

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

13ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial
de Lubrificantes
PIL – 13ª 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

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

Graziele 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 |

1ª 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 13ª 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.
- ITAIPIU 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 AGRÍCOLA 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:

$$|z| \geq 3 \text{ Resultado Insatisfatório}$$

$$2 < |z| < 3 \text{ Resultado Questionável}$$

$$|z| \leq 2 \text{ Resultado Satisfatório}$$

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)

| 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 | 8,240 | 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)

| 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 | | | | | 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)

| Ensaio | 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 | | | | | | | q | | |
| 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).

| Ensaio | 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).

| Ensaio | 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 |

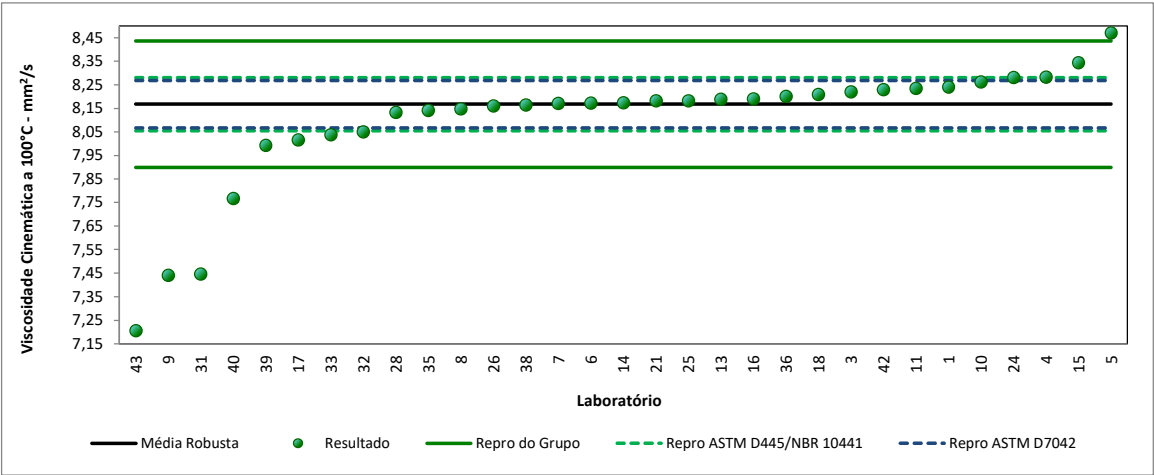


Figura 1. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 100 °C.

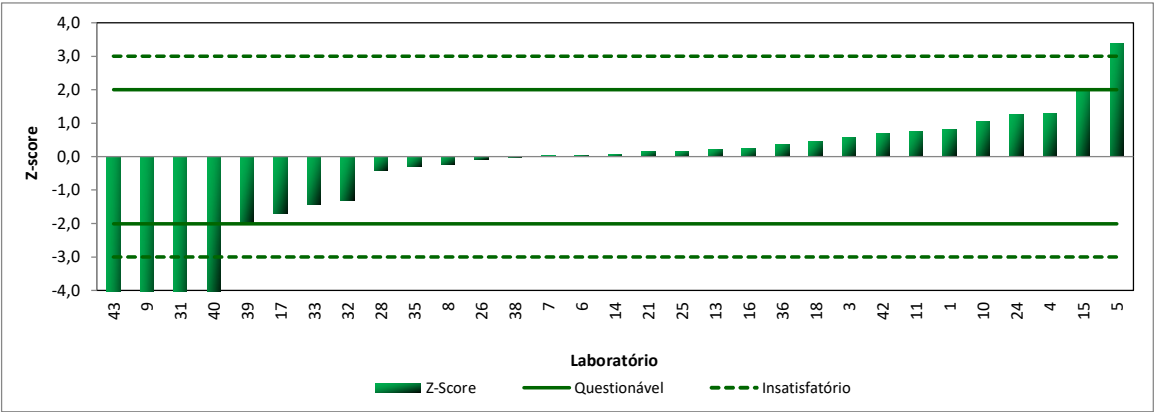


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 100 °C.

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 |

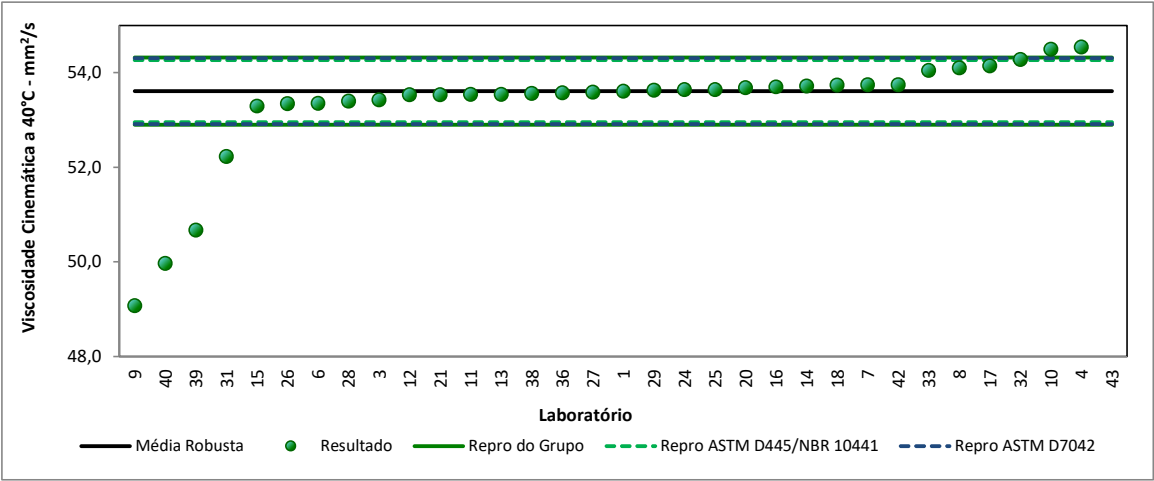


Figura 3. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 40 °C.

