

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

14ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL

Programa Interlaboratorial de Lubrificantes

PIL – 14ª 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

Bruno Conde Caselli

Diretores

Symone Christine de Santana Araújo

Daniel Maia Vieira

Fernando Moura

Mariana Cavadinha

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Cristiane Zulivia de Andrade Monteiro - 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

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Helena Silva Pereira Carneiro

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Bianca Silva Perinazzo

Paulo Resende Neto

Bruna Seguins 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

Helora Luiza Meneghelo Piccirillo

Luiz Filipe Paiva Brandão

Maria da Conceição Carvalho França

1 Sumário

2	VISÃO GERAL.....	9
2.1	Objetivos.....	9
2.2	Instituições participantes	9
3	METODOLOGIA	12
3.1	Amostras.....	12
3.2	Identificação dos participantes	12
3.3	Sigilo de participação.....	12
3.4	Homogeneidade	12
	Tabela 1 – Parâmetros de avaliação da homogeneidade das amostras.	13
3.5	Método de obtenção do valor designado	13
3.6	Avaliação do desempenho dos participantes.....	13
4	RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO.....	15
4.1	Resultados dos ensaios físico-químicos.....	15
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 1).....	15
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 1) continuação.....	16
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 1) continuação.....	17
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 2).....	18
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 2) continuação.....	19
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 2) continuação.....	20
	Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 3).....	21

Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 3) continuação.....	22
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 3) continuação.....	23
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4).....	24
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4) continuação.....	25
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4) continuação.....	26
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 5).....	27
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 5) continuação.....	28
Tabela 2. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 5) continuação.....	29
4.2 Avaliação dos resultados	30
Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo.....	30
lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).	30
Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo.....	31
lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 2).	31
Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo.....	32
lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 3).	32
Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo.....	33
lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).	33
Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo.....	34
lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 5).	34
4.3 Estatística robusta	35
4.3.1 Viscosidade cinemática a 100°C.....	35
4.3.2 Viscosidade cinemática a 40°C.....	37

4.3.3	Índice de Viscosidade.....	39
4.3.4	Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura – CCS.....	41
4.3.5	Ponto de Fulgor.....	43
4.3.6	Ponto de Fluidez.....	45
4.3.7	Número de Basicidade – TBN.....	47
4.3.8	Estabilidade ao cisalhamento – perda	49
4.3.9	Perda por Evaporação – Noack	51
4.3.10	Cálcio EDX	53
4.3.11	Cálcio.....	55
4.3.12	Zinco EDX	57
4.3.13	Zinco.....	59
4.3.14	Enxofre.....	61
4.3.15	Magnésio	63
4.3.16	Fósforo EDX.....	65
4.3.17	Fósforo	67
4.3.18	Molibdênio.....	69
4.4	Avaliação do ensaio Viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento – HTHS.....	71
	Tabela 4. Resultados por laboratório para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento – HTHS.....	71
4.5	Avaliação do ensaio de Espuma	71
	Tabela 5. Resultados por laboratório para o ensaio de Espuma Sequência II – Tendência	72
4.6	Avaliação do ensaio de teor de Boro.....	72
	Tabela 6. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Boro	73

4.7	Avaliação do ensaio de nitrogênio	73
	Tabela 7. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de nitrogênio.	73
4.8	Avaliação do ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)	73
	Tabela 8. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura	74
4.9	Avaliação do ensaio cinzas sulfatadas	74
	Tabela 9. Resultados por laboratório para o ensaio de cinzas sulfatadas (%m/m).....	74
4.10	Desempenho Global	75
4.10.1	Gráficos de desempenho	75
5	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES.....	78
5.1	Resumo do tratamento estatístico	78
	Tabela 10. Resultados por ensaio para a 14ª edição do PIL.....	78
5.2	Recomendações	79
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	80

Versão final – Data de publicação 30 de julho de 2025

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

2 VISÃO GERAL

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

2.1 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.

2.2 Instituições participantes

Estão listadas abaixo, em ordem alfabética de razões sociais, as 49 instituições participantes na 14ª 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 IMPORTAÇÃO, EXPORTAÇÃO E COMÉRCIO DE INSTRUMENTOS ANALÍTICOS LTDA.
- ARBUZ QUÍMICA
- ARCELORMITTAL TUBARÃO
- BIOLUB QUÍMICA LTDA
- CBDL INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA

- CENTRO DISTR. QUANTIQUARULHOS
- CHROMA LAB CONSULTORIA E DESENVOLVIMENTO LTDA
- ECOLUBRI INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ELVIN LUBRIFICANTES INDUSTRIA E COMERCIO LTDA
- ENERGY PETRO INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- F.R MIRANDA ENVAS. E COM. DE OLEOS AUTOMOTIVOS EM GERAL LTDA. EPP
- FALUB INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- FUNDAÇÃO DE APOIO A SERVIÇOS TÉCNICOS, ENSINO E FOMENTO A PESQUISA
- FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA
- GC INDUSTRIAL, IMPORTADORA E EXPOSTADORA DE LUBRIFICANTES LTDA
- GOIÁSMIX LUBRIFICANTES LTDA
- GULF OIL DO BRASIL LTDA.
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A (DUQUE DE CAXIAS)
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A (RIO DE JANEIRO)
- KARTER LUBRIFICANTES LTDA
- LINS AGROINDUSTRIAL S.A
- LUBRASIL LUBRIFICANTES LTDA.
- LUBRI-MOTOR'S INDÚSTRIA, COMÉRCIO, IMPORTAÇÃO E EXPORTAÇÃO LTDA.
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS
- MENZOIL INDÚSTRIA DE LUBRIFICANTES S/A
- P. PRADO SOUSA LUBRIFICANTES LTDA
- PAX LUBRIFICANTES LTDA

- PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. - PETROBRAS/CENPES
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL S/A
- PROMAX PRODUTOS MÁXIMOS S/A INDÚSTRIA E COMÉRCIO
- SEMEQ SERVIÇOS DE MONITORAMENTO DE EQUIPAMENTOS LTDA.
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL (SÃO BERNARD DO CAMPO)
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL (LENÇÓIS PAULISTA)
- SGS DO BRASIL LTDA - FILIAL SANTOS
- SRIII INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- TAMCO LUBRIFICANTES E DERIVADOS LTDA
- TECLUB INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- TEXSA DO BRASIL LTDA
- TS - TECNOLOGIA EM ANÁLISE DE SOLO E SERVIÇOS AGRÍCOLA LTDA
- ULTRAX DO BRASIL INDÚSTRIA QUÍMICA LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
- USIBLEND INDUSTRIA E SERVIÇOS LTDA

3 METODOLOGIA

3.1 Amostras

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

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

O volume de amostra enviado a cada laboratório variou entre um e dois litros e meio, 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.

3.2 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.

3.3 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.

3.4 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.

Parâmetro	Norma
VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 40 °C	NBR 10441 ASTM D445 ASTM D7042
VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 100 °C	NBR 10441 ASTM D445 ASTM D7042
VISCOSIDADE DINÂMICA A BAIXA TEMPERATURA	NBR 14173 ASTM D5293

3.5 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.

3.6 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.

4 RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO

4.1 Resultados dos ensaios físico-químicos

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

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura (-30°C)	HTHS
Unidade	mm²/s (cSt)	mm²/s (cSt)	Adimensional	mPa.s	mPa.s
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 14173	
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D 2270	ASTM D5293	ASTM D4741/D5481/D4683
1	10,70	61,15	167		
2	10,51	59,56	168	0	0
3	10,76	61,32	168		
5	10,70	61,54	166	4714	
6	10,97	63,29	167		
7	10,59	61,30	164	4184	
8	10,75	58,81	176		
9	10,77	57,19	183	5115	
10	10,38	59,78	164	4716	
11	10,69	61,33	166	4884	
12	10,58	61,58	162		
13	10,02	61,18	151,1	4749	
14	10,71	61,71	165		
15	10,64	61,40	164	4812	

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

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura (-30°C)	HTHS
Unidade	mm²/s (cSt)	mm²/s (cSt)	Adimensional	mPa.s	mPa.s
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 14173	
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D 2270	ASTM D5293	ASTM D4741/D5481/D4683
16	10,50	61,39	162	4969	
17	10,69	61,56	166		
18	10,70	61,30	166		
19	10,45	61,74	159		
20	10,32	55,64	177	4907	
21	10,67	61,45	165		
22	10,66	61,94	163		
23	10,64	62,28	160		
24	10,76	61,55	167		
25	10,73				
26	10,69	61,38	165	5047	
27	11,12	55,28	199	4741	
28	10,88	62,44	167	4428	
29	10,66	60,93	165	5004	
30	10,57	61,98	161		
31	10,52	58,09	173		
32	10,70	61,45	166		2,8
33	10,46	61,65	159	4358	
34	91,80	14,27	161		
35	10,71	61,27	167	4474	

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

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura (-30°C)	HTHS
Unidade	mm²/s (cSt)	mm²/s (cSt)	Adimensional	mPa.s	mPa.s
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 14173	
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D 2270	ASTM D5293	ASTM D4741/D5481/D4683
36	10,75	60,18	171		
37	10,67	61,55	165		
38	10,66	61,18	166	4842	
39	10,85	61,05	172		
40	10,66	61,31	166	4910	
41	10,58	61,03	164	4608	
42	10,72	61,16	167	4905	
43	10,65	61,55	161		
44	10,72	61,51	166		4797
45	10,71	61,73		5143	
46	10,66	61,57	165		
47	10,66	61,73	164	4808	3,28
48	11,13	61,64			
49	10,78	61,35	168		
50	11,32	63,10	175	4649	

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

Ensaio	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez	Perda por Evaporação - NOACK	Espuma Sequência II - TENDÊNCIA	IBT (TBN)
Unidade	°C	°C	%	mL	mgKOH/g
Metodologia	NBR 11341	NBR 11349/NBR 15468	NBR 14157-2	NBR 14235	NBR 5798
	ASTM D92	ASTM D7346 D97/D5950/	ASTM D5800 (Proced B)	ASTM D892	ASTM D2896
1	226,0				
2	0,0	0	0,0	0,5	656,0
3	223,8	-44			8,2
5		-39			
6	228,6	-35			7,3
7	234,0	-45			8,1
8	232,0	-42			
9	228,0	-24	12,3		
10	222,0	-36	7,5	0,5	7,5
11	220,0	-39		20	7,9
12	238,0	-39			
13	221,0	-36	6,3		
14		-39	9,7	10	7,3
15	228,0	-39	7,8	60	
16	226,0	-37		10	7,5
17	227,5				
18					7,1
19	234,0				
20	240,0	-20			6,3
21		-45	9,9	120	7,8

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

Ensaio	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez	Perda por Evaporação - NOACK	Espuma Sequência II - TENDÊNCIA	IBT (TBN)
Unidade	°C	°C	%	mL	mgKOH/g
Metodologia	NBR 11341	NBR 11349/NBR 15468	NBR 14157-2	NBR 14235	NBR 5798
	ASTM D92	ASTM D7346 D97/D5950/	ASTM D5800 (Proced B)	ASTM D892	ASTM D2896
22	224,0				8,3
23	234,0		10,9		
24	233,0	-46			6,8
25	234,0				
26	232,2	-42		20	8,2
27	222,1	-43	8,9		
28	220,0	-39	9,2		7,8
29	235,5	-45	12,9	10	7,7
30	233,3				
31	232,5	-30	4,5		
32			10,1		9,1
33	225,5		8		7,6
34	224,0				8,1
35	226,0	-42	5,8	10	
36	220,0				
37					
38	228,0		9,9	10	
39	232,0	-41	9,3		
40	232,0				
41	229,2	-33	10,5	10	8,1

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

Ensaio	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez	Perda por Evaporação - NOACK	Espuma Sequência II - TENDÊNCIA	IBT (TBN)
Unidade	°C	°C	%	mL	mgKOH/g
Metodologia	NBR 11341	NBR 11349/NBR 15468	NBR 14157-2	NBR 14235	NBR 5798
	ASTM D92	ASTM D7346 D97/D5950/	ASTM D5800 (Proced B)	ASTM D892	ASTM D2896
42	228,2	-42		30	8,1
43	224,0	-37	9,1		
44	229,0	-42	10,4	10	9,1
45	218,8		13,9		0,6
46	230,0	-42			
47	233,3		11,9		7,0
48	231,1			0,5	5,7
49		-42			8,2
50	234,2	-42	8,5		

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

Ensaio	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	Cálcio	Cálcio	Zinco
Unidade	mm2/s (cSt)	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14325	NBR 14325		NBR 14786/NBR 14066	
		ASTM D6278/D7109	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628	ASTM D6481/D7751
1					
2	0,0000	0,00		0,222	
3				0,136	
5				0,168	
6					
7				0,180	
8					
9			0,165		0,080
10	9,5710	7,89	0,172		0,083
11				0,166	
12					
13	8,9642	10,58	0,167		0,101
14				0,169	
15			0,167		0,078
16				0,168	
17					
18					
19					
20			0,165		0,083

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

Ensaio	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	Cálcio	Cálcio	Zinco
Unidade	mm2/s (cSt)	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14325	NBR 14325		NBR 14786/NBR 14066	
		ASTM D6278/D7109	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628	ASTM D6481/D7751
21					
22					
23					
24					
25				0,206	
26			0,173		0,084
27	10,0000	10,07		0,166	
28	9,8600	9,37	0,172		0,086
29	9,7580	8,46	0,163		0,088
30					
31	9,3022	9,61	0,200		0,102
32				0,159	
33			0,173		0,083
34				0,178	
35				0,174	
36					
37			0,203		0,102
38	9,9600	6,57	0,182		0,090
39	10,1000	6,96	0,174		0,086
40					
41	9,8737	6,67	0,171		0,085

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

Ensaio	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	Cálcio	Cálcio	Zinco
Unidade	mm2/s (cSt)	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14325	NBR 14325		NBR 14786/NBR 14066	
		ASTM D6278/D7109	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628	ASTM D6481/D7751
42			0,169		0,091
43	0,9000	9,62		0,165	
44	9,7480	9,12	0,171		0,081
45			0,166		0,080
46					
47	9,7320	8,69	0,191		0,082
48					
49					
50	10,8932	3,35		0,180	

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

Ensaio	Zinco		Enxofre		Magnésio	Fósforo	Fósforo
Unidade	% m/m		% m/m		% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 14066	NBR	NBR NBR 14533	14786	NBR NBR 14066		NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D4951/D4628		ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751		ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628
1							
2	0,041		0,000		0,038		0,077
3	0,103				0,026		0,081
5	0,084				0,033		0,075
6							
7	0,097		0,139				0,068
8			0,205				
9			0,212			0,070	
10			0,162		0,048	0,074	
11	0,083		0,212		0,032		0,076
12			0,222				
13			0,241			0,070	
14	0,085						
15			0,200			0,077	
16	0,097		0,270				0,093
17							
18							
19							
20			0,089			0,075	

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

Ensaio	Zinco		Enxofre		Magnésio	Fósforo	Fósforo
Unidade	% m/m		% m/m		% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 14066	NBR	NBR 14533	14786	NBR 14786 NBR 14066		NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D4951/D4628		ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751		ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628
21				0,261			
22							
23							
24				0,204	0,035		
25	0,094		0,238		0,036		0,108
26			0,208			0,075	
27	0,094		0,176				0,075
28			0,222			0,080	
29			0,216			0,073	
30							
31			0,189			0,063	
32	0,079		0,221		0,031		0,081
33			0,210			0,077	
34	0,137				0,066		
35	0,084		0,202		0,032		0,070
36							
37			0,211			0,069	
38			0,265			0,079	
39					0,038	0,080	

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

Ensaio	Zinco		Enxofre		Magnésio	Fósforo	Fósforo
Unidade	% m/m		% m/m		% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 14066	NBR	NBR 14786 NBR 14533		NBR 14786 NBR 14066		NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D4951/D4628		ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751		ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751	ASTM D6481/D7751	ASTM D4951/D4628
40							
41			0,227		0,329	0,071	
42			0,209			0,075	
43	0,090		0,216				0,069
44			0,205		0,032	0,072	
45			0,199			0,072	
46							
47			0,206		0,029	0,071	
48							
49							
50	0,090		0,219				0,082

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

Ensaio	Molibdênio	Boro	Nitrogênio	Viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)	Cinzas sulfatadas
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	mPa.s	% m/m
Metodologia	NBR 14786	NBR 14786			
	ASTM D4951/D7751	ASTM D4951	ASTM D5291/D5762	ASTM D4684	ASTM D874
1					0,868
2	0,013	0,009	0	0	0
3	0,009	0,009			
5	0,009	0,011			
6					
7	0,011				
8					
9	0,009				
10	0,010				
11	0,009	0,009			0,910
12					
13	0,009				
14					
15					
16	0,003				
17					
18					
19					
20					

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

Ensaio	Molibdênio	Boro	Nitrogênio	Viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)	Cinzas sulfatadas
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	mPa.s	% m/m
Metodologia	NBR 14786	NBR 14786			
	ASTM D4951/D7751	ASTM D4951	ASTM D5291/D5762	ASTM D4684	ASTM D874
21			0,078		0,951
22					
23					
24	0,011	0,009	0,200		0,841
25	0,012	0,031			0,857
26					
27					
28					
29					
30					
31					
32	0,010	0,009			0,770
33					
34	0,006				
35	0,014	0,008			
36					
37					
38	0,009				
39	0,012				
40					

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

Ensaio	Molibdênio	Boro	Nitrogênio	Viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C)	Cinzas sulfatadas
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	mPa.s	% m/m
Metodologia	NBR 14786	NBR 14786			
	ASTM D4951/D7751	ASTM D4951	ASTM D5291/D5762	ASTM D4684	ASTM D874
41	0,003				
42	0,009				
43	0,010				
44					
45					
46					0,686
47	0,009		0,097		0,880
48					
49					0,910
50	0,010				

