

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

7ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial
de Lubrificantes
PIL – 7ª 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 Araújo

José Gutman (Diretor substituto)

Marcelo Castilho (Diretor substituto)

Raphael Moura (Diretor substituto)

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

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

Danielle Machado e Silva - Superintendente Adjunta 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

Comissão Técnica do Programa Interlaboratorial

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

Cristiane Brito Costa

Igor Freitas Figueiredo

Maristela Lopes Silva Melo

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Igor Freitas Figueiredo

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Luiz Filipe Paiva Brandão

Cristiane Brito Costa

Maria da Conceição Carvalho França

Euler Martins Lage

Maristela Lopes Silva Melo

Grazielle Duarte Colbano

Millene Lopes Ribeiro

Gabriela Cavalcante Alvim

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Rafaela Verzani Vacareli

Helena Silva Pereira Carneiro

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Sumário

1. VISÃO GERAL	6
1.1 Objetivos.....	6
1.2 Instituições Participantes	6
2. METODOLOGIA	8
2.1 Amostras	8
2.2 Identificação dos participantes.....	8
2.3 Sigilo de participação	8
2.4 Homogeneidade	8
2.5 Estabilidade.....	9
2.6 Método de obtenção do valor designado	9
2.7 Avaliação do desempenho do participante.....	10
3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO	11
3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos.....	11
3.2 Estatística robusta	17
3.3 Avaliação do ensaio de Demulsibilidade.....	35
3.4 Avaliação do ensaio de Espuma.....	36
3.5 Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas	37
3.6 Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball	38
3.7 Avaliação do ensaio de teor de água – Karl Fisher	39
3.8 Avaliação do ensaio de nitrogênio	40
3.9 Avaliação do ensaio de magnésio	41
3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio.....	42
3.11 – Avaliação do ensaio de boro.....	43
3.12 – Gráficos de desempenho.....	44
4. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	46
4.1 Resumo do tratamento estatístico.....	46
4.2 Recomendações.....	47
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	48

1ª versão – Data de publicação 10 de janeiro de 2022

Versão Final – Data da publicação 24 de janeiro de 2022

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 **YPF BRASIL COMÉRCIO DE DERIVADOS DE PETRÓLEO 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 sétima edição do PIL-ANP, que foi conduzida conforme as recomendações da norma ISO/IEC 17043:2011 [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 7ª edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes.

- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS
- ARBUZ QUIMICA LTDA
- BIOENERGÉTICA VALE DO PARACATU S.A.
- CHROMA LAB CONSULTORIA E DESENVOLVIMENTO LTDA
- COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADES S.A.
- DUNAX LUBRIFICANTES LTDA
- ELUS SERVIÇOS DE INSTRUMENTAÇÃO EIRELI
- ELVIN LUBRIFICANTES INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA
- ENERGIS8 AGROQUÍMICA LTDA
- ENERGIS8 INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- FUCHS LUBRIFICANTES DO BRASIL LTDA
- FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA
- FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP - FUNDUNESP
- GC. INDUSTRIAL IMPORTADORA E EXPORTADORA DE LUBRIFICANTES LTDA
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A/ DUQUE DE CAXIAS
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A/ SÃO CRISTOVÃO
- INGRAX INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE GRAXAS S.A.
- INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLOGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO SA IPT
- KLÜBER LUBRICATION LUBRIFICANTES ESPECIAIS LTDA

- LUBRIFICANTES FÊNIX LTDA.
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA.
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS LTDA
- MENZOIL INDUSTRIA DE LUBRIFICANTES LTDA
- MERCEDES-BENZ DO BRASIL S.A
- PAX LUBRIFICANTES LTDA
- PETROBRAS DISTRIBUIDORA SA
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL S/A
- PROMAX PRODUTOS MÁXIMOS S/A INDÚSTRIA E COMÉRCIO
- QUANTIQU DISTRIBUIDORA LTDA
- SAFRA QUÍMICA INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL (SENAI-LABELT)
- SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL (SENAI-LELCO)
- SGS DO BRASIL LTDA
- SRIII INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES EIRELLI – ME
- TECLUB INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA.
- TEST OIL DO BRASIL
- TG INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES E GRAXA LTDA
- TOTAL BRASIL DISTRIBUIDORA LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

2. METODOLOGIA

2.1 Amostras

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

Ensaio de homogeneidade e estabilidade foram conduzidos, com o intuito de garantir que os resultados obtidos pelos participantes não fossem influenciados por heterogeneidade ou instabilidade.

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
	FÓSFORO	ASTM D4951
	ZINCO	ASTM D4951

2.5 Estabilidade

A garantia da estabilidade das amostras é fundamental para que o objetivo do programa seja alcançado. Segundo a ABNT ISO Guia 30:2015 [3], a estabilidade é definida como sendo a capacidade que um material possui para manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período pré-estabelecido, quando estocado nas condições especificadas.

Durante a realização de um programa interlaboratorial, é importante que seja fornecida evidência que suporte a estabilidade das amostras para garantir que não ocorram quaisquer alterações expressivas em um dado espaço temporal. Isso significa garantir que as variações que podem ocorrer durante o período do programa são mínimas em relação ao valor designado e não afetarão a avaliação dos resultados.

Neste programa interlaboratorial, a estabilidade das amostras foi monitorada desde o período de preparação até o término das medições pelos laboratórios participantes (18/10/2021 a 17/12/2021). Foram utilizadas 12 amostras no total, sendo metade na primeira semana e o restante na última semana. Todas foram analisadas em duplicata. Os parâmetros empregados no estudo de estabilidade estão relacionados na Tabela 2.

A partir dos dados avaliados pelo método descrito na norma ISO 13528:2015^[2], ficou constatada a estabilidade dos itens de comparação para todos os ensaios realizados. O método utilizado considera fatores intrínsecos ao ensaio para o tratamento estatístico, através da variável de incerteza analítica, além do desvio padrão robusto e as médias dos dois grupos testados, conforme equação abaixo:

$$|y_1 - y_2| \leq 0,3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)}$$

Tabela 2 – Parâmetros de avaliação da estabilidade das amostras.

Produto	Parâmetro	Norma
Óleo Lubrificante Hidráulico	ZINCO	ASTM D4951
	FÓSFORO	ASTM D4951

2.6 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.

2.7 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 3. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 1)

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 40°C	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez	Demulsibilidade óleo	Demulsibilidade água
Unidade	mm ² /s (cSt)	°C	°C	mL	mL
Metodologia	NBR 10441	NBR 11341	NBR 11349 / NBR 15468		
	ASTM D445/D7042	ASTM D92	ASTM D97/D5950/D7346	ASTM D1401	ASTM D1401
1					
2	66,00		-12	40	40
3					
4	66,00	236,0	-15	0	4
5					
6	66,18	226,0	-15	0	0
7	65,14				
8					
9	61,63	239,0	-12	3	0
10					
11	65,74	226,0			
12	67,36	219,5	-6	4	0
13	66,07		-12	1	0
14					
15	66,20	237,0	-9	0	36
16	65,43	199,0	-24	40	37
17	65,73	243,0			
18	65,81	244,0			
19	66,07	243,0	-12	1	1
20	66,66	244,0	-9		
21	66,34	244,0	-9	0	0
22	65,88	243,0	-9		
23	66,28	235,0		1	2
24	67,65	229,0			
25	65,91				
26	64,63		-9		
27	66,16	238,0	-9	1	1
28	64,65	250,0			
29	65,18	228,0	-12	0	1
30	66,61	238,0			
31	66,31				
32	66,20		-9		
33	66,25	221,0	-6	2	1
34	67,05	249,0	-19	41	35
35	65,90	236,7	-9		
36	65,86	238,0			
37					
38	66,15				
39	66,15				
40	65,71	234,0	-8		
41	66,96	257,0		0	0
42	66,08	245,0	-6	40	40
43	66,05	230,0	-12	0	0
44	66,23	241,0	-6	0	0
45	66,29	245,0		1	2

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

Ensaio	Demulsibilidade emulsão	Espuma Sequência II Tendência	IAT	Corrosividade ao cobre, 3h a 100°C	Desgaste em quatro esferas
Unidade	mL	mL	mgKOH/g		mm
Metodologia		NBR14235	NBR14448 NBR14248	NBR 14359	
	ASTM D1401	ASTM D892	ASTM D664 ASTM D974	ASTM D130	ASTM D4172
1				1a	
2	0	20,00	0,55	1a	
3					
4	76	10,00	0,54	1a	0,46
5					
6	80	10,00	0,42	1b	
7				1a	
8					
9	77		0,02	1a	0,86
10					
11		10,00	0,60		0,55
12	76	10,00	0,50	1a	
13	79		0,56	1a	1,25
14					
15	45	65,00	0,45	1a	
16	3	20,00	0,19	1a	
17			0,60	1a	
18					
19	78		0,45	1a	
20				1a	
21	80	50,00	0,38	1a	
22			0,43	1a	
23	77	20,00	0,66	1a	
24			0,46		
25			0,46	1a	
26				1b	
27	78	20,00	0,43	1a	
28					
29	79			1a	0,32
30			0,48	1a	
31				1a	
32				1a	
33	77	20,00		1b	
34	5	20,00	2,50	1a	
35		20,00			
36			0,51	1a	
37					
38					
39			0,53	1a	
40				1a	
41	80		0,80	1a	
42	0	0,00	0,40	1a	
43	80	15,00	0,40	1a	
44	80	20,00	0,48	1a	
45	77	15,00	0,68	1,0	

Tabela 5. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 3)

