	0,4	1A			0,01
25					0,01
26		1A			
27	0,5	1B	0,24	250	0,03
28	0,4	1B			
29					
31		1A			
32	0,6				0,06
33		1A	0,57	80	
34		1A			
35		1A			
36	0,4	1A			
38					50
39	2,1	1B			322
40	0,4	1A			47
42		1A			93
43	0,1	1A			0,00

Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4)

Ensaios	Massa específica a 20°C	Ca	Zn	Enxofre	Mg
Unidade	g/mL	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14065	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14533	NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D4052	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751
1	0,8620	0,001	0,026	0,194	
3	0,8619				
4	0,8620			0,215	
5					
6	0,8625	0,002	0,024	0,171	0,001
7	0,8619			0,182	
8					
9		0,002	0,046		0,000
10	0,8620	0,000	0,036	0,183	
11	0,8619				
12					
13	0,8617	0,000	0,028	0,194	0,000
14	0,8616	0,002	0,027	0,193	0,000
15	0,8619	0,001	0,024		0,000
16		0,000	0,028	0,219	
17		0,003	0,024	0,204	0,000
18	0,8620				
20	0,8615				
21	0,8618	0,001	0,028	0,190	0,000
24					
25	0,8619				
26					
27	0,8606	0,000	0,027	0,165	
28	0,8612	0,000	0,025	0,184	
29	0,8619				
31	0,8606	0,000	0,028	0,209	
32					
33					
34	0,8617				
35	0,8619	0,001	0,027	0,165	0,000
36		0,000	0,026	0,171	
38	0,8619				
39	0,8583	12	260		0,100
40	0,8621				
42	0,8619				
43		37,0	261	1969	

Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 5)

Ensaio	Fósforo	Molibdênio	Boro	Nitrogênio
Unidade	% 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
1	0,022			
3				
4				
5				
6	0,023	0,002	0,002	0,035
7				44,300
8				
9		0,000		
10	0,024	0,003		
11				
12				
13	0,025	0,000	0,000	
14	0,019	0,000		0,093
15	0,015			0,060
16	0,035			
17	0,035	0,000	0,000	
18				
20				
21	0,024	0,000		
24				
25				
26				
27	0,025			
28	0,035			
29				
31	0,026	0,000		
32				
33				
34				
35	0,011	0,000	0,000	
36	0,025	0,000		
38				
39	242	0,190	0,100	
40				
42				
43	280			

A Tabela 3 traz 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 3. 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	3	4	5	6	7	8	9	10	
Viscosidade Cinemática a 100°C				i				i		
Viscosidade Cinemática a 40°C			i	n			q	i	i	
Índice de Viscosidade		i		n				q		
Ponto de Fulgor		n		n	i	n		q		
Ponto de Fluidez		n		n	n		n	n	n	
IAT			i	n		n	n		q	
Teor de água Karl Fischer	n	n		e	e	n	n	n	n	
Massa específica a 20°C				n	i		n	n		
Zinco		n	n	n		n	n	i	i	
Enxofre			n		n		n	n		
Fósforo		n	n	n		n	n	n		
Total de ensaios realizados	10	5	9	2	10	6	4	6	9	
Resultados satisfatórios	100,00%	80,00%	77,78%	0,00%	70,00%	100,00%	75,00%	16,67%	66,67%	
Resultados insatisfatórios	0,00%	20,00%	22,22%	100,00%	30,00%	0,00%	0,00%	50,00%	22,22%	
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	25,00%	33,33%	11,11%	
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	66,7%	33,3%	60,0%	13,3%	66,7%	40,0%	26,7%	40,0%	60,0%	

Tabela 3. 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).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	11	12	13	14	15	16	17	18	20	
Viscosidade Cinemática a 100°C										q
Viscosidade Cinemática a 40°C										
Índice de Viscosidade					q	n	q			
Ponto de Fulgor		n				n				
Ponto de Fluidez	n					n	n	n	i	
IAT						n	n			
Teor de água Karl Fischer				n	e	n		e	n	
Massa específica a 20°C		n					n	n		q
Zinco	n	n							n	n
Enxofre	n	n				n		n	n	
Fósforo	n	n			q	i	i	n	n	
Total de ensaios realizados	7	6	11	10	10	5	8	7	7	
Resultados satisfatórios	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	70,00%	80,00%	62,50%	85,71%	57,14%	
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	10,00%	20,00%	12,50%	14,29%	14,29%	
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	20,00%	0,00%	25,00%	0,00%	28,57%	
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	46,7%	40,0%	73,3%	66,7%	66,7%	33,3%	53,3%	46,7%	46,7%	

Tabela 3. 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).

Ensaios	Identificação do laboratório								
	21	24	25	26	27	28	29	31	32
Viscosidade Cinemática a 100°C							i		
Viscosidade Cinemática a 40°C							i	q	
Índice de Viscosidade							i	q	
Ponto de Fulgor			n						n
Ponto de Fluidez		n					n		n
IAT			n	n			n	n	
Teor de água Karl Fischer				n		n	n	n	i
Massa específica a 20°C		n		n	i	i		i	n
Zinco		n	n	n			n		n
Enxofre		n	n	n			n		n
Fósforo		n	n	n		i	n		n
Total de ensaios realizados	11	6	6	5	11	10	5	9	5
Resultados satisfatórios	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	90,91%	80,00%	100,00%	55,56%	40,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	9,09%	20,00%	0,00%	44,44%	20,00%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	40,00%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	73,3%	40,0%	40,0%	33,3%	73,3%	66,7%	33,3%	60,0%	33,3%

Tabela 3. 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).

Ensaios	Identificação do laboratório								
	33	34	35	36	38	39	40	42	43
Viscosidade Cinemática a 100°C		e					i		i
Viscosidade Cinemática a 40°C		e	n			i	i		i
Índice de Viscosidade	q		n					n	e
Ponto de Fulgor							n	n	q
Ponto de Fluidez	q	n	n	n		n		n	i
IAT	n	n	n		n	e		n	q
Teor de água Karl Fischer	n	n	n	n	e	e	e	e	
Massa específica a 20°C	n			n		i			n
Zinco	n	n			n	e	n	n	e
Enxofre	n	n			n	n	n	n	e
Fósforo	n	n	i		n	e	n	n	e
Total de ensaios realizados	5	5	6	8	7	9	7	4	10
Resultados satisfatórios	60,00%	60,00%	83,33%	100,00%	85,71%	33,33%	57,14%	75,00%	10,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	40,00%	16,67%	0,00%	14,29%	66,67%	42,86%	25,00%	70,00%
Resultados questionáveis	40,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	20,00%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	33,3%	33,3%	40,0%	53,3%	46,7%	60,0%	46,7%	26,7%	66,7%

3.2 Estatística robusta

3.2.1 - Viscosidade cinemática a 100°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Obs: o resultado do laboratório 34 foi excluído pois foi considerado como *outlier*

Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100°C - NBR 10441/ASTM D445/D7042

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação	
43	7,21	-0,96	-10,73	Insatisfatório	
9	7,44	-0,73	-8,11	Insatisfatório	
31	7,45	-0,72	-8,05	Insatisfatório	
40	7,77	-0,40	-4,47	Insatisfatório	
20	7,90	-0,27	-2,98	Questionável	
39	7,99	-0,18	-1,96		
17	8,02	-0,15	-1,70		
33	8,04	-0,13	-1,44		
32	8,05	-0,12	-1,31		
28	8,13	-0,04	-0,40		
35	8,14	-0,03	-0,30		
8	8,15	-0,02	-0,23		
26	8,16	-0,01	-0,08		
38	8,16	0,00	-0,04		
12	8,17	0,00	0,02		
29	8,17	0,00	0,02		
7	8,17	0,00	0,03		
6	8,17	0,00	0,05		
14	8,17	0,01	0,06		
21	8,18	0,01	0,16		
25	8,18	0,01	0,16		
13	8,19	0,02	0,22		
16	8,19	0,02	0,25		
36	8,20	0,03	0,36		
18	8,21	0,04	0,45		
3	8,22	0,05	0,58		
42	8,23	0,06	0,68		
11	8,23	0,07	0,75		
27	8,24	0,07	0,75		
1	8,24	0,07	0,81		
10	8,26	0,09	1,05		
24	8,28	0,11	1,25		
4	8,28	0,11	1,28		
15	8,34	0,18	1,96		
5	8,47	0,30	3,37	Insatisfatório	
34	53,63			Excluído	

nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	8,17
Desvio Padrão Robusto	0,09
Mediana	8,17
Média Aritmética	8,10
Desvio Padrão Aritmético	0,26
Reprodutibilidade do grupo	0,26
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	8,44
3 sigma Abaixo	7,90