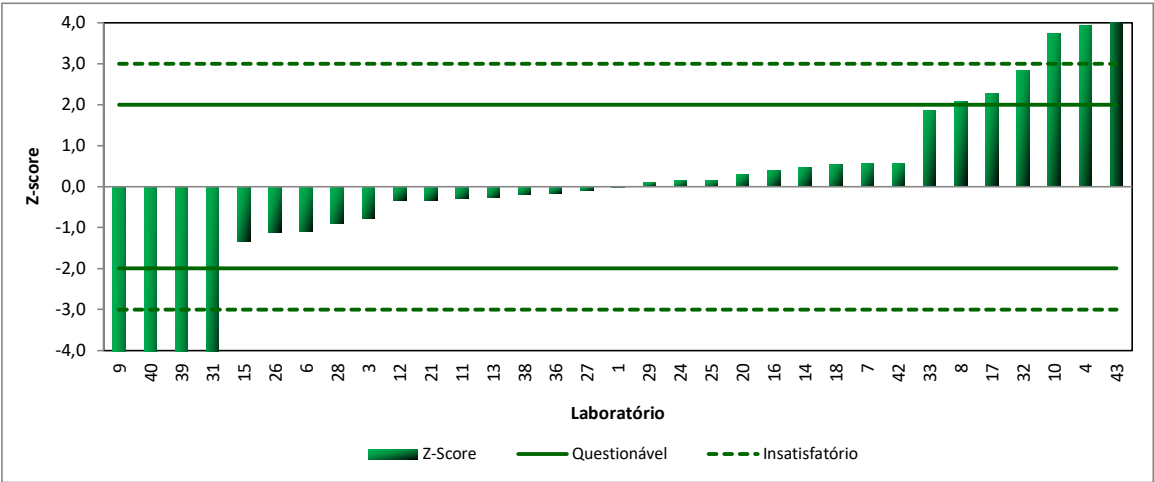


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 40 °C.

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 |

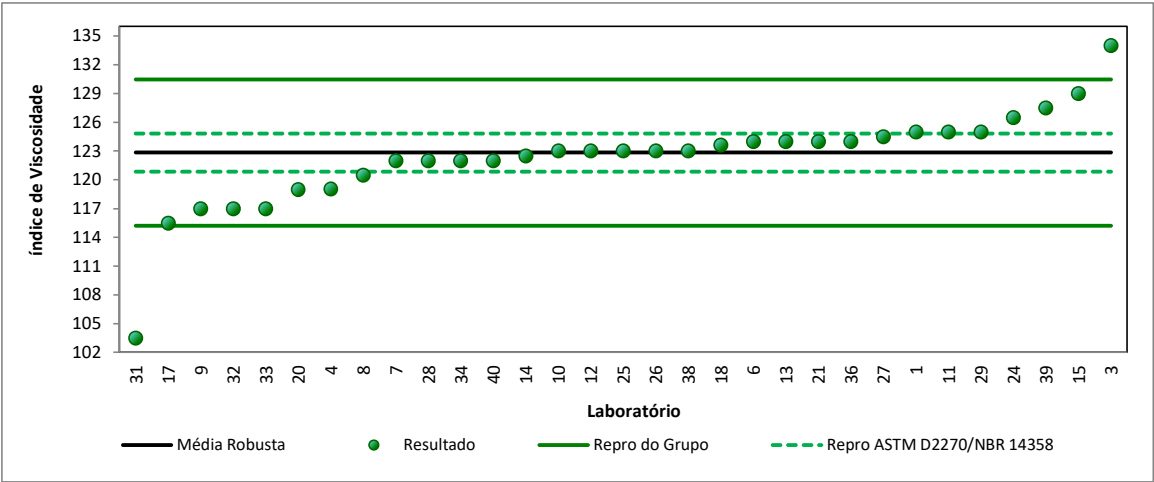


Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para o Índice de Viscosidade.

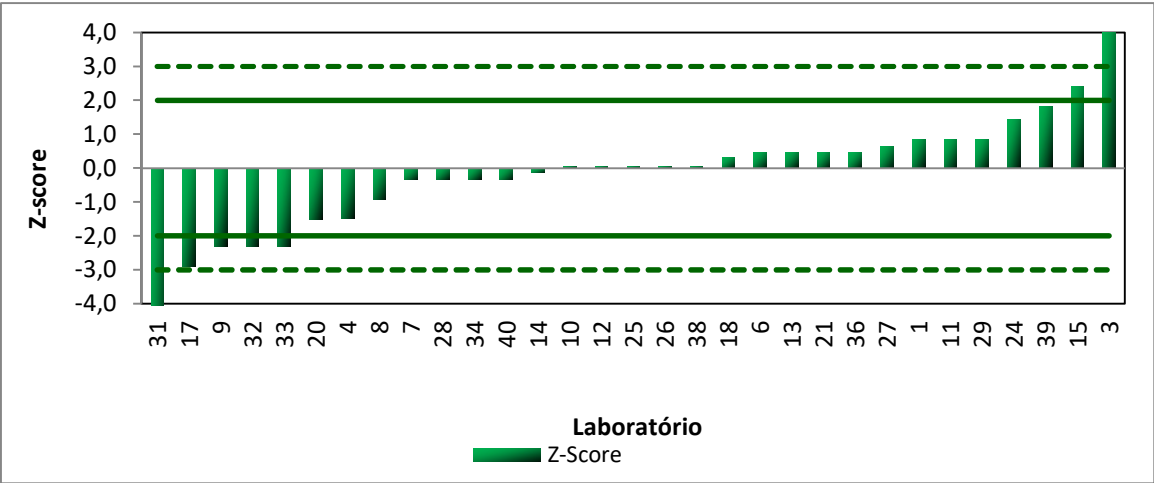


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Viscosidade.