4.2 Avaliação dos resultados

Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Viscosidade Cinemática a 100°C						q				i
Viscosidade Cinemática a 40°C		i				i		i	i	i
Índice de Viscosidade								i	i	
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)	n	e	n			n	q	n		
Ponto de Fulgor		e			n					
Ponto de Fluidez	n	e							i	
Perda por Evaporação Noack	n	e	n		n	n	n	n		
IBT (TBN)	n				n			n	n	
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n	e	n		n	n	n	n	n	
Cálcio EDX	n	n	n		n	n	n	n		
Cálcio	n					n		n	n	n
Zinco EDX	n	n	n		n	n	n	n		
Zinco	n	i				n		n	n	n
Enxofre	n	e	n		n	n	i			q
Magnésio	n					n	n	n	n	i
Fósforo EDX	n	n	n		n	n	n	n		
Fósforo	n					n		n	n	n
Molibdênio	n	q				n		n		
Total de ensaios realizados	4	15	11	18	10	6	12	6	12	15
Resultados satisfatórios	100,00%	40,00%	100,00%	100,00%	100,00%	66,67%	83,33%	66,67%	75,00%	73,33%
Resultados insatisfatórios	0,00%	53,33%	0,00%	0,00%	0,00%	16,67%	8,33%	33,33%	25,00%	20,00%
Resultados questionáveis	0,00%	6,67%	0,00%	0,00%	0,00%	16,67%	8,33%	0,00%	0,00%	6,67%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%)	22,2%	83,3%	61,1%	100,0%	55,6%	33,3%	66,7%	33,3%	66,7%	83,3%

Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 2).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Viscosidade Cinemática a 100°C			i						q	i
Viscosidade Cinemática a 40°C										i
Índice de Viscosidade			i						q	i
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)		n		n			n	n	n	
Ponto de Fulgor		q		n				n		q
Ponto de Fluidez							n	n	n	i
Perda por Evaporação Noack	n	n				n	n	n	n	n
IBT (TBN)		n	n		n		n		n	q
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n	n		n	n	n	n	n	n	n
Cálcio EDX	n	n		n		n	n	n	n	
Cálcio		n	n		n		n	n	n	n
Zinco EDX	n	n	i	n		n	n	n	n	
Zinco		n	n		n		n	n	n	n
Enxofre				n		i	n	n	n	i
Magnésio		n	n	n	n	n	n	n	n	n
Fósforo EDX	n	n		n		n	n	n	n	
Fósforo		n	n	n	n	q	n	n	n	n
Molibdênio		n		n	n	i	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	13	6	13	8	11	12	4	4	4	11
Resultados satisfatórios	100,00%	83,33%	76,92%	100,00%	100,00%	75,00%	100,00%	100,00%	50,00%	36,36%
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	23,08%	0,00%	0,00%	16,67%	0,00%	0,00%	0,00%	45,45%
Resultados questionáveis	0,00%	16,67%	0,00%	0,00%	0,00%	8,33%	0,00%	0,00%	50,00%	18,18%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%)	72,2%	33,3%	72,2%	44,4%	61,1%	66,7%	22,2%	22,2%	22,2%	61,1%

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

Ensaio	Identificação do laboratório									
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Viscosidade Cinemática a 100°C							i			
Viscosidade Cinemática a 40°C			q		n		i	q		
Índice de Viscosidade					n		i			
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)	n	n	n	n	n					n
Ponto de Fulgor	n									
Ponto de Fluidez		n	n		n					n
Perda por Evaporação Noack		n		n	n	n				n
IBT (TBN)			n		n		n			n
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda	n	n	n	n	n	n				n
Cálcio EDX	n	n	n	n	n		n			n
Cálcio	n	n	n	n		n		n	n	n
Zinco EDX	n	n	n	n	n		n			n
Zinco	n	n	n	n		n		n	n	n
Enxofre	q	n	n							n
Magnésio	n	n	n			n	n	n	n	n
Fósforo EDX	n	n	n	n	n		n			n
Fósforo	n	n	n	n	i	n		n	n	n
Molibdênio	n	n	n		q	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	7	5	5	9	8	11	12	13	13	4
Resultados satisfatórios	85,71%	100,00%	80,00%	100,00%	75,00%	100,00%	75,00%	92,31%	100,00%	100,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	12,50%	0,00%	25,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	14,29%	0,00%	20,00%	0,00%	12,50%	0,00%	0,00%	7,69%	0,00%	0,00%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%)	38,9%	27,8%	27,8%	50,0%	44,4%	61,1%	66,7%	72,2%	72,2%	22,2%

Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Viscosidade Cinemática a 100°C			q	e						
Viscosidade Cinemática a 40°C	i			e		i				
Índice de Viscosidade	q		q							
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)	n	n	q	n		n	n		n	
Ponto de Fulgor		n					n			
Ponto de Fluidez		n	n	n		n	n	n		n
Perda por Evaporação Noack	q			n		n	n			n
IBT (TBN)	n	q			n	n	n	n	n	n
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda		n					n			n
Cálcio EDX	i	n		n	n	n	i			n
Cálcio	n		n			n	n	n	n	n
Zinco EDX	i	n		n	n	n	i			n
Zinco	n		n	i		n	n	n	n	n
Enxofre				n	n	n		i	n	n
Magnésio	n		n	i		n	n	n	n	n
Fósforo EDX	q	n		n	n	n				n
Fósforo	n		n	n		n	n	n	n	n
Molibdênio	n		n	q	i	n	n		q	n
Total de ensaios realizados	11	11	12	10	13	5	7	12	11	5
Resultados satisfatórios	45,45%	90,91%	75,00%	50,00%	92,31%	80,00%	71,43%	91,67%	90,91%	100,00%
Resultados insatisfatórios	27,27%	0,00%	0,00%	40,00%	7,69%	20,00%	28,57%	8,33%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	27,27%	9,09%	25,00%	10,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	9,09%	0,00%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%)	61,1%	61,1%	66,7%	55,6%	72,2%	27,8%	38,9%	66,7%	61,1%	27,8%

Tabela 3. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 5).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
Viscosidade Cinemática a 100°C								i		i
Viscosidade Cinemática a 40°C										i
Índice de Viscosidade					n			n		q
Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura (-20°C)			n	n		n		n	n	
Ponto de Fulgor									n	
Ponto de Fluidez					n		n	n		
Perda por Evaporação Noack		n			q	n		n	n	
IBT (TBN)			n	q	i	n		i		n
Estabilidade ao cisalhamento (30 ciclos) - perda		n			n	n		n	n	i
Cálcio EDX			n			n	q	n	n	n
Cálcio	n	n		n	n	n	n	n	n	
Zinco EDX			n			n		n	n	n
Zinco	n	n		n	n	n	n	n	n	
Enxofre						n		n	n	
Magnésio	e	n	n		n	n		n	n	n
Fósforo EDX			n			n		n	n	n
Fósforo	n	n		n	n	n	n	n	n	
Molibdênio	i			n	n	n		n	n	
Total de ensaios realizados	15	12	12	13	10	5	14	4	5	13
Resultados satisfatórios	86,67%	100,00%	100,00%	92,31%	80,00%	100,00%	92,86%	50,00%	100,00%	69,23%
Resultados insatisfatórios	13,33%	0,00%	0,00%	0,00%	10,00%	0,00%	0,00%	50,00%	0,00%	23,08%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	7,69%	10,00%	0,00%	7,14%	0,00%	0,00%	7,69%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%)	83,3%	66,7%	66,7%	72,2%	55,6%	27,8%	77,8%	22,2%	27,8%	72,2%

4.3 Estatística robusta

4.3.1 Viscosidade cinemática a 100°C

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
13	10,02	-0,67	-6,87	Insatisfatório
20	10,32	-0,37	-3,79	Insatisfatório
10	10,38	-0,31	-3,18	Insatisfatório
19	10,45	-0,24	-2,47	Questionável
33	10,46	-0,23	-2,36	Questionável
16	10,50	-0,19	-1,94	
2	10,51	-0,18	-1,84	
31	10,52	-0,17	-1,72	
30	10,57	-0,12	-1,23	
41	10,58	-0,11	-1,14	
12	10,58	-0,11	-1,13	
7	10,59	-0,10	-1,03	
15	10,64	-0,05	-0,51	
23	10,64	-0,05	-0,51	
43	10,65	-0,04	-0,41	
22	10,66	-0,03	-0,31	
29	10,66	-0,03	-0,31	
38	10,66	-0,03	-0,31	
40	10,66	-0,03	-0,31	
47	10,66	-0,03	-0,31	
46	10,66	-0,03	-0,27	
37	10,67	-0,02	-0,25	
21	10,67	-0,02	-0,21	
11	10,69	0,00	0,00	
17	10,69	0,00	0,00	
26	10,69	0,00	0,00	
1	10,70	0,01	0,10	
5	10,70	0,01	0,10	
18	10,70	0,01	0,10	
32	10,70	0,01	0,10	
14	10,71	0,02	0,21	
35	10,71	0,02	0,21	
45	10,71	0,02	0,21	
42	10,72	0,03	0,31	
44	10,72	0,03	0,31	
25	10,73	0,04	0,41	
8	10,75	0,06	0,62	
36	10,75	0,06	0,63	
3	10,76	0,07	0,72	
24	10,76	0,07	0,72	
9	10,77	0,08	0,82	
49	10,78	0,09	0,92	
39	10,85	0,16	1,64	
28	10,88	0,19	1,95	
6	10,97	0,28	2,87	Questionável
27	11,12	0,43	4,41	Insatisfatório
48	11,13	0,44	4,51	Insatisfatório
50	11,32	0,63	6,42	Insatisfatório
34	91,80			Excluído

nº de Resultados Satisfatórios	39
Média Robusta	10,69
Desvio Padrão Robusto	0,10
Mediana	10,69
Média Aritmética	10,68
Desvio Padrão Aritmético	0,20
Reprodutibilidade do grupo	0,28
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	10,98
3 sigma Abaixo	10,40

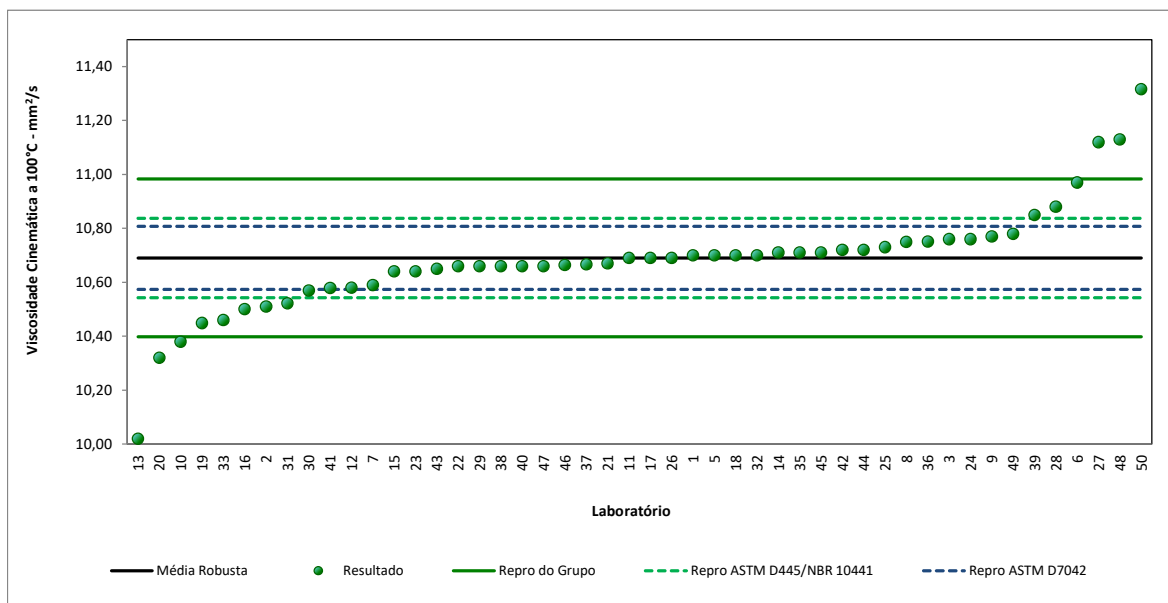


Figura 1. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 100 °C.

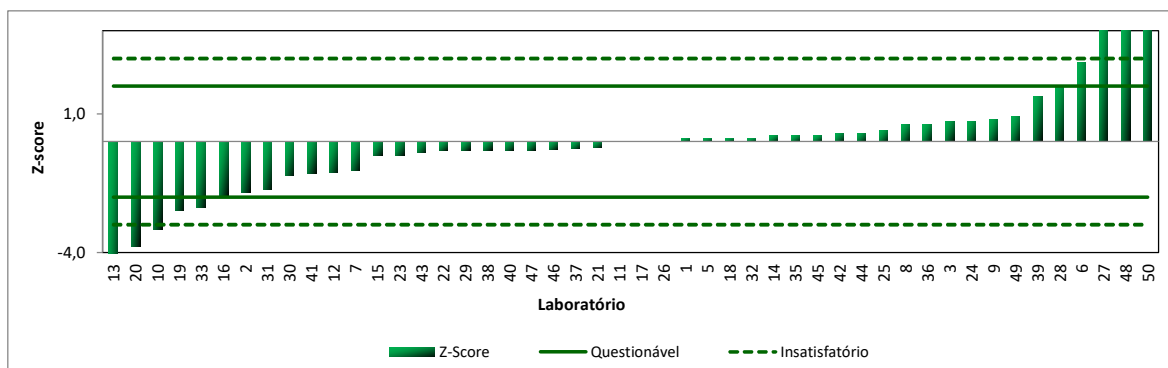


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. para viscosidade cinemática a 100 °C.

4.3.2 Viscosidade cinemática a 40°C

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
6	63,29	1,90	4,80	Insatisfatório
50	63,10	1,71	4,31	Insatisfatório
28	62,44	1,05	2,65	Questionável
23	62,28	0,89	2,25	Questionável
30	61,98	0,59	1,49	
22	61,94	0,55	1,39	
19	61,74	0,35	0,88	
45	61,73	0,34	0,86	
47	61,73	0,34	0,86	
14	61,71	0,32	0,81	
33	61,65	0,26	0,66	
48	61,64	0,25	0,63	
12	61,58	0,19	0,48	
46	61,57	0,18	0,45	
17	61,56	0,17	0,43	
24	61,55	0,16	0,40	
43	61,55	0,16	0,40	
37	61,55	0,16	0,40	
5	61,54	0,15	0,38	
44	61,51	0,12	0,30	
21	61,45	0,06	0,15	
32	61,45	0,06	0,15	
15	61,40	0,01	0,02	
16	61,39	0,00	0,00	
26	61,38	-0,01	-0,03	
49	61,35	-0,04	-0,10	
11	61,33	-0,06	-0,15	
3	61,32	-0,07	-0,18	
40	61,31	-0,08	-0,20	
7	61,30	-0,09	-0,23	
18	61,30	-0,09	-0,23	
35	61,27	-0,12	-0,30	
38	61,18	-0,21	-0,53	
13	61,18	-0,21	-0,54	
42	61,16	-0,23	-0,58	
1	61,15	-0,24	-0,61	
39	61,05	-0,34	-0,86	
41	61,03	-0,36	-0,90	
29	60,93	-0,46	-1,16	
36	60,18	-1,21	-3,06	Insatisfatório
10	59,78	-1,61	-4,07	Insatisfatório
2	59,56	-1,83	-4,62	Insatisfatório
8	58,81	-2,58	-6,51	Insatisfatório
31	58,09	-3,30	-8,34	Insatisfatório
9	57,19	-4,20	-10,60	Insatisfatório
20	55,64	-5,75	-14,52	Insatisfatório
27	55,28	-6,11	-15,43	Insatisfatório
34	14,27			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	35
Média Robusta	61,39
Desvio Padrão Robusto	0,40
Mediana	61,39
Média Aritmética	60,98
Desvio Padrão Aritmético	1,59
Reprodutibilidade do grupo	1,13
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	62,58
3 sigma Abaixo	60,20

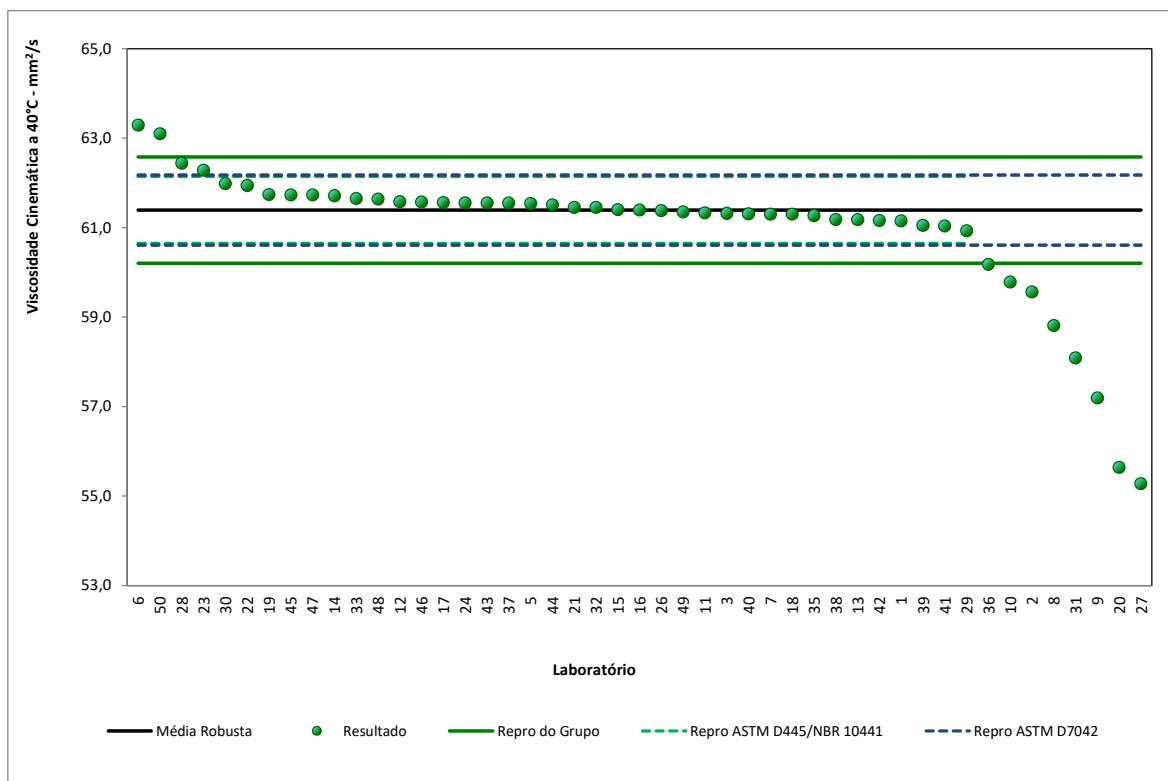


Figura 3. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 40 °C.