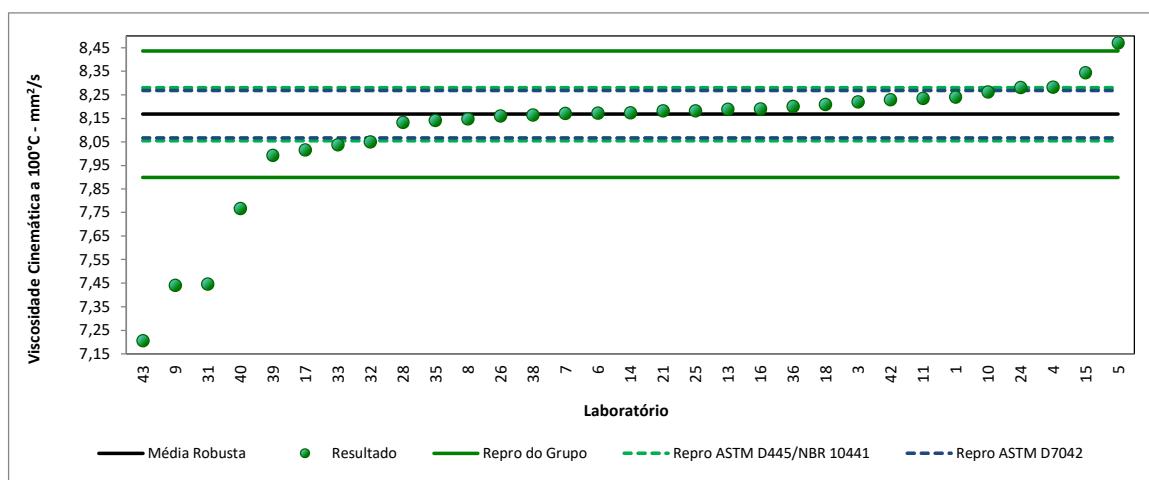


Figura 1. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 100 °C.

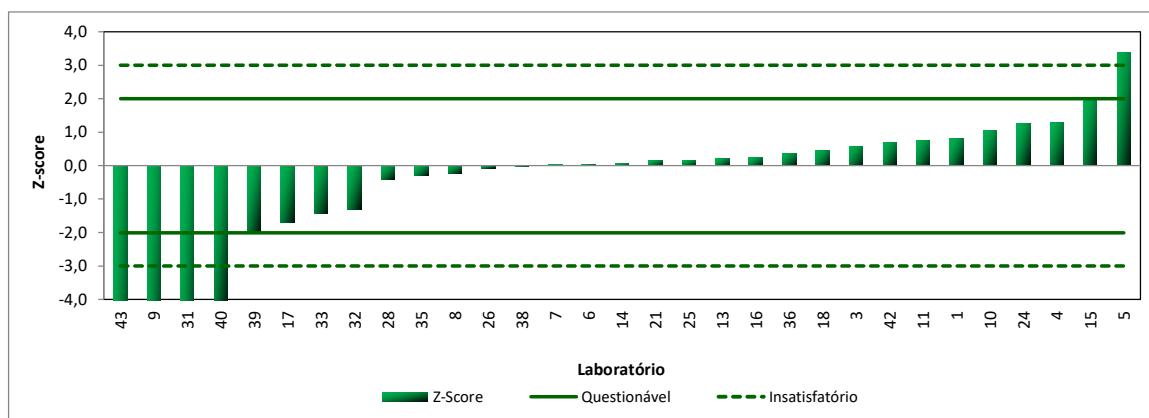


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 100 °C.

3.2.2 – Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Obs: o resultado do laboratório 34 foi excluído pois foi considerado como *outlier*

Ensaio: Viscosidade Cinemática a 40°C - NBR 10441 / ASTM D445/D7042

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
34	12,33			Excluído
9	49,07	-4,54	-19,14	Insatisfatório
40	49,97	-3,64	-15,37	Insatisfatório
39	50,67	-2,94	-12,39	Insatisfatório
31	52,23	-1,38	-5,83	Insatisfatório
15	53,29	-0,32	-1,34	
26	53,35	-0,26	-1,11	
6	53,35	-0,26	-1,09	
28	53,40	-0,21	-0,90	
3	53,43	-0,18	-0,77	
12	53,53	-0,08	-0,33	
21	53,53	-0,08	-0,33	
11	53,54	-0,07	-0,29	
13	53,54	-0,07	-0,28	
38	53,56	-0,05	-0,20	
36	53,57	-0,04	-0,16	
27	53,59	-0,02	-0,10	
1	53,61	0,00	-0,01	
29	53,63	0,02	0,09	
24	53,64	0,03	0,14	
25	53,64	0,03	0,14	
20	53,68	0,07	0,30	
16	53,70	0,09	0,39	
14	53,72	0,11	0,47	
18	53,74	0,13	0,54	
7	53,74	0,13	0,56	
42	53,74	0,13	0,56	
33	54,05	0,44	1,85	
8	54,10	0,49	2,07	Questionável
17	54,15	0,54	2,27	Questionável
32	54,28	0,67	2,84	Questionável
10	54,50	0,89	3,74	Insatisfatório
4	54,54	0,93	3,93	Insatisfatório
43	62,42	8,81	37,15	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	23
Média Robusta	53,61
Desvio Padrão Robusto	0,24
Mediana	53,61
Média Aritmética	53,59
Desvio Padrão Aritmético	1,98
Reprodutibilidade do grupo	0,68
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	54,32
3 sigma Abaixo	52,90

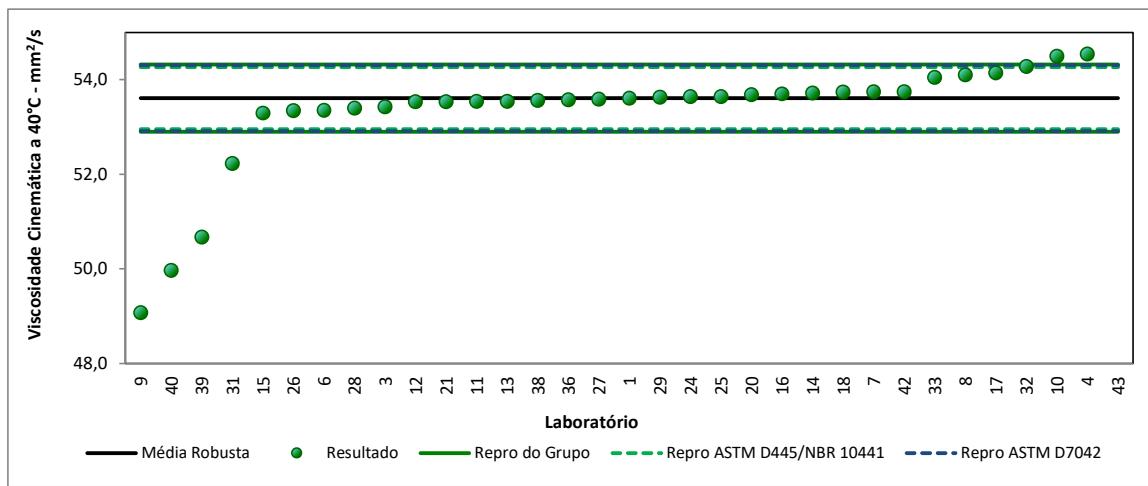


Figura 3. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 40 °C.

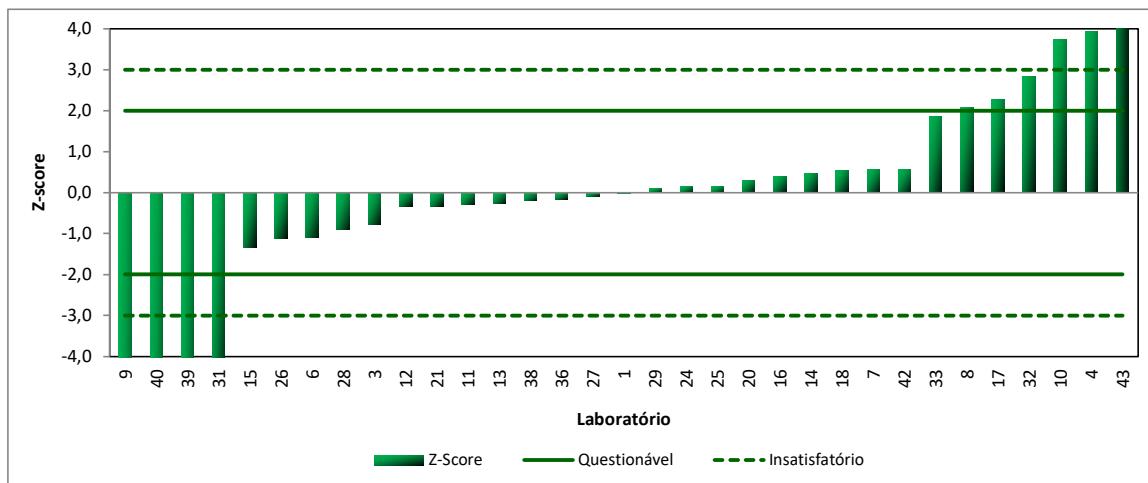


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 40 °C.