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 |

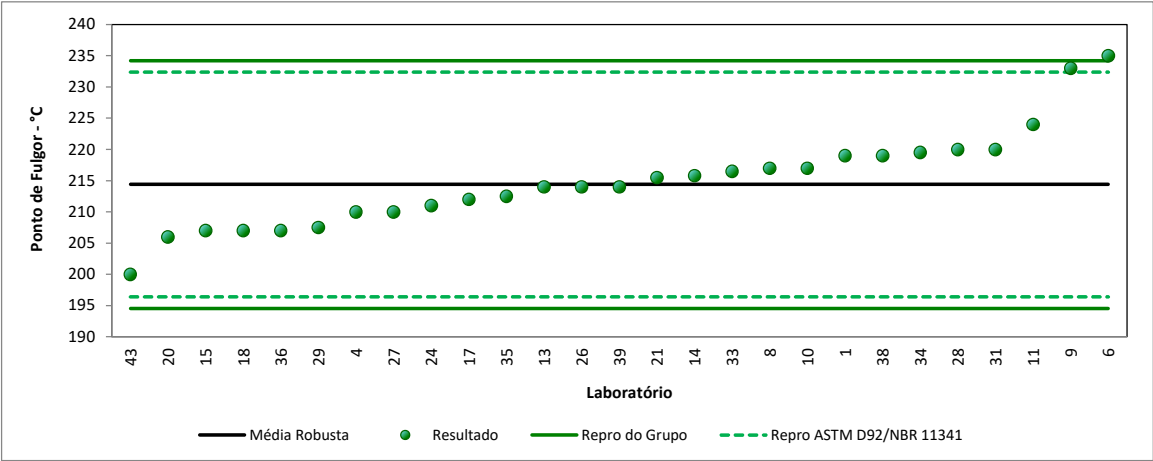


Figura 7. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

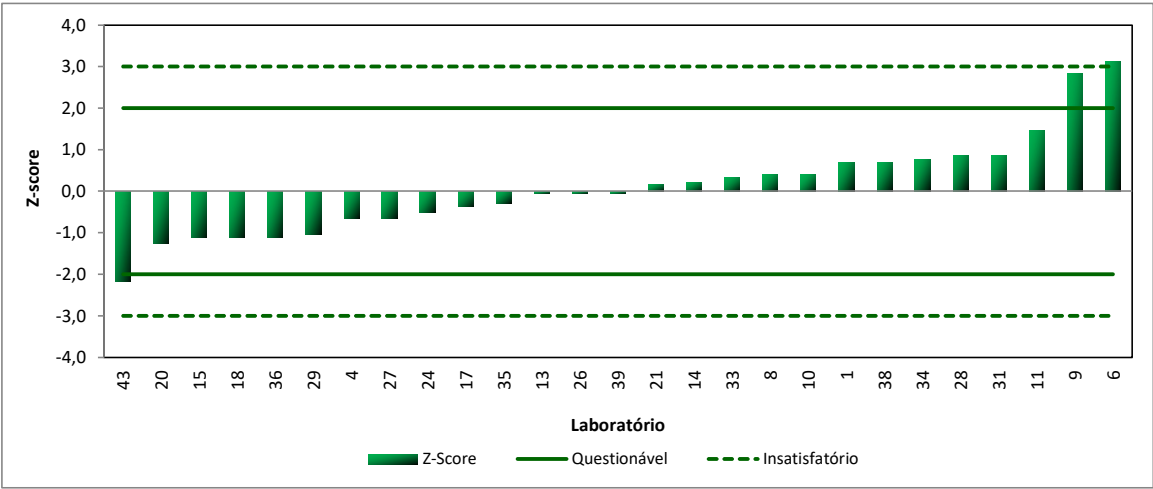


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor

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 |
| 20 | -21 | -7 | -3,30 | Insatisfatório |
| 43 | -21 | -7 | -3,00 | |
| 4 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 7 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 12 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 14 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 21 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 28 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 40 | -15 | -1 | -0,60 | |
| 25 | -13 | 1 | 0,30 | |
| 1 | -12 | 2 | 0,80 | Questionável |
| 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 | |

| | |
|--------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 15 |
| Média Robusta | -13,7 |
| Desvio Padrão Robusto | 2 |
| Mediana | -14 |
| Média Aritmética | -14 |
| Desvio Padrão Aritmético | 3 |
| Repro do grupo | 7 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | -7 |
| 3 sigma Abaixo | -20 |

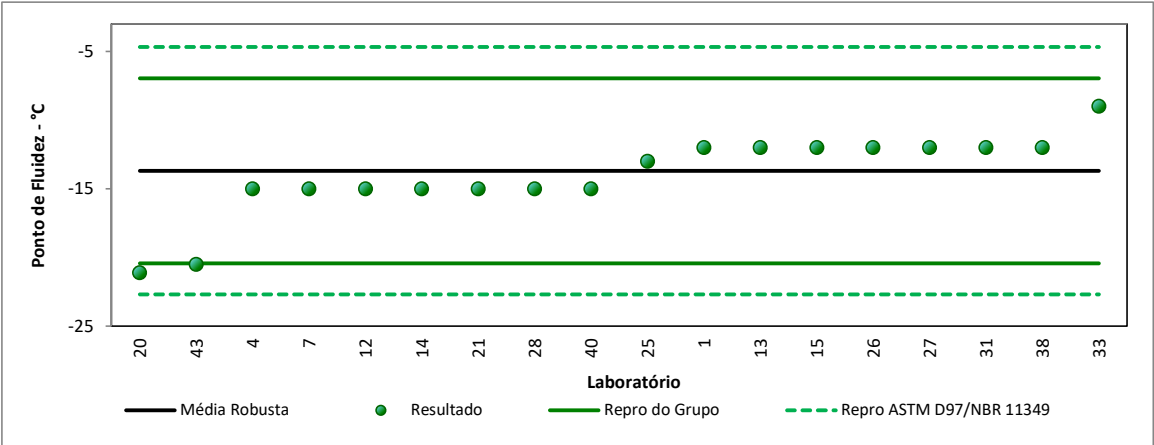


Figura 9. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez.