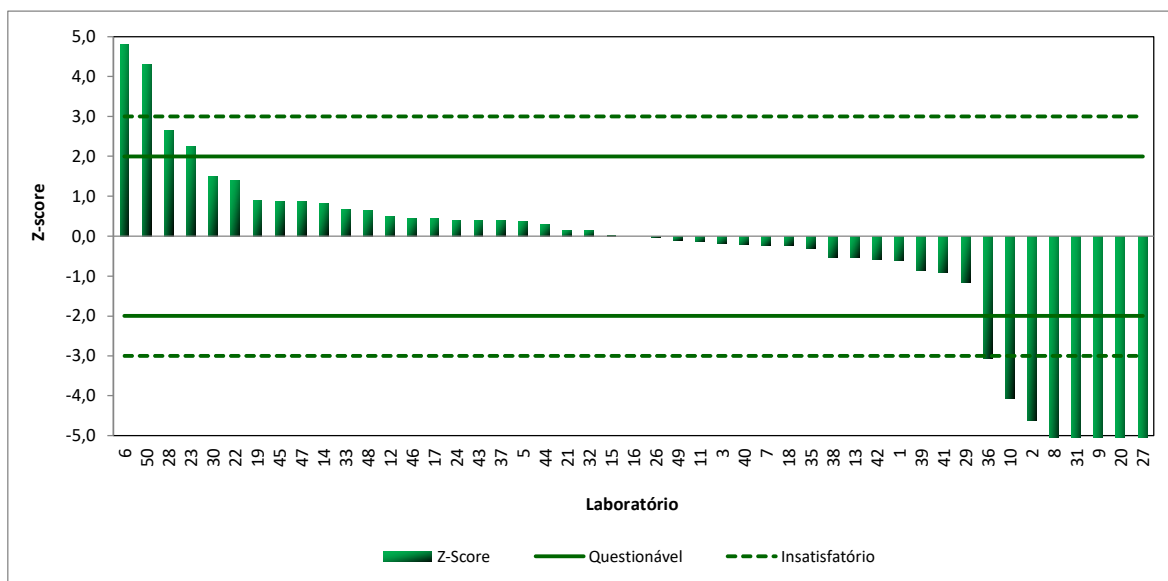


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 40 °C.

4.3.3 Índice de Viscosidade

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
13	151	-15	-4,51	Insatisfatório
19	159	-7	-2,12	Questionável
33	159	-7	-2,12	Questionável
23	160	-6	-1,82	
30	161	-5	-1,51	
34	161	-5	-1,51	
43	161	-5	-1,51	
12	162	-4	-1,21	
16	162	-4	-1,21	
22	163	-3	-0,91	
7	164	-2	-0,61	
10	164	-2	-0,61	
15	164	-2	-0,61	
41	164	-2	-0,61	
47	164	-2	-0,61	
14	165	-1	-0,30	
21	165	-1	-0,30	
26	165	-1	-0,30	
29	165	-1	-0,30	
37	165	-1	-0,30	
46	165	-1	-0,30	
5	166	0	0,00	
11	166	0	0,00	
17	166	0	0,00	
18	166	0	0,00	
32	166	0	0,00	
38	166	0	0,00	
40	166	0	0,00	
44	166	0	0,00	
1	167	1	0,30	
6	167	1	0,30	
24	167	1	0,30	
28	167	1	0,30	
35	167	1	0,30	
42	167	1	0,30	
2	168	2	0,61	
3	168	2	0,61	
49	168	2	0,61	
36	171	5	1,51	
39	172	6	1,82	
31	173	7	2,12	Questionável
50	175	9	2,72	Questionável
8	176	10	3,03	Insatisfatório
20	177	11	3,33	Insatisfatório
9	183	17	5,15	Insatisfatório
27	199	33	9,99	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	37
Média Robusta	166
Desvio Padrão Robusto	3,30
Mediana	166
Média Aritmética	167
Desvio Padrão Aritmético	7,12
Repro do grupo	9,41
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	176
3 sigma Abaixo	156

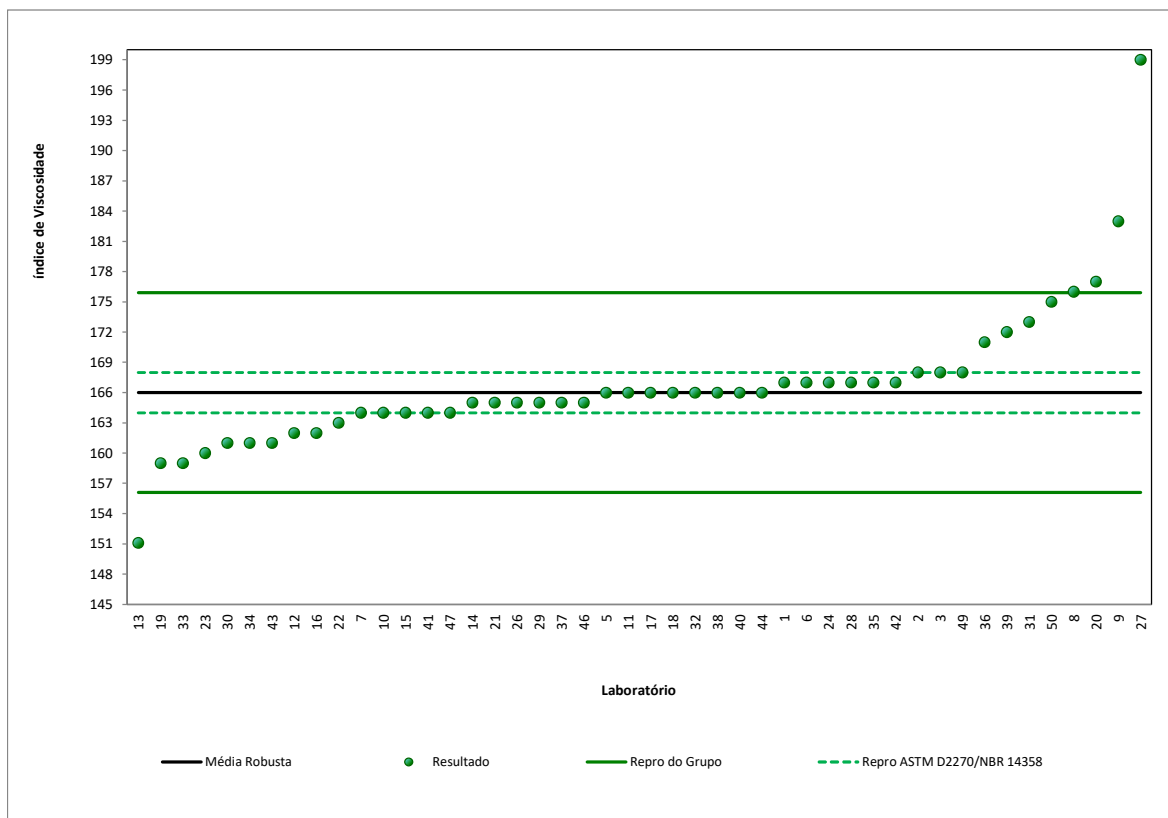


Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para índice de viscosidade.

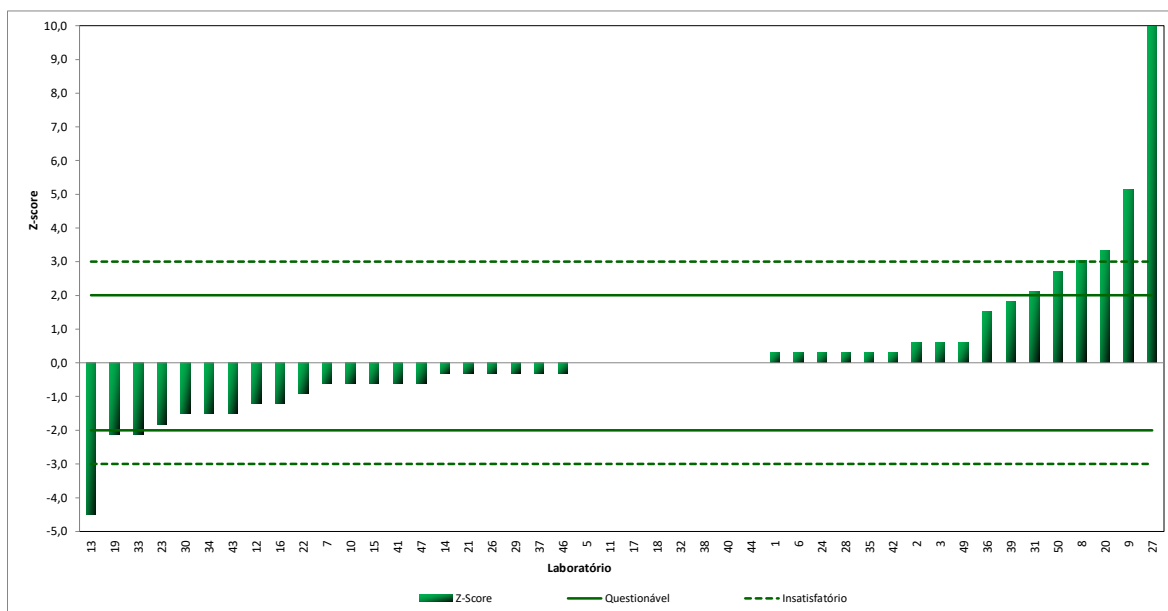


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: índice de viscosidade.

4.3.4 Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura – CCS

Ensaio: Viscosidade à baixa temperatura - CCS - NBR 14173/ASTM D5293

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
45	5143	333	1,56	
9	5115	305	1,43	
26	5047	237	1,11	
29	5004	194	0,91	
16	4969	159	0,74	
40	4910	100	0,47	
20	4907	97	0,45	
42	4905	95	0,44	
11	4884	74	0,35	
38	4842	32	0,15	
15	4812	2	0,01	
47	4808	-2	-0,01	
13	4749	-61	-0,29	
27	4741	-69	-0,32	
10	4716	-94	-0,44	
5	4714	-96	-0,45	
50	4649	-161	-0,75	
41	4608	-202	-0,95	
35	4474	-336	-1,57	
28	4428	-382	-1,79	
33	4358	-452	-2,12	Questionável
7	4184	-626	-2,93	Questionável
2	0			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	4810
Desvio Padrão Robusto	187,95
Mediana	4810
Média Aritmética	4771
Desvio Padrão Aritmético	246,22
Repro do grupo	552,78
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	5374
3 sigma Abaixo	4246

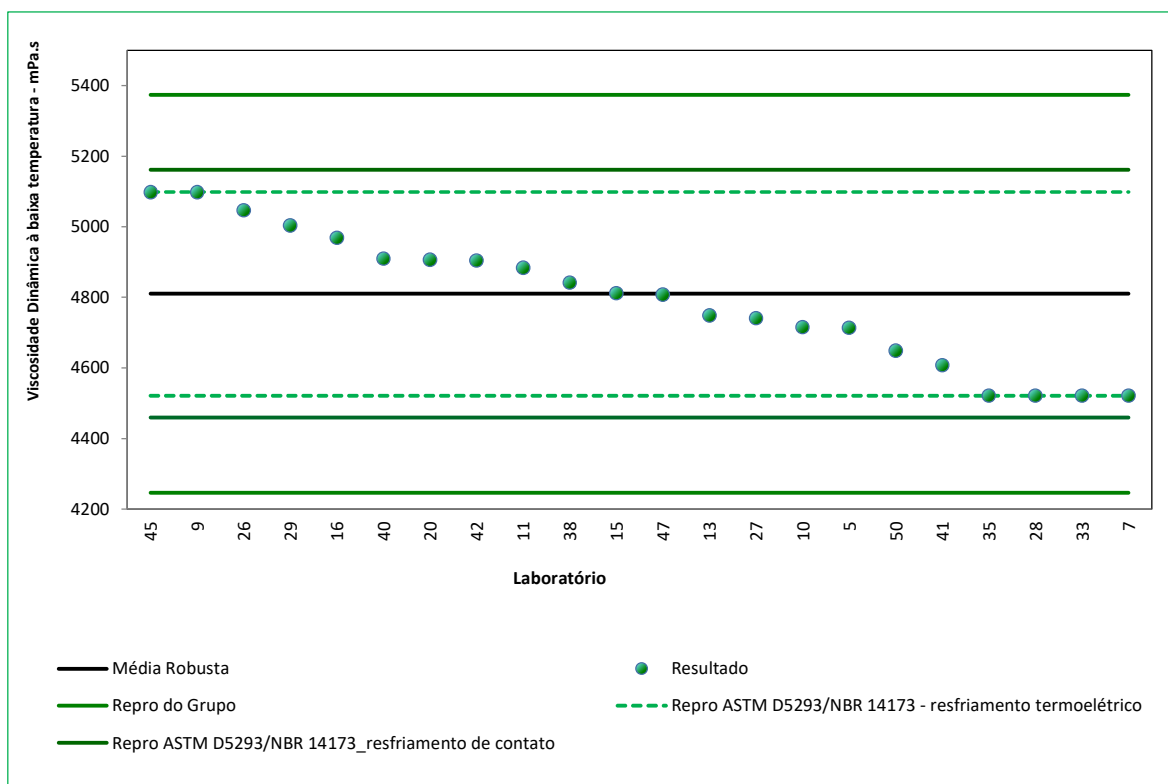


Figura 7. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade dinâmica à baixa temperatura - CCS.

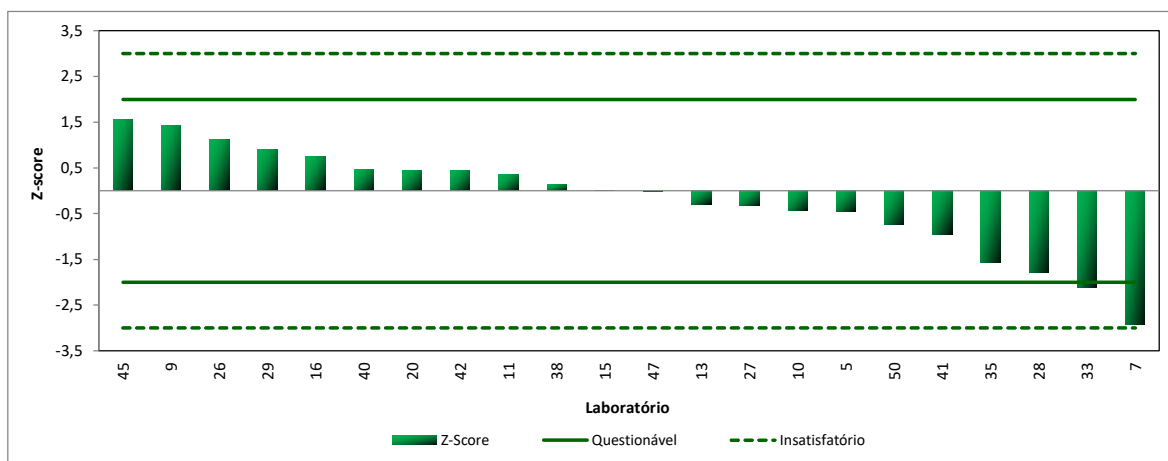


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade dinâmica à baixa temperatura - CCS.

