

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

8ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis

RELATÓRIO PRELIMINAR
Programa Interlaboratorial de
Lubrificantes
PIL – 8ª EDIÇÃO

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

Diretor-Geral

Rodolfo Henrique de Saboia

Diretores

Symone Christine de Santana Araújo

Daniel Maia Vieira

Fernando Moura

Claudio Jorge Martins de Souza

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

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

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

Maristela Lopes Silva Melo

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Isadora Magalhães Cunha

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Luiz Filipe Paiva Brandão

Euler Martins Lage

Maria da Conceição Carvalho França

Grazielle Duarte Colbano

Millene Lopes Ribeiro

Gabriela Cavalcante Alvim

Rafaela Verzani Vacareli

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Helena Silva Pereira Carneiro

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 Método de obtenção do valor designado..... | 9 |
| 2.6 Avaliação do desempenho do participante..... | 9 |
| 3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO..... | 10 |
| 3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos..... | 10 |
| 3.2 Estatística robusta | 16 |
| 3.3 Avaliação do ensaio de HTHS..... | 46 |
| 3.4 Avaliação do ensaio de espuma..... | 47 |
| 3.5 Avaliação do ensaio de molibdênio | 48 |
| 3.6 Avaliação do ensaio de magnésio..... | 49 |
| 3.7 Avaliação do ensaio de boro | 50 |
| 3.8 Avaliação do ensaio de nitrogênio | 51 |
| 3.9 Avaliação do ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV..... | 52 |
| 3.10 Gráficos de desempenho..... | 53 |
| 4. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES | 55 |
| 4.1 Resumo do tratamento estatístico..... | 55 |
| 4.2 Recomendações..... | 56 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 57 |

1ª versão – Data de publicação 23 de junho de 2022

Versão final – Data de publicação 07 de julho de 2022

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

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 oitava 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, as 44 instituições participantes na 8ª edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes. Nesta edição, tivemos 2 laboratórios que se inscreveram, porém não enviaram os resultados.

AFTON CHEMICAL INDÚSTRIA DE ADITIVOS LTDA
AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS
ARBUZ QUÍMICA LTDA
BIOENERGÉTICA VALE DO PARACATU S/A
BUREAU VERITAS DO BRASIL INSPEÇÕES LTDA
CHROMA LAB CONSULTORIA E DESENVOLVIMENTO LTDA
COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADES S.A.
ELVIN LUBRIFICANTES INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA
ENERGIS8 AGROQUÍMICA LTDA
ENERGIS8 INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
FACULDADES CATÓLICAS
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
GTOIL DO BRASIL EIRELI
ICONIC LUBRIFICANTES S.A – Duque de Caxias
ICONIC LUBRIFICANTES S.A – São Cristóvão
INGRAX INDUSTRIA E COMÉRCIO DE GRAXAS S.A.

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLOGICAS DO ESTADO DE SAO PAULO SA IPT
LUBRI MOTOR'S IND.E COM.IMP.E EXP.LTDA
LUBRIFICANTES FENIX LTDA
LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
PAX LUBRIFICANTES LTDA
PETRÓLEO BRASILEIRO S.A
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
SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
SJC BIOENERGIA
SR III INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES EIRELI - ME
TAMCO LUBRIFICANTES E DERIVADOS LTDA
TECLUB INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
TEST OIL DO BRASIL LTDA
TEXAS OILTECH LABORATORIES DO BRASIL - ANÁLISES DE PETRÓLEO LTDA
TEXSA DO BRASIL LTDA
ULTRAX DO BRASIL INDÚSTRIA QUÍMICA LTDA
UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
VIBRA ENERGIA S.A.
YPF BRASILCOMERCIO DE DERIVADOS DE PETROLEO LTDA

2. METODOLOGIA

2.1 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, 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 Automotivo | VISCOSIDADE DINÂMICA A BAIXA TEMPERATURA - CCS | ASTM D5293 |
| | VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 100°C e 40°C | ASTM D7042 |
| | FÓSFORO | ASTM D6481 |
| | CÁLCIO | ASTM D6481 |
| | ZINCO | ASTM D6481 |

2.5 Método de obtenção do valor designado

O valor designado ou valor real convencional foi obtido por consenso mediante tratamento robusto da média dos resultados obtidos por todos os participantes em cada ensaio, conforme indicado pela norma ISO 13528:2015, Anexo C^[2]. Esse método é baseado na mediana do conjunto de dados e sua principal característica é a atenuação do efeito dos valores dispersos (*outliers*), por meio de sucessivas iterações nas quais ocorre um ajuste de dados. Após essa etapa, são calculados os parâmetros estatísticos de média robusta e desvio padrão robusto.

2.6 Avaliação do desempenho dos participantes

Os resultados dos ensaios são avaliados por meio de uma estatística de desempenho para permitir a comparação com parâmetros preestabelecidos.

Essa comparação é realizada medindo-se a diferença entre o valor médio obtido pelo laboratório e o valor de consenso do grupo. A diferença é dividida pelo desvio padrão robusto do grupo.

Na análise dos resultados, foi utilizado o método z-score para realizar a avaliação de desempenho dos laboratórios, de acordo com a seguinte fórmula:

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{S_R}$$

onde:

x_i = valor obtido pelo laboratório;

x_{pt} = valor de consenso;

S_R = desvio padrão robusto do grupo.

O desempenho do laboratório é indicado de acordo com o índice z obtido:

$$\begin{aligned} |z| \geq 3 & \text{ Resultado Insatisfatório} \\ 2 < |z| < 3 & \text{ Resultado Questionável} \\ |z| \leq 2 & \text{ Resultado Satisfatório} \end{aligned}$$

O laboratório participante poderá adotar esses índices como um indicativo de melhoria contínua, de maneira a tomar ações preventivas e corretivas, caso o desempenho no programa seja questionável ou insatisfatório.