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 |

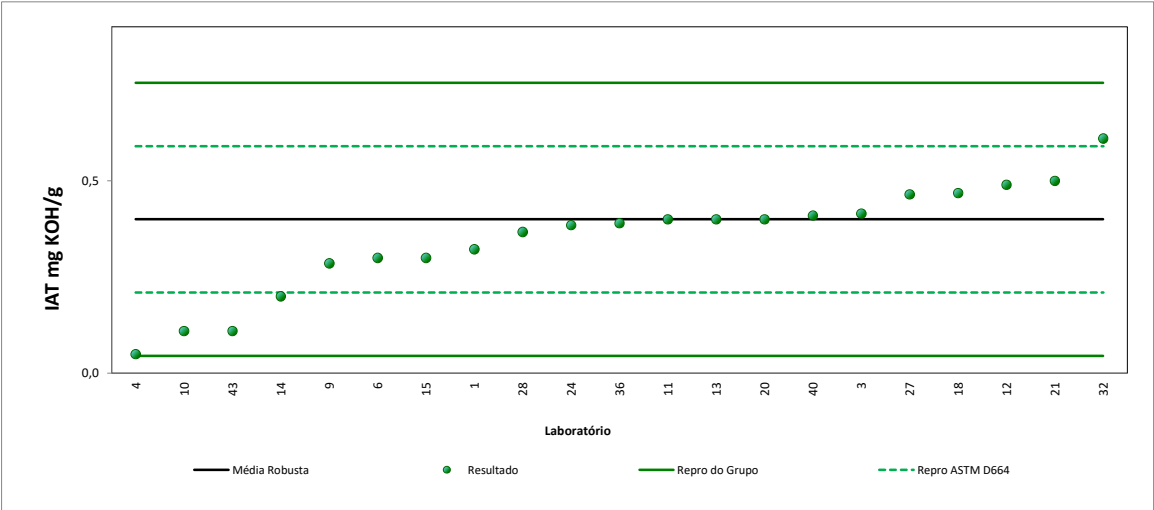


Figura 11. Representação das médias dos resultados para Índice de Acidez.

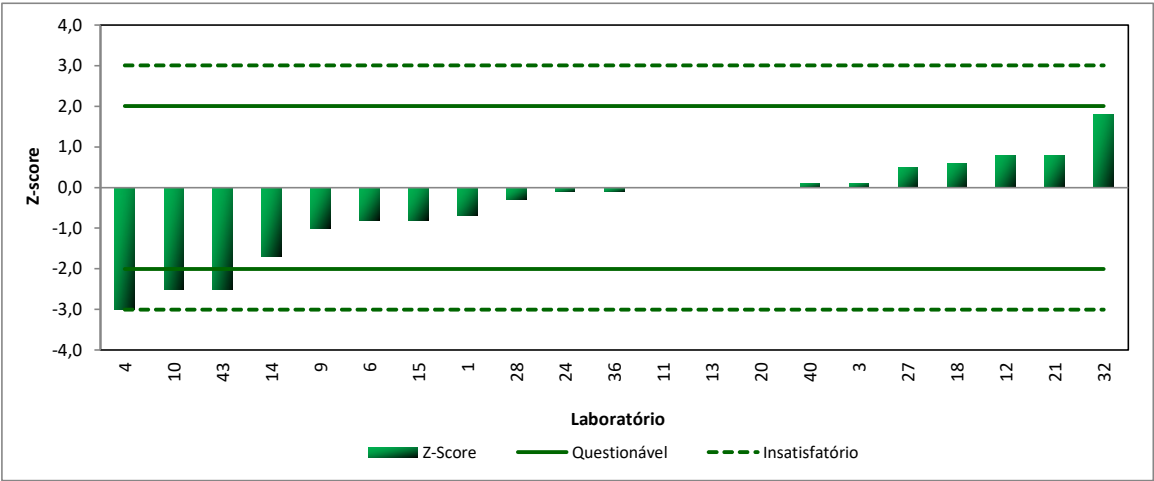


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Acidez.