Ensaio	Extrema Pressão (Four Ball), carga de soldagem	Teor de água Karl Fischer	Massa Específica a 20°C	Cálcio	Zinco
Unidade	kgf	%m/m	g/mL	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 15353		NBR 14065	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14066
	ASTM D2783	ASTM D6304	ASTM D4052	"ASTM D4951/D4628/D6481/D7751	"ASTM D4951/D4628/D6481/D7751
1			0,8681		
2	200				
3					
4	160,0	0,02	0,8690	0,011	0,044
5					
6			0,8706	0,010	0,037
7		0,01	0,8681	0,012	0,037
8					
9	223,0				
10					
11	160,0		0,8685		
12			0,8680	0,032	0,041
13	540,0	0,01	0,8681	0,013	0,046
14					
15		155,40	0,8683	0,009	0,041
16		0,03	0,8681	0,005	0,032
17		121,00	0,8682		
18			0,8670	0,011	0,042
19		0,01	0,8680	0,008	0,040
20					
21	160,0	0,03	0,8681	0,011	0,045
22					
23		109,5	0,8668	0,009	0,039
24		980,5			
25		0,01	0,8660		
26			0,8650	0,009	0,039
27	160,0		0,8680	0,010	0,045
28			0,8681	0,006	0,039
29	110,0			34,500	448,000
30		0,02	0,8680		
31		0,02	0,8680		
32		93,0	868,7000	0,010	0,039
33		0,03			
34		0,00	0,8650	0,008	0,042
35		113,6	0,8680	0,011	0,208
36		8,4			
37					
38			0,8681		
39		0,0	0,8681		
40			0,8673	0,008	
41			0,8680		
42		54,1	0,8678	0,005	0,033
43		74,4	0,8681	0,009	0,039
44	16,0	0,0	0,8681	0,010	0,040
45			0,8675	0,012	0,043

Tabela 6. Média dos resultados obtidos pelos laboratórios. (Parte 4)

Ensaio	Enxofre	Magnésio	Fósforo	Molibdênio	Boro	Nitrogênio
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 / NBR 14533	NBR 14786 / NBR 14066	NBR 14786	NBR 14786	NBR 14786	
	ASTM D4951/D6481/D4294/D2622/D7751	ASTM D4951/D4628/D6481/D7751	ASTM D4951/D6481/D6595	ASTM D4951/D7751	ASTM D4951	ASTM D5291/D5762
1						<0,100
2						
3						
4	0,199		0,033			
5						
6	0,221		0,029	0,000		
7	0,234					
8						
9						
10						
11						
12	0,235	0,017	0,031	0,000		
13	0,310	0,006	0,027	0,000		0,012
14						
15	0,226		0,029			
16		0,000	0,031	0,000	0,001	
17	0,234					
18		0,000	0,032	0,000	0,000	
19	0,236	0,000	0,034	0,000	0,001	
20						
21	0,216	0,000	0,036	0,000	0,000	
22						
23	0,197		0,028			
24						
25						
26	0,213		0,018	0,000		
27	0,224		0,025			
28	0,304		70,000			
29	1504,000		317,000			
30						
31						
32	0,203		0,032	<0,001	<0,004	
33						
34	0,194		0,023	0,001		
35	0,226	0,000	0,030	-0,210	-13,675	
36						
37						
38						
39						0,071
40				0,000		
41						127,475
42	0,226		0,024			
43	0,286	0,000	0,031	0,000	0,002	0,017
44	0,227	0,000	0,032	0,000	0,000	
45	0,218		0,033	0,000		

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

Tabela 7. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).

Ensaio	Identificação do laboratório											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Viscosidade Cinemática a 40°C	n		n		n		q	n	i	n		i
Ponto de Fulgor	n	n	n		n		n	n		n		
Ponto de Fluidez	n		n		n		n	n		n	n	
IAT	n		n		n		n	n	i	n		
Massa Específica a 20°C		n	n		n			n	n	n	q	
Cálcio	n	n	n		n			n	n	n	n	i
Zinco	n	n	n		n			n	n	n	n	
Enxofre	n	n	n		n			n	n	n	n	
Fósforo	n	n	n		n		n	n	n	n	n	
Total de ensaios realizados	1	3	0	9	0	9	5	0	4	0	4	9
Resultados satisfatórios	100%	100%	0%	100%	0%	100%	80%	0%	50%	0%	75%	78%
Resultados insatisfatórios	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	50%	0%	0%	22%
Resultados questionáveis	0%	0%	0%	0%	0%	0%	20%	0%	0%	0%	25%	0%

Tabela 8. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 2).

Ensaio	Identificação do laboratório										
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	
Viscosidade Cinemática a 40°C		n									
Ponto de Fulgor	n	n		i							
Ponto de Fluidez		n		i	n	n					
IAT		n		i		n		n			
Massa Específica a 20°C		n				i		n		n	
Cálcio		n		q	n			n		n	
Zinco		n		q	n			n		n	
Enxofre	i	n		n		n		n		n	
Fósforo		n			n			n		n	
Total de ensaios realizados	8	0	9	8	5	6	9	3	9	4	
Resultados satisfatórios	88%	0%	100%	38%	100%	83%	100%	100%	100%	100%	
Resultados insatisfatórios	13%	0%	0%	38%	0%	17%	0%	0%	0%	0%	
Resultados questionáveis	0%	0%	0%	25%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	

Tabela 9. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 3).

Identificação do laboratório										
	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
Viscosidade Cinemática a 40°C				i		i	q			
Ponto de Fulgor			n	n					n	n
Ponto de Fluidez	n	n	n			n		n	n	
IAT				n		n	n		n	n
Massa Específica a 20°C	i	n	i	i			n			i
Cálcio		n	n			q	i	n	n	
Zinco		n	n				i	n	n	
Enxofre		n	n			i	i	n	n	
Fósforo		n	n	i		i	i	n	n	
Total de ensaios realizados	8	3	3	7	9	7	7	4	2	7
Resultados satisfatórios	88%	100%	67%	57%	100%	43%	29%	100%	100%	86%
Resultados insatisfatórios	13%	0%	33%	43%	0%	43%	57%	0%	0%	14%
Resultados questionáveis	0%	0%	0%	0%	0%	14%	14%	0%	0%	0%

Tabela 10. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).

Identificação do laboratório													
	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45
Viscosidade Cinemática a 40°C		q			n				q			q	
Ponto de Fulgor					n	n	n						
Ponto de Fluidez		q		n	n	n	n						
IAT	n	i	n		n	n		n	q				
Massa Específica a 20°C	n	i		n	n			i					q
Cálcio	n			n	n	n	n		n	q			
Zinco	n		i	n	n	n	n	n	n	q			
Enxofre	n			n	n	n	n	n	n		i		
Fósforo	n	q		n	n	n	n	n	n				
Total de ensaios realizados	3	9	8	3	0	2	3	5	5	9	9	9	9
Resultados satisfatórios	100%	44%	88%	100%	0%	100%	100%	80%	60%	78%	89%	89%	89%
Resultados insatisfatórios	0%	22%	13%	0%	0%	0%	0%	20%	0%	0%	11%	0%	0%
Resultados questionáveis	0%	33%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	40%	22%	0%	11%	11%

3.2 Estatística robusta

3.2.1 - Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
9	61,63	-4,43	-12,44	Insatisfatório
26	64,63	-1,43	-4,02	Insatisfatório
28	64,65	-1,41	-3,97	Insatisfatório
7	65,14	-0,92	-2,59	Questionável
29	65,18	-0,88	-2,48	Questionável
16	65,43	-0,63	-1,78	
40	65,71	-0,35	-0,99	
17	65,73	-0,33	-0,94	
11	65,74	-0,32	-0,91	
18	65,81	-0,25	-0,71	
36	65,86	-0,20	-0,57	
22	65,88	-0,18	-0,52	
35	65,90	-0,16	-0,46	
25	65,91	-0,15	-0,43	
2	66,00	-0,06	-0,18	
4	66,00	-0,06	-0,18	
43	66,05	-0,01	-0,04	
13	66,07	0,01	0,02	
19	66,07	0,01	0,02	
42	66,08	0,02	0,04	
38	66,15	0,09	0,24	
39	66,15	0,09	0,24	
27	66,16	0,10	0,27	
6	66,18	0,12	0,32	
15	66,20	0,14	0,38	
32	66,20	0,14	0,38	
44	66,23	0,17	0,46	
33	66,25	0,19	0,52	
23	66,28	0,22	0,60	
45	66,29	0,23	0,63	
31	66,31	0,25	0,69	
21	66,34	0,28	0,77	
30	66,61	0,55	1,53	
20	66,66	0,60	1,67	
41	66,96	0,90	2,51	Questionável
34	67,05	0,99	2,76	Questionável
12	67,36	1,30	3,63	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	66,06
Desvio Padrão Robusto	0,36
Mediana	66,08
Média Aritmética	65,96
Desvio Padrão Aritmético	0,94
Reprodutibilidade do grupo	1,02
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	67,13
3 sigma Abaixo	64,99

Figura 1. Representação das médias dos resultados obtidos para viscosidade cinemática a 40 °C.