3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO

3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos

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

| Ensaio | Viscosidade Cinemática a 100°C | Viscosidade Cinemática a 40°C | Índice de Viscosidade | Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura | HTHS |
|-------------|--------------------------------|-------------------------------|-----------------------|--|------------------------|
| Unidade | mm ² /s (cSt) | mm ² /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 | 13,88 | 96,72 | 146 | 4338 | 4,0 |
| 2 | 13,79 | 96,56 | 144 | 4342 | |
| 3 | 13,85 | 96,94 | 145 | | |
| 4 | 13,88 | 97,47 | 145 | | |
| 5 | 13,00 | 93,49 | 137 | | |
| 6 | 13,87 | 97,95 | 144 | | |
| 7 | 13,87 | 97,14 | 145 | 4171 | |
| 8 | | | | | |
| 9 | | | | | |
| 10 | 14,01 | 97,17 | 147 | 5030 | |
| 11 | 13,89 | 96,33 | 147 | | |
| 12 | 13,90 | 95,59 | 148 | | |
| 13 | 13,84 | 96,82 | 145 | 4298 | |
| 14 | 13,85 | 96,50 | 146 | 4477 | 3,80 |
| 15 | 13,91 | 98,52 | 143 | 4255 | |
| 16 | 15,46 | 95,28 | 173 | | |
| 17 | 14,03 | 95,43 | 151 | | |
| 18 | 13,94 | 97,32 | 146 | 4390 | |
| 19 | 13,97 | 97,21 | 146 | | |
| 20 | 13,88 | 97,44 | 145 | 4351 | |
| 21 | 13,48 | 96,53 | 145 | | |
| 22 | 14,03 | 96,73 | 148 | 4429 | |
| 23 | 13,90 | 96,51 | 147 | 4422 | |
| 24 | | 96,75 | | | |
| 25 | 13,87 | 96,89 | 146 | 4261 | 4,3 |
| 26 | 14,71 | 97,81 | 156 | | |
| 27 | 13,78 | 95,59 | 148 | | |
| 28 | 13,61 | 94,77 | 145 | 4281 | |
| 29 | 13,79 | 96,70 | 145 | 4288 | |
| 30 | | | | | |
| 31 | 13,91 | 96,72 | 146 | 4545 | |
| 32 | 13,71 | 94,86 | 146 | 4558 | |
| 33 | 13,73 | 96,77 | 144 | | |
| 34 | 13,90 | 96,67 | 146 | 4402 | |
| 35 | 117,70 | 15,95 | | | |
| 36 | 14,44 | 99,77 | | | |
| 37 | 13,93 | 97,48 | 145 | 4199 | |
| 38 | 93,18 | 13,17 | 141 | | |
| 39 | 13,88 | 85,79 | 166 | | |
| 40 | 13,74 | 96,34 | 145 | 4409 | |
| 41 | 13,81 | 96,50 | 145 | 4448 | 3,7 |
| 42 | 13,82 | 96,50 | 145 | | |
| 43 | 13,92 | 96,61 | 147 | 4376 | |
| 44 | 13,68 | 95,62 | | 4101 | |
| 45 | 13,92 | 97,02 | 146 | | |
| 46 | 13,91 | 96,83 | | | |

Tabela 3. 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 D97/D5950/D7346 | ASTM D5800 (Proced B) | ASTM D892 | ASTM D2896 |
| 1 | | | 9,8 | | 8,1 |
| 2 | 224,0 | -27 | | 0 | 8,1 |
| 3 | 233,0 | -33 | 8,2 | | |
| 4 | 237,0 | -35 | | | |
| 5 | 245,0 | -33 | | | |
| 6 | 228,5 | | | | 6,9 |
| 7 | 242,0 | | | 10 | |
| 8 | | | | | |
| 9 | 225,0 | | | | |
| 10 | 240,0 | -33 | 12,5 | 8 | 8,6 |
| 11 | | | | | 8,2 |
| 12 | 219,0 | | | 0 | |
| 13 | 226,0 | -35 | | 10 | 7,9 |
| 14 | 229,0 | -33 | 7,8 | 0 | 7,8 |
| 15 | 232,7 | -30 | | 0 | |
| 16 | 235,0 | | | | 8,0 |
| 17 | 212,1 | | | | 7,8 |
| 18 | 232,0 | -30 | | | 8,0 |
| 19 | 169,0 | -27 | | | |
| 20 | | -30 | | | |
| 21 | 234,0 | -35 | | | |
| 22 | 231,0 | -30 | 9,0 | 0 | 8,5 |
| 23 | 232,0 | -33 | 9,1 | 0 | 8,2 |
| 24 | 232,0 | | | | |
| 25 | 229,0 | -30 | 7,9 | 10 | 8,1 |
| 26 | 234,0 | | | | |
| 27 | 225,0 | -39 | 10,9 | 5 | |
| 28 | 239,0 | -35 | 8,4 | 19 | 8,9 |
| 29 | 216,0 | -33 | 8,3 | | 7,6 |
| 30 | | | | | |
| 31 | 221,0 | | 8,8 | | 8,8 |
| 32 | 221,0 | -30 | 9,7 | | |
| 33 | 228,0 | | 9,5 | 0 | |
| 34 | 235,0 | -36 | 8,5 | 10 | 8,4 |
| 35 | | | | | |
| 36 | 214,5 | | | | 7,7 |
| 37 | 237,0 | 42 | 9,8 | 10 | 6,4 |
| 38 | | | | | |
| 39 | 234,0 | | 7,1 | | |
| 40 | 240,0 | -27 | | 0 | 7,6 |
| 41 | 226,0 | -33 | | 10 | 7,9 |
| 42 | 237,8 | -24 | | | 9,0 |
| 43 | 236,0 | -34 | 9,0 | 0 | 8,1 |
| 44 | | -33 | 8,7 | 0 | |
| 45 | | | | | |
| 46 | | | | | |