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 |

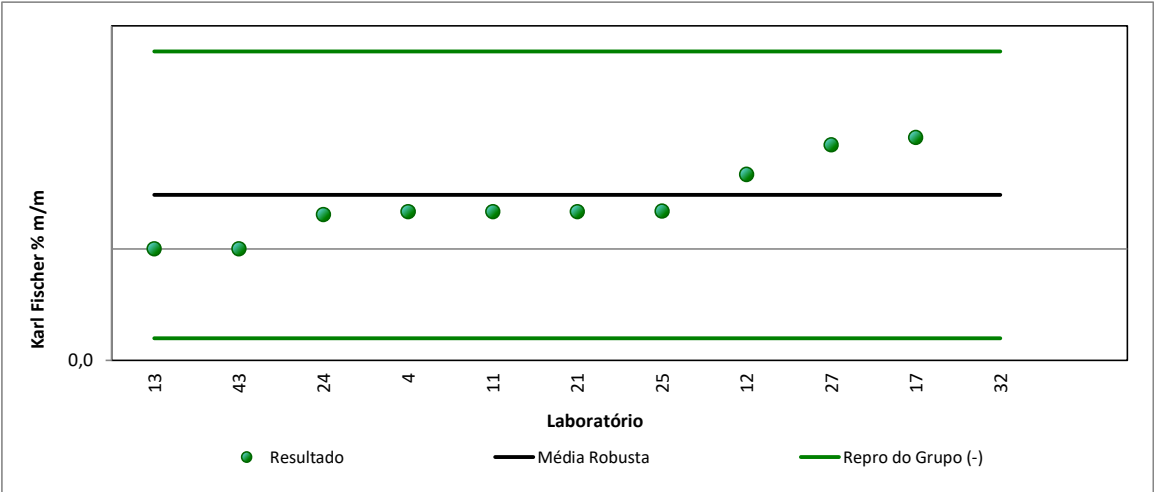


Figura 13. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de água

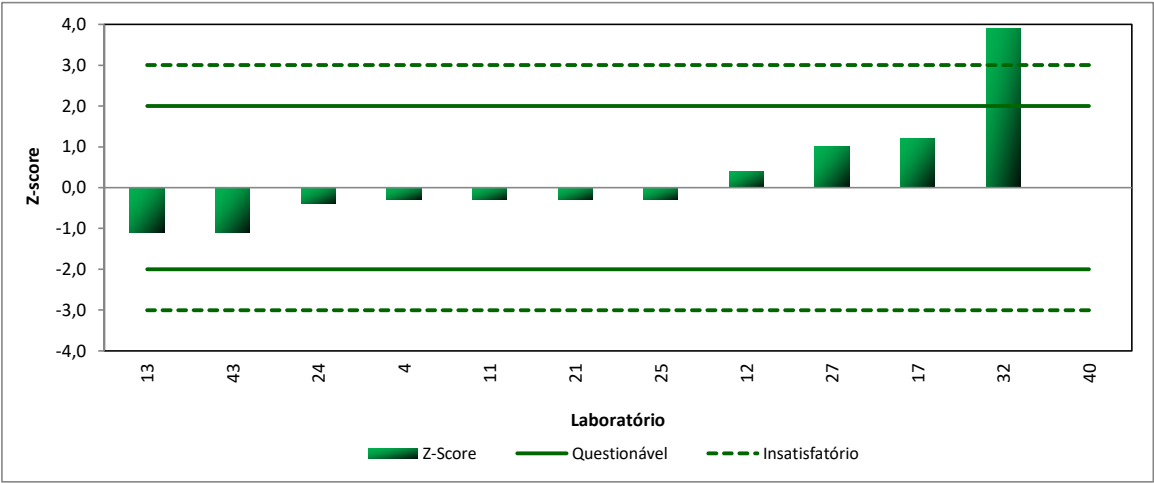


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. do teor de água.

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 |

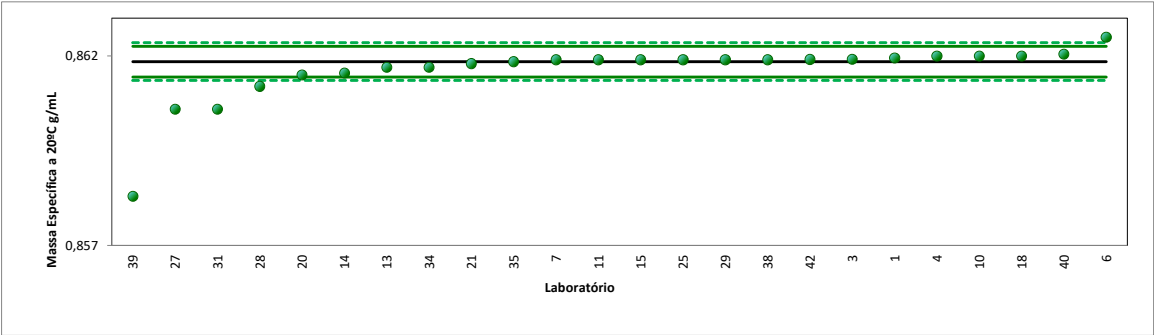


Figura 13. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de Massa Específica a 20°C.

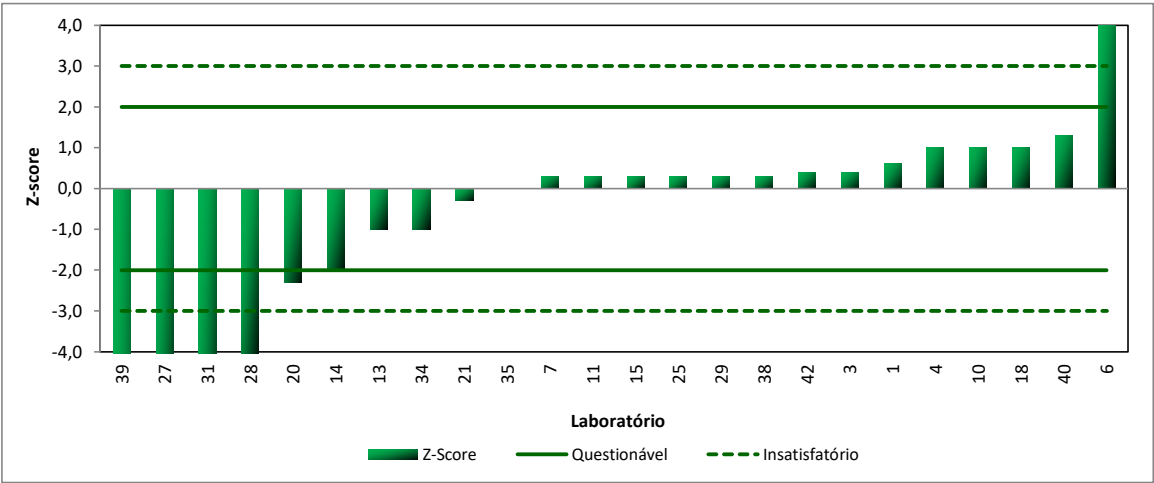


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Massa Específica a 20°C.

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 |

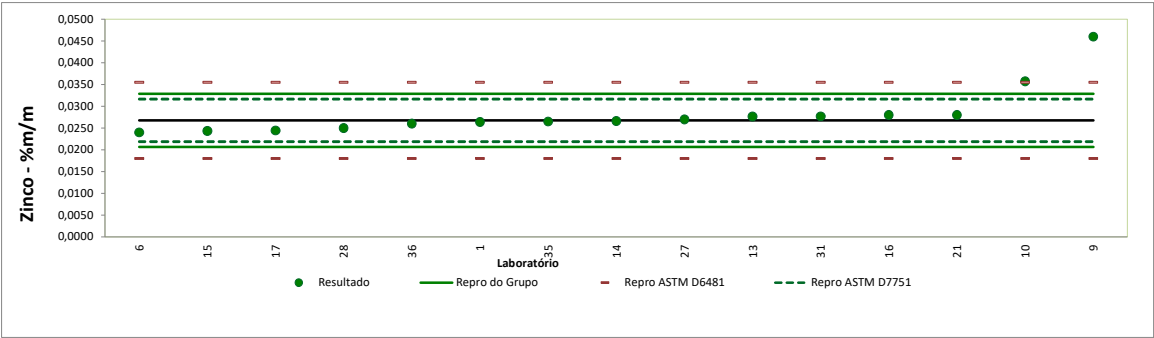


Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Zinco.