4.3.5 Ponto de Fulgor

Ensaio: Ponto de Fulgor - NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
20	240,0	14,0	2,50	Questionável
12	238,0	12,0	2,14	
29	235,5	9,5	1,70	
50	234,2	8,2	1,47	
7	234,0	8,0	1,43	
19	234,0	8,0	1,43	
23	234,0	8,0	1,43	
25	234,0	8,0	1,43	
30	233,3	7,3	1,30	
47	233,3	7,3	1,30	
24	233,0	7,0	1,25	
31	232,5	6,5	1,16	
26	232,2	6,2	1,11	
8	232,0	6,0	1,07	
39	232,0	6,0	1,07	
40	232,0	6,0	1,07	
48	231,1	5,1	0,91	
46	230,0	4,0	0,71	
41	229,2	3,2	0,57	
44	229,0	3,0	0,54	
6	228,6	2,6	0,46	
42	228,2	2,2	0,39	
9	228,0	2,0	0,36	
15	228,0	2,0	0,36	
38	228,0	2,0	0,36	
17	227,5	1,5	0,27	
1	226,0	0,0	0,00	
16	226,0	0,0	0,00	
35	226,0	0,0	0,00	
33	225,5	-0,5	-0,09	
22	224,0	-2,0	-0,36	
34	224,0	-2,0	-0,36	
43	224,0	-2,0	-0,36	
3	223,8	-2,2	-0,39	
27	222,1	-3,9	-0,70	
10	222,0	-4,0	-0,71	
13	221,0	-5,0	-0,89	
11	220,0	-6,0	-1,07	
28	220,0	-6,0	-1,07	
36	220,0	-6,0	-1,07	
45	218,8	-7,2	-1,29	
2	0,0			Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	39
Média Robusta	226,0
Desvio Padrão Robusto	5,6
Mediana	228,6
Média Aritmética	228,7
Desvio Padrão Aritmético	5,3
Repro do grupo	16,0
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	242,8
3 sigma Abaixo	209,2

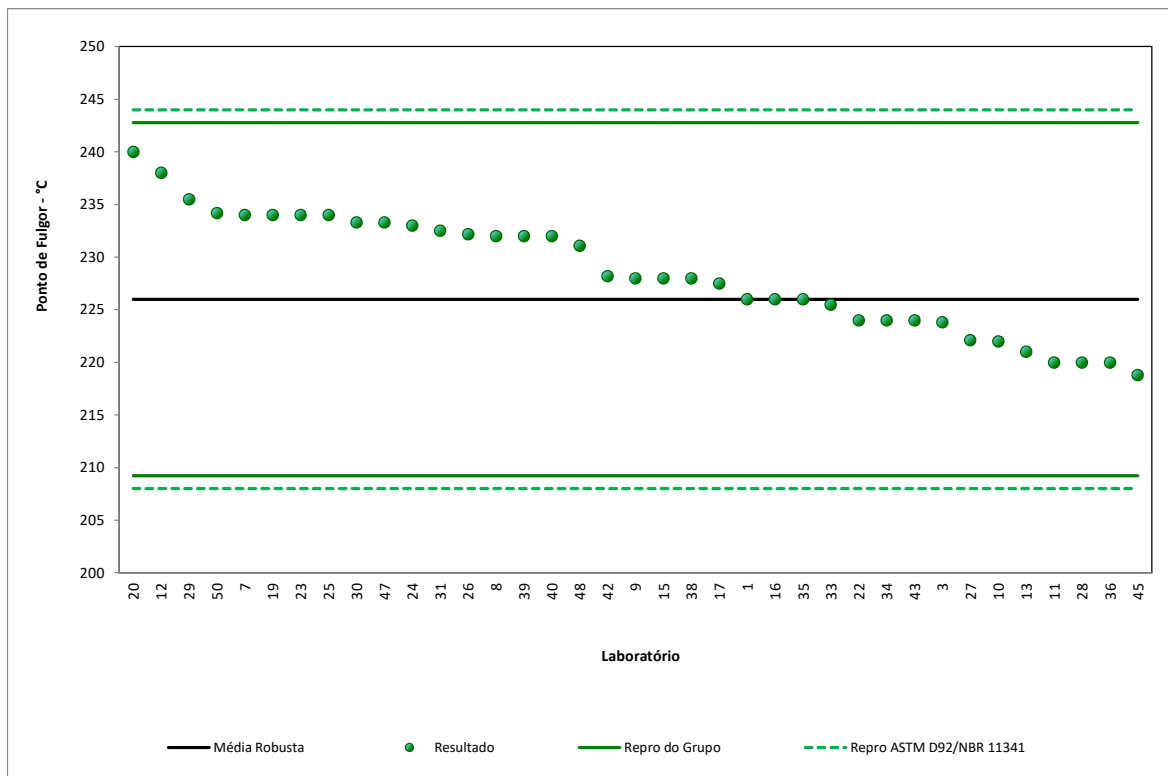


Figura 9. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

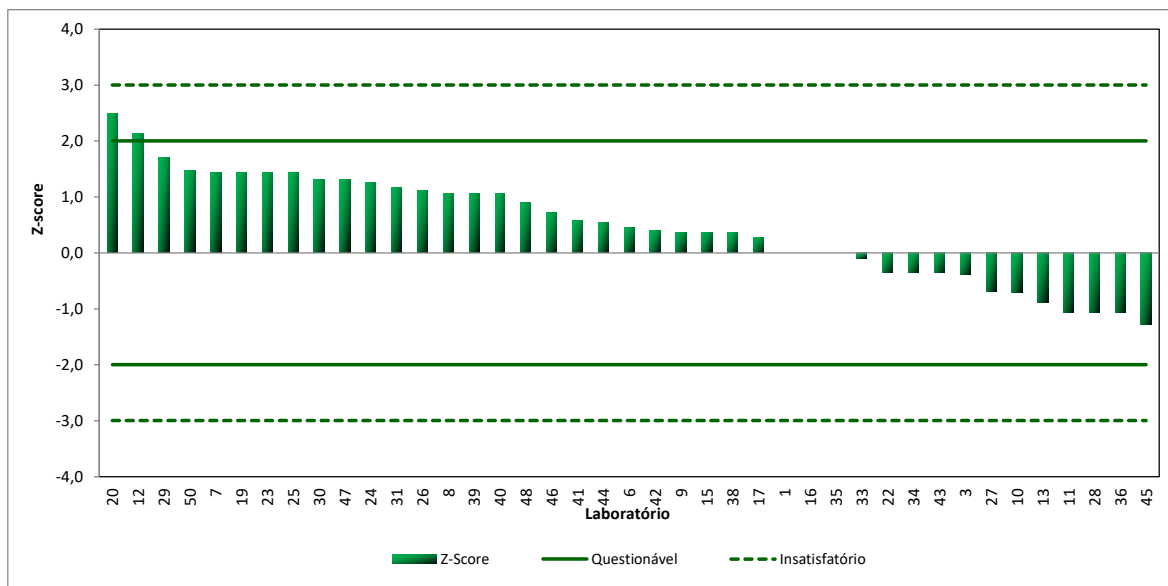


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor.

4.3.6 Ponto de Fluidez

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
24	-46	-7	-1,50	
7	-45	-6	-1,30	
21	-45	-6	-1,30	
29	-45	-6	-1,30	
3	-44	-5	-1,10	
27	-43	-4	-0,80	
8	-42	-3	-0,60	
26	-42	-3	-0,60	
35	-42	-3	-0,60	
42	-42	-3	-0,60	
44	-42	-3	-0,60	
46	-42	-3	-0,60	
49	-42	-3	-0,60	
50	-42	-3	-0,60	
39	-41	-2	-0,40	
5	-39	0	0,00	
11	-39	0	0,00	
12	-39	0	0,00	
14	-39	0	0,00	
15	-39	0	0,00	
28	-39	0	0,00	
16	-37	2	0,40	
43	-37	2	0,40	
10	-36	3	0,60	
13	-36	3	0,60	
6	-35	4	0,80	
41	-33	6	1,30	
31	-30	9	1,90	
9	-24	15	3,20	Insatisfatório
20	-20	19	4,00	Insatisfatório
2	0	39	8,20	Excluído

Nº de Resultados Satisfatórios	28
Média Robusta	-39
Desvio Padrão Robusto	5
Mediana	-39
Média Aritmética	-38
Desvio Padrão Aritmético	9
Repro do grupo	14
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	-25
3 sigma Abaixo	-53

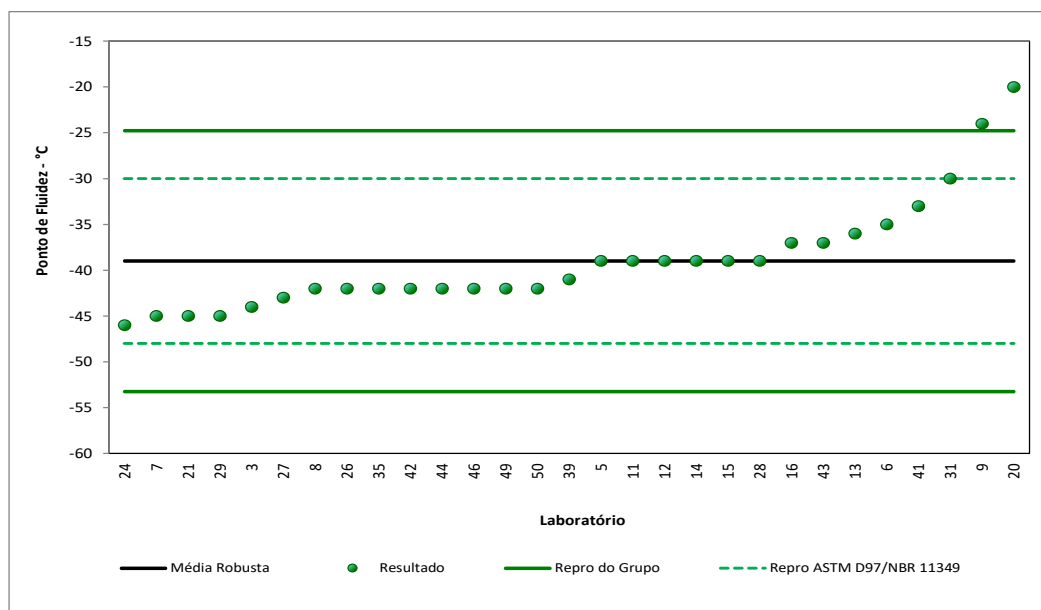


Figura 11. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez.

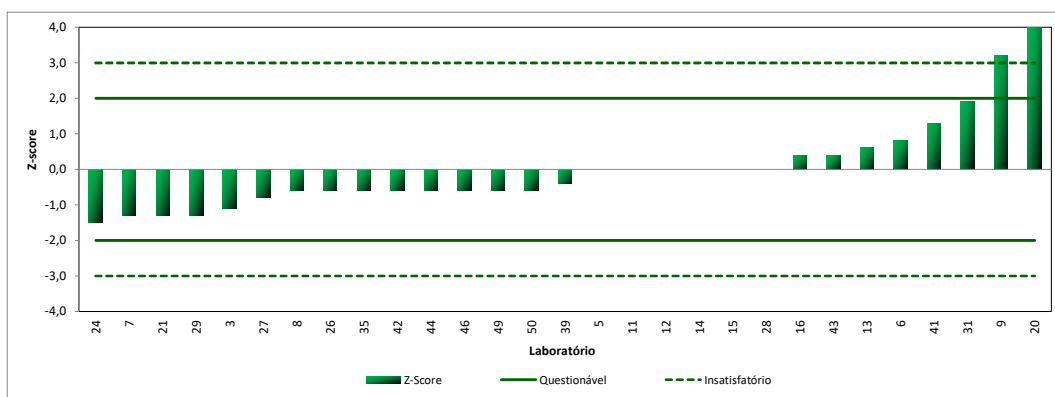


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez.

4.3.7 Número de Basicidade – TBN

Ensaio: IBT (TBN) - NBR 5798/ASTM D2896

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
2	656,00	648,20	1031,20	Excluído
44	9,15	1,35	2,10	Questionável
32	9,10	1,30	2,10	Questionável
22	8,30	0,50	0,80	
49	8,20	0,40	0,60	
26	8,20	0,40	0,60	
3	8,20	0,40	0,60	
42	8,10	0,30	0,50	
41	8,10	0,30	0,50	
34	8,10	0,30	0,50	
7	8,10	0,30	0,50	
11	7,90	0,10	0,20	
28	7,80	0,00	0,00	
21	7,80	0,00	0,00	
29	7,70	-0,10	-0,20	
33	7,67	-0,13	-0,20	
16	7,51	-0,29	-0,50	
10	7,50	-0,30	-0,50	
14	7,30	-0,50	-0,80	
6	7,30	-0,50	-0,80	
18	7,10	-0,70	-1,10	
47	7,00	-0,80	-1,30	
24	6,80	-1,00	-1,60	
20	6,30	-1,50	-2,40	Questionável
48	5,70	-2,10	-3,30	Insatisfatório
45	0,58	-7,22	-11,50	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	7,80
Desvio Padrão Robusto	0,63
Mediana	7,80
Média Aritmética	7,42
Desvio Padrão Aritmético	1,62
Repro do grupo	1,83
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	9,69
3 sigma Abaixo	5,91

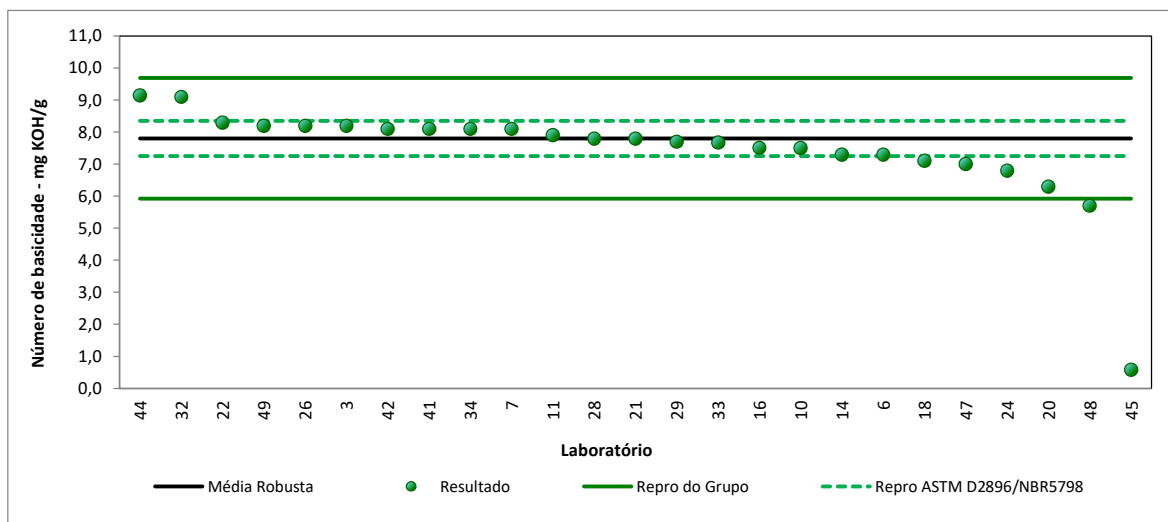


Figura 13. Representação das médias dos resultados para número de basicidade.

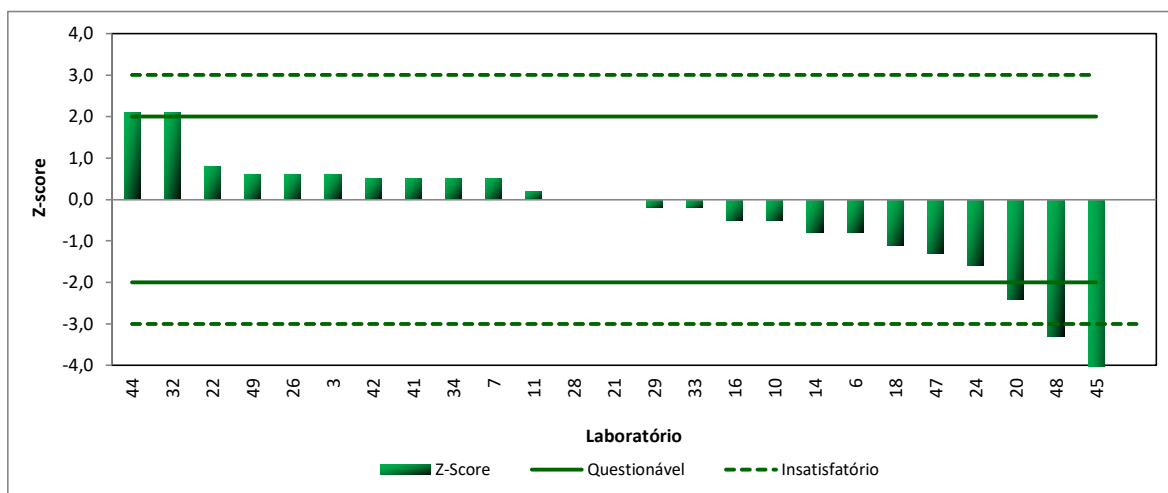


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Número de basicidade.

4.3.8 Estabilidade ao cisalhamento – perda

Ensaio: Estabilidade ao Cisalhamento - Perda- NBR 14325/ASTM D6278/D7109

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
2				Excluído
50	3,35	-5,34	-3,32	Insatisfatório
38	6,57	-2,12	-1,32	
41	6,67	-2,02	-1,26	
39	6,96	-1,73	-1,08	
10	7,89	-0,80	-0,50	
29	8,46	-0,23	-0,14	
47	8,69	0,00	0,00	
44	9,12	0,43	0,27	
28	9,37	0,68	0,42	
31	9,61	0,92	0,57	
43	9,62	0,93	0,58	
27	10,07	1,38	0,86	
13	10,58	1,89	1,17	

Nº de Resultados Satisfatórios	12
Média Robusta	8,69
Desvio Padrão Robusto	1,61
Mediana	8,69
Média Aritmética	8,23
Desvio Padrão Aritmético	1,95
Repro do grupo	4,96
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	13,52
3 sigma Abaixo	3,86

Observação 1: A viscosidade do óleo após cisalhamento deve ser medida no mesmo tubo viscosimétrico utilizado na análise do óleo sem cisalhar. Assim, caso o tubo viscosimétrico apresente tendências, essas não interferirão no cálculo da perda, visto que tanto o resultado de viscosidade inicial quanto o final apresentaram a mesma tendência para mais ou menos. Por isso, o fato de um laboratório apresentar resultado insatisfatório ou questionável na medida da viscosidade cinemática a 100°C não necessariamente implica que este obterá o mesmo resultado no parâmetro perda de viscosidade.