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

| Ensaio | Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | Cálcio | Zinco | Enxofre |
|-------------|--|--|-------------------------------------|-------------------------------------|---|
| Unidade | mm2/s (cSt) | % m/m | % m/m | % m/m | % m/m |
| Metodologia | NBR 14325 | NBR 14325 | NBR 14786 NBR 14066 | NBR 14786 NBR 14066 | NBR 14786 NBR 14533 |
| | ASTM D6278/D7109 | ASTM D6278/D7109 | ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751 | ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751 | ASTM D4951/D6481/ D4294/D2622/D7751 |
| 1 | | | 0,251 | 0,114 | 0,413 |
| 2 | | | 0,213 | 0,096 | 0,392 |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | 0,364 |
| 6 | | | 0,214 | 0,096 | 0,400 |
| 7 | | | 0,205 | 0,097 | 0,356 |
| 8 | | | | | |
| 9 | | | | | |
| 10 | 12,77 | 8,92 | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | | | | | |
| 13 | | | 0,216 | 0,103 | 0,404 |
| 14 | | | 0,002 | 0,000 | 0,019 |
| 15 | | | 0,221 | 0,107 | 0,403 |
| 16 | | | | | |
| 17 | | | | | |
| 18 | | | 0,219 | 0,101 | 0,400 |
| 19 | | | | | |
| 20 | | | 0,220 | 0,100 | 0,382 |
| 21 | 12,39 | 8,08 | 0,221 | 0,100 | |
| 22 | | | 0,224 | 0,103 | 0,407 |
| 23 | 12,28 | 10,90 | 0,191 | 0,114 | 0,356 |
| 24 | | | | | |
| 25 | 11,97 | 13,33 | 0,232 | 0,104 | 0,394 |
| 26 | | | | | |
| 27 | 12,67 | 8,02 | 0,226 | 0,100 | 0,449 |
| 28 | 12,16 | 10,65 | 0,214 | 0,105 | 0,345 |
| 29 | | | 0,207 | 0,097 | 0,448 |
| 30 | | | | | |
| 31 | | | 0,218 | 0,099 | 0,402 |
| 32 | | | 0,223 | 0,104 | 0,414 |
| 33 | 11,91 | 13,22 | 0,217 | 0,104 | 0,403 |
| 34 | 12,39 | 10,90 | 0,201 | 0,103 | 0,327 |
| 35 | | | | | |
| 36 | | | | | |
| 37 | 12,72 | 8,69 | 0,235 | 0,100 | 0,352 |
| 38 | | | | | 0,380 |
| 39 | 11,98 | 13,73 | 0,224 | 0,110 | 0,251 |
| 40 | | | 0,204 | 0,101 | 0,357 |
| 41 | | | 0,221 | 0,101 | 0,412 |
| 42 | | | 0,229 | 0,092 | 0,452 |
| 43 | 12,36 | 11,03 | 0,224 | 0,107 | 0,437 |
| 44 | | | | 0,111 | |
| 45 | | | 0,210 | 0,103 | 0,379 |
| 46 | | | | | |

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

| Ensaio | Magnésio | Fósforo | Molibdênio | Boro | Nitrogênio | Viscosidade de bombeamento a baixa temperatura, MRV (-25°C) | Cinzas sulfatadas |
|-------------|-------------------------------------|-------------------------------|---------------------|---------------|---------------------|---|-------------------|
| Unidade | % m/m | % m/m | % m/m | % m/m | % m/m | mPa.s | % m/m |
| Metodologia | NBR 14786 NBR 14066 | NBR 14786 | NBR 14786 | NBR 14786 | | | |
| | ASTM D4951/D4628/ D6481/D7751 | ASTM D4951/D6481/ D6595 | ASTM D4951/D7751 | ASTM D4951 | ASTM D5291/D5762 | ASTM D4684 | ASTM D874 |
| 1 | 0,020 | 0,097 | 0,008 | | 0,064 | | 0,96 |
| 2 | | 0,086 | 0,007 | | | | |
| 3 | | | | | | | 0,97 |
| 4 | | | | | | | 0,93 |
| 5 | | | | | | | 0,76 |
| 6 | | 0,086 | | | | | |
| 7 | | 0,089 | | | | | |
| 8 | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | |
| 11 | | | | | 0,095 | | 0,95 |
| 12 | | | | | | | |
| 13 | | 0,091 | | | | | |
| 14 | 0,000 | 0,002 | 0,001 | 0,000 | 0,073 | 42691 | 0,01 |
| 15 | 0,014 | 0,089 | 0,007 | 0,008 | | | |
| 16 | | | | | | | |
| 17 | | | | | | | |
| 18 | 0,000 | 0,085 | | | | | |
| 19 | | | | | | | |
| 20 | 0,015 | 0,090 | 0,007 | 0,007 | | | |
| 21 | | 0,099 | | | | | |
| 22 | 0,016 | 0,107 | 0,007 | | | 39950 | 0,94 |
| 23 | | 0,096 | | | | | |
| 24 | | | | | 0,086 | | |
| 25 | 0,014 | 0,094 | 0,007 | 0,006 | | 30274 | 0,78 |
| 26 | | | | | | | |
| 27 | | 0,090 | | | | | |
| 28 | | 0,094 | 0,007 | | | | |
| 29 | 0,057 | 0,083 | 0,012 | | | | |
| 30 | | | | | | | |
| 31 | | 0,091 | | | | | |
| 32 | | 0,093 | | | | | |
| 33 | | 0,091 | 0,006 | | | | |
| 34 | | 0,095 | | | | | |
| 35 | | | | | | | |
| 36 | | | | | | | |
| 37 | | 0,090 | 0,006 | | | | |
| 38 | | | | | | | 0,89 |
| 39 | | 0,105 | | | | | |
| 40 | 0,084 | 0,098 | 0,001 | | | | |
| 41 | 0,014 | 0,089 | 0,007 | 0,006 | | 42378 | 0,86 |
| 42 | 0,013 | 0,078 | 0,007 | 0,006 | 0,150 | | 0,98 |
| 43 | 0,014 | 0,096 | 0,008 | | | | |
| 44 | | | | | | | |
| 45 | 0,014 | 0,090 | 0,007 | 0,154 | | | |
| 46 | | | | | | | |

As Tabelas 6, 7, 8 e 9 trazem a relação de ensaios com resultados questionáveis, insatisfatórios, não realizados ou excluídos apresentados após a aplicação de estatística robusta e cálculos de z-score (ou z'-score, quando aplicável).