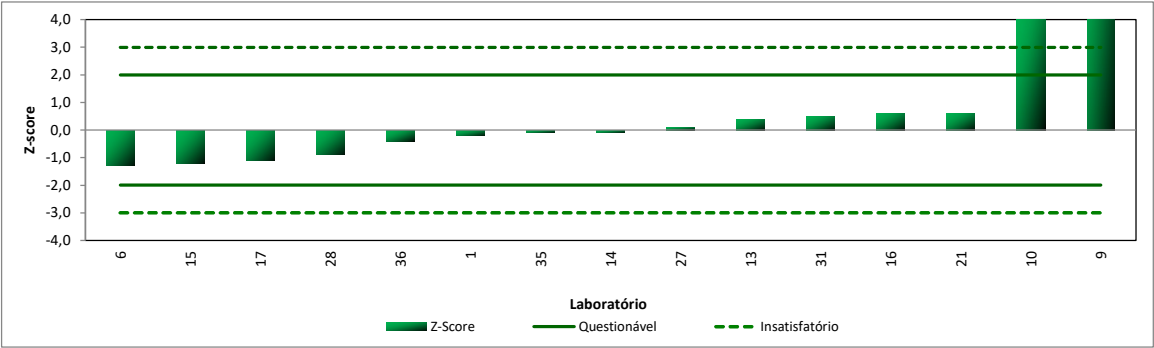


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco

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 |

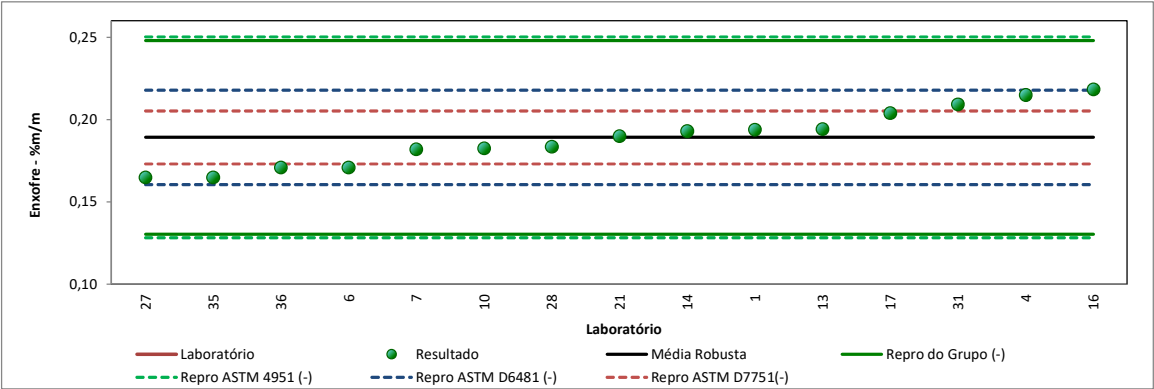


Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Enxofre.

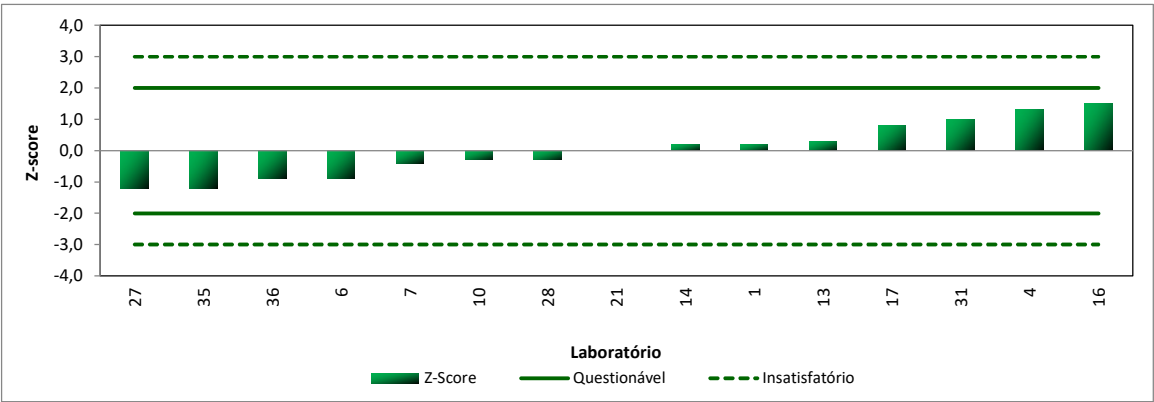


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre

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 |

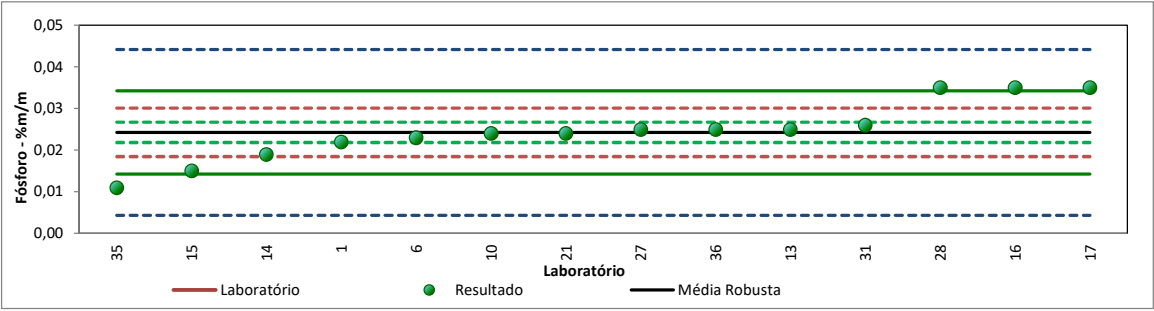


Figura 17. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.