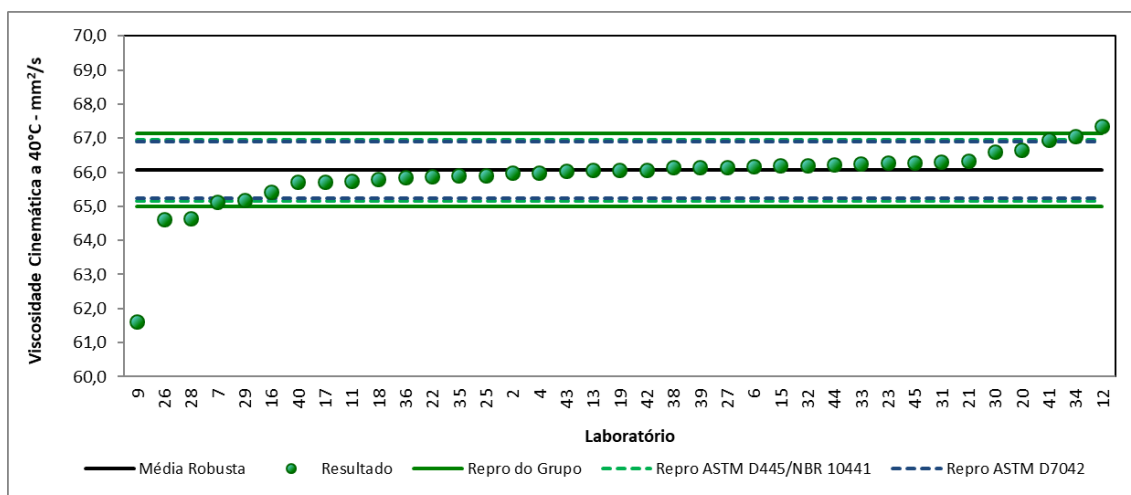
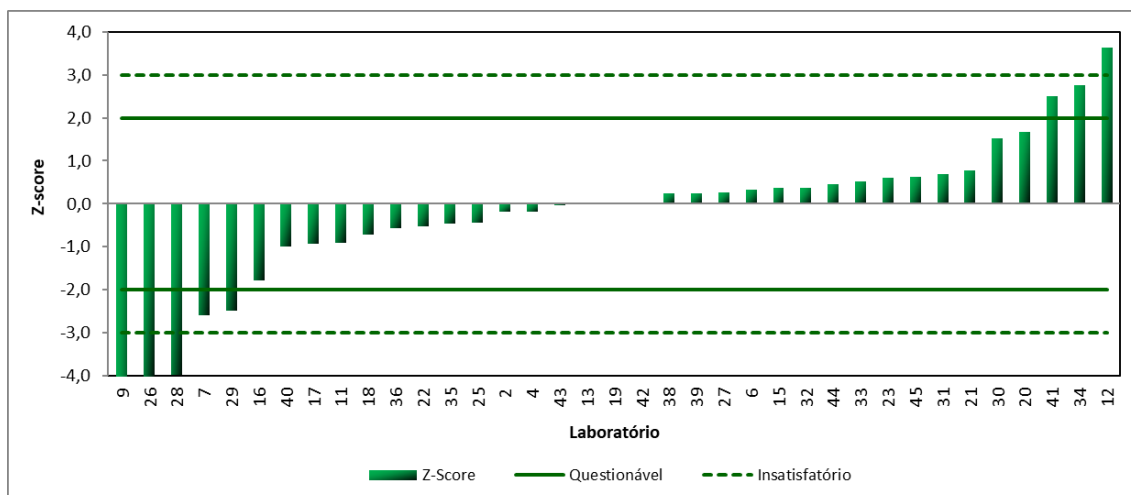


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 40 °C.



3.2.2 – Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
16	199,0	-38,5	-4,21	Insatisfatório
12	219,5	-18,0	-1,97	
33	221,0	-16,5	-1,80	
6	226,0	-11,5	-1,25	
11	226,0	-11,5	-1,25	
29	228,0	-9,5	-1,04	
24	229,0	-8,5	-0,93	
43	230,0	-7,5	-0,82	
40	234,0	-3,5	-0,38	
23	235,0	-2,5	-0,27	
4	236,0	-1,5	-0,16	
35	236,7	-0,8	-0,09	
15	237,0	-0,5	-0,05	
27	238,0	0,5	0,06	
30	238,0	0,5	0,06	
36	238,0	0,5	0,06	
9	239,0	1,5	0,17	
44	241,0	3,5	0,39	
17	243,0	5,5	0,60	
19	243,0	5,5	0,60	
22	243,0	5,5	0,60	
18	244,0	6,5	0,71	
20	244,0	6,5	0,71	
21	244,0	6,5	0,71	
42	245,0	7,5	0,82	
45	245,0	7,5	0,82	
34	249,0	11,5	1,26	
28	250,0	12,5	1,37	

Nº de Resultados Satisfatórios	27
Média Robusta	237,5
Desvio Padrão Robusto	9,1
Mediana	238,0
Média Aritmética	236,5
Desvio Padrão Aritmético	11,3
Repro do grupo	26,5
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	264,9
3 sigma Abaixo	210,0

Figura 3. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor.

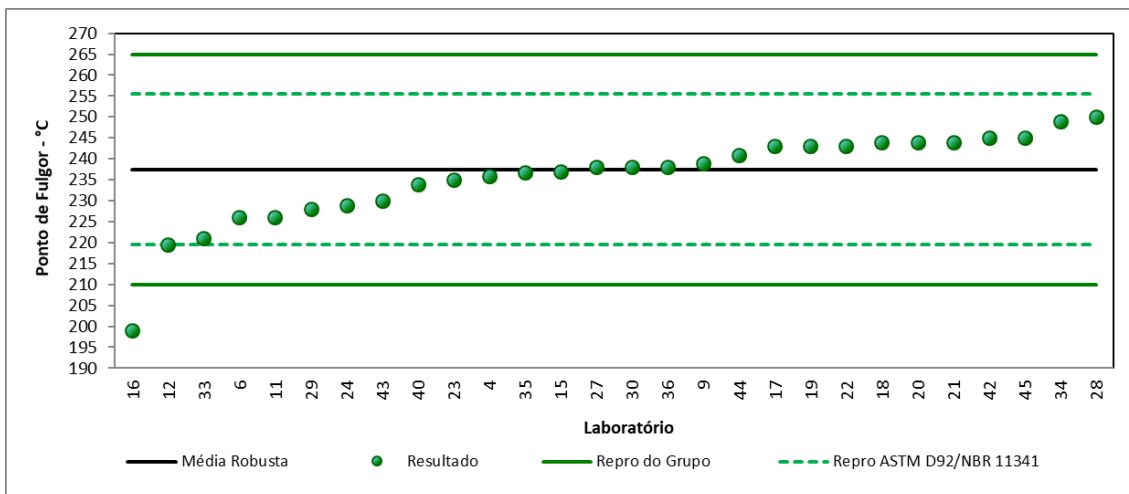
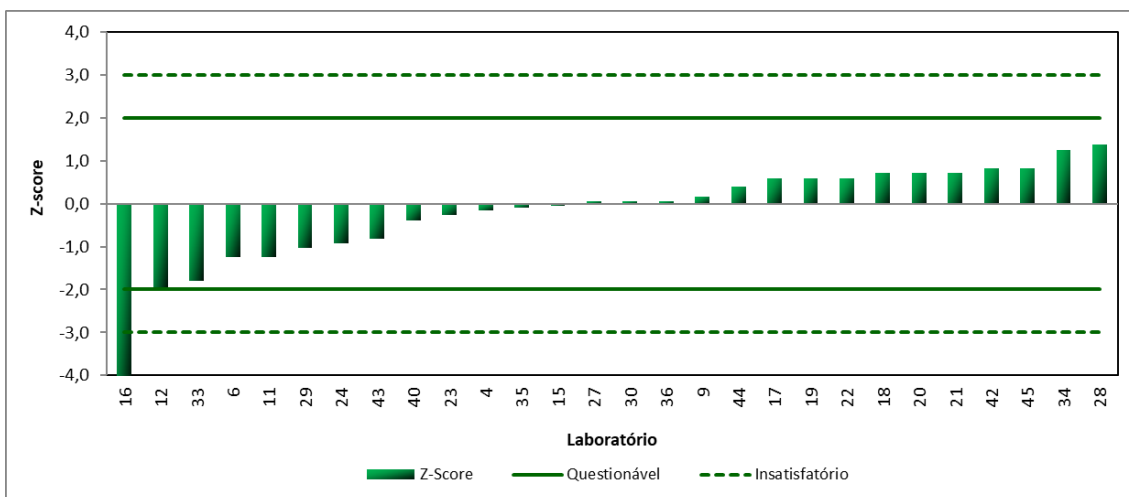


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor



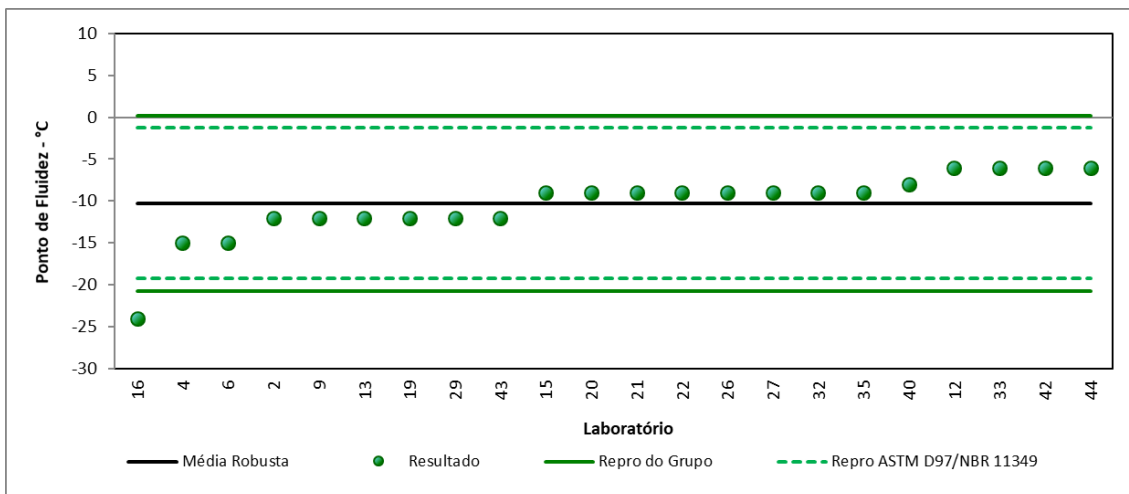
3.2.3 – Ponto de Fluidez

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
16	-24	-14	-3,90	Insatisfatório
34	-19	-9	-2,50	Questionável
4	-15	-5	-1,30	
6	-15	-5	-1,30	
2	-12	-2	-0,50	
9	-12	-2	-0,50	
13	-12	-2	-0,50	
19	-12	-2	-0,50	
29	-12	-2	-0,50	
43	-12	-2	-0,50	
15	-9	1	0,40	
20	-9	1	0,40	
21	-9	1	0,40	
22	-9	1	0,40	
26	-9	1	0,40	
27	-9	1	0,40	
32	-9	1	0,40	
35	-9	1	0,40	
40	-8	2	0,70	
12	-6	4	1,20	
33	-6	4	1,20	
42	-6	4	1,20	
44	-6	4	1,20	