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante 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 | 11 |
| Viscosidade Cinemática a 100°C | | | | | i | | | n | n | | |
| Viscosidade Cinemática a 40°C | | | | | i | | | n | n | | |
| Índice de Viscosidade | | | | | i | | | n | n | | |
| Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS | | | n | n | n | n | | n | n | i | n |
| Ponto de Fulgor | n | | | | | | | n | | | n |
| Ponto de Fluides | n | | | | | n | n | n | n | | n |
| Perda por Evaporação - NOACK | | n | | n | n | n | n | n | n | i | n |
| IBN - TBN | | | n | n | n | q | n | n | n | | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | n | n | n | n | n | n | n | n | n | | n |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | n | n | n | n | n | n | n | n | n | | n |
| Cinzas Sulfatadas | | n | | | q | n | n | n | n | n | |
| Cálcio | i | | n | n | n | | | n | n | n | n |
| Zinco | q | | n | n | n | | | n | n | n | n |
| Enxofre | | | n | n | | | | n | n | n | n |
| Fósforo | | | n | n | n | | | n | n | n | n |
| Total de ensaios realizados | 11 | 11 | 7 | 6 | 7 | 9 | 9 | 0 | 1 | 10 | 5 |

Tabela 7. 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 | | | | | | | | | | |
|--|------------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-----------|--|
| | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | |
| Viscosidade Cinemática a 100°C | | | | | i | | | | | i | |
| Viscosidade Cinemática a 40°C | | | | q | | | | | | | |
| Índice de Viscosidade | | | | | i | i | | | | | |
| Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS | n | | | | n | n | | n | | n | |
| Ponto de Fulgor | | | | | | q | | i | n | | |
| Ponto de Fluides | n | | | | n | n | | | | | |
| Perda por Evaporação - NOACK | n | n | | n | n | n | n | n | n | n | |
| IBN - TBN | n | | | n | | | | n | n | n | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | n | n | n | n | n | n | n | n | n | | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | n | n | n | n | n | n | n | n | n | | |
| Cinzas Sulfatadas | n | n | i | n | n | n | n | n | n | n | |
| Cálcio | n | | i | | n | n | | n | | | |
| Zinco | n | | i | | n | n | | n | | | |
| Enxofre | n | | i | | n | n | | n | | n | |
| Fósforo | n | | i | | n | n | | n | | | |
| Total de ensaios realizados | 4 | 11 | 13 | 10 | 5 | 5 | 11 | 5 | 9 | 10 | |

Tabela 8. 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 | | | | | | | | | |
|--|------------------------------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|
| | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 |
| Viscosidade Cinemática a 100°C | | | n | | i | | q | | n | |
| Viscosidade Cinemática a 40°C | | | | | | | q | | n | |
| Índice de Viscosidade | | | n | | i | | | | n | |
| Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS | | | n | | n | n | | | n | |
| Ponto de Fulgor | | | | | | | | | n | |
| Ponto de Fluidez | | | n | | n | q | | | n | n |
| Perda por Evaporação - NOACK | | | n | | n | q | | | n | |
| IBN - TBN | | | n | | n | n | | | n | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | n | | n | | n | | | n | n | n |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | n | | n | | n | | | n | n | n |
| Cinzas Sulfatadas | | n | n | | n | n | n | n | n | n |
| Cálcio | | q | n | | n | | | | n | |
| Zinco | | q | n | | n | | | | n | |
| Enxofre | | | n | | n | q | | q | n | |
| Fósforo | q | | n | | n | | | | n | |
| Total de ensaios realizados | 13 | 14 | 2 | 15 | 4 | 12 | 14 | 12 | 0 | 11 |

Tabela 9. 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 | | | | | | | | | | | | | | | |
|--|------------------------------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|----------|----------|--|
| | 32 | 33 | 34 | 35 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 | 45 | 46 | |
| Viscosidade Cinemática a 100°C | | | | i | i | | i | | | | | | q | | | |
| Viscosidade Cinemática a 40°C | q | | | i | i | | i | i | | | | | | | | |
| Índice de Viscosidade | | | | n | n | | i | i | | | | | n | | n | |
| Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS | | n | | n | n | | n | n | | | n | | q | n | n | |
| Ponto de Fulgor | | | | n | q | | n | | | | | | n | n | n | |
| Ponto de Fluidez | | n | | n | n | i | n | n | | | q | | | n | n | |
| Perda por Evaporação - NOACK | | | | n | n | | n | | n | n | n | | | n | n | |
| IBN - TBN | n | n | | n | | i | n | n | | | | | n | n | n | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | n | | | n | n | | n | | n | n | n | | n | n | n | |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | n | | | n | n | | n | | n | n | n | | n | n | n | |
| Cinzas Sulfatadas | n | n | n | n | n | n | n | n | n | | | n | n | n | n | |
| Cálcio | | | | n | n | | n | | | | | | n | | n | |
| Zinco | | | | n | n | | n | | | | q | | q | q | n | |
| Enxofre | | | q | n | n | | | i | | | q | q | q | n | n | |
| Fósforo | | | | n | n | | n | q | | | q | | n | | n | |
| Total de ensaios realizados | 11 | 11 | 14 | 2 | 4 | 14 | 4 | 11 | 11 | 12 | 11 | 14 | 6 | 7 | 2 | |