3.2.3 – Índice de Viscosidade

Normas: NBR 14358/ASTM D 2270

Obs: o resultado do laboratório 43 foi excluído pois foi considerado como *outlier*

Ensaio: Índice de Viscosidade - NBR 14358/ASTM D 2270

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
43	63			Excluído
31	104	-19	-7,61	Insatisfatório
17	116	-7	-2,89	Questionável
9	117	-6	-2,30	Questionável
32	117	-6	-2,30	Questionável
33	117	-6	-2,30	Questionável
20	119	-4	-1,51	
4	119	-4	-1,49	
8	121	-2	-0,92	
7	122	-1	-0,33	
28	122	-1	-0,33	
34	122	-1	-0,33	
40	122	-1	-0,33	
14	123	0	-0,13	
10	123	0	0,06	
12	123	0	0,06	
25	123	0	0,06	
26	123	0	0,06	
38	123	0	0,06	
18	124	1	0,31	
6	124	1	0,45	
13	124	1	0,45	
21	124	1	0,45	
36	124	1	0,45	
27	125	2	0,65	
1	125	2	0,85	
11	125	2	0,85	
29	125	2	0,85	
24	127	4	1,44	
39	128	5	1,83	
15	129	6	2,42	Questionável
3	134	11	4,39	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	24
Média Robusta	123
Desvio Padrão Robusto	2,54
Mediana	123
Média Aritmética	122
Desvio Padrão Aritmético	5,09
Repro do grupo	7,34
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	130
3 sigma Abaixo	115

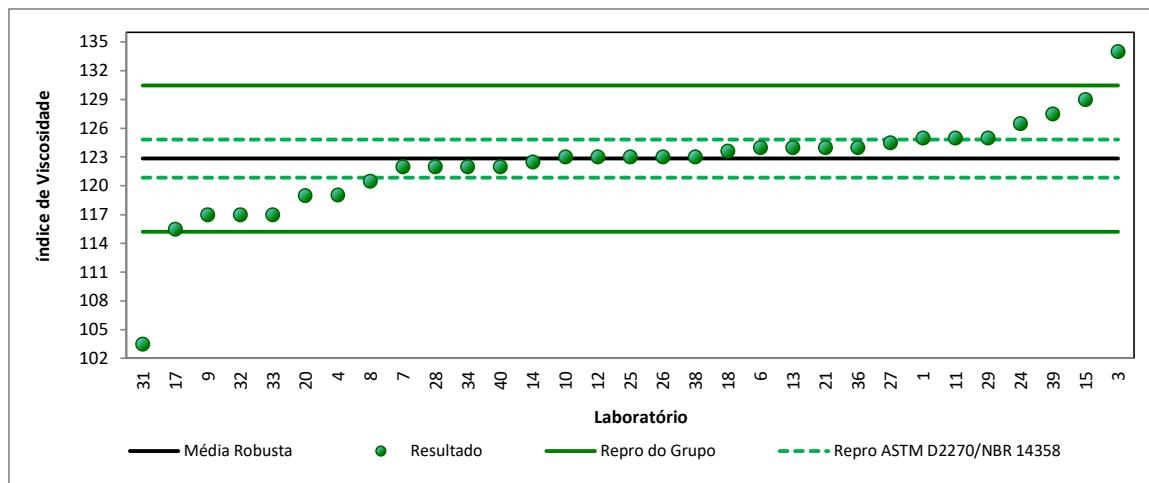


Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para o Índice de Viscosidade.

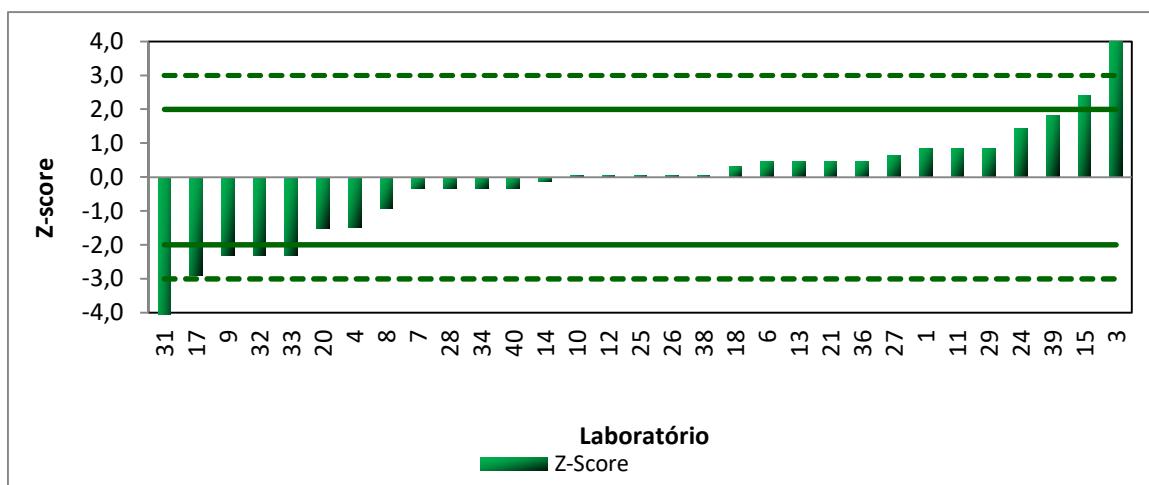


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Viscosidade.

3.2.4 – Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

Ensaio: Ponto de Fulgor - NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
43	200,0	-14,4	-2,18	Questionável
20	206,0	-8,4	-1,27	
15	207,0	-7,4	-1,12	
18	207,0	-7,4	-1,12	
36	207,0	-7,4	-1,12	
29	207,5	-6,9	-1,04	
4	210,0	-4,4	-0,66	
27	210,0	-4,4	-0,66	
24	211,0	-3,4	-0,51	
17	212,0	-2,4	-0,36	
35	212,5	-1,9	-0,29	
13	214,0	-0,4	-0,06	
26	214,0	-0,4	-0,06	
39	214,0	-0,4	-0,06	
21	215,5	1,1	0,17	
14	215,8	1,4	0,21	
33	216,5	2,1	0,32	
8	217,0	2,6	0,40	
10	217,0	2,6	0,40	
1	219,0	4,6	0,70	
38	219,0	4,6	0,70	
34	219,5	5,1	0,77	
28	220,0	5,6	0,85	
31	220,0	5,6	0,85	
11	224,0	9,6	1,45	
9	233,0	18,6	2,82	Questionável
6	235,0	20,6	3,12	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	24
Média Robusta	214,4
Desvio Padrão Robusto	6,6
Mediana	214,0
Média Aritmética	214,9
Desvio Padrão Aritmético	7,7
Repro do grupo	19,2
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	234,2
3 sigma Abaixo	194,6