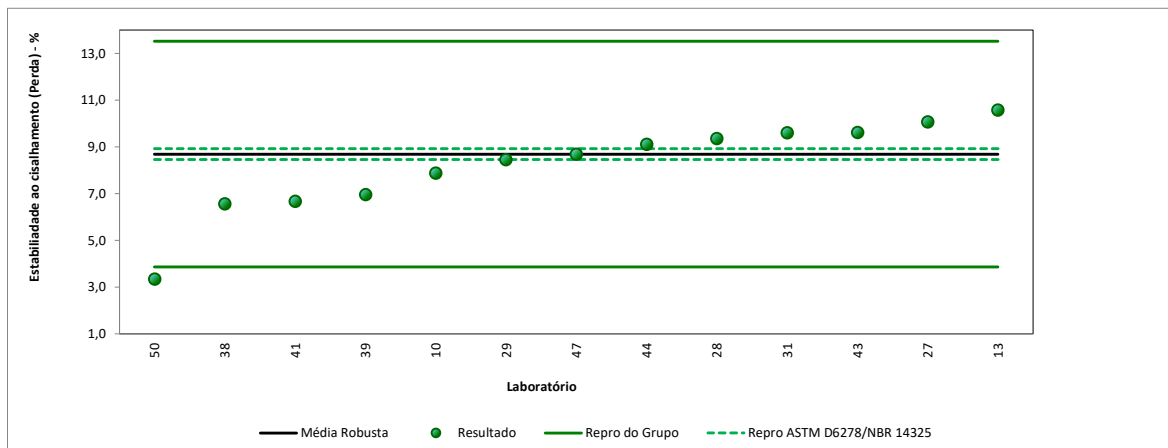


Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio estabilidade ao cisalhamento - perda

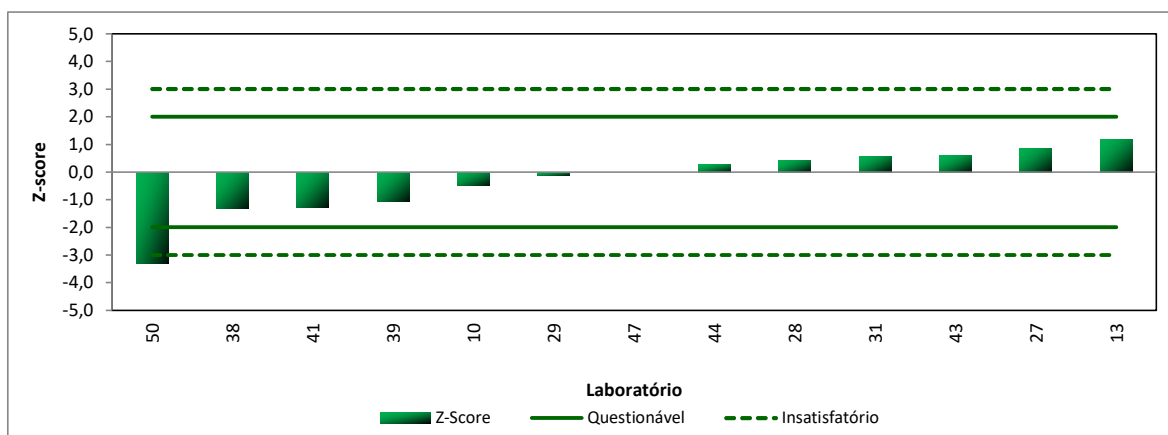


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: estabilidade ao cisalhamento - perda

4.3.9 Perda por Evaporação – Noack

Ensaio: Perda por Evaporação -Noack -NBR 14157-2/ASTM D5800 (Proced B)

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
45	13,9	4,4	2,20	Questionável
29	12,9	3,4	1,70	
9	12,3	2,8	1,40	
47	11,9	2,4	1,20	
23	10,9	1,4	0,70	
41	10,5	1,0	0,50	
44	10,4	0,9	0,40	
32	10,1	0,6	0,30	
38	9,9	0,4	0,20	
21	9,9	0,4	0,20	
14	9,7	0,2	0,10	
39	9,3	-0,2	-0,10	
28	9,2	-0,3	-0,20	
43	9,1	-0,4	-0,20	
27	8,9	-0,6	-0,30	
50	8,5	-1,0	-0,50	
33	8,0	-1,5	-0,80	
15	7,8	-1,7	-0,80	
10	7,5	-2,0	-1,00	
13	6,3	-3,2	-1,60	
35	5,8	-3,7	-1,90	Questionável
31	4,5	-5,0	-2,50	
2	0,0			

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	9,5
Desvio Padrão Robusto	1,97
Mediana	9,5
Média Aritmética	9,4
Desvio Padrão Aritmético	2,3
Repro do grupo	5,8
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	15,4
3 sigma Abaixo	3,6

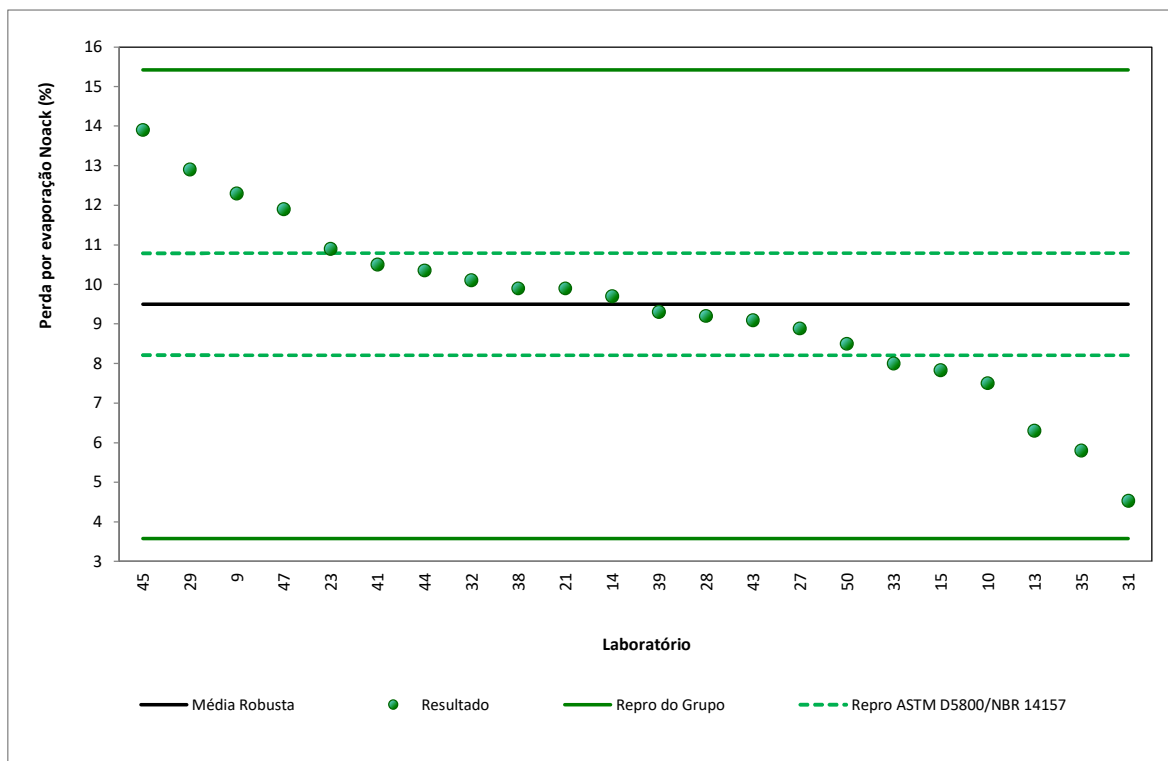


Figura 17. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de perda por evaporação

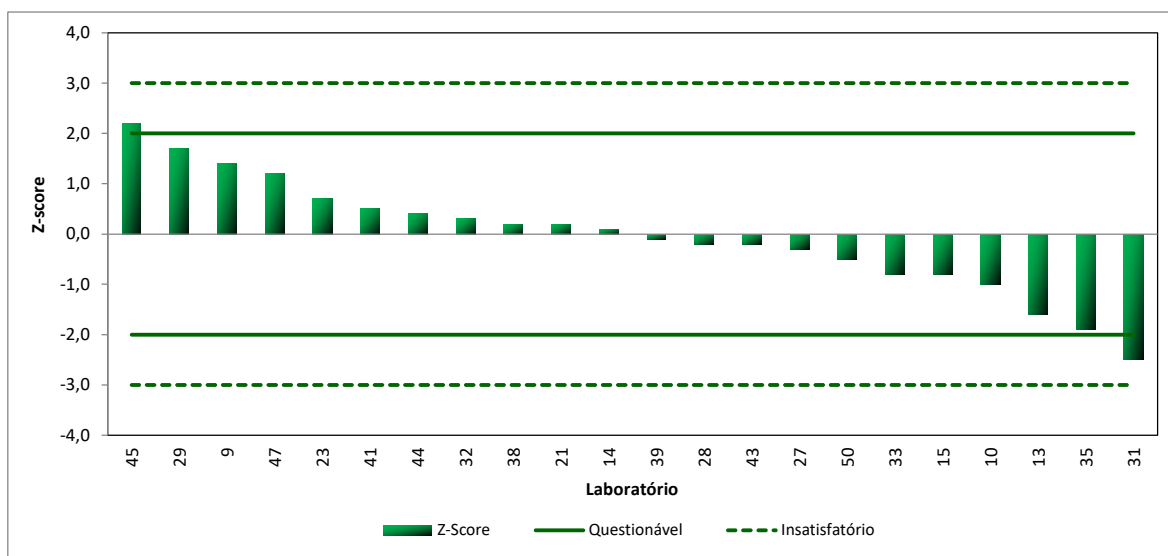


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Perda por Evaporação

4.3.10 Cálcio EDX

Ensaio: Cálcio ASTM D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
29	0,163	-0,009	-1,30	
20	0,165	-0,007	-1,10	
9	0,165	-0,007	-1,00	
45	0,166	-0,006	-0,80	
15	0,167	-0,005	-0,70	
13	0,167	-0,005	-0,70	
42	0,169	-0,003	-0,40	
41	0,171	-0,001	-0,10	
44	0,171	-0,001	-0,10	
10	0,172	0,000	0,00	
28	0,172	0,000	0,00	
26	0,173	0,001	0,20	
33	0,173	0,001	0,20	
39	0,174	0,002	0,30	
38	0,182	0,010	1,50	
47	0,191	0,019	2,70	Questionável
31	0,200	0,028	4,00	Insatisfatório
37	0,203	0,031	4,50	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	15
Média Robusta	0,172
Desvio Padrão Robusto	0,007
Mediana	0,172
Média Aritmética	0,175
Desvio Padrão Aritmético	0,012
Repro do grupo	0,021
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,193
3 sigma Abaixo	0,151

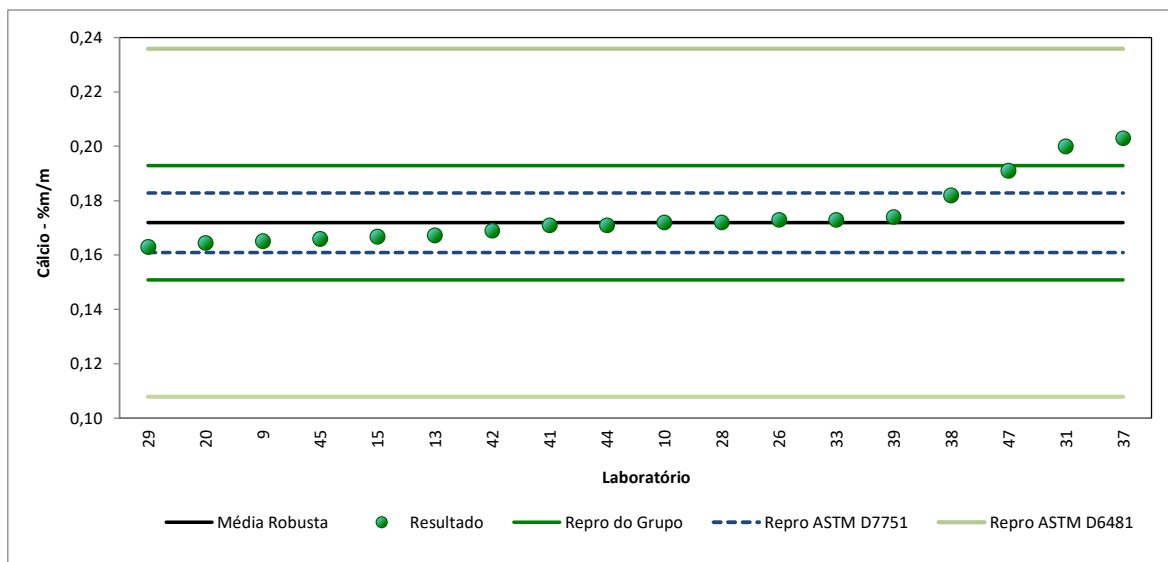


Figura 19. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor Cálcio (EDX).

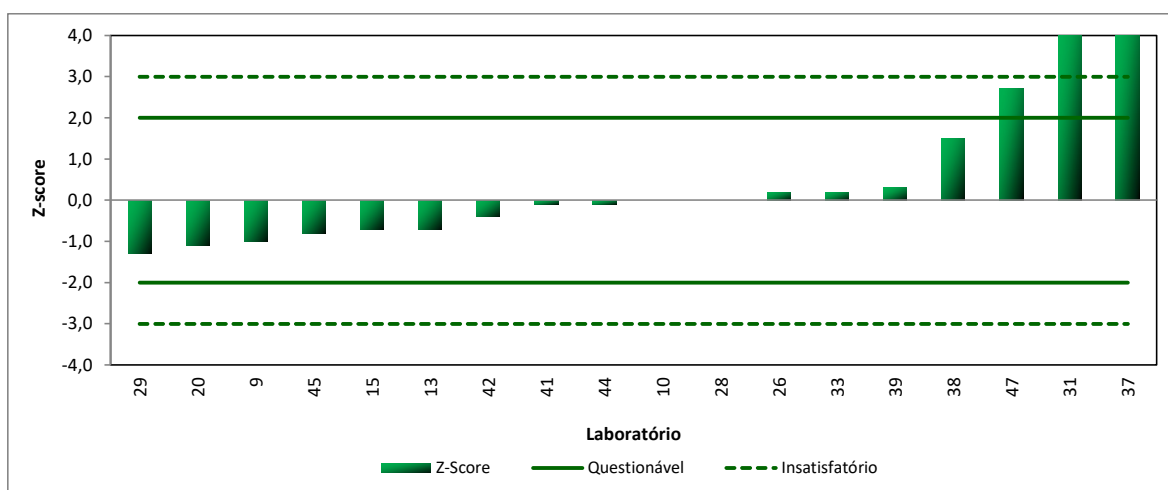


Figura 20. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio (EDX).

4.3.11 Cálcio

Ensaio: Cálcio NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
3	0,136	-0,035	-3,40	Insatisfatório
32	0,159	-0,012	-1,20	
43	0,165	-0,006	-0,60	
27	0,166	-0,005	-0,50	
11	0,166	-0,005	-0,50	
16	0,168	-0,004	-0,30	
5	0,168	-0,003	-0,30	
14	0,169	-0,002	-0,20	
35	0,174	0,003	0,30	
34	0,178	0,007	0,60	Insatisfatório
7	0,180	0,008	0,80	
50	0,180	0,008	0,80	
25	0,206	0,035	3,30	
2	0,222	0,050	4,80	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	11
Média Robusta	0,171
Desvio Padrão Robusto	0,010
Mediana	0,169
Média Aritmética	0,174
Desvio Padrão Aritmético	0,020
Repro do grupo	0,032
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,203
3 sigma Abaixo	0,140

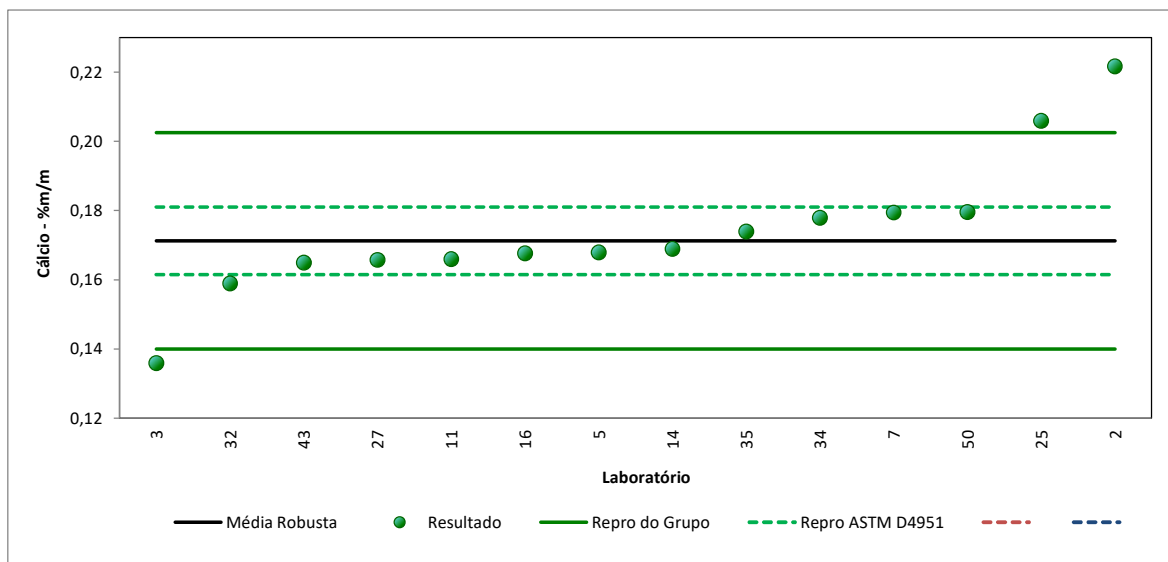


Figura 21. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor Cálcio.

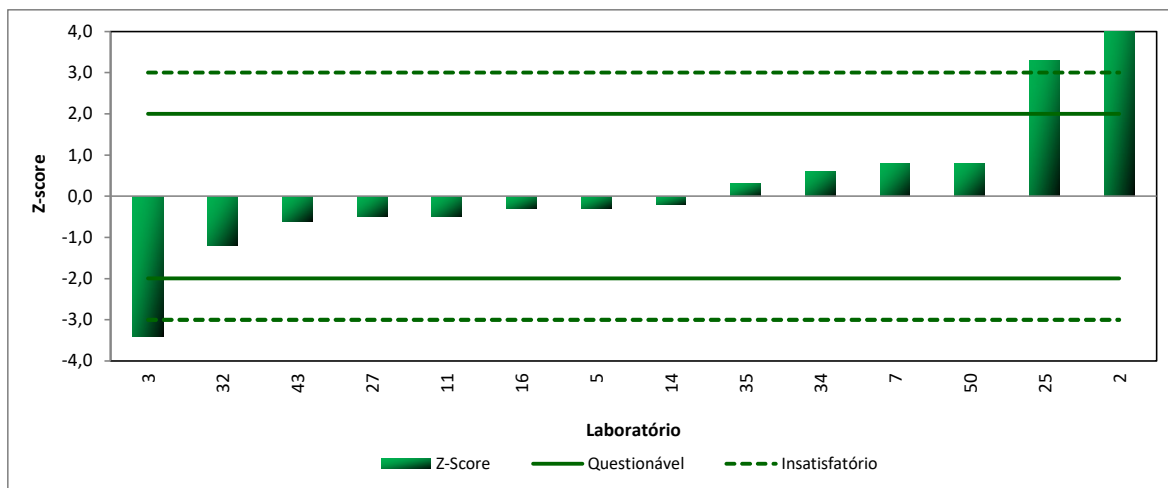


Figura 22. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.