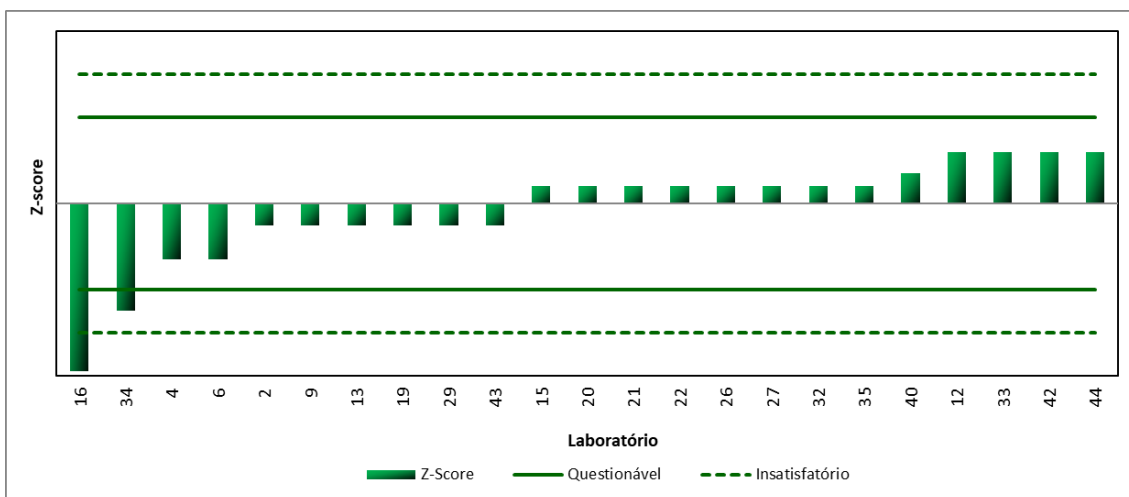
Nº de Resultados Satisfatórios	21
Média Robusta	-10
Desvio Padrão Robusto	3
Mediana	-9
Média Aritmética	-11
Desvio Padrão Aritmético	4
Repro do grupo	10
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0
3 sigma Abaixo	-21

Figura 5. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez.



Observação: Os laboratórios 17 e 34 foram excluídos da escala para facilitar a leitura do gráfico.

Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez



3.2.4 – Índice de Acidez – IAT

Normas: NBR14448/ NBR14248/ASTM D664/ ASTM D974

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
9	0,02	-0,48	-4,80	Insatisfatório
16	0,19	-0,31	-3,10	Insatisfatório
21	0,38	-0,12	-1,20	
42	0,40	-0,10	-1,00	
43	0,40	-0,10	-1,00	
6	0,42	-0,08	-0,80	
22	0,43	-0,07	-0,70	
27	0,43	-0,07	-0,70	
15	0,45	-0,05	-0,50	
19	0,45	-0,05	-0,50	
24	0,46	-0,04	-0,40	
25	0,46	-0,04	-0,40	
30	0,48	-0,02	-0,20	
44	0,48	-0,02	-0,20	
12	0,50	0,00	0,00	
36	0,51	0,01	0,10	
39	0,53	0,03	0,30	
4	0,54	0,04	0,40	
2	0,55	0,05	0,50	
13	0,56	0,06	0,60	
11	0,60	0,10	1,00	
17	0,60	0,10	1,00	
23	0,66	0,16	1,60	
45	0,68	0,18	1,80	
41	0,80	0,30	3,00	Questionável
34	2,50	2,00	19,90	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	22
Média Robusta	0,50
Desvio Padrão Robusto	0,10
Mediana	0,48
Média Aritmética	0,56
Desvio Padrão Aritmético	0,42
Repro do grupo	0,29
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,80
3 sigma Abaixo	0,20

Figura 7. Representação das médias dos resultados para Índice de Acidez.

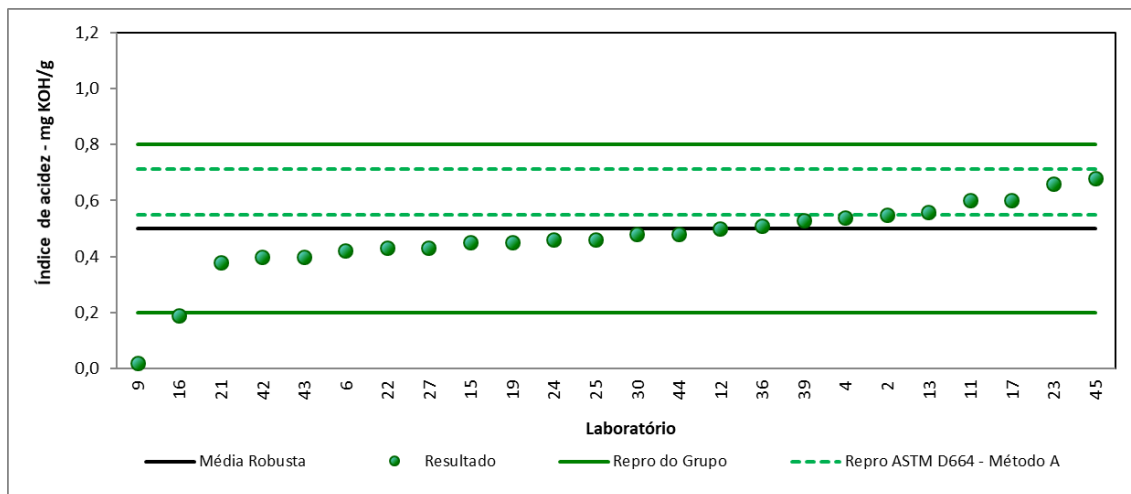
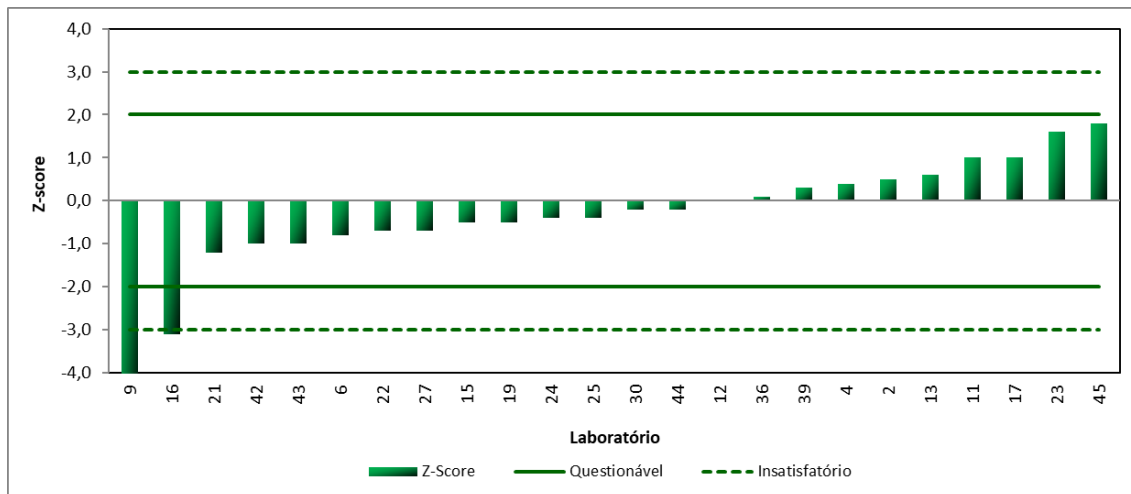


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Acidez.



3.2.5 – Massa Específica a 20°C

Normas: NBR 14065/ASTM D 4052

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
26	0,8650	-0,0031	-18,70	Insatisfatório
34	0,8650	-0,0031	-18,70	Insatisfatório
25	0,8660	-0,0021	-12,58	Insatisfatório
23	0,8668	-0,0013	-7,68	Insatisfatório
18	0,8670	-0,0011	-6,46	Insatisfatório
40	0,8673	-0,0008	-4,63	Insatisfatório
45	0,8675	-0,0006	-3,40	Insatisfatório
42	0,8678	-0,0003	-1,57	
12	0,8680	-0,0001	-0,34	
19	0,8680	-0,0001	-0,34	
27	0,8680	-0,0001	-0,34	
30	0,8680	-0,0001	-0,34	
31	0,8680	-0,0001	-0,34	
35	0,8680	-0,0001	-0,34	
41	0,8680	-0,0001	-0,34	
38	0,8681	0,0000	0,27	
1	0,8681	0,0000	0,27	
7	0,8681	0,0000	0,27	
13	0,8681	0,0000	0,27	
16	0,8681	0,0000	0,27	
21	0,8681	0,0000	0,27	
39	0,8681	0,0000	0,27	
43	0,8681	0,0000	0,27	
44	0,8681	0,0000	0,27	
28	0,8681	0,0000	0,27	
17	0,8682	0,0001	0,88	
15	0,8683	0,0002	1,49	
11	0,8685	0,0004	2,72	Questionável
4	0,8690	0,0009	5,77	Insatisfatório
6	0,8706	0,0025	15,5600	Insatisfatório
32	868,7000	867,8319		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	0,8681
Desvio Padrão Robusto	0,0002
Mediana	0,8681
Média Aritmética	28,8624
Desvio Padrão Aritmético	155,8673
Repro do grupo	0,0005
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,8685
3 sigma Abaixo	0,8676

Figura 9. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de Massa Específica a 20°C.