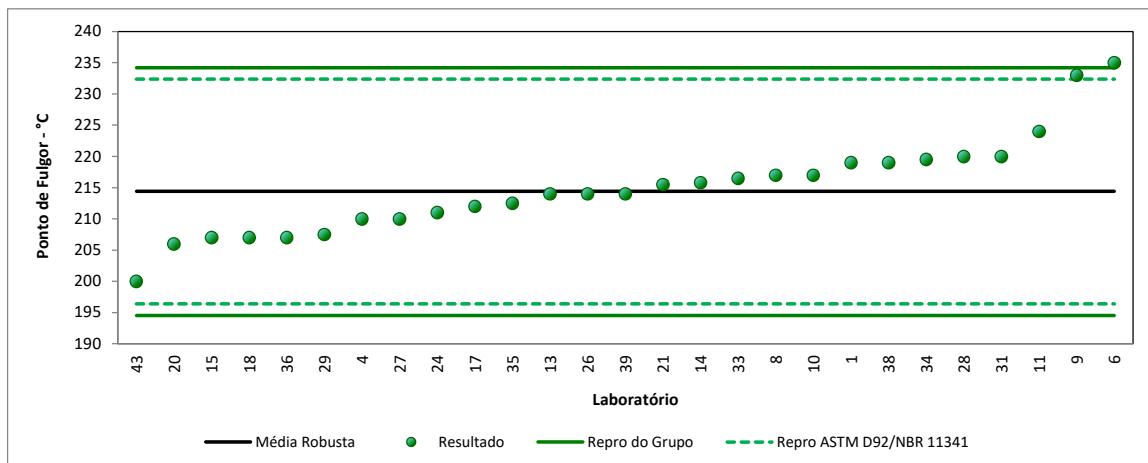


Figura 7. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

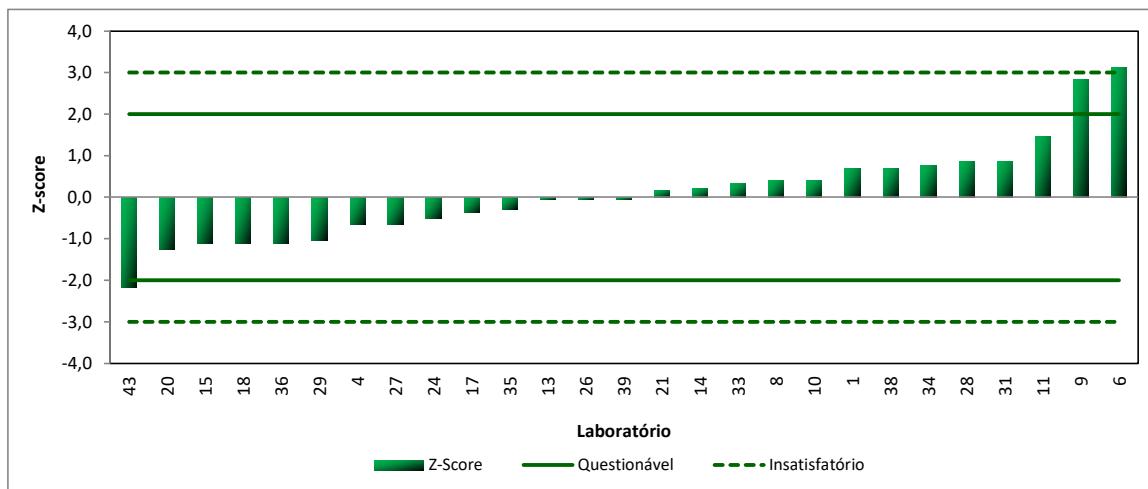


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor

3.2.5 – Ponto de Fluidez

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

Ensaio: Ponto de Fluidez - NBR 11349/15468 / ASTM D97/D5950/D7346

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação	Nº de Resultados Satisfatórios	15
20	-21	-7	-3,30	Insatisfatório	Média Robusta	-13,7
43	-21	-7	-3,00	Insatisfatório	Desvio Padrão Robusto	2
4	-15	-1	-0,60		Mediana	-14
7	-15	-1	-0,60		Média Aritmética	-14
12	-15	-1	-0,60		Desvio Padrão Aritmético	3
14	-15	-1	-0,60		Repro do grupo	7
21	-15	-1	-0,60		Intervalos do Grupo	
28	-15	-1	-0,60		3 sigma Acima	-7
40	-15	-1	-0,60		3 sigma Abaixo	-20
25	-13	1	0,30			
1	-12	2	0,80			
13	-12	2	0,80			
15	-12	2	0,80			
26	-12	2	0,80			
27	-12	2	0,80			
31	-12	2	0,80			
38	-12	2	0,80			
33	-9	5	2,10	Questionável		

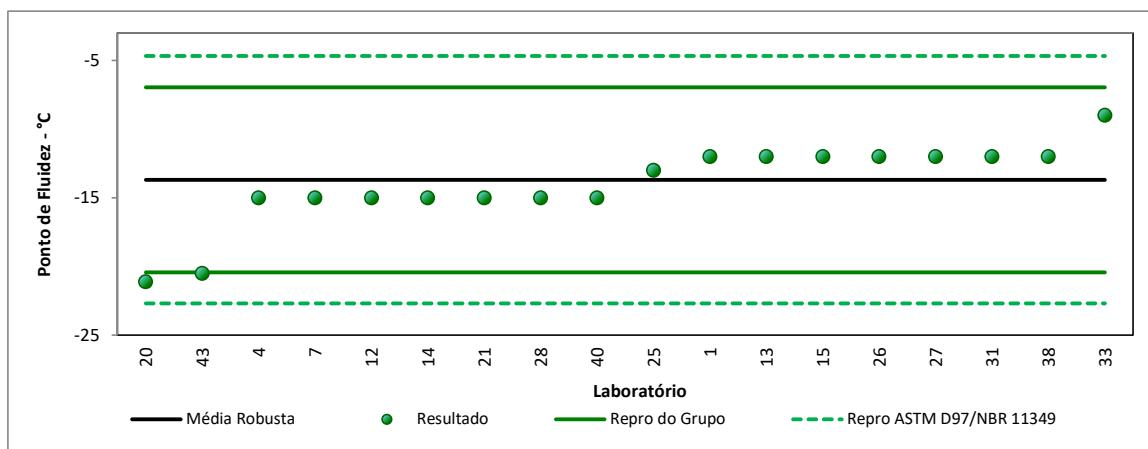


Figura 9. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez.

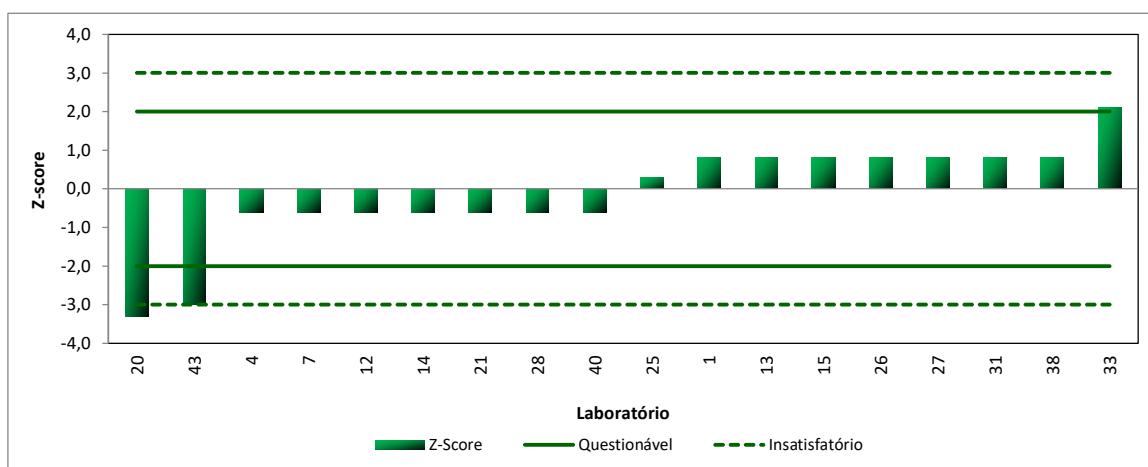


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez

3.2.6 – Índice de Acidez – IAT

Normas: NBR14448/ NBR14248/ASTM D664/ ASTM D974

Obs: o resultado do laboratório 39 foi excluído pois foi considerado como *outlier*

Ensaio: IAT - NBR 14448 / NBR 14248 / ASTM D664

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
4	0,1	-0,35	-3,00	Insatisfatório
10	0,1	-0,29	-2,50	Questionável
43	0,1	-0,29	-2,50	Questionável
14	0,2	-0,20	-1,70	
9	0,3	-0,11	-1,00	
6	0,3	-0,10	-0,80	
15	0,3	-0,10	-0,80	
1	0,3	-0,08	-0,70	
28	0,4	-0,03	-0,30	
24	0,4	-0,02	-0,10	
36	0,4	-0,01	-0,10	
11	0,4	0,00	0,00	
13	0,4	0,00	0,00	
20	0,4	0,00	0,00	
40	0,4	0,01	0,10	
3	0,4	0,02	0,10	
27	0,5	0,06	0,50	
18	0,5	0,07	0,60	
12	0,5	0,09	0,80	
21	0,5	0,10	0,80	
32	0,6	0,21	1,80	
39	2,1			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	0,40
Desvio Padrão Robusto	0,12
Mediana	0,39
Média Aritmética	0,35
Desvio Padrão Aritmético	0,14
Repro do grupo	0,35
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,75
3 sigma Abaixo	0,05

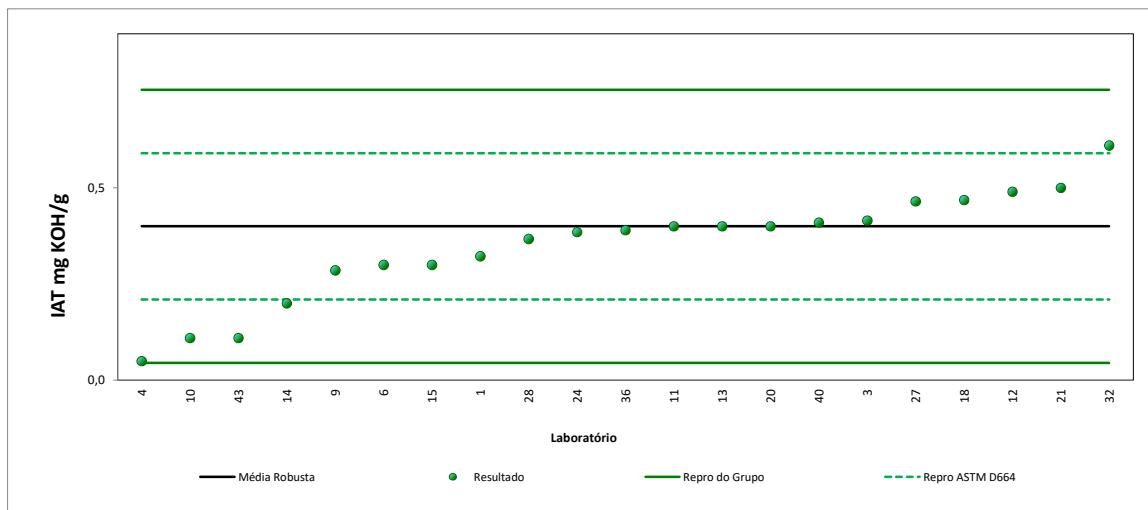


Figura 11. Representação das médias dos resultados para Índice de Acidez.