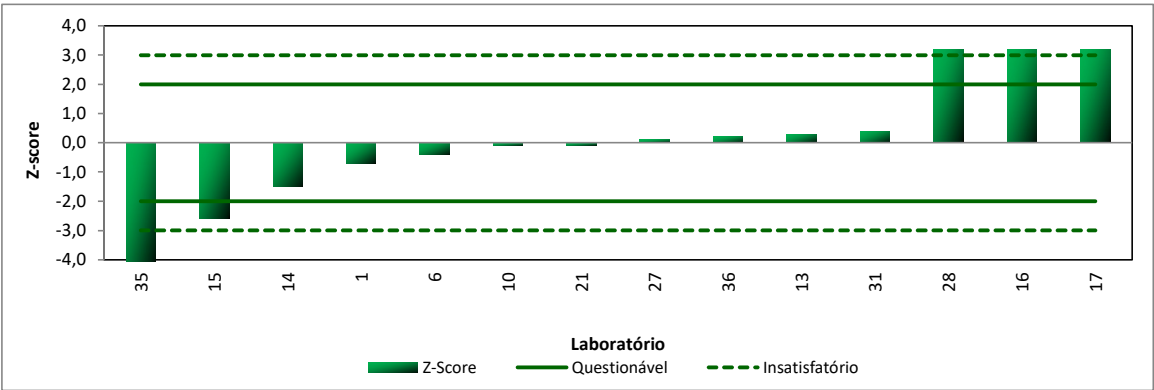


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.

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.

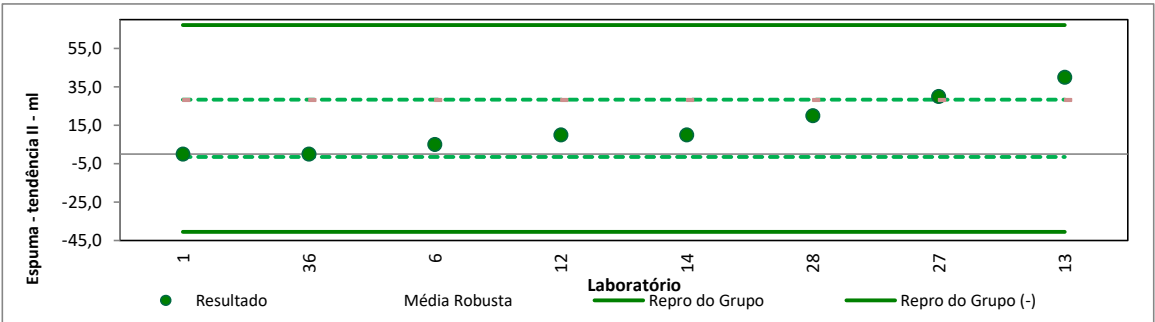


Figura 19. Representação dos resultados para o ensaio de espuma.

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

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.