4.3.12 Zinco EDX

Ensaio: Zinco - ASTM D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	0,078	-0,006	-1,20	
9	0,080	-0,005	-0,90	
45	0,080	-0,005	-0,80	
44	0,081	-0,004	-0,70	
47	0,082	-0,003	-0,50	
10	0,083	-0,002	-0,30	
33	0,083	-0,002	-0,30	
20	0,083	-0,001	-0,30	
26	0,084	-0,001	-0,10	
41	0,085	0,001	0,10	
28	0,086	0,001	0,20	
39	0,086	0,001	0,30	
29	0,088	0,003	0,70	
38	0,090	0,005	1,00	
42	0,091	0,006	1,20	
13	0,101	0,016	3,10	Insatisfatório
31	0,102	0,018	3,30	Insatisfatório
37	0,102	0,018	3,30	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	15
Média Robusta	0,085
Desvio Padrão Robusto	0,005
Mediana	0,085
Média Aritmética	0,087
Desvio Padrão Aritmético	0,008
Repro do grupo	0,016
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,101
3 sigma Abaixo	0,068

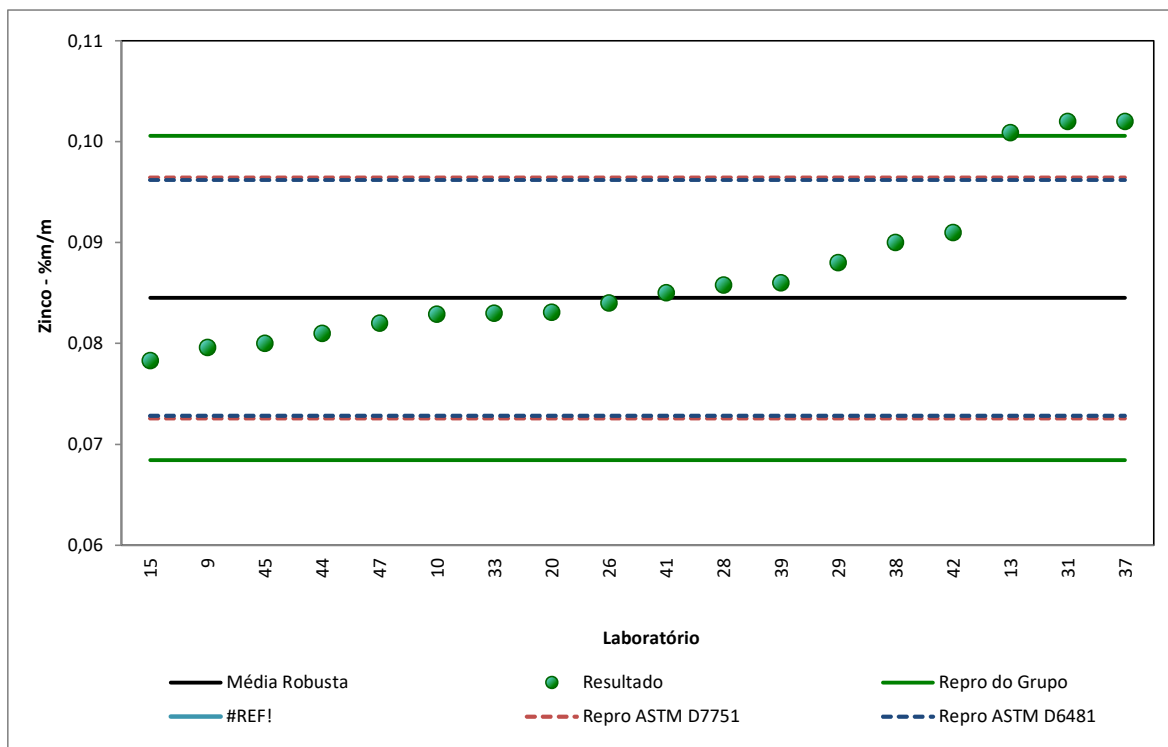


Figura 23. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio teor de Zinco (EDX).

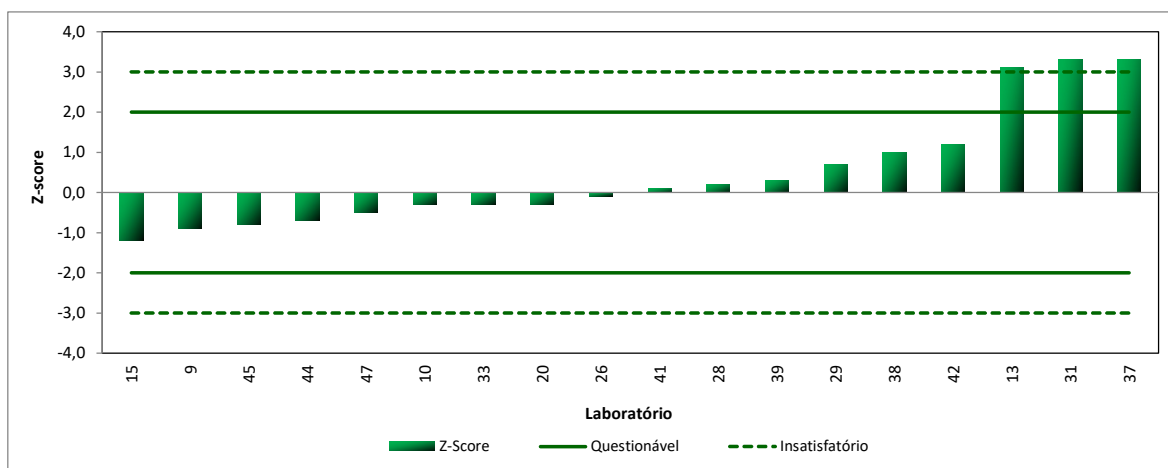


Figura 24. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco (EDX).

4.3.13 Zinco

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
2	0,041	-0,049	-5,00	Insatisfatório
32	0,079	-0,011	-1,10	
11	0,083	-0,007	-0,70	
5	0,084	-0,006	-0,60	
35	0,084	-0,006	-0,60	
14	0,085	-0,005	-0,50	
50	0,090	0,000	0,00	
43	0,090	0,000	0,00	
27	0,094	0,004	0,40	
25	0,094	0,004	0,40	
7	0,097	0,007	0,70	
16	0,097	0,007	0,70	
3	0,103	0,013	1,30	
34	0,137	0,047	4,80	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	12
Média Robusta	0,090
Desvio Padrão Robusto	0,010
Mediana	0,090
Média Aritmética	0,090
Desvio Padrão Aritmético	0,020
Repro do grupo	0,030
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,119
3 sigma Abaixo	0,061

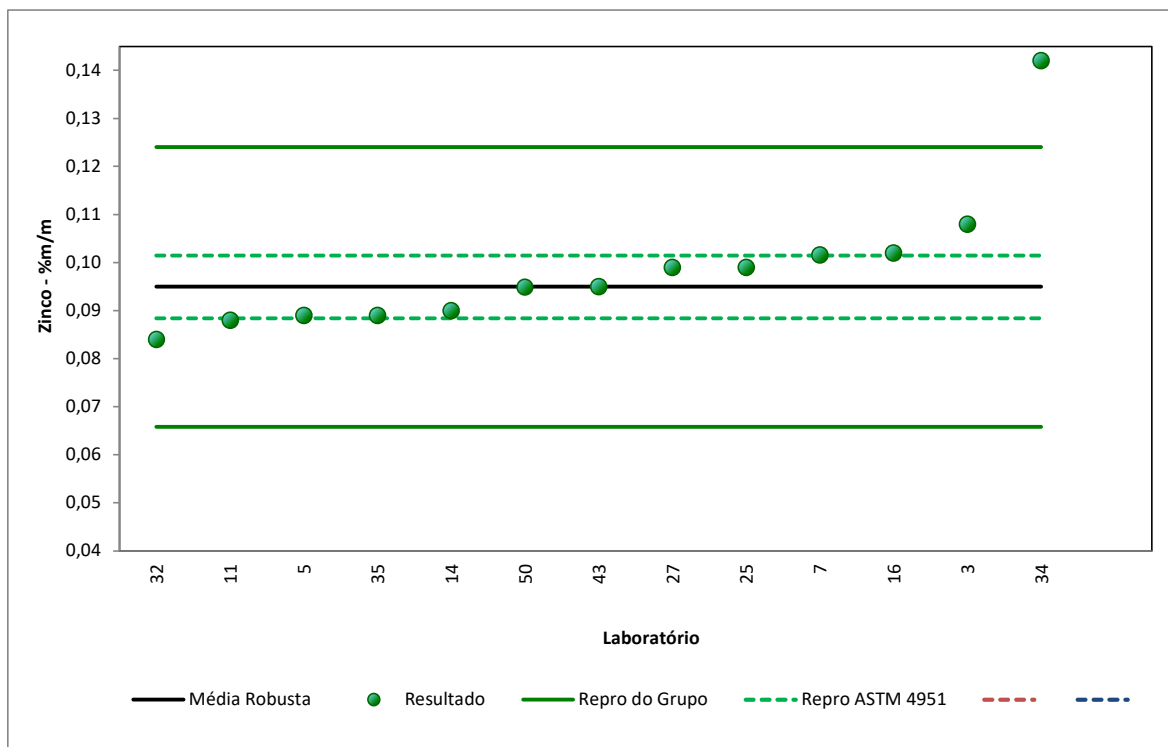


Figura 25. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio teor de Zinco.

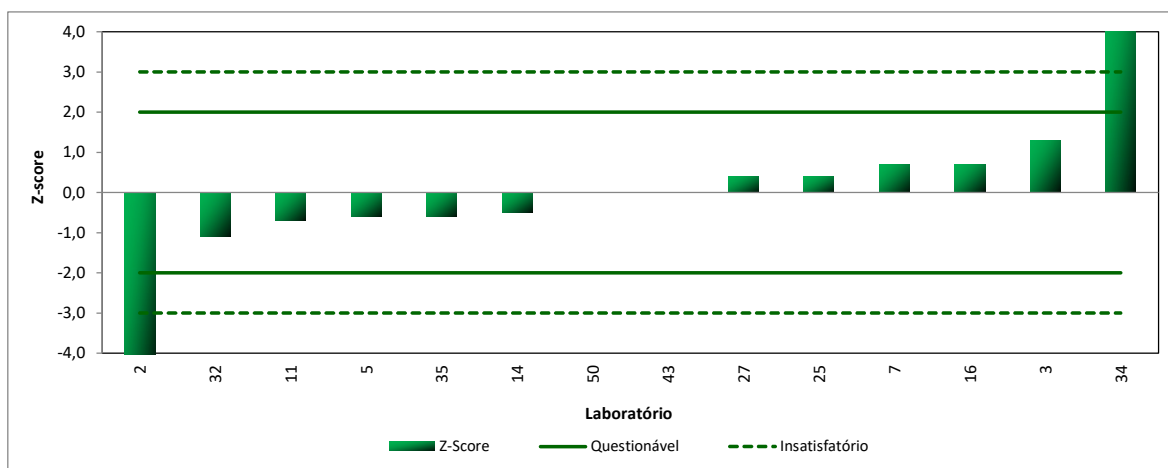


Figura 26. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco.

4.3.14 Enxofre

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
2	0,000			Excluído
20	0,089	-0,121	-6,80	Insatisfatório
7	0,139	-0,071	-4,00	Insatisfatório
10	0,162	-0,048	-2,70	Questionável
27	0,176	-0,034	-1,90	
31	0,189	-0,021	-1,20	
45	0,199	-0,011	-0,60	
15	0,200	-0,010	-0,60	
35	0,202	-0,008	-0,50	
24	0,204	-0,006	-0,30	
8	0,205	-0,005	-0,30	
44	0,205	-0,005	-0,30	
47	0,206	-0,004	-0,20	
26	0,208	-0,002	-0,10	
42	0,209	-0,001	-0,10	
33	0,210	0,000	0,00	
37	0,211	0,001	0,10	
9	0,212	0,002	0,10	
11	0,212	0,002	0,10	
43	0,216	0,006	0,30	
29	0,216	0,006	0,30	
50	0,219	0,009	0,50	
32	0,221	0,011	0,60	
12	0,222	0,012	0,70	
28	0,222	0,012	0,70	
41	0,227	0,017	1,00	
25	0,238	0,028	1,60	
13	0,241	0,031	1,70	
21	0,261	0,051	2,90	Questionável
38	0,265	0,055	3,10	Insatisfatório
16	0,270	0,060	3,40	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	24
Média Robusta	0,210
Desvio Padrão Robusto	0,018
Mediana	0,211
Média Aritmética	0,209
Desvio Padrão Aritmético	0,035
Repro do grupo	0,051
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,263
3 sigma Abaixo	0,157

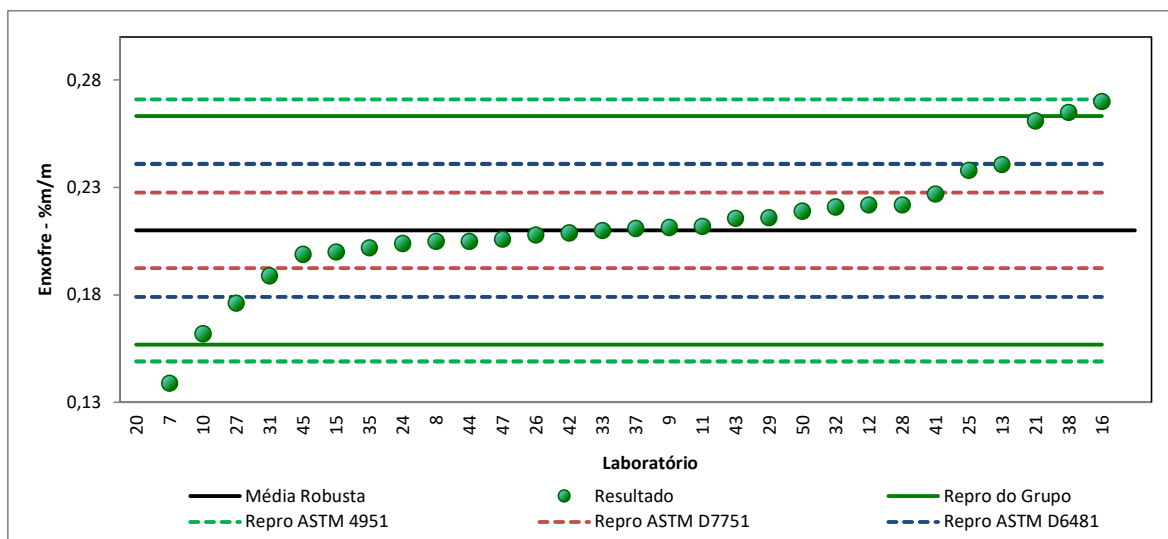


Figura 27. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Enxofre.

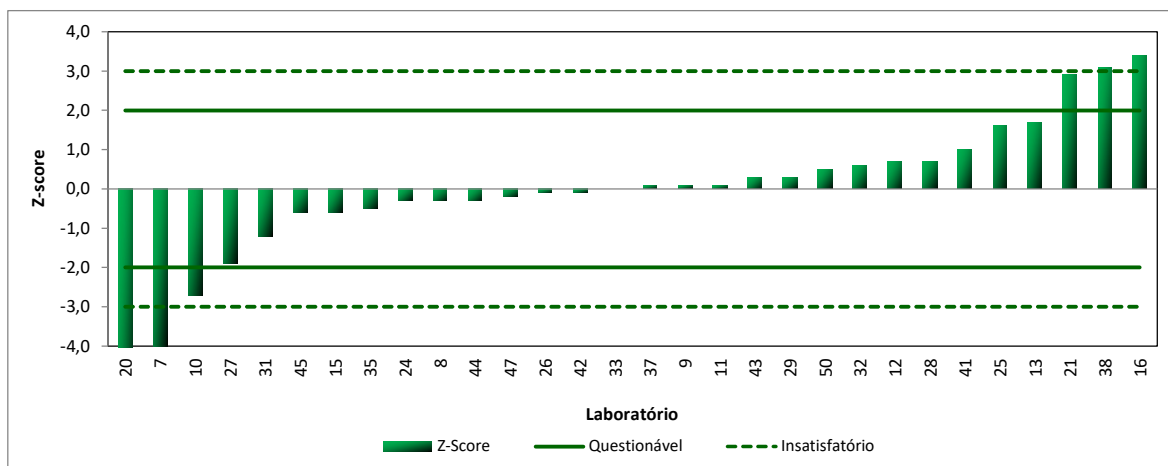


Figura 28. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre.