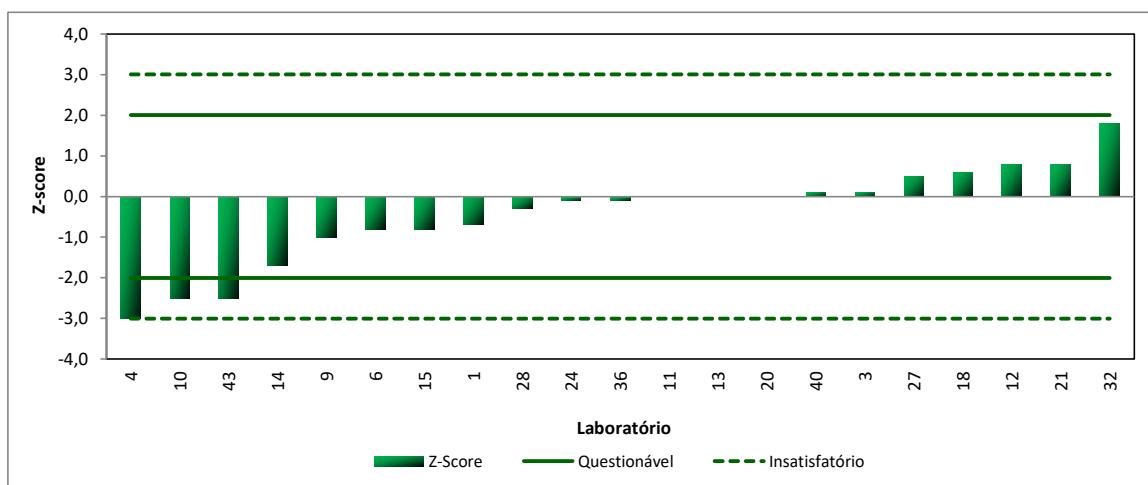


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Acidez.

3.2.7 – Teor de água Karl Fischer

Normas: ASTM D 6304

Obs: os resultados dos laboratórios 5, 6, 15, 18, 38, 39, 40 e 42 foram excluídos pois foram considerados como *outliers*

Ensaio: Karl Fischer - ASTM D6304

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
13	0,00	-0,01	-1,10	
43	0,00	-0,01	-1,10	
24	0,01	-0,01	-0,40	
4	0,01	0,00	-0,30	
11	0,01	0,00	-0,30	
21	0,01	0,00	-0,30	
25	0,01	0,00	-0,30	
12	0,02	0,01	0,40	
27	0,03	0,01	1,00	
17	0,03	0,02	1,20	
32	0,06	0,05	3,90	Insatisfatório
40	46,50			Excluído
38	49,50			Excluído
6	54,00			Excluído
5	65,00			Excluído
18	90,05			Excluído
42	93,00			Excluído
15	102,15			Excluído
39	322,30			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	10
Média Robusta	0,01
Desvio Padrão Robusto	0,01
Mediana	0,01
Média Aritmética	0,02
Desvio Padrão Aritmético	13,42
Repro do grupo	0,04
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,05
3 sigma Abaixo	-0,02

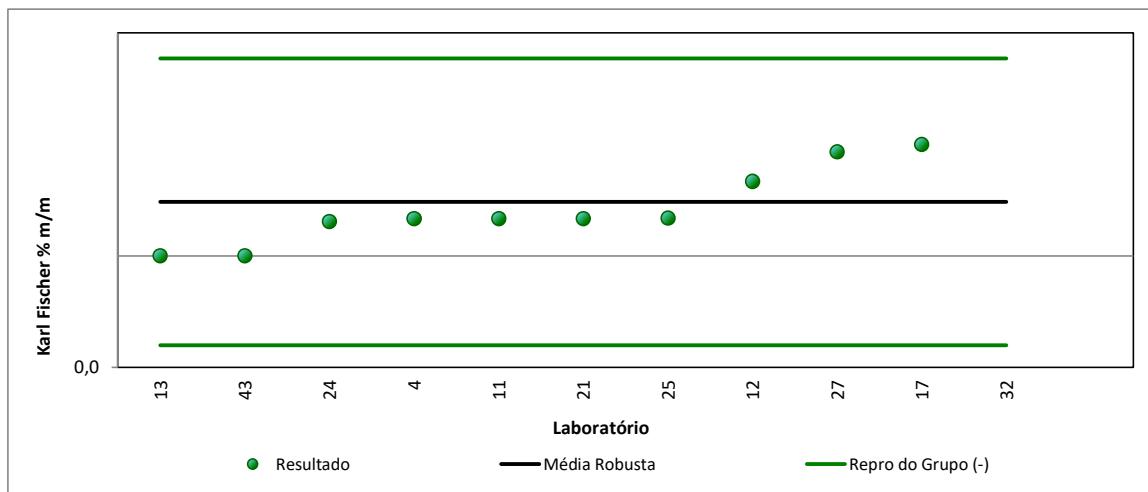


Figura 13. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de água

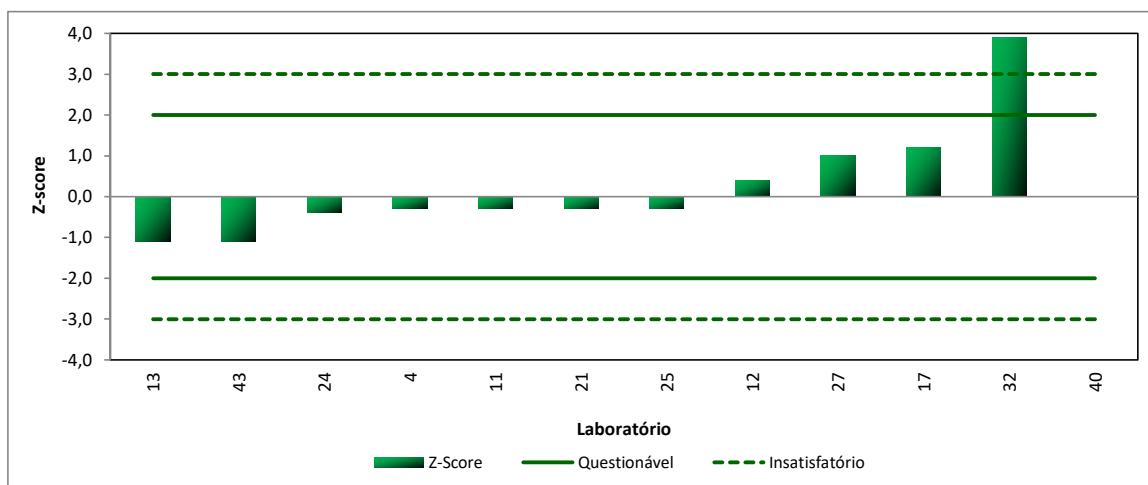


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. do teor de água.

3.2.8 – Massa Específica a 20°C

Normas: NBR 14065/ASTM D 4052

Ensaio: Massa específica a 20 °C - NBR 14065 /ASTM D4052

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
39	0,8583	0,00	-23,10	Insatisfatório
27	0,8606	0,00	-8,10	Insatisfatório
31	0,8606	0,00	-8,10	Insatisfatório
28	0,8612	0,00	-4,20	Insatisfatório
20	0,8615	0,00	-2,30	Questionável
14	0,8616	0,00	-2,00	
13	0,8617	0,00	-1,00	
34	0,8617	0,00	-1,00	
21	0,8618	0,00	-0,30	
35	0,8619	0,00	0,00	
7	0,8619	0,00	0,30	
11	0,8619	0,00	0,30	
15	0,8619	0,00	0,30	
25	0,8619	0,00	0,30	
29	0,8619	0,00	0,30	
38	0,8619	0,00	0,30	
42	0,8619	0,00	0,40	
3	0,8619	0,00	0,40	
1	0,8620	0,00	0,60	
4	0,8620	0,00	1,00	
10	0,8620	0,00	1,00	
18	0,8620	0,00	1,00	
40	0,8621	0,00	1,30	
6	0,8625	0,00	4,20	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	0,8619
Desvio Padrão Robusto	0,0001
Mediana	0,8619
Média Aritmética	0,8616
Desvio Padrão Aritmético	0,0008
Repro do grupo	0,0004
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,8623
3 sigma Abaixo	0,8614

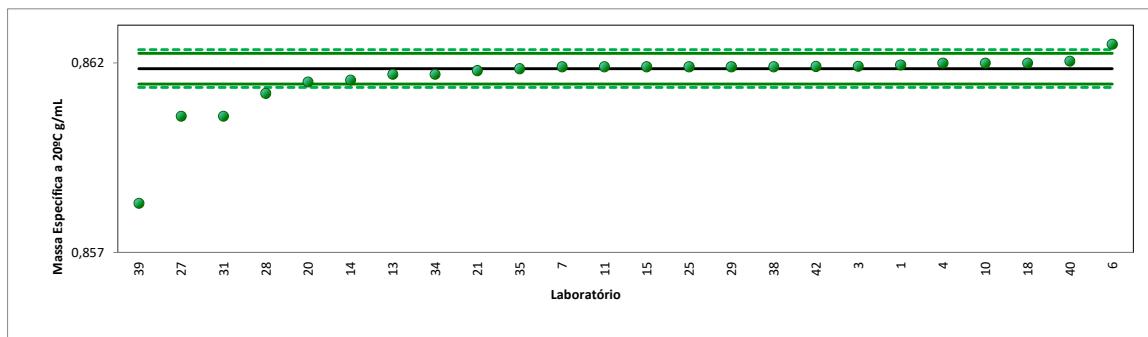


Figura 13. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de Massa Específica a 20°C.