3.2 Estatística robusta

3.2.1 -Viscosidade cinemática a 100°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|----------------|-----------------------|
| 5 | 13,00 | -0,88 | -8,69 | Insatisfatório |
| 21 | 13,48 | -0,40 | -3,95 | Insatisfatório |
| 28 | 13,61 | -0,27 | -2,67 | Questionável |
| 44 | 13,68 | -0,21 | -2,02 | Questionável |
| 32 | 13,71 | -0,17 | -1,68 | |
| 33 | 13,73 | -0,15 | -1,48 | |
| 40 | 13,74 | -0,14 | -1,38 | |
| 27 | 13,78 | -0,11 | -1,04 | |
| 2 | 13,79 | -0,10 | -0,94 | |
| 29 | 13,79 | -0,09 | -0,89 | |
| 41 | 13,81 | -0,07 | -0,69 | |
| 42 | 13,82 | -0,06 | -0,59 | |
| 13 | 13,84 | -0,04 | -0,40 | |
| 3 | 13,85 | -0,03 | -0,30 | |
| 14 | 13,85 | -0,03 | -0,30 | |
| 6 | 13,87 | -0,01 | -0,10 | |
| 7 | 13,87 | -0,01 | -0,10 | |
| 25 | 13,87 | -0,01 | -0,10 | |
| 20 | 13,88 | -0,01 | -0,05 | |
| 4 | 13,88 | 0,00 | -0,03 | |
| 1 | 13,88 | 0,00 | 0,00 | |
| 39 | 13,88 | 0,00 | 0,02 | |
| 11 | 13,89 | 0,00 | 0,05 | |
| 12 | 13,90 | 0,02 | 0,20 | |
| 23 | 13,90 | 0,02 | 0,20 | |
| 34 | 13,90 | 0,02 | 0,23 | |
| 15 | 13,91 | 0,02 | 0,24 | |
| 31 | 13,91 | 0,02 | 0,24 | |
| 46 | 13,91 | 0,03 | 0,29 | |
| 43 | 13,92 | 0,03 | 0,34 | |
| 45 | 13,92 | 0,04 | 0,39 | |
| 37 | 13,93 | 0,04 | 0,44 | |
| 18 | 13,94 | 0,06 | 0,59 | |
| 19 | 13,97 | 0,09 | 0,89 | |
| 10 | 14,01 | 0,13 | 1,31 | |
| 17 | 14,03 | 0,14 | 1,43 | |
| 22 | 14,03 | 0,14 | 1,43 | |
| 36 | 14,44 | 0,56 | 5,52 | Insatisfatório |
| 26 | 14,71 | 0,82 | 8,14 | Insatisfatório |
| 16 | 15,46 | 1,58 | 15,59 | Insatisfatório |
| 38 | 93,18 | 79,30 | 782,52 | Insatisfatório |
| 35 | 117,70 | 103,82 | 1024,49 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| nº de Resultados Satisfatórios | 33 |
| Média Robusta | 13,88 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,10 |
| Mediana | 13,88 |
| Média Aritmética | 18,26 |
| Desvio Padrão Aritmético | 19,92 |
| Reprodutibilidade do grupo | 0,29 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 14,18 |
| 3 sigma Abaixo | 13,58 |

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

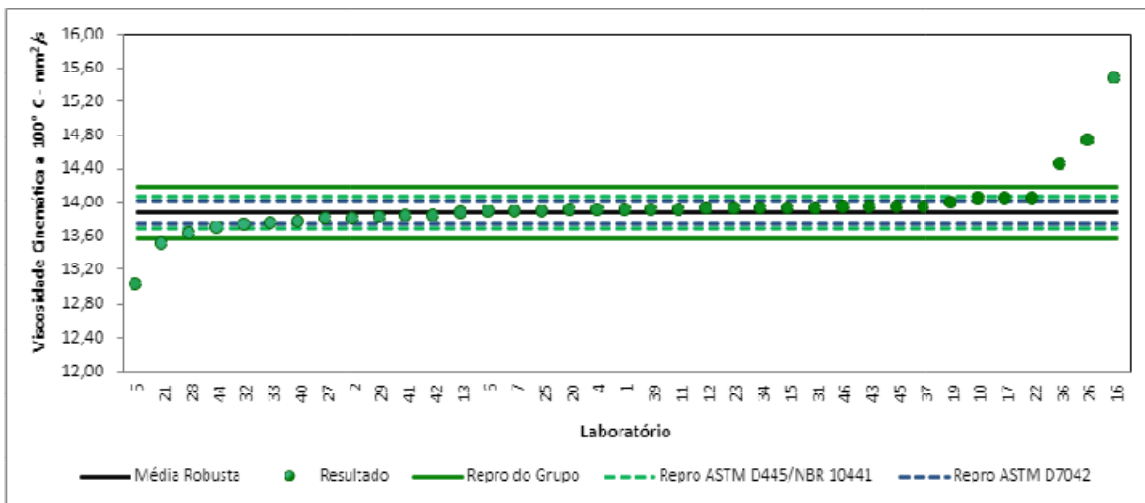
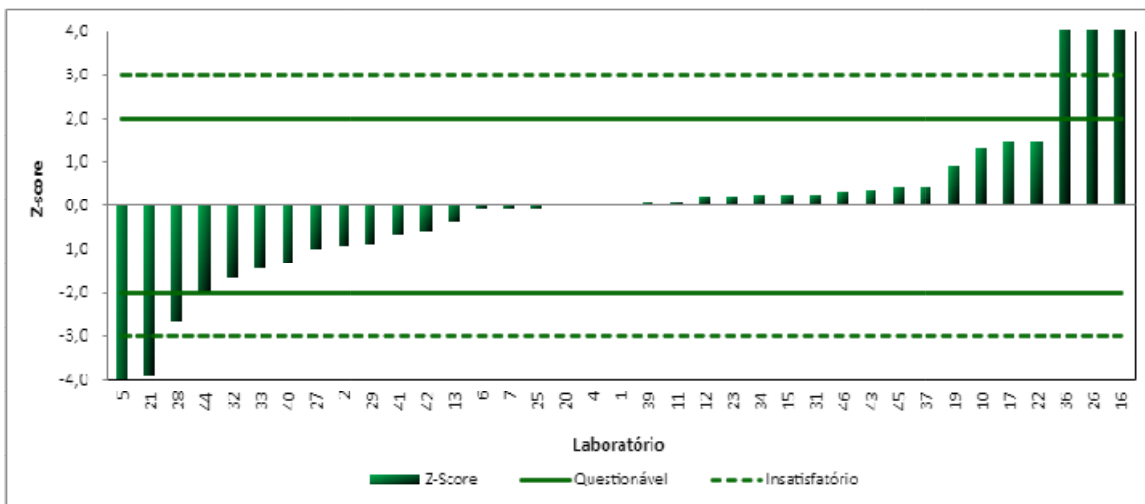


Figura 2. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 100 °C.