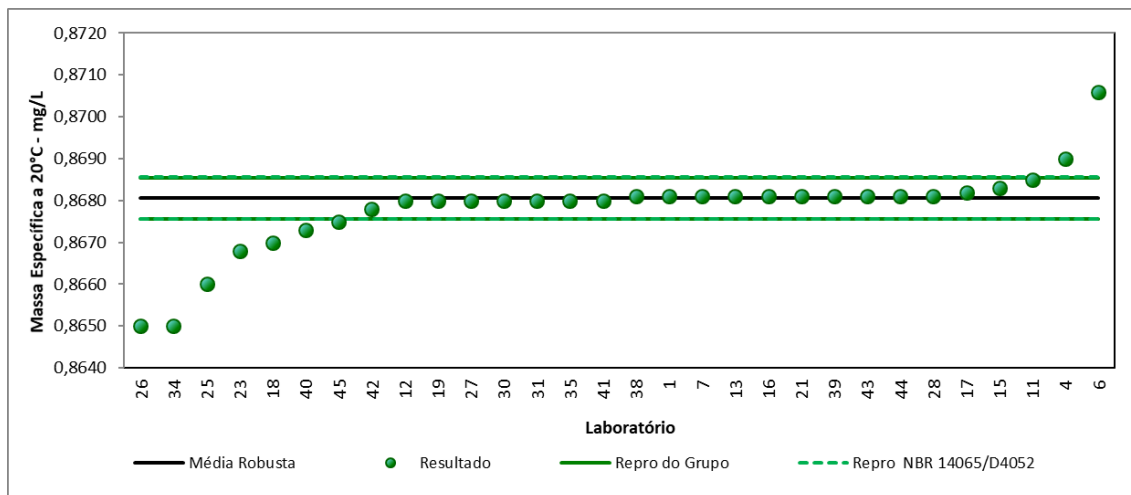
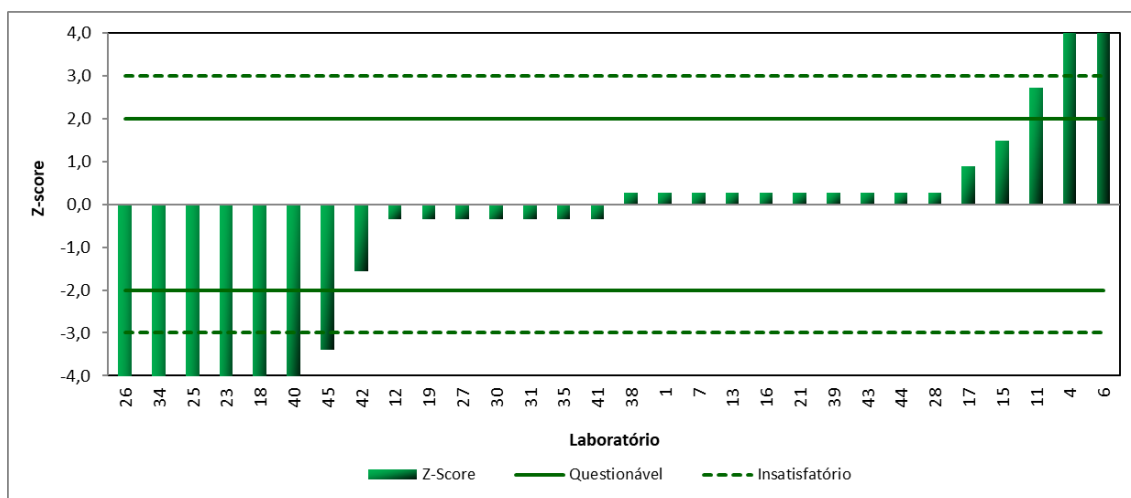


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Massa Específica a 20°C.



O laboratório 32 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos

3.2.6 – Cálcio

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
16	0,005	-0,005	-2,70	Questionável
42	0,005	-0,005	-2,70	Questionável
28	0,006	-0,004	-2,10	Questionável
19	0,008	-0,002	-1,10	
34	0,008	-0,002	-1,10	
40	0,008	-0,002	-1,10	
15	0,009	-0,001	-0,50	
26	0,009	-0,001	-0,50	
43	0,009	-0,001	-0,50	
23	0,009	-0,001	-0,40	
6	0,010	0,000	0,00	
27	0,010	0,000	0,00	
32	0,010	0,000	0,00	
44	0,010	0,000	0,00	
4	0,011	0,001	0,60	
18	0,011	0,001	0,60	
21	0,011	0,001	0,60	
35	0,011	0,001	0,60	
7	0,012	0,002	1,10	
45	0,012	0,002	1,10	
13	0,013	0,003	1,70	
12	0,032	0,022	12,10	Insatisfatório
29	34,500	34,490		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	0,010
Desvio Padrão Robusto	0,002
Mediana	0,010
Média Aritmética	1,510
Desvio Padrão Aritmético	7,192
Repro do grupo	0,005
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,015
3 sigma Abaixo	0,004

Figura 11. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teor Cálcio.

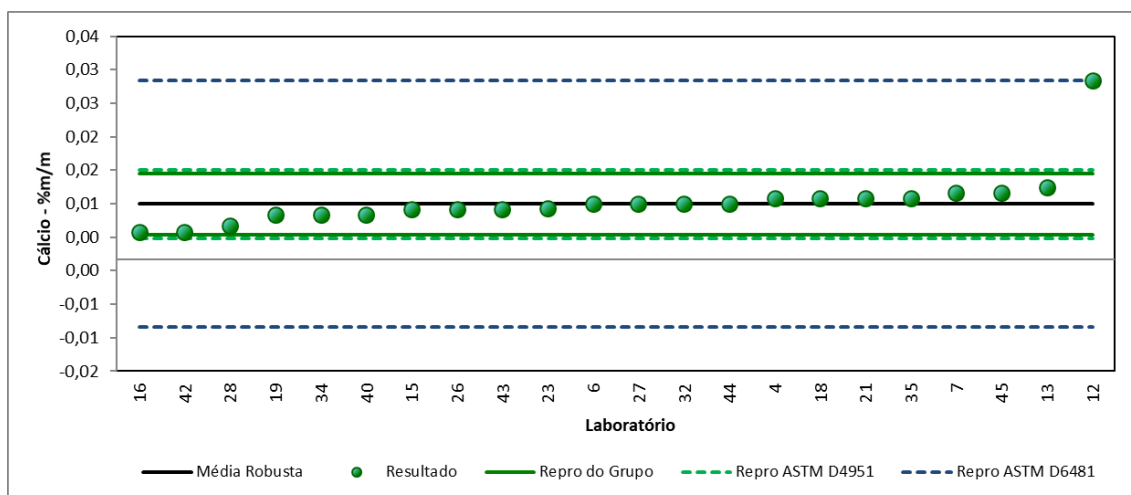
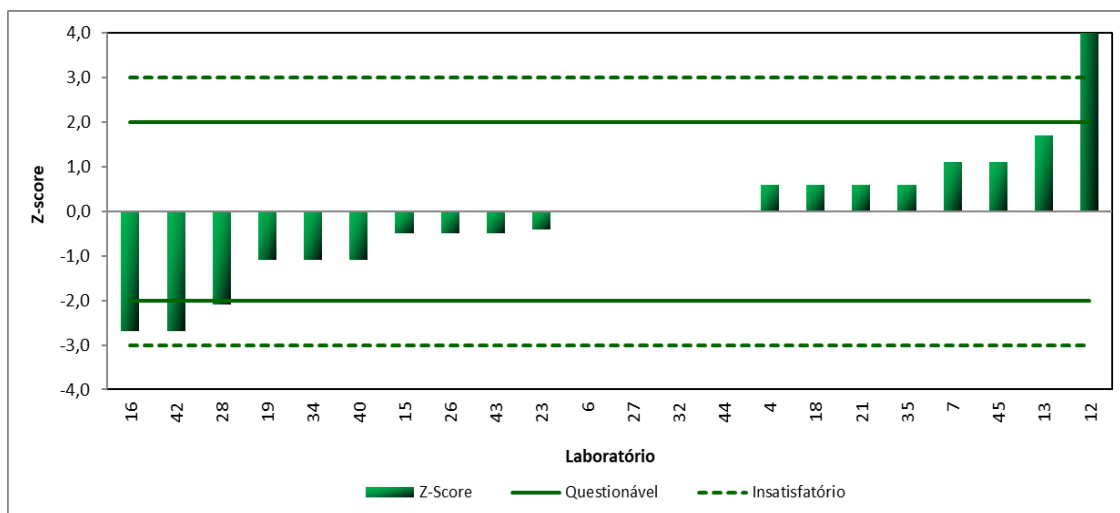


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.



O laboratório 29 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.7 - Zinco

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
16	0,032	-0,009	-2,50	Questionável
42	0,033	-0,008	-2,20	Questionável
6	0,037	-0,004	-1,10	
7	0,037	-0,004	-1,10	
23	0,039	-0,002	-0,60	
26	0,039	-0,002	-0,50	
32	0,039	-0,002	-0,50	
43	0,039	-0,002	-0,50	
28	0,039	-0,002	-0,50	
19	0,040	-0,001	-0,20	
44	0,040	-0,001	-0,20	
12	0,041	0,000	0,00	
15	0,041	0,000	0,00	
18	0,042	0,001	0,30	
34	0,042	0,001	0,30	
45	0,043	0,002	0,60	
4	0,044	0,003	0,90	
21	0,045	0,004	1,10	
27	0,045	0,004	1,10	
13	0,046	0,005	1,40	
35	0,208	0,167	46,30	Insatisfatório
29	448,000	447,959		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	18
Média Robusta	0,041
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,041
Média Aritmética	20,410
Desvio Padrão Aritmético	95,504
Repro do grupo	0,011
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,052
3 sigma Abaixo	0,030