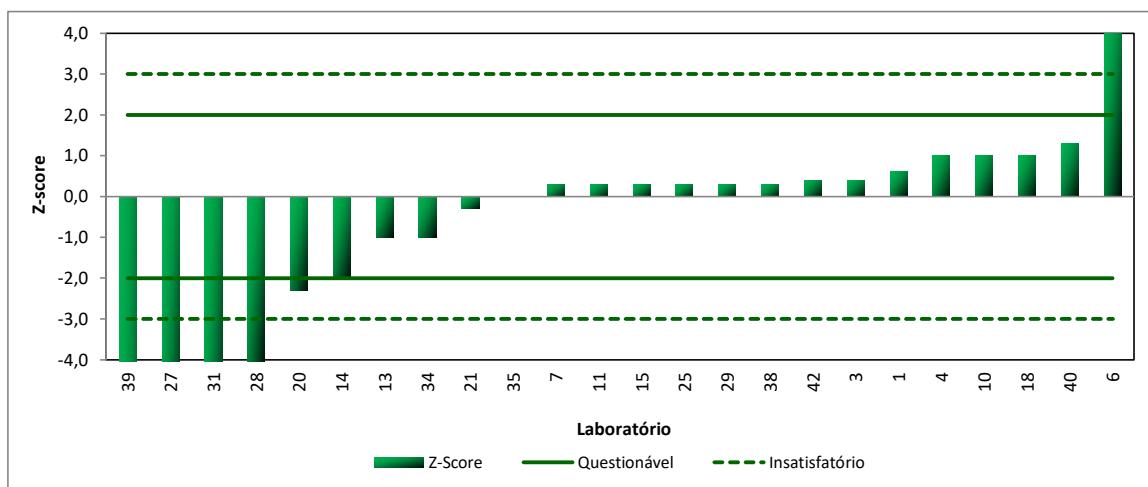


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Massa Específica a 20°C.

3.2.9 - Zinco

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

Obs: os resultados dos laboratórios 39 e 43 foram excluídos pois foram considerados como *outliers*

Ensaio: Zinco - NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
6	0,024	-0,003	-1,30	
15	0,024	-0,002	-1,20	
17	0,024	-0,002	-1,10	
28	0,025	-0,002	-0,90	
36	0,026	-0,001	-0,40	
1	0,026	0,000	-0,20	
35	0,027	0,000	-0,10	
14	0,027	0,000	-0,10	
27	0,027	0,000	0,10	
13	0,028	0,001	0,40	
31	0,028	0,001	0,50	
16	0,028	0,001	0,60	
21	0,028	0,001	0,60	
10	0,036	0,009	4,40	Insatisfatório
9	0,046	0,019	9,50	Insatisfatório
39	259,760			Excluído
43	260,500			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	13
Média Robusta	0,027
Desvio Padrão Robusto	0,002
Mediana	0,027
Média Aritmética	0,028
Desvio Padrão Aritmético	0,006
Repro do grupo	0,006
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,033
3 sigma Abaixo	0,021

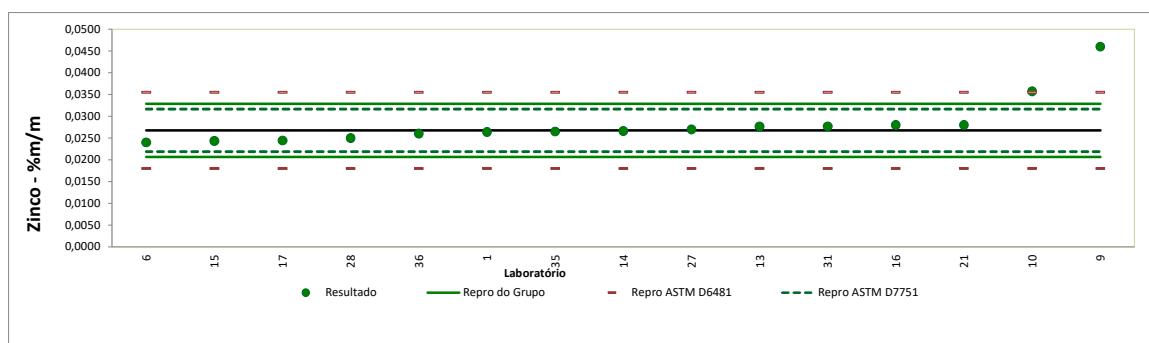


Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Zinco.

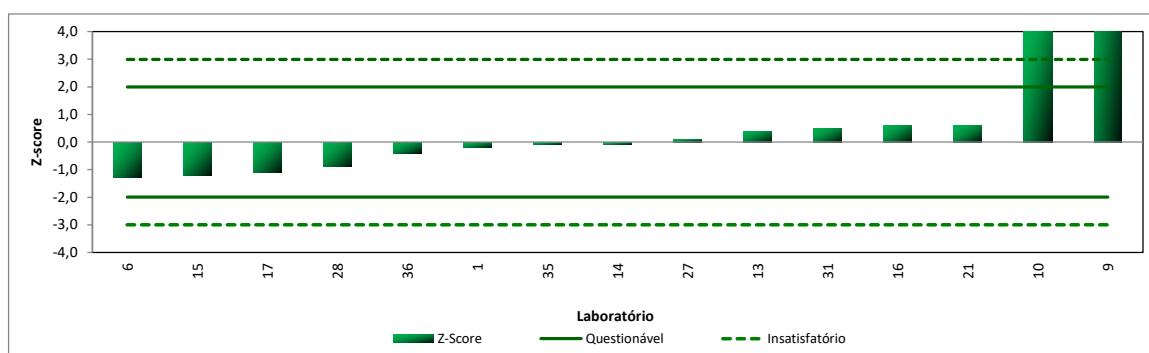


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco

3.2.10 - Enxofre

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

Obs: o resultado do laboratório 43 foi excluído pois foi considerado como *outlier*

Ensaio: Enxofre - NBR 14786/14533 / ASTM D4951/D6481/D4294/D2622/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
27	0,165	-0,024	-1,20	
35	0,165	-0,024	-1,20	
36	0,171	-0,018	-0,90	
6	0,171	-0,018	-0,90	
7	0,182	-0,007	-0,40	
10	0,183	-0,007	-0,30	
28	0,184	-0,006	-0,30	
21	0,190	0,001	0,00	
14	0,193	0,004	0,20	
1	0,194	0,005	0,20	
13	0,194	0,005	0,30	
17	0,204	0,015	0,80	
31	0,209	0,020	1,00	
4	0,215	0,026	1,30	
16	0,219	0,029	1,50	
43	1969,000			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	15
Média Robusta	0,189
Desvio Padrão Robusto	0,020
Mediana	0,190
Média Aritmética	0,189
Desvio Padrão Aritmético	0,017
Repro do grupo	0,059
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,248
3 sigma Abaixo	0,131

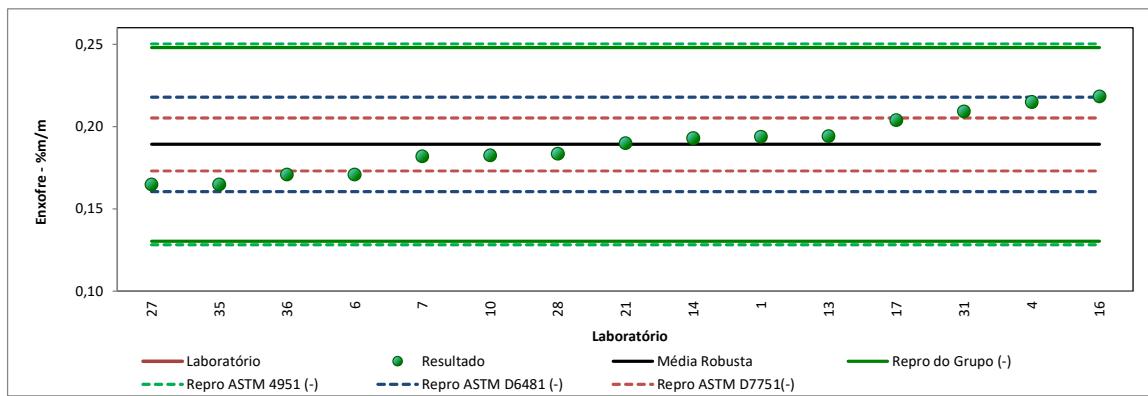


Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Enxofre.