3.14 – 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

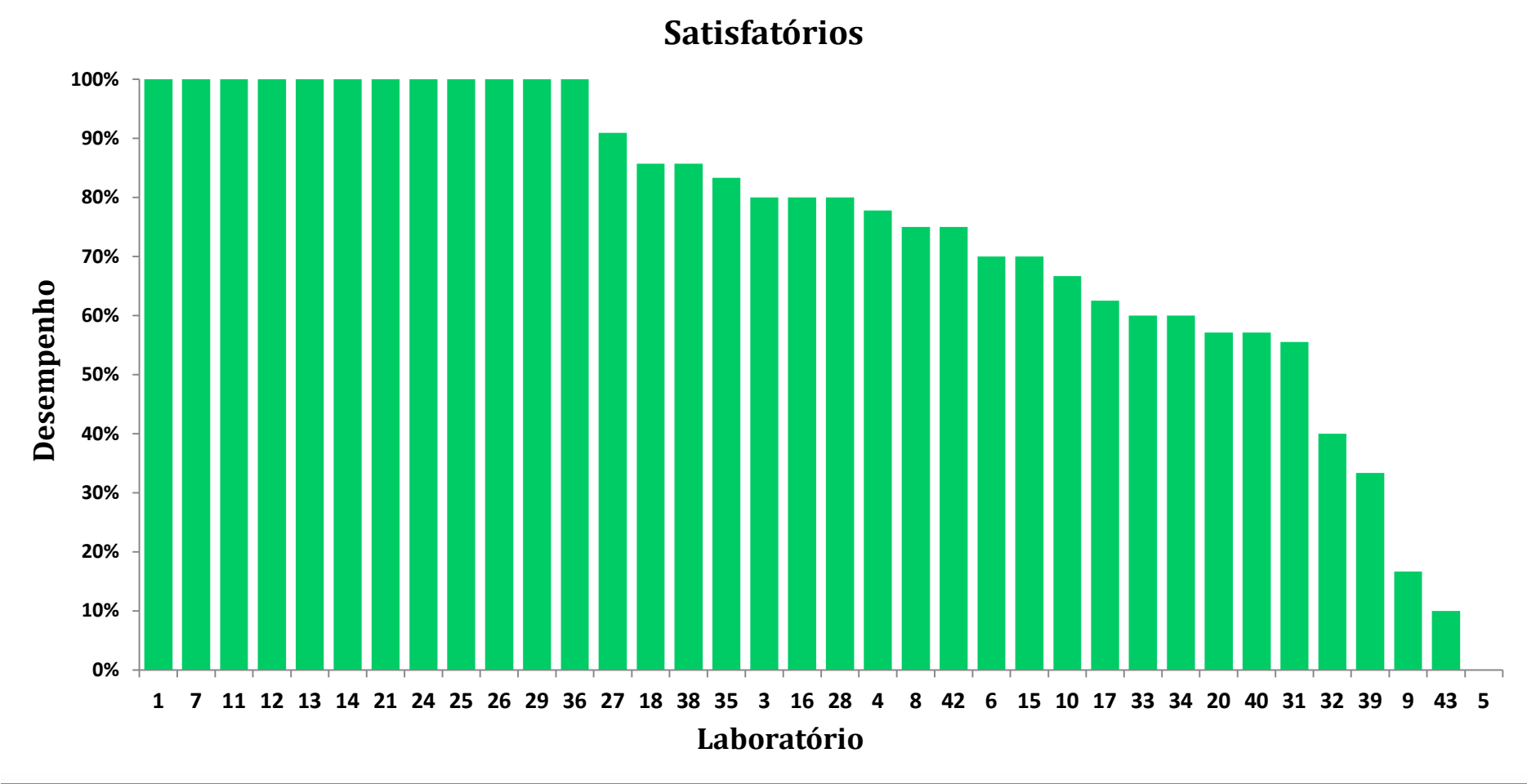


Figura 20. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório. onze participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram e que foi possível a análise estatística.

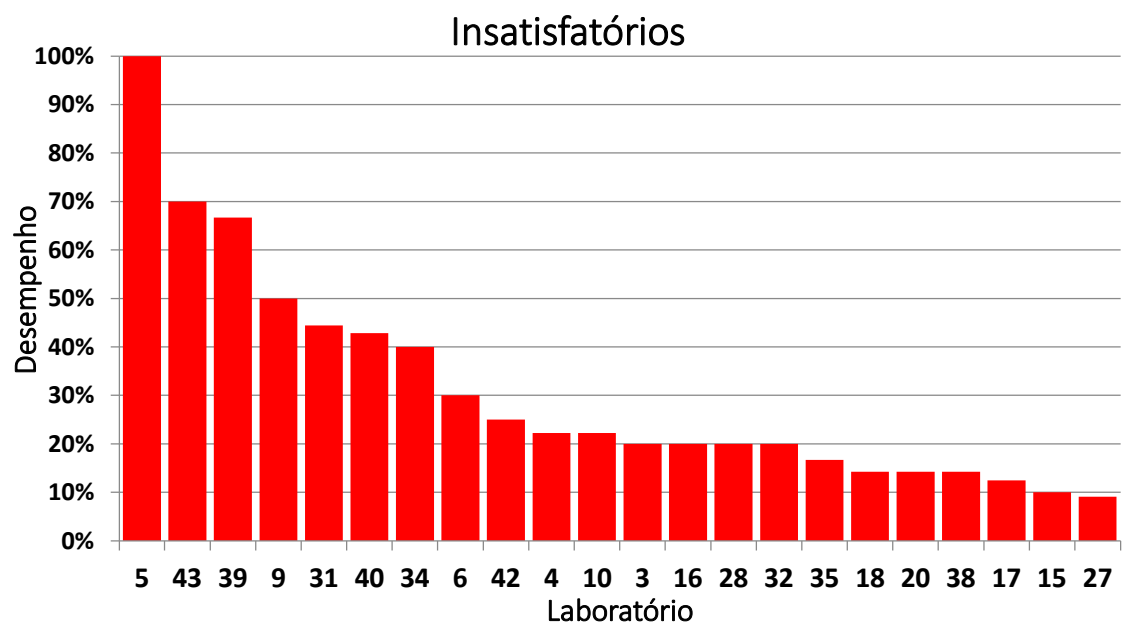


Figura 21. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

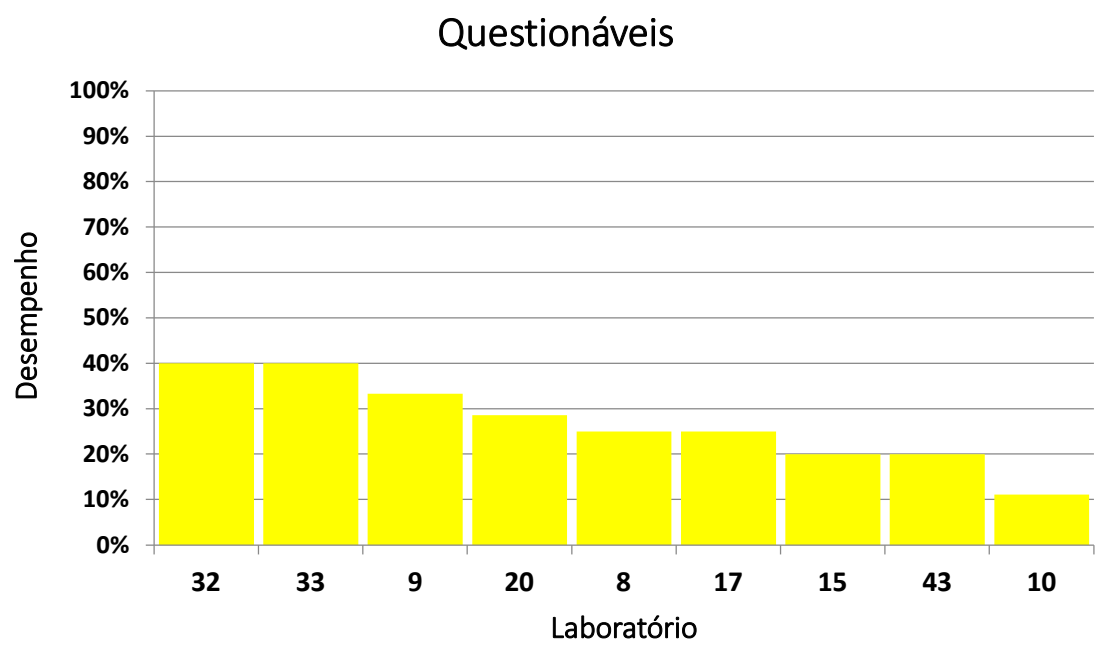


Figura 22. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

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).