4.3.15 Magnésio

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
41	0,329			Excluído
34	0,066	0,03	6,84	Insatisfatório
10	0,048	0,01	3,07	Insatisfatório
39	0,038	0,01	1,04	
2	0,038	0,00	0,99	
25	0,036	0,00	0,62	
24	0,035	0,00	0,41	
5	0,033	0,00	0,00	
44	0,032	0,00	-0,19	
11	0,032	0,00	-0,21	
35	0,032	0,00	-0,21	
32	0,031	0,00	-0,41	
47	0,029	0,00	-0,83	
3	0,026	-0,01	-1,45	

Nº de Resultados Satisfatórios	11
Média Robusta	0,03
Desvio Padrão Robusto	0,00
Mediana	0,03
Média Aritmética	0,04
Desvio Padrão Aritmético	0,01
Reprodutibilidade do grupo	0,01
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,05
3 sigma Abaixo	0,02

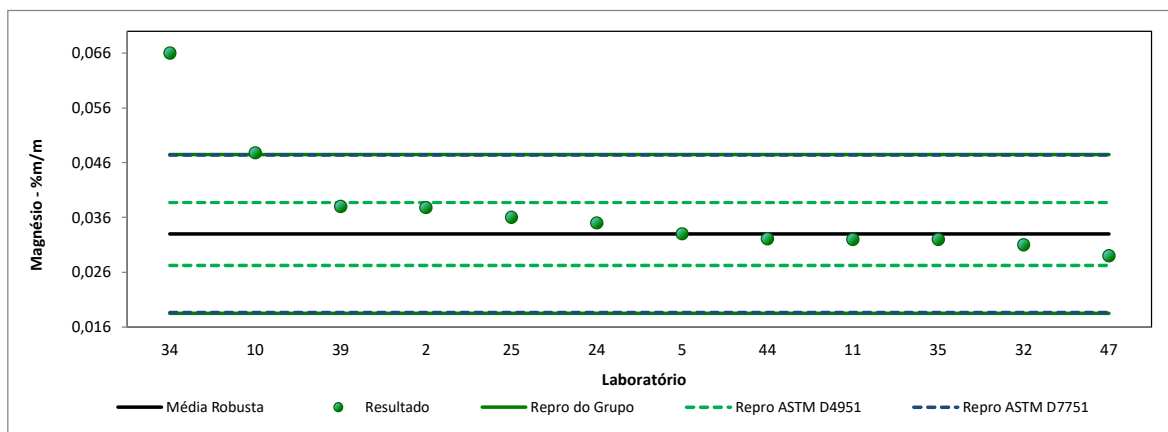


Figura 29. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor de Magnésio

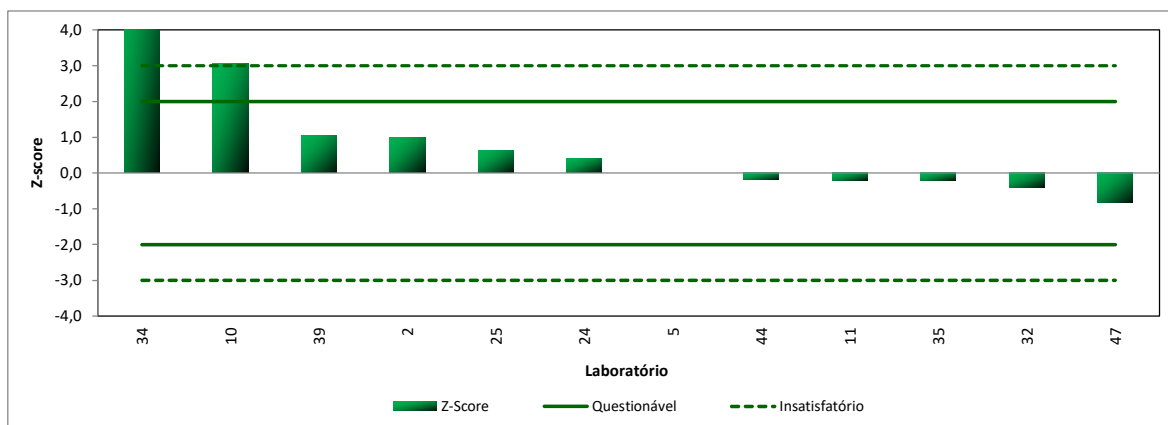


Figura 30. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Magnésio

4.3.16 Fósforo EDX

Ensaio: Fósforo - ASTM D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
39	0,080	0,006	1,50	
28	0,080	0,006	1,40	
38	0,079	0,005	1,20	
15	0,077	0,004	0,80	
33	0,077	0,003	0,80	
26	0,075	0,001	0,30	
42	0,075	0,001	0,30	
20	0,075	0,001	0,20	
10	0,074	0,001	0,10	
29	0,073	-0,001	-0,10	
44	0,072	-0,002	-0,40	
45	0,072	-0,002	-0,40	
41	0,071	-0,003	-0,70	
47	0,071	-0,003	-0,70	
13	0,070	-0,004	-0,80	
9	0,070	-0,004	-0,80	
37	0,069	-0,005	-1,10	
31	0,063	-0,011	-2,50	Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,074
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,074
Média Aritmética	0,074
Desvio Padrão Aritmético	0,004
Repro do grupo	0,013
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,087
3 sigma Abaixo	0,061

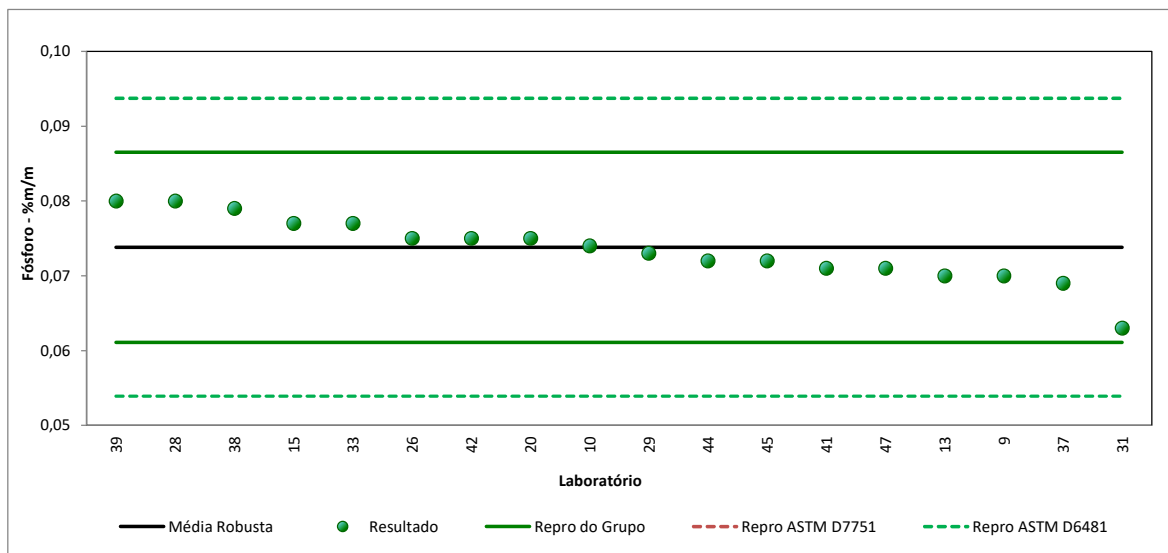


Figura 31. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo (EDX).

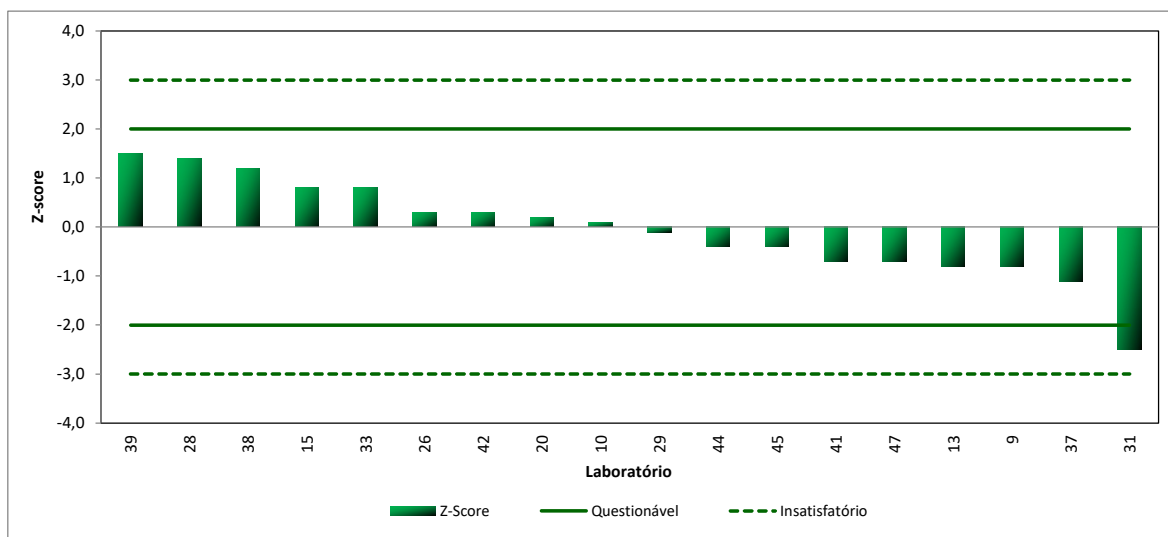


Figura 32. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo(EDX).

4.3.17 Fósforo

Ensaio: Fósforo - NBR 14786 / ASTM D4951

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
25	0,108	0,032	4,10	Insatisfatório Questionável
16	0,093	0,017	2,20	
50	0,082	0,006	0,80	
3	0,081	0,005	0,60	
32	0,081	0,005	0,60	
2	0,077	0,000	0,00	
11	0,076	0,000	0,00	
27	0,075	-0,001	-0,10	
5	0,075	-0,001	-0,20	
35	0,070	-0,006	-0,80	
43	0,069	-0,007	-1,00	
7	0,068	-0,008	-1,00	

Nº de Resultados Satisfatórios	10
Média Robusta	0,076
Desvio Padrão Robusto	0,008
Mediana	0,076
Média Aritmética	0,080
Desvio Padrão Aritmético	0,011
Repro do grupo	0,024
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,100
3 sigma Abaixo	0,053

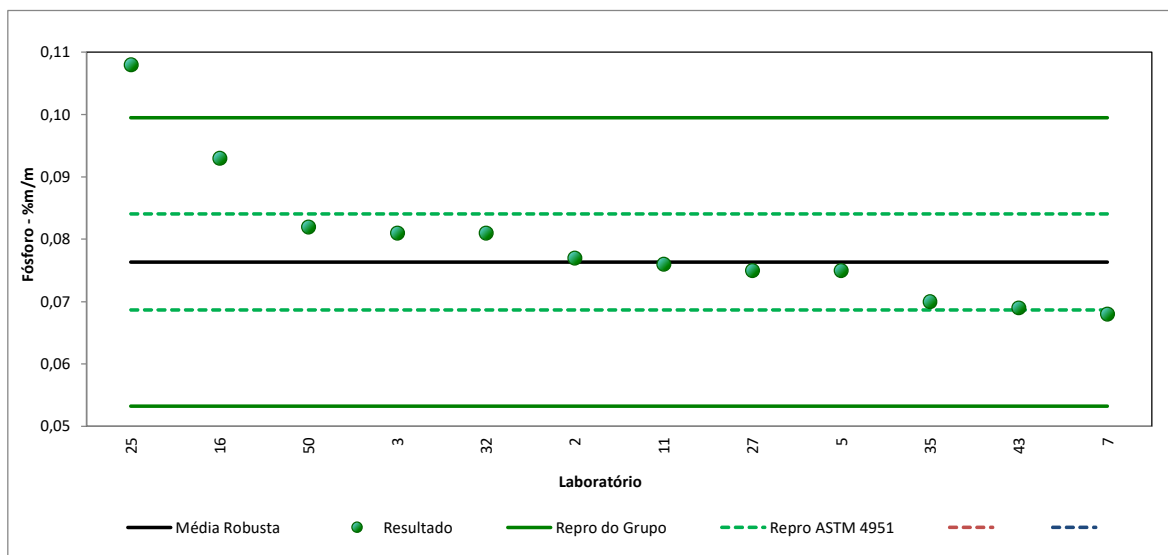


Figura 33. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.

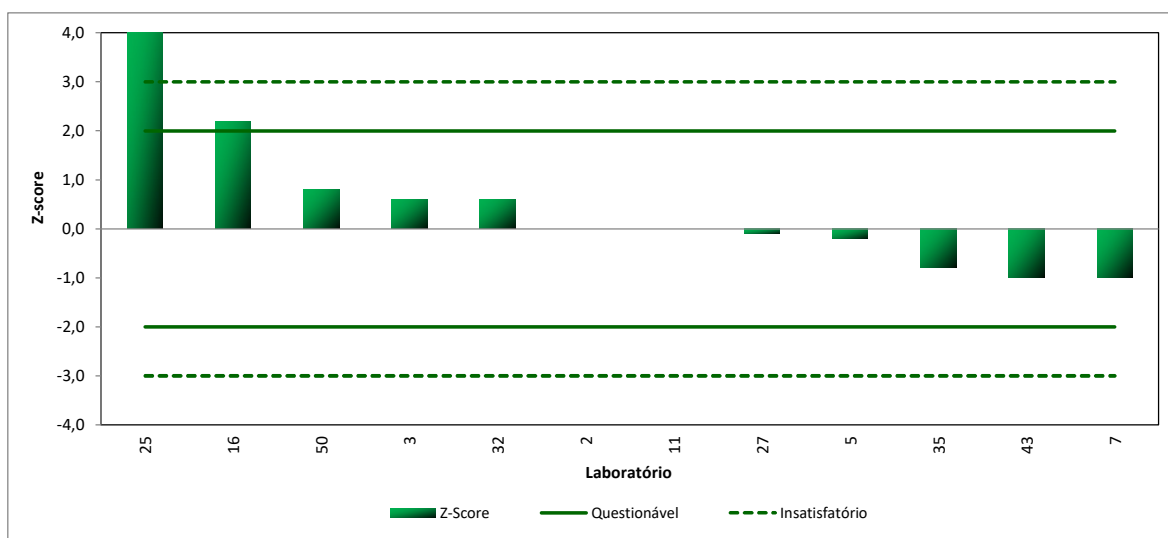


Figura 34. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.

4.3.18 Molibdênio

Ensaio: Molibdênio - NBR 14786 / ASTM D4951/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
35	0,0140	0,005	3,8	Insatisfatório
2	0,0130	0,004	3,0	Questionável
25	0,0120	0,003	2,2	Questionável
39	0,0120	0,003	2,2	Questionável
24	0,0110	0,002	1,4	
7	0,0105	0,001	1,0	
50	0,0102	0,001	0,7	
32	0,0100	0,001	0,6	
43	0,0100	0,001	0,6	
10	0,0097	0,000	0,3	
9	0,0093	0,000	0,0	
3	0,0090	0,000	-0,2	
5	0,0090	0,000	-0,2	
11	0,0090	0,000	-0,2	
38	0,0090	0,000	-0,2	
42	0,0090	0,000	-0,2	
47	0,0090	0,000	-0,2	
13	0,0090	0,000	-0,3	
34	0,0060	-0,003	-2,7	Questionável
16	0,0034	-0,006	-4,8	Insatisfatório
41	0,0030	-0,006	-5,1	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	14
Média Robusta	0,009
Desvio Padrão Robusto	0,001
Mediana	0,009
Média Aritmética	0,009
Desvio Padrão Aritmético	0,003
Repro do grupo	0,004
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,013
3 sigma Abaixo	0,006

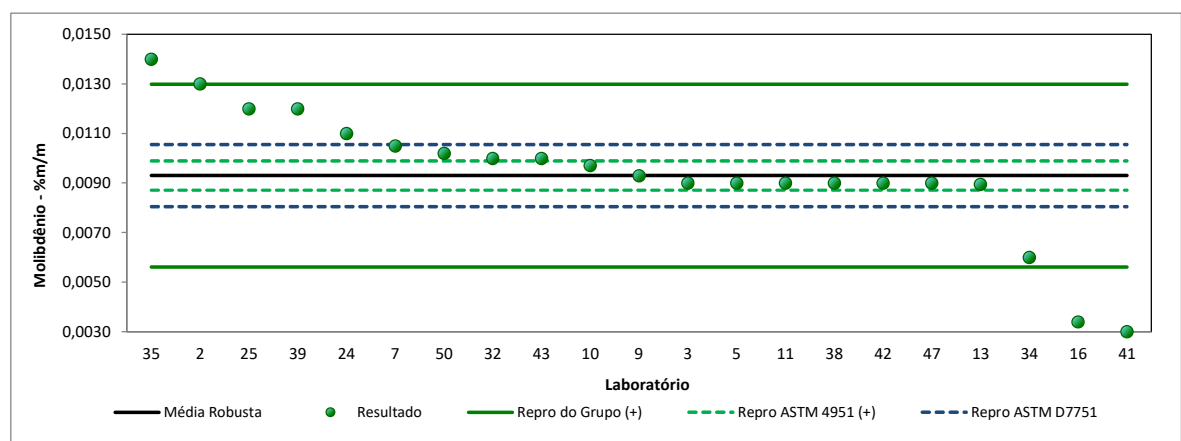


Figura 35. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Molibdênio.

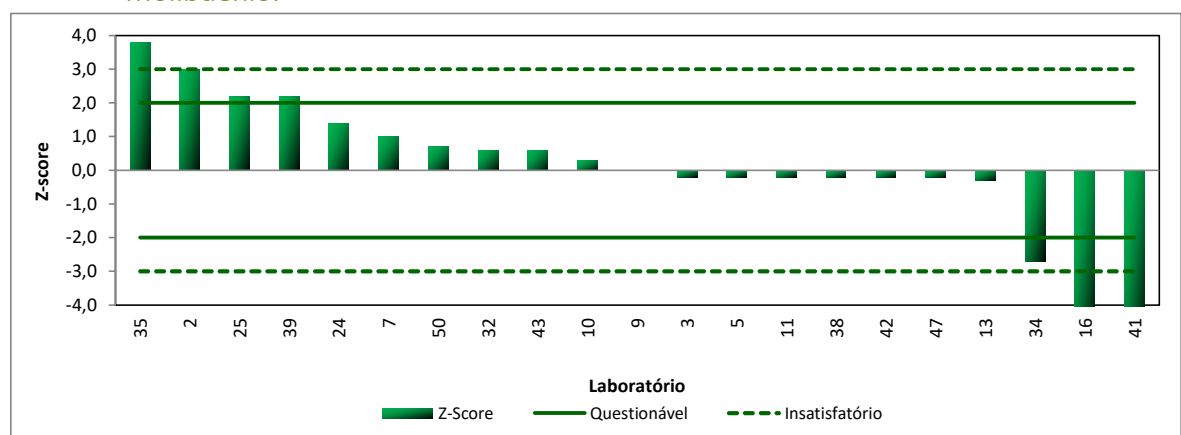


Figura 36. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Molibdênio.