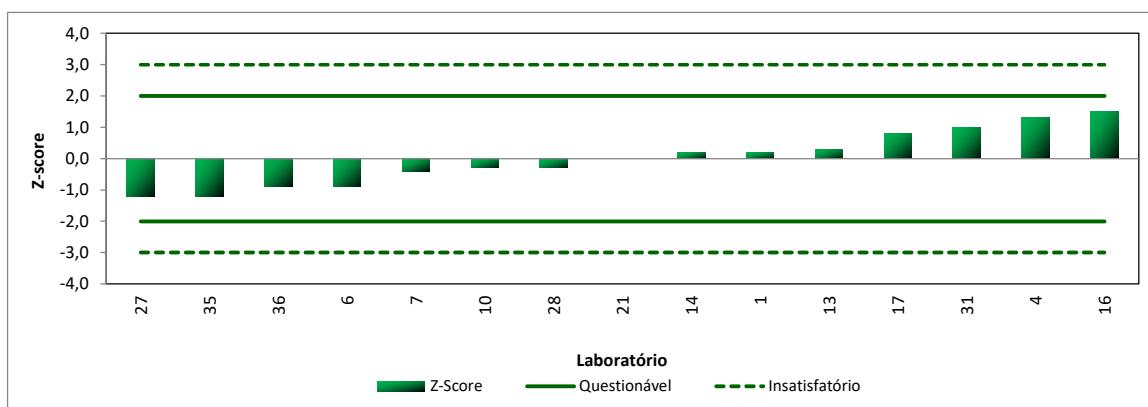


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre

3.2.11 - Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Obs: os resultados dos laboratórios 39 e 43 foram excluídos pois foram considerados como *outliers*

Ensaio: Fósforo - NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
35	0,011	-0,014	-4,10	Insatisfatório
15	0,015	-0,009	-2,60	Questionável
14	0,019	-0,005	-1,50	
1	0,022	-0,002	-0,70	
6	0,023	-0,001	-0,40	
10	0,024	0,000	-0,10	
21	0,024	0,000	-0,10	
27	0,025	0,000	0,10	
36	0,025	0,001	0,20	
13	0,025	0,001	0,30	
31	0,026	0,001	0,40	
28	0,035	0,011	3,20	Insatisfatório
16	0,035	0,011	3,20	Insatisfatório
17	0,035	0,011	3,20	Insatisfatório
39	242,295			Excluído
43	279,500			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	9
Média Robusta	0,024
Desvio Padrão Robusto	0,003
Mediana	0,024
Média Aritmética	0,025
Desvio Padrão Aritmético	0,007
Repro do grupo	0,010
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,034
3 sigma Abaixo	0,014

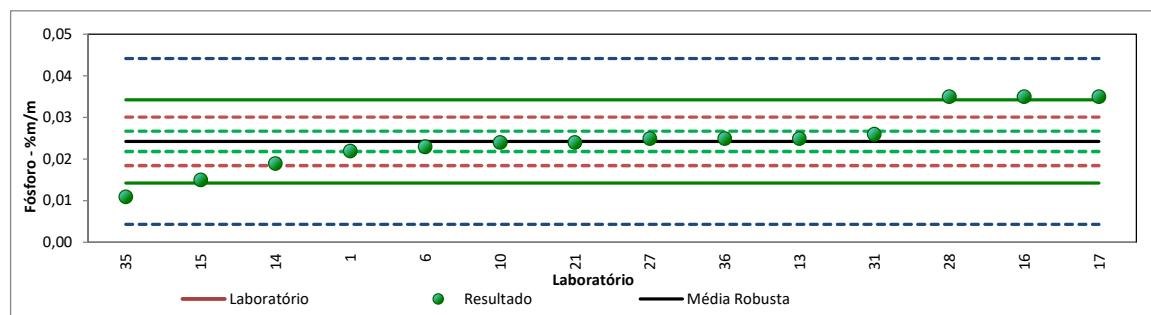


Figura 17. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.

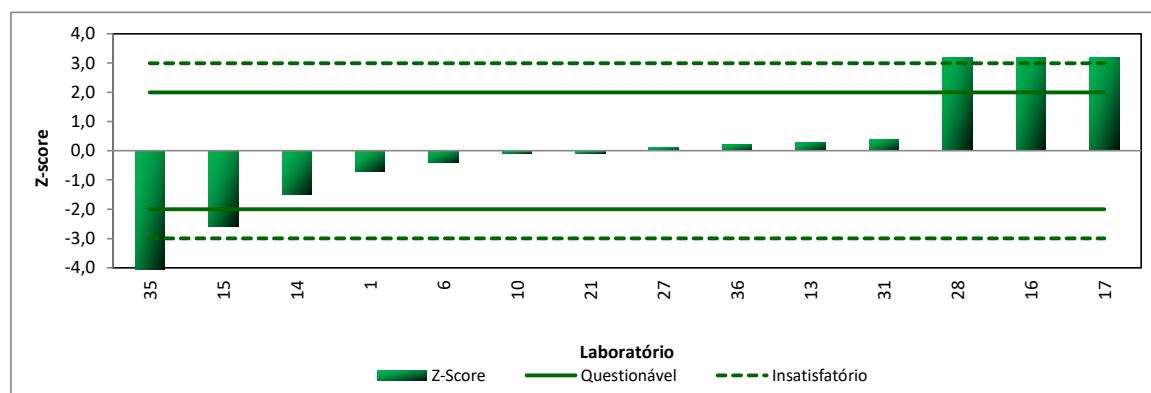


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.

3.3 – Avaliação do ensaio de Demulsibilidade

Norma: ASTM D1401

Doze 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 4.

Tabela 4. Resultados para o ensaio de Demulsibilidade – Óleo/Água/Emulsão

Ensaio	Demulsibilidade - óleo	Demulsibilidade - água	Demulsibilidade - emulsão	Demulsibilidade - tempo
6	20	5	55	30
7	30	0	50	30
12	40	40	0	20
13	0	0	80	30
14	30	0	50	30
17	0	0	80	30
18	33	0	47	30
27	31	0	49	30
28	1	0	79	30
33	28	0	52	30
36	0	0	80	30
43	1,5	0		20

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.

Oito laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Não foi possível realizar o tratamento estatístico em função do número reduzido de resultados. No entanto, destaca-se que quando se considera os resultados e a reprodutibilidade da norma ASTM D892, apenas 2 resultados se destacam. A título de comparação, eles estão dispostos na figura 19.

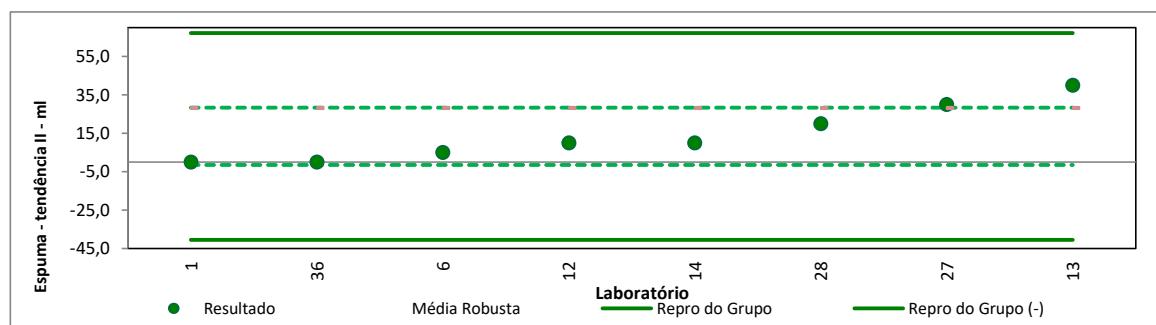


Figura 19. Representação dos resultados para o ensaio de espuma.

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 5. Recomenda-se que o laboratório 14 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

Tabela 5. Resultados por laboratório para o ensaio de desgaste em quatro esferas

Laboratório	Resultado (mm)
7	0,84
14	1,6
21	0,5
27	0,24
33	0,57

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 6.

Tabela 6. Resultados por laboratório para o ensaio de extrema pressão Four Ball

Laboratório	Resultado (mm)
11	160
12	160
13	160
14	500
20	140
26	250
32	80

Considerando apenas a mediana para o ensaio (160 kgf) e a reprodutibilidade da norma ASTM D2783 para a mediana em questão, recomenda-se que o laboratório 14 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

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 7.

Tabela 7. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de nitrogênio.

Laboratório	Resultado (% m/m)
9	44,3
14	0,0930
17	0,0600

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

Vinte 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.

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

Normas: ASTM D130 / NBR 14359

No total, 26 laboratórios reportaram este parâmetro, sendo que 22 laboratórios reportaram 1A e 4 laboratórios reportaram 1B. Esse ensaio é peculiar na forma de reporte dos resultados, que é não numérica, dessa forma não é possível realizar um tratamento estatístico. No entanto, os resultados foram muito próximos, mostrando que os laboratórios estão atuando corretamente.