Observação: Os laboratórios 35 e 38 foram excluídos da escala para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.2–Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|----------------|-----------------------|
| 38 | 13,17 | -83,45 | -113,54 | Insatisfatório |
| 35 | 15,95 | -80,67 | -109,76 | Insatisfatório |
| 39 | 85,79 | -10,83 | -14,74 | Insatisfatório |
| 5 | 93,49 | -3,13 | -4,26 | Insatisfatório |
| 28 | 94,77 | -1,85 | -2,52 | Questionável |
| 32 | 94,86 | -1,76 | -2,40 | Questionável |
| 16 | 95,28 | -1,34 | -1,83 | |
| 17 | 95,43 | -1,19 | -1,62 | |
| 12 | 95,59 | -1,03 | -1,41 | |
| 27 | 95,59 | -1,03 | -1,41 | |
| 44 | 95,62 | -1,00 | -1,37 | |
| 11 | 96,33 | -0,29 | -0,40 | |
| 40 | 96,34 | -0,28 | -0,39 | |
| 14 | 96,50 | -0,12 | -0,17 | |
| 41 | 96,50 | -0,12 | -0,17 | |
| 42 | 96,50 | -0,12 | -0,17 | |
| 23 | 96,51 | -0,11 | -0,15 | |
| 21 | 96,53 | -0,09 | -0,13 | |
| 2 | 96,56 | -0,06 | -0,09 | |
| 43 | 96,61 | -0,01 | -0,02 | |
| 34 | 96,67 | 0,05 | 0,06 | |
| 29 | 96,70 | 0,08 | 0,10 | |
| 1 | 96,72 | 0,10 | 0,13 | |
| 31 | 96,72 | 0,10 | 0,13 | |
| 22 | 96,73 | 0,11 | 0,14 | |
| 24 | 96,75 | 0,13 | 0,17 | |
| 33 | 96,77 | 0,15 | 0,20 | |
| 13 | 96,82 | 0,20 | 0,27 | |
| 46 | 96,83 | 0,21 | 0,28 | |
| 25 | 96,89 | 0,27 | 0,36 | |
| 3 | 96,94 | 0,32 | 0,43 | |
| 45 | 97,02 | 0,40 | 0,54 | |
| 7 | 97,14 | 0,52 | 0,70 | |
| 10 | 97,17 | 0,55 | 0,74 | |
| 19 | 97,21 | 0,59 | 0,80 | |
| 18 | 97,32 | 0,70 | 0,95 | |
| 20 | 97,44 | 0,82 | 1,11 | |
| 4 | 97,47 | 0,85 | 1,15 | |
| 37 | 97,48 | 0,86 | 1,17 | |
| 26 | 97,81 | 1,19 | 1,61 | |
| 6 | 97,95 | 1,33 | 1,80 | |
| 15 | 98,52 | 1,90 | 2,58 | Questionável |
| 36 | 99,77 | 3,15 | 4,28 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 35 |
| Média Robusta | 96,62 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,74 |
| Mediana | 96,70 |
| Média Aritmética | 92,58 |
| Desvio Padrão Aritmético | 17,55 |
| Reprodutibilidade do grupo | 2,10 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 98,83 |
| 3 sigma Abaixo | 94,42 |

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

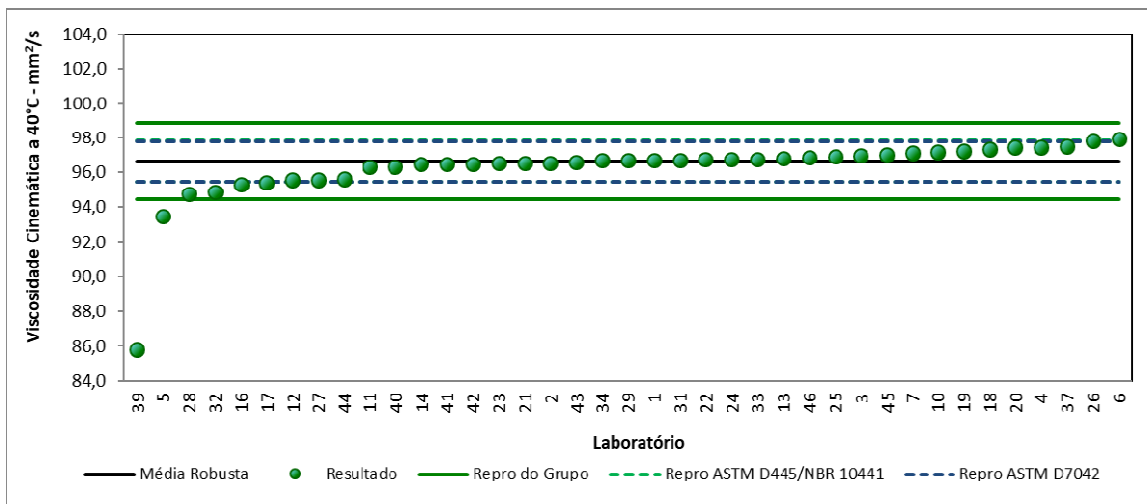
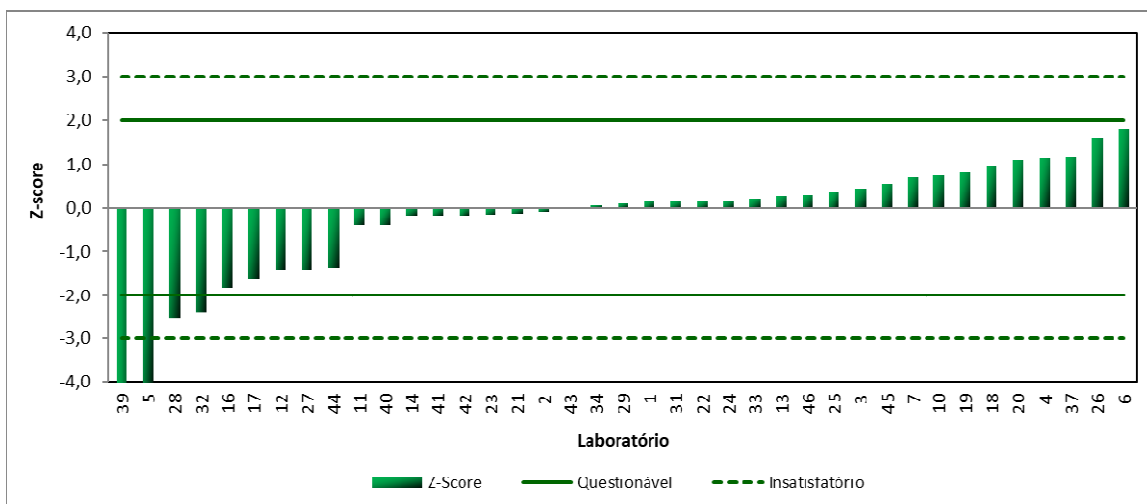


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade cinemática a 40 °C.