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

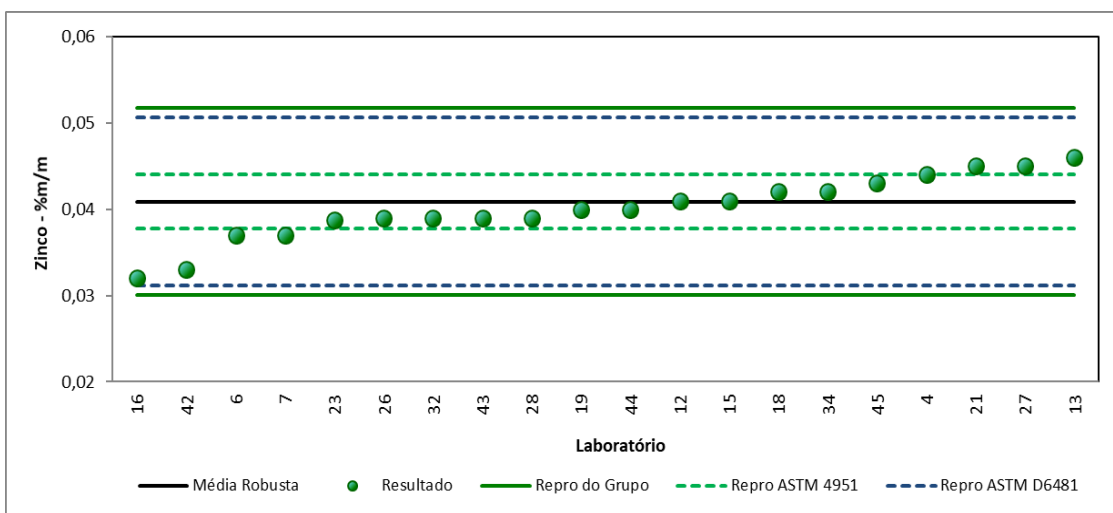
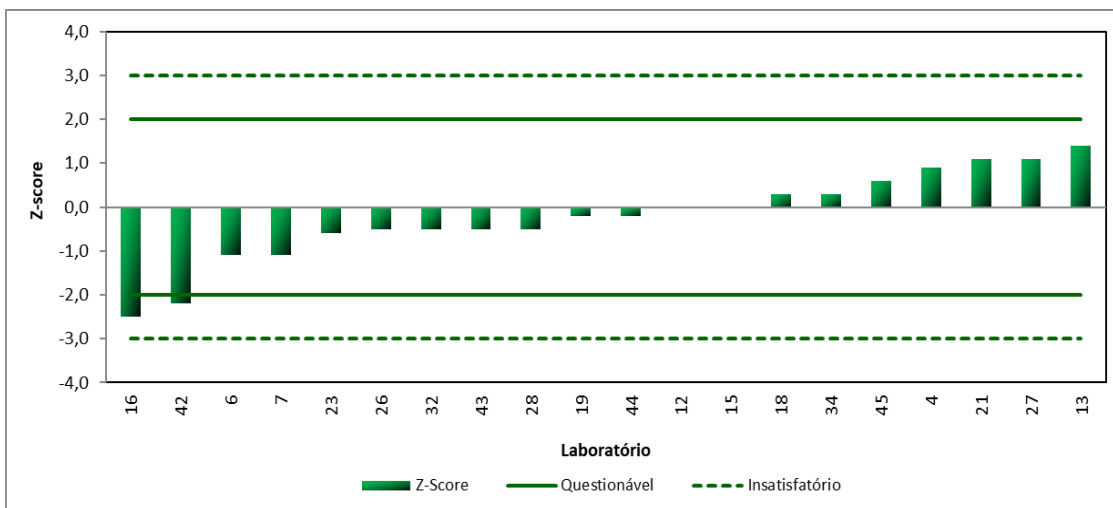


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco



Os laboratórios 29 e 35 foram excluídos para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.8 - Enxofre

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
34	0,194	-0,032	-1,80	
23	0,197	-0,029	-1,70	
4	0,199	-0,027	-1,60	
32	0,203	-0,023	-1,30	
26	0,213	-0,013	-0,70	
21	0,216	-0,010	-0,60	
45	0,218	-0,008	-0,50	
6	0,221	-0,005	-0,30	
27	0,224	-0,002	-0,10	
15	0,226	0,000	0,00	
35	0,226	0,000	0,00	
42	0,226	0,000	0,00	
44	0,227	0,001	0,10	
7	0,234	0,008	0,50	
17	0,234	0,008	0,50	
12	0,235	0,009	0,50	
19	0,236	0,010	0,60	
43	0,286	0,060	3,50	Insatisfatório
28	0,304	0,078	4,50	Insatisfatório
13	0,310	0,084	4,90	Insatisfatório
29	1504,000	1503,774		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,226
Desvio Padrão Robusto	0,017
Mediana	0,226
Média Aritmética	71,839
Desvio Padrão Aritmético	328,149
Repro do grupo	0,051
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,278
3 sigma Abaixo	0,174

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

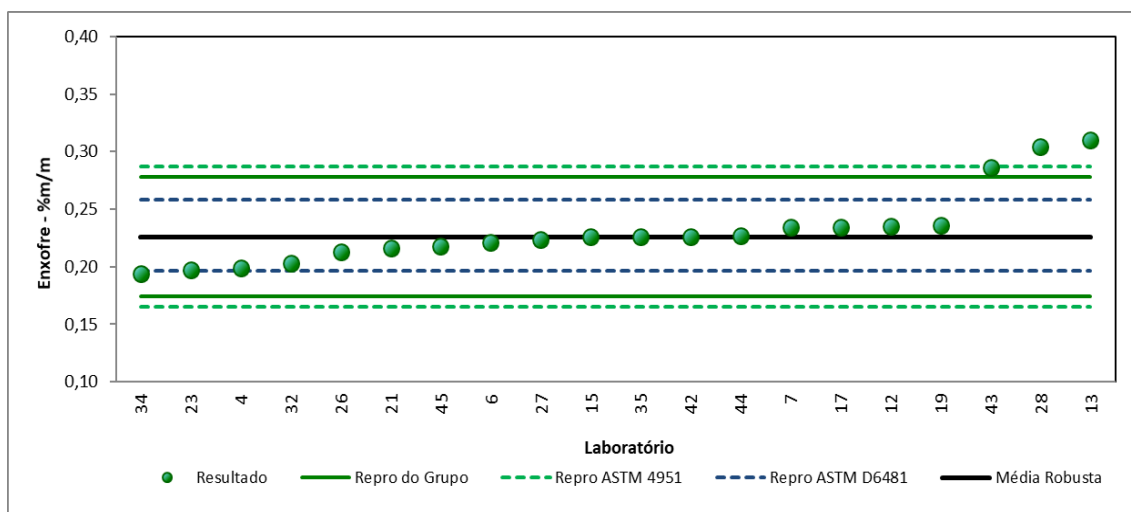
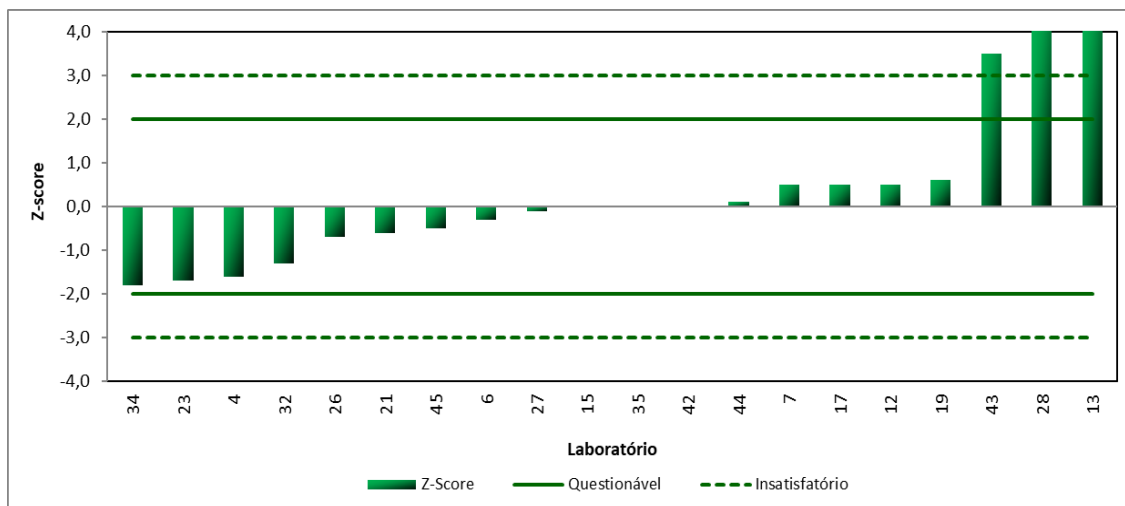


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre



3.2.9 - Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
26	0,018	-0,013	-3,60	Insatisfatório
34	0,023	-0,008	-2,20	Questionável
42	0,024	-0,007	-1,90	
27	0,025	-0,006	-1,60	
13	0,027	-0,004	-1,00	
23	0,028	-0,003	-0,80	
6	0,029	-0,002	-0,50	
15	0,029	-0,002	-0,50	
35	0,030	-0,001	-0,20	
12	0,031	0,000	0,10	
16	0,031	0,000	0,10	
43	0,031	0,000	0,10	
18	0,032	0,001	0,40	
32	0,032	0,001	0,40	
44	0,032	0,001	0,40	
4	0,033	0,002	0,70	
45	0,033	0,002	0,70	
19	0,034	0,003	0,90	
21	0,036	0,005	1,50	
28	70,000	69,969		Insatisfatório
29	317,000	316,969		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,031
Desvio Padrão Robusto	0,004
Mediana	0,031
Média Aritmética	18,455
Desvio Padrão Aritmético	70,084
Repro do grupo	0,010
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,041
3 sigma Abaixo	0,020