3.15 – Gráficos de desempenho

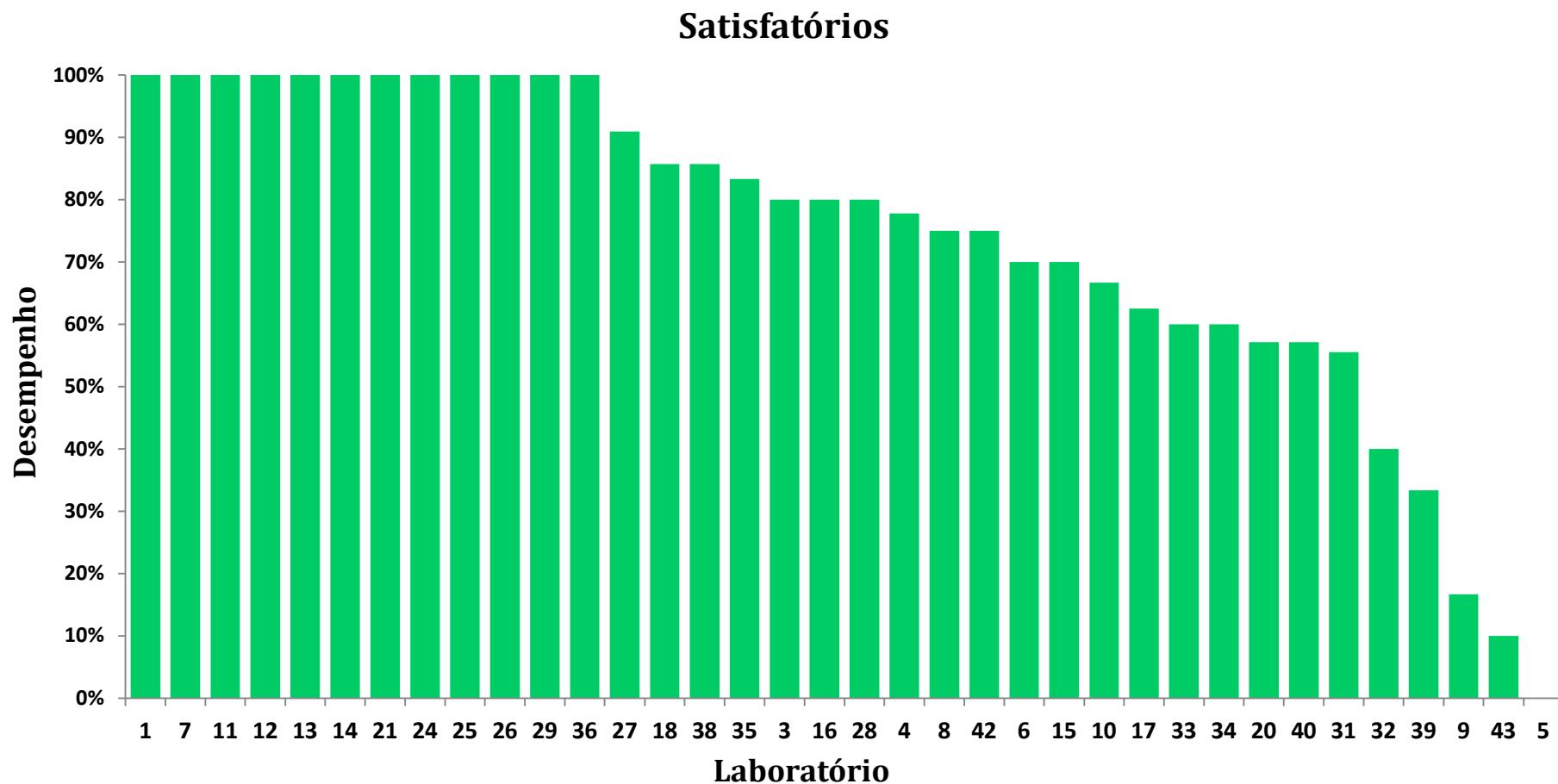


Figura 20. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório. onze participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram e que foi possível a análise estatística.

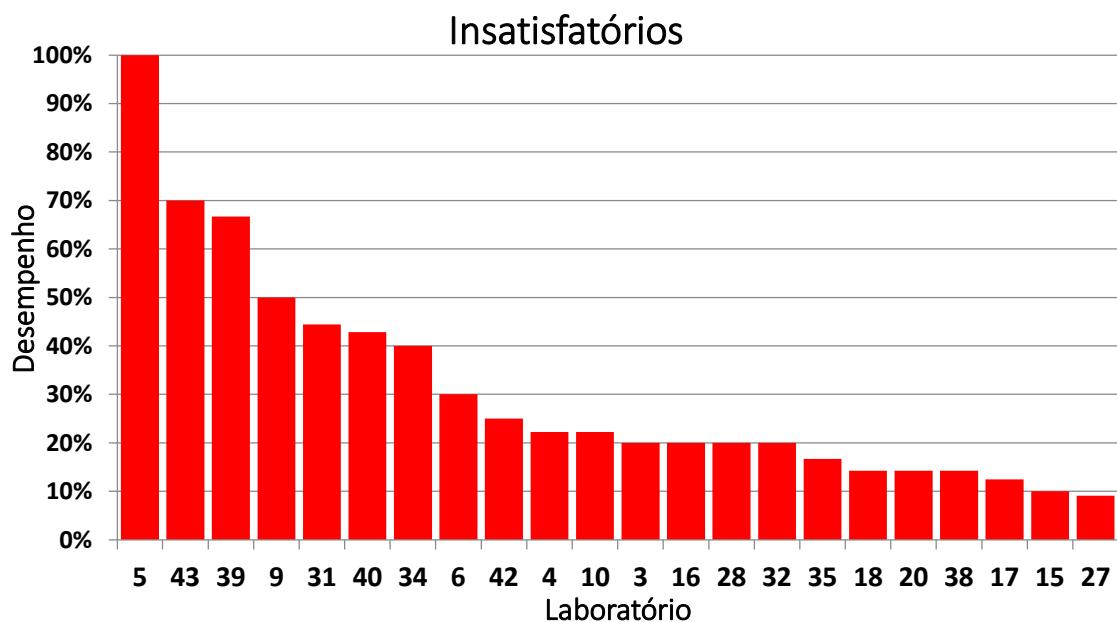


Figura 21. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

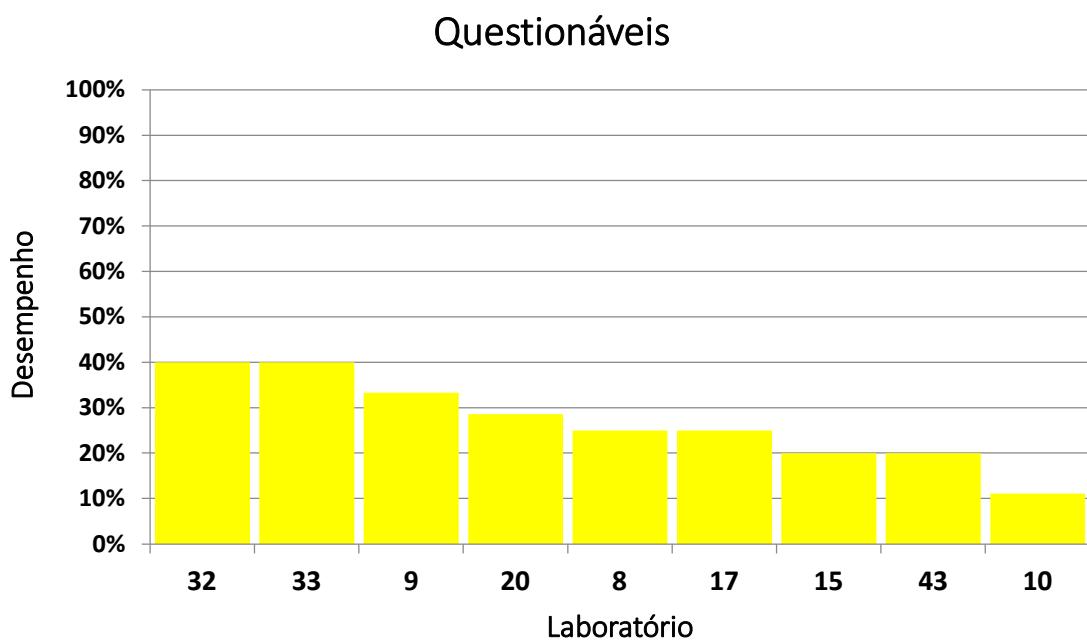


Figura 22. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

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

Analisando os resultados apresentados neste relatório, podemos ressaltar algumas considerações.

Para os ensaios de viscosidade a 40 e 100 °C, ficou implícito que o laboratório 34 realizou a inversão dos resultados

Com relação ao ensaio de demulsibilidade, por meio dos resultados é possível constatar que alguns laboratórios não souberam distinguir corretamente a fase oleosa da emulsão, invertendo as duas. Além disso, os laboratórios devem ficar atentos às condições do ensaio, tais como temperatura do banho, velocidade e tempo de agitação da mistura.

No ensaio de teor de água KF, pelos resultados pode-se inferir que oito (8) laboratórios reportaram seus valores em mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Os laboratórios 13 e 27 devem se atentar às condições do ensaio de espuma, pois obtiveram ensaios acima da reprodutibilidade da norma.

Por fim, pode-se observar que alguns laboratórios também reportaram os resultados dos ensaios dos elementos Zn, S, P e N em unidades incorretas, tendo seus resultados excluídos.

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).