Observação: Os laboratórios 35 e 38 foram excluídos da escala para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.3 – Índice de Viscosidade

Normas: NBR 14358/ASTM D 2270

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------|----------------|
| 5 | 137 | -9 | -5,53 | Insatisfatório |
| 38 | 141 | -5 | -3,03 | Insatisfatório |
| 15 | 143 | -3 | -1,78 | |
| 6 | 144 | -2 | -1,15 | |
| 2 | 144 | -2 | -1,15 | |
| 33 | 144 | -2 | -1,15 | |
| 20 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 21 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 28 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 3 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 4 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 7 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 13 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 29 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 37 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 40 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 41 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 42 | 145 | -1 | -0,53 | |
| 25 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 1 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 14 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 18 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 19 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 31 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 32 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 34 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 45 | 146 | 0 | 0,09 | |
| 11 | 147 | 1 | 0,72 | |
| 43 | 147 | 1 | 0,72 | |
| 10 | 147 | 1 | 0,72 | |
| 23 | 147 | 1 | 0,72 | |
| 12 | 148 | 2 | 1,34 | |
| 27 | 148 | 2 | 1,34 | |
| 22 | 148 | 2 | 1,34 | |
| 17 | 151 | 5 | 3,22 | Insatisfatório |
| 26 | 156 | 10 | 6,34 | Insatisfatório |
| 39 | 166 | 20 | 12,59 | Insatisfatório |
| 16 | 173 | 27 | 16,96 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 32 |
| Média Robusta | 146 |
| Desvio Padrão Robusto | 1,60 |
| Mediana | 146 |
| Média Aritmética | 147 |
| Desvio Padrão Aritmético | 6,09 |
| Repro do grupo | 4,59 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 151 |
| 3 sigma Abaixo | 141 |

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

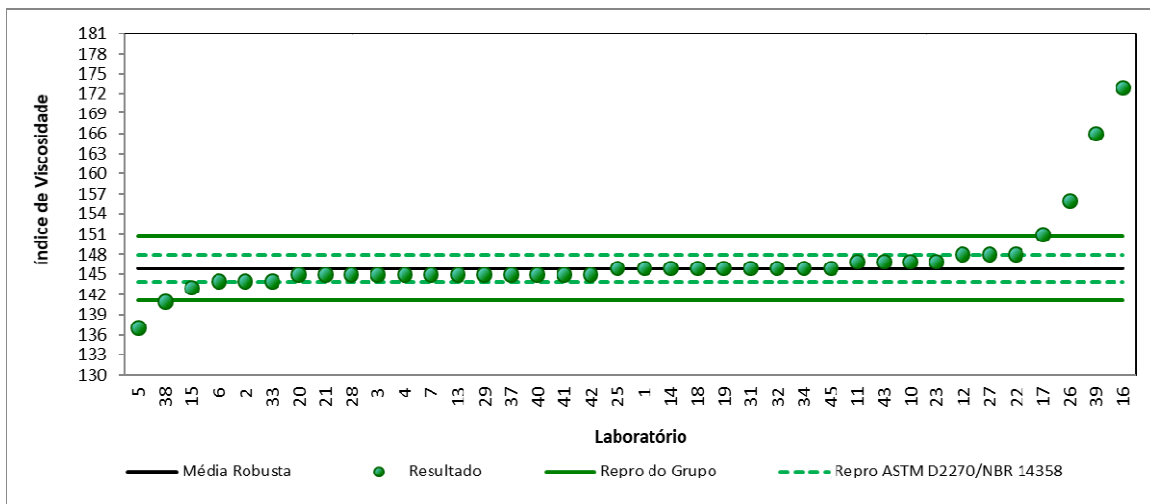
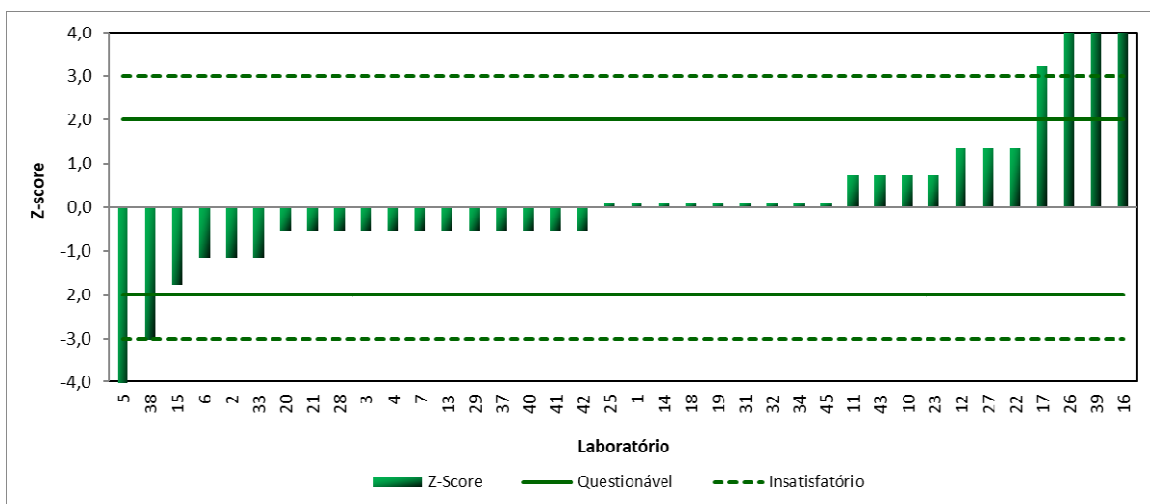


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: índice de viscosidade.



3.2.4 – Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura - CCS

Normas: NBR 14173/ASTM D5293

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|--------------|----------------|
| 44 | 4101 | -261 | -2,09 | Questionável |
| 7 | 4171 | -191 | -1,53 | |
| 37 | 4199 | -163 | -1,30 | |
| 15 | 4255 | -107 | -0,86 | |
| 25 | 4261 | -101 | -0,81 | |
| 28 | 4281 | -81 | -0,65 | |
| 29 | 4288 | -74 | -0,59 | |
| 13 | 4298 | -64 | -0,51 | |
| 1 | 4338 | -24 | -0,19 | |
| 2 | 4342 | -20 | -0,16 | |
| 20 | 4351 | -11 | -0,09 | Insatisfatório |
| 43 | 4376 | 14 | 0,12 | |
| 18 | 4390 | 28 | 0,23 | |
| 34 | 4402 | 40 | 0,32 | |
| 40 | 4409 | 47 | 0,38 | |
| 23 | 4422 | 60 | 0,48 | |
| 22 | 4429 | 67 | 0,54 | |
| 41 | 4448 | 86 | 0,69 | |
| 14 | 4477 | 115 | 0,92 | |
| 31 | 4545 | 183 | 1,47 | |
| 32 | 4558 | 196 | 1,57 | |
| 10 | 5030 | 668 | 5,36 | |

| | |
|---------------------------------------|------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 20 |
| Média Robusta | 4362 |
| Desvio Padrão Robusto | 125 |
| Mediana | 4363 |
| Média Aritmética | 4380 |
| Desvio Padrão Aritmético | 184 |
| Repro do grupo | 367 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 4736 |
| 3 sigma Abaixo | 3988 |