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

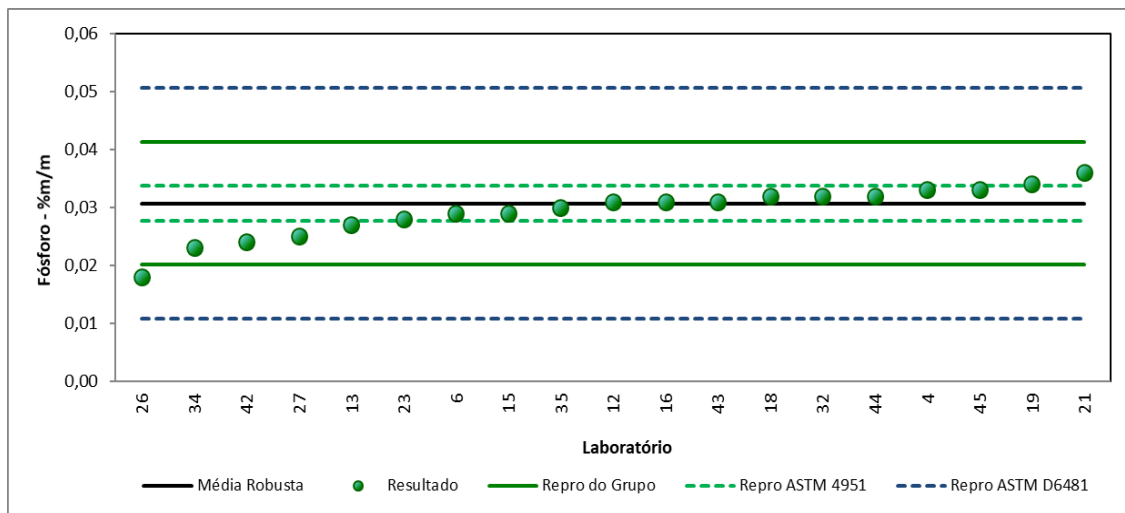
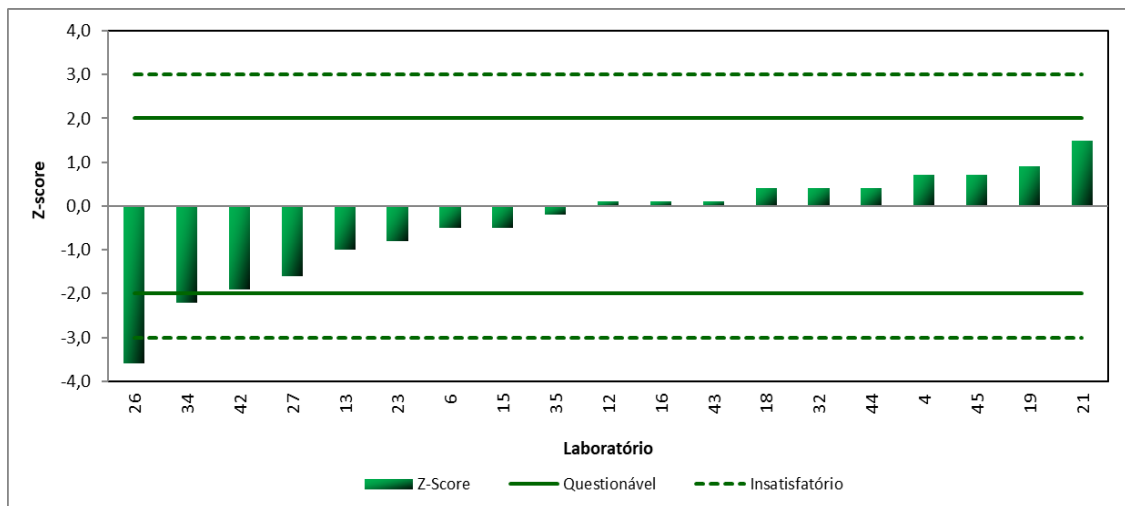


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.



3.3 – Avaliação do ensaio de Demulsibilidade

Norma: ASTM D1401

Vinte laboratórios enviaram resultados para a análise, no entanto, pela natureza dos resultados (valores iguais a zero) não foi possível realizar qualquer tipo de análise estatística. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 11.

Tabela 11. Resultados para o ensaio de Demulsibilidade – Óleo/Água/Emulsão

Laboratório	Óleo (mL)	Água	Emulsão
2	40	40	0
4	0	4	76
6	0	0	80
9	3	0	77
12	4	0	76
13	1	0	79
15	0	36	45
16	40	37	3
19	1	1	78
21	0	0	80
23	1	2	77
27	1	1	78
29	0	1	79
33	2	1	77
34	41	35	5
41	0	0	80
42	40	40	0
43	0	0	80
44	0	0	80
45	1	2	77

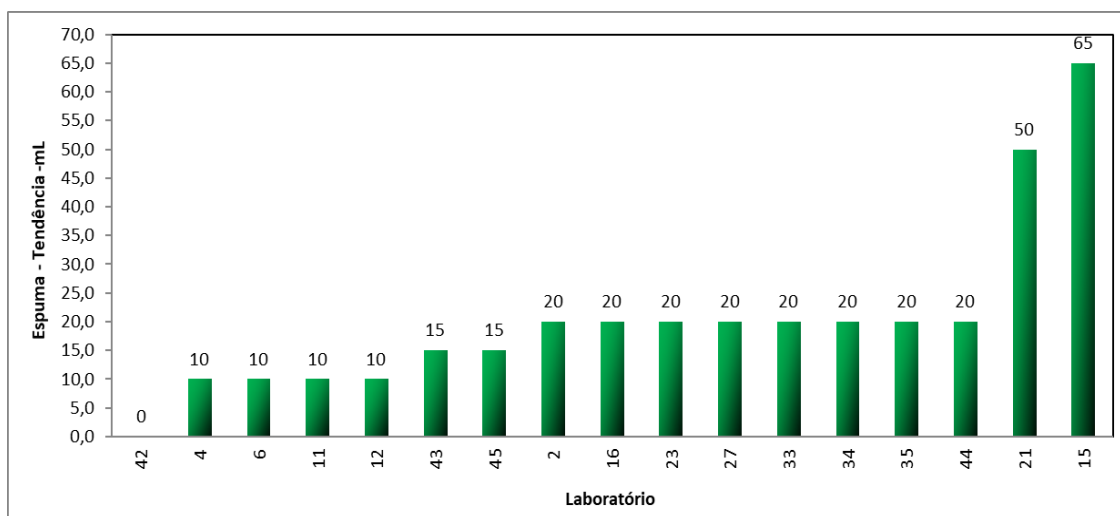
3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

Normas: ASTM D892/NBR 14235

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

Dezessete laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Optou-se por não realizar análise a avaliação de desempenho dos participantes com base nos valores apresentados. A título de comparação, os valores reportados estão dispostos na Figura 19.

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



Considerando apenas a mediana para o ensaio (20 mL) e a reprodutibilidade da norma ASTM D892 de 16 mL, para a mediana em questão, recomenda-se que os laboratórios 21 e 15 analisem criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

3.5 – Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas

Normas: ASTM D4172

Cinco laboratórios reportaram resultados para o ensaio de desgaste em 4 esferas. Com base nos valores reportados, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 12.

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de desgaste em quatro esferas

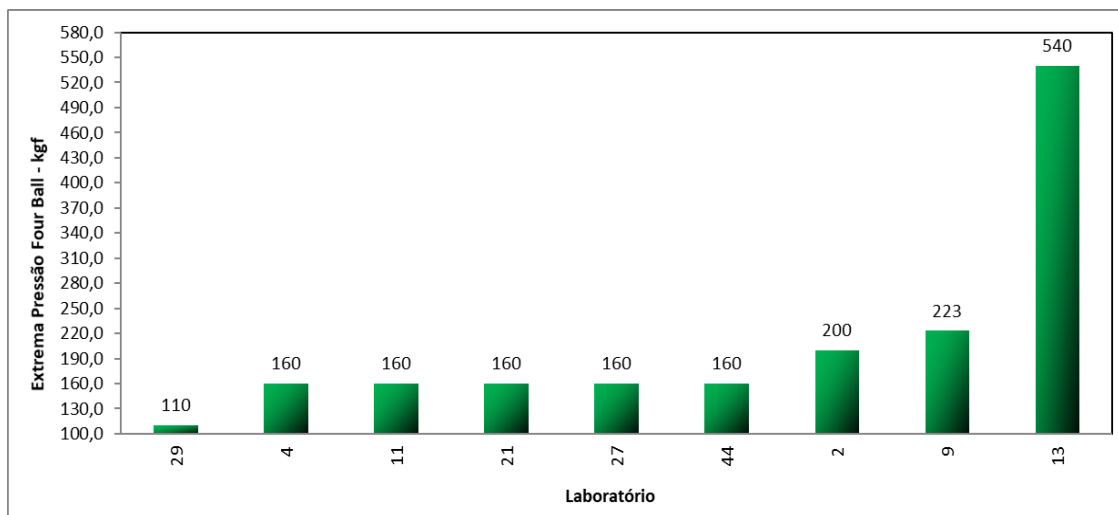
Laboratório	Resultado (%m/m)
4	0,46
9	0,86
11	0,55
13	1,25
29	0,32

3.6 – Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball

Norma: ASTM 2783

Oito 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 Figura 20.

Figura 20. Representação dos resultados para o ensaio de extrema pressão Four Ball.



Considerando apenas a mediana para o ensaio (160 kgf) e a reprodutibilidade da norma ASTM D2783 para a mediana em questão, recomenda-se que os laboratórios 9 e 13 analisem criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

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

Norma: ASTM D6304

Vinte e dois laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de água. Apesar da quantidade de reporte, a análise estatística não foi realizada

Pelos resultados pode-se inferir que nove (9) laboratórios reportaram seus valores em mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções. Apesar disso, avaliando os resultados, ao serem convertidos para a unidade correta, a mediana dos valores seria 0,02.

Dessa forma, sugerimos que o laboratório 24 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro, uma vez que convertendo o seu resultado fica nítida sua diferença diante dos demais. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 13.

Tabela 13. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de água – Karl Fisher

Laboratório	Resultado (%m/m)
4	0,02
7	0,01
13	0,01
15	155,40
16	0,03
17	121,00
19	0,01
21	0,03
23	109,50
24	980,50
25	0,01
30	0,02
31	0,02
32	93,00
33	0,03
34	0,00
35	113,60
36	8,37
39	0,01
42	54,13
43	74,40
44	0,00

3.8 – Avaliação do ensaio de nitrogênio

Normas: ASTM D5291/NBR 5762

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

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

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	<0,100
13	0,012
39	0,071
41	127,475
43	0,017

Ao analisar o resultado, é possível supor que o laboratório 41 provavelmente reportou o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

3.9 – Avaliação do ensaio de magnésio

Normas: NBR 14786/NBR 14066/ASTM D4951/D4628/D6481/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. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 15.

Tabela 15. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de magnésio.