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

Normas: ASTM D4741/ D5481/D4683

Apenas 4 laboratórios reportaram resultado para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS, por isso não foi possível a realização do tratamento estatístico. O resultado recebido está disposto na Tabela 4.

Ressaltamos necessidade de revisão dos resultados digitados antes do envio uma vez que os resultados dos laboratórios 2 e 44 estão completamente díspares do valor que se espera para esse ensaio e a importância desse ensaio para a verificação da qualidade dos óleos básicos e modificador do índice de viscosidade utilizados.

Tabela 4. Resultados por laboratório para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento – HTHS

Laboratório	Resultado (mPa.s)
2	0
32	2,8
44	4797
47	3,28

4.5 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.

Quinze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Observou-se que os resultados enviados estão muito discrepantes entre si, havendo a suspeita de que parte do grupo reportou a **estabilidade** em lugar da **tendência**. Em virtude desse fato, optou-se por não realizar a avaliação de desempenho dos participantes com base nos valores apresentados. A título de comparação, os valores reportados estão dispostos na Tabela 5, em ordem crescente.

Tabela 5. Resultados por laboratório para o ensaio de Espuma Sequência II – Tendência

Laboratório	Resultado (ml)
2	0,5
10	0,5
48	0,5
14	10
16	10
29	10
35	10
38	10
41	10
44	10
11	20
26	20
42	30
15	60
21	120

4.6 Avaliação do ensaio de teor de Boro

Normas: NBR 14786/ASTM D4951

Somente 8 laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de Boro. Com base na quantidade de reportes, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 7. O laboratório 25 obteve um resultado muito diferente dos demais, devendo avaliar o ensaio para detectar possíveis problemas na obtenção do resultado.

Tabela 6. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Boro

Laboratório	Resultado (%m/m)
2	0,0091
3	0,009
5	0,011
11	0,009
24	0,009
25	0,031
32	0,009
35	0,008

4.7 Avaliação do ensaio de nitrogênio

Normas: ASTM D5291/NBR 5762

Apenas 4 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 8. Atentamos para a necessidade de revisão dos resultados digitados antes do envio, especialmente para o laboratório 2.

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

Laboratório	Resultado (% m/m)
2	0
21	0,0779
24	0,2
47	0,097

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

Normas ASTM D4684

Apenas um laboratório reportou resultado para o ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura. No entanto o resultado não corresponde ao que se espera para o ensaio o que indica erro na digitação. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. O resultado recebido está disposto na Tabela 9.

Tabela 8. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura

Laboratório	Resultado (mPa.s)
2	0

4.9 Avaliação do ensaio cinzas sulfatadas

Normas ASTM D874

Apenas 10 laboratórios reportaram resultados para o ensaio de cinzas sulfatadas. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 10. Pela observação dos resultados nota-se mais uma vez erro na transcrição de resultados pelo laboratório 2.

Tabela 9. Resultados por laboratório para o ensaio de cinzas sulfatadas (%m/m)

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	0,868
2	0
11	0,91
21	0,951
24	0,841
25	0,857
32	0,77
46	0,686
47	0,88
49	0,91

4.10 Desempenho Global
4.10.1 Gráficos de desempenho

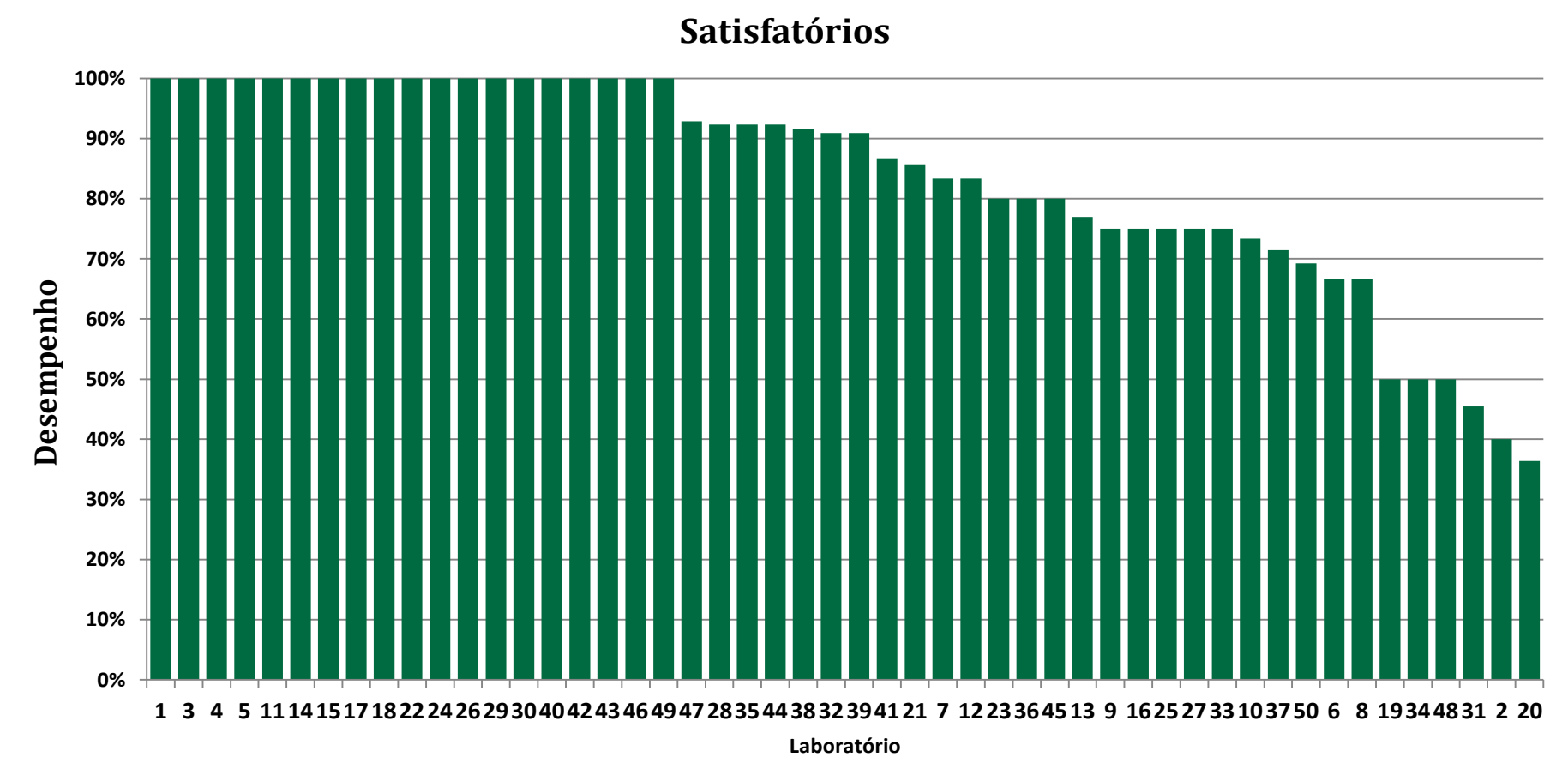


Figura 31. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

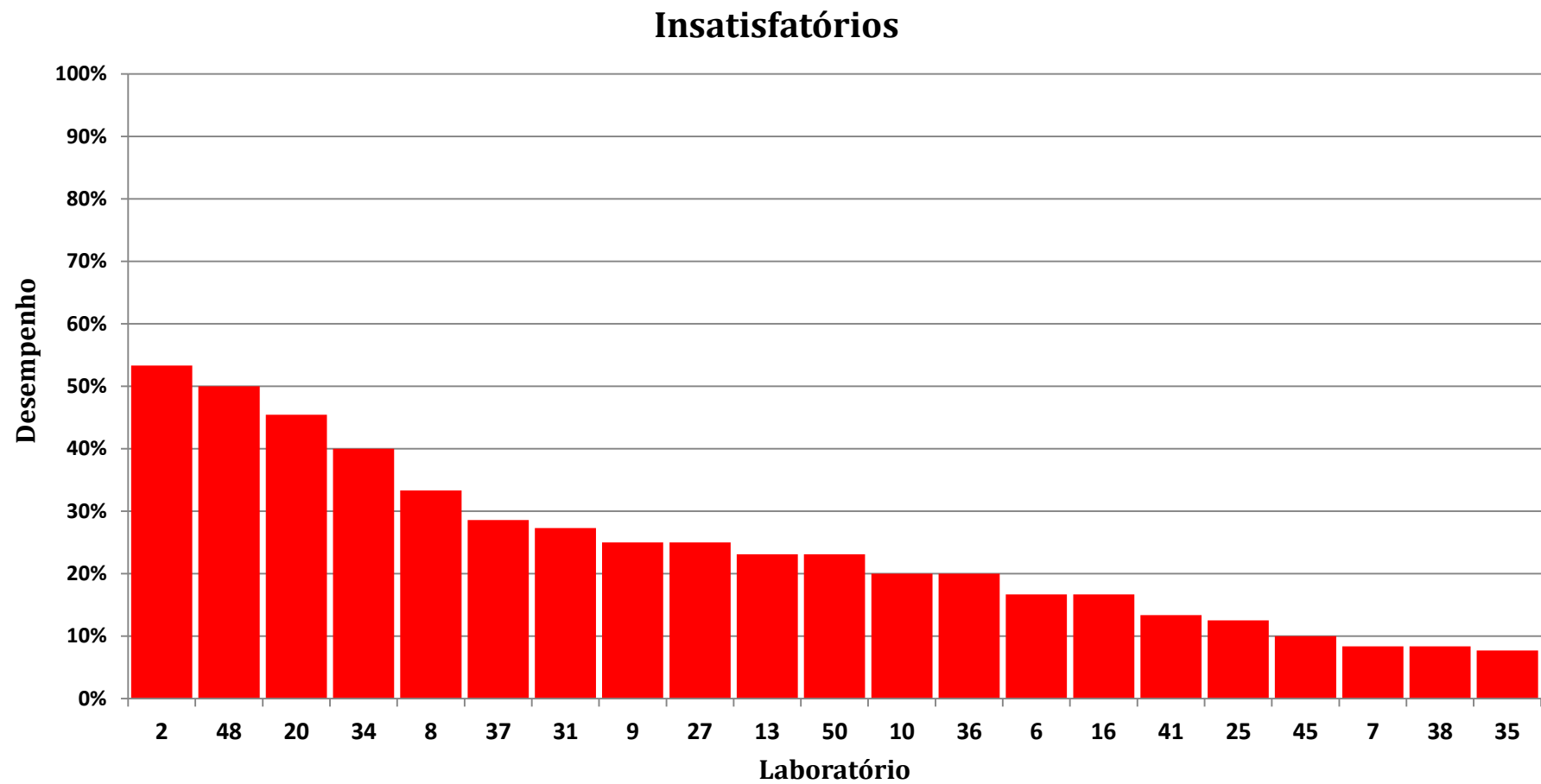


Figura 32. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

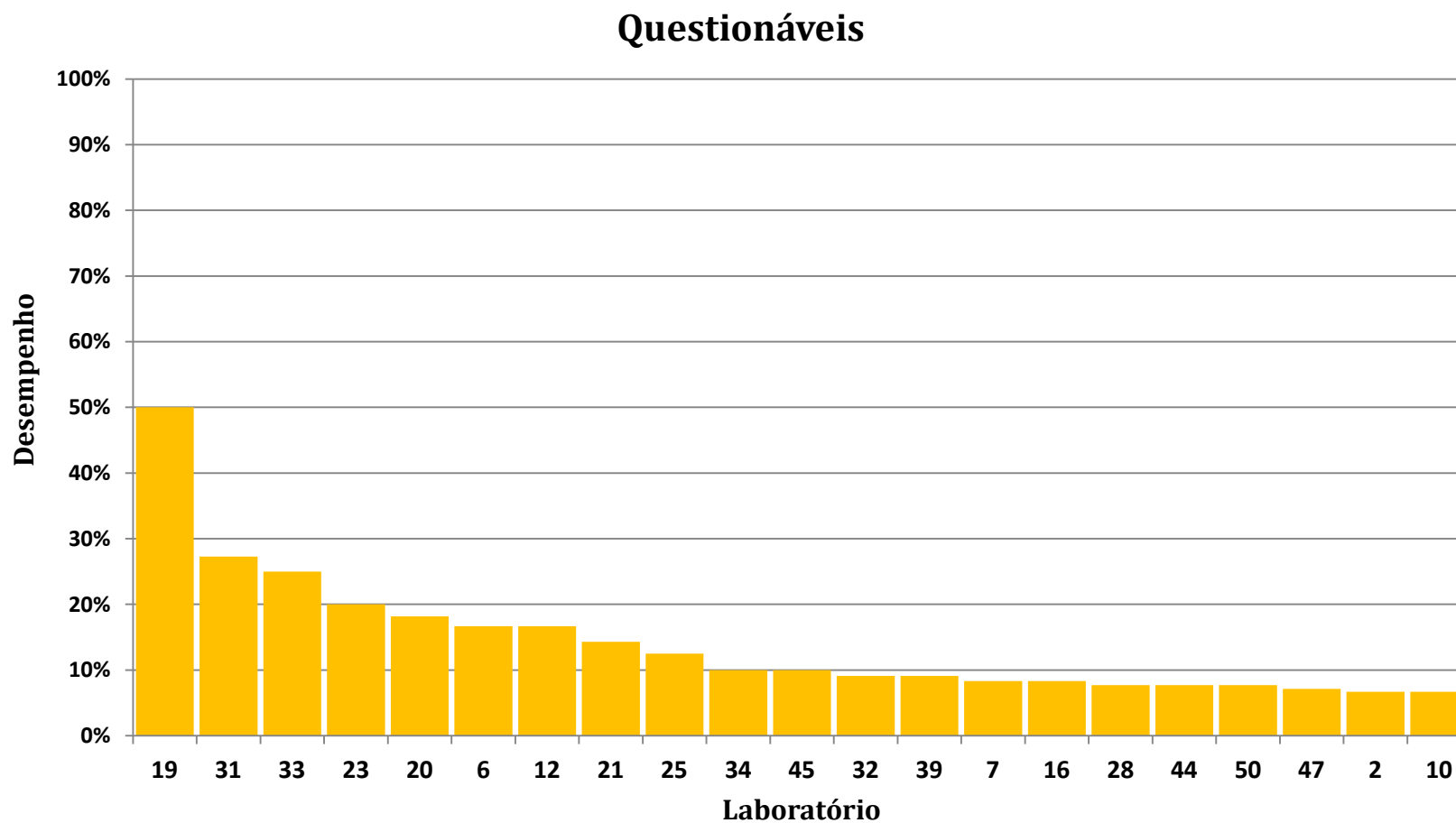


Figura 33. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

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

5 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

5.1 Resumo do tratamento estatístico

Tabela 10. Resultados por ensaio para a 14ª edição do PIL

Ensaio	Unidade	Nº de Resultados Satisfatórios	Média Robusta	Desvio Padrão Robusto	Mediana	Média Aritmética	Desvio Padrão Aritmético	Repro do grupo	Intervalos do Grupo	
									3 sigma acima	3 sigma abaixo
Viscosidade Cinemática a 100°C	mm ² /s (cSt)	39	10,69	0,10	10,69	10,68	0,20	0,28	10,98	10,40
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm ² /s (cSt)	35	61,39	0,40	61,39	60,98	1,59	1,13	62,58	60,20
Índice de Viscosidade	Adimensional	37	166,00	3,30	166,00	166,72	7,12	9,41	175,91	156,09
Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS	mPa.s	20	4810	188	4810	4771	246	553	5374	4246
Ponto de Fulgor	°C	39	226,0	5,6	228,6	228,7	5,3	16,0	242,8	209,2
Ponto de Fluidez	°C	28	-39	5	-39	-38	9	14	-25	-53
Perda por Evaporação - NOACK	%	20	9,5	1,97	9,5	9,4	2,3	5,8	15,4	3,6
IBN - TBN	mg KOH/g	20	7,80	0,63	7,80	7,42	1,62	1,83	9,69	5,91
Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	% m/m	12	8,69	1,61	8,69	8,23	1,95	4,96	13,52	3,86
Cálcio EDX	% m/m	15	0,172	0,007	0,172	0,175	0,012	0,021	0,193	0,151
Cálcio	% m/m	11	0,171	0,010	0,169	0,174	0,020	0,032	0,203	0,140
Zinco EDX	% m/m	15	0,085	0,005	0,085	0,087	0,008	0,016	0,101	0,068
Zinco	% m/m	12	0,090	0,010	0,090	0,090	0,020	0,030	0,119	0,061
Enxofre	% m/m	24	0,210	0,018	0,211	0,209	0,035	0,051	0,263	0,157
Magnésio	% m/m	11	0,033	0,005	0,033	0,037	0,010	0,015	0,047	0,019
Fósforo EDX	% m/m	17	0,074	0,004	0,074	0,074	0,004	0,013	0,087	0,061
Fósforo	% m/m	10	0,076	0,008	0,076	0,080	0,011	0,024	0,100	0,053
Molibdênio	% m/m	14	0,009	0,001	0,009	0,009	0,003	0,004	0,013	0,006

5.2 Recomendações

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

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

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

6 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).