Laboratório	Resultado (% m/m)
12	0,017
13	0,006
16	0,000
18	0,000
19	0,000
21	0,000
35	0,000
43	0,000
44	0,000

3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio

Normas: NBR 14786/ASTM D4951/D7751

Apenas quinze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de molibdênio. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 16

Tabela 16. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de molibdênio

Laboratório	Resultado (% m/m)
6	0,000
12	0,000
13	0,000
16	0,000
18	0,000
19	0,000
21	0,000
26	0,000
32	<0,001
34	0,001
35	-0,210
40	0,000
43	0,000
44	0,000
45	0,000

3.11 – Avaliação do ensaio de boro

Normas: ASTM D4951

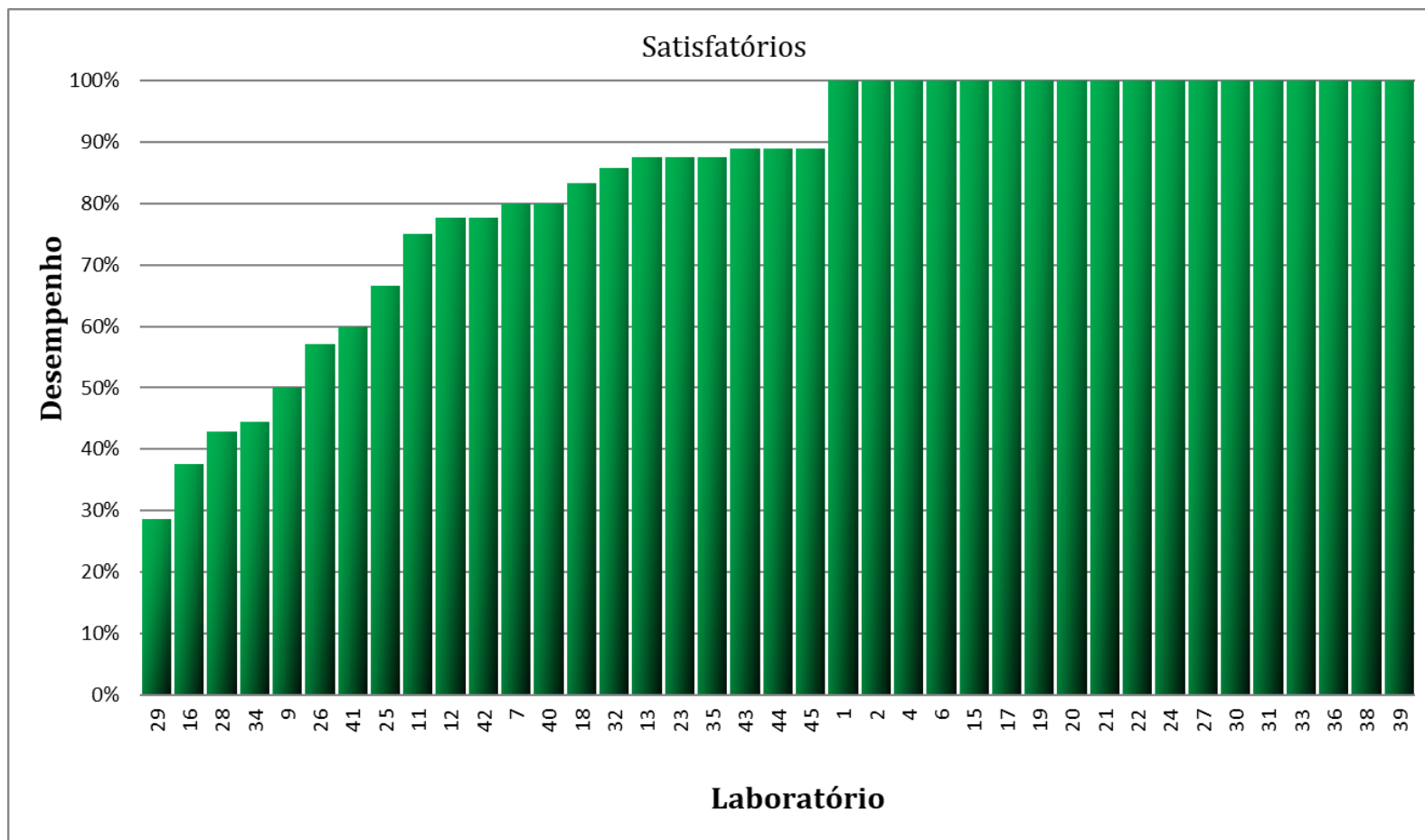
Apenas oito laboratórios reportaram resultados para o ensaio de boro. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 17.

Tabela 17. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de boro

Laboratório	Resultado (% m/m)
16	0,001
18	0,000
19	0,000
21	0,001
32	<0,001
35	-13,675
43	0,002
44	0,000

3.12 – Gráficos de desempenho

Figura 21. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



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

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

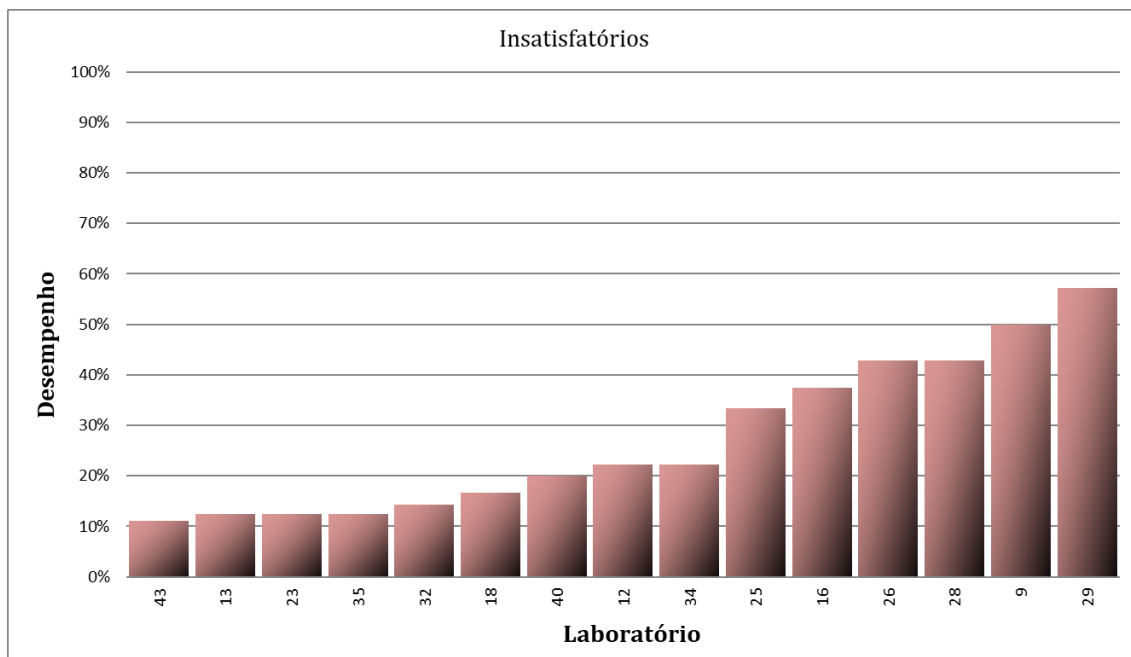
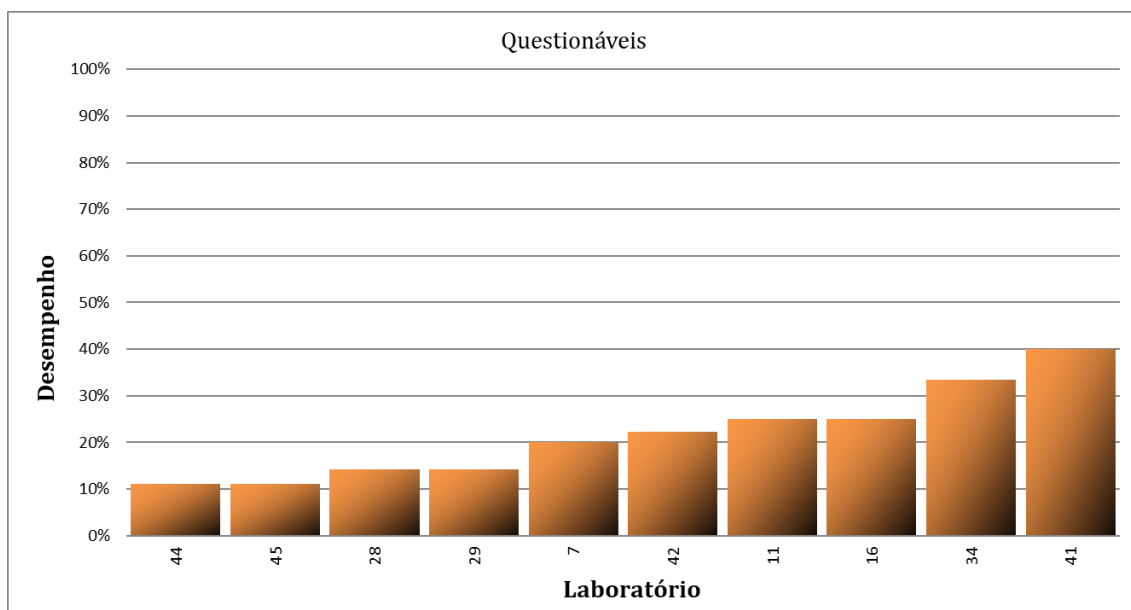


Figura 23. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



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

4 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

4.1. Resumo do tratamento estatístico

Ensaio	Unidade	Nº de Resultados Satisfatórios	Média Robusta	Desvio Padrão Robusto	Mediana	Média Aritmética	Desvio Padrão Aritmético	Repro do grupo	Intervalos do Grupo	
									3 sigma acima	3 sigma abaixo
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm ² /s (cSt)	29	66,064	0,357	66,075	65,961	0,943	1,022	67,134	64,995
Ponto de Fulgor	°C	27	237,5	9,1	238,0	236,5	11,3	26,5	264,9	210,0
Ponto de Fluidez	°C	21	-10	3	-9	-11	4	10	0	-21
IAT	mgKOH/g	22	0,50	0,10	0,48	0,56	0,42	0,29	0,80	0,20
Massa Específica a 20°C	g/mL	20	0,8681	0,0002	0,8681	28,8624	155,8673	0,0005	0,8685	0,8676
Cálcio	% m/m	18	0,010	0,002	0,010	1,510	7,192	0,005	0,015	0,004
Zinco	% m/m	18	0,041	0,004	0,041	20,410	95,504	0,011	0,052	0,030
Enxofre	% m/m	17	0,226	0,017	0,226	71,839	328,149	0,051	0,278	0,174
Fósforo	% m/m	17	0,031	0,004	0,031	18,455	70,084	0,010	0,041	0,020

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 17043:2011. Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência (2017);
- [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).