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

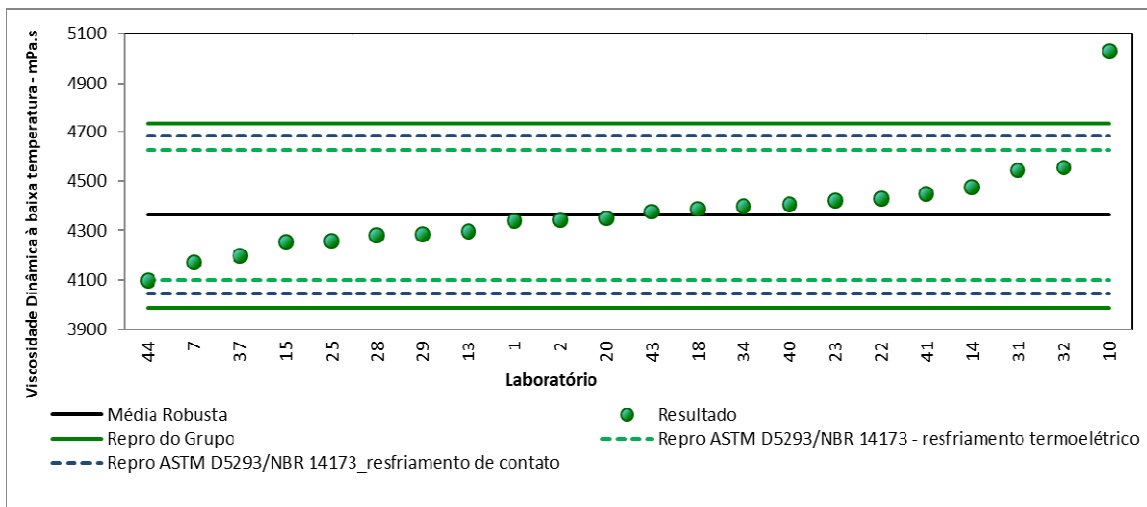
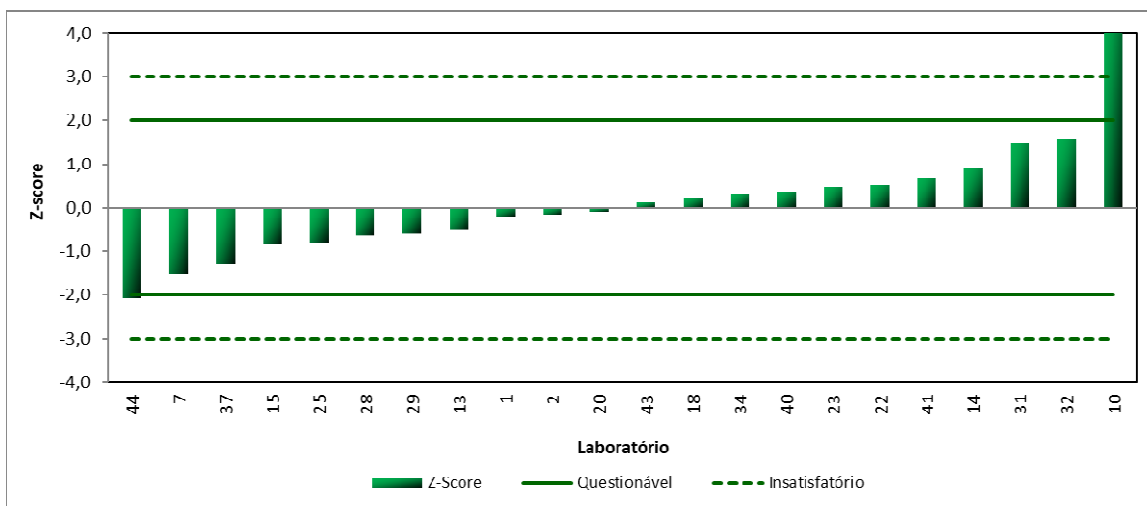


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: viscosidade dinâmica à baixa temperatura - CCS.



3.2.5. Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|--------------|-----------------------|
| 19 | 169,0 | -61,5 | -7,83 | Insatisfatório |
| 17 | 212,1 | -18,4 | -2,34 | Questionável |
| 36 | 214,5 | -16,0 | -2,04 | Questionável |
| 29 | 216,0 | -14,5 | -1,85 | |
| 12 | 219,0 | -11,5 | -1,47 | |
| 31 | 221,0 | -9,5 | -1,21 | |
| 32 | 221,0 | -9,5 | -1,21 | |
| 2 | 224,0 | -6,5 | -0,83 | |
| 9 | 225,0 | -5,5 | -0,70 | |
| 27 | 225,0 | -5,5 | -0,70 | |
| 13 | 226,0 | -4,5 | -0,57 | |
| 41 | 226,0 | -4,5 | -0,57 | |
| 33 | 228,0 | -2,5 | -0,32 | |
| 6 | 228,5 | -2,0 | -0,26 | |
| 14 | 229,0 | -1,5 | -0,19 | |
| 25 | 229,0 | -1,5 | -0,19 | |
| 22 | 231,0 | 0,5 | 0,06 | |
| 18 | 232,0 | 1,5 | 0,19 | |
| 23 | 232,0 | 1,5 | 0,19 | |
| 24 | 232,0 | 1,5 | 0,19 | |
| 15 | 232,7 | 2,2 | 0,28 | |
| 3 | 233,0 | 2,5 | 0,32 | |
| 21 | 234,0 | 3,5 | 0,44 | |
| 26 | 234,0 | 3,5 | 0,44 | |
| 39 | 234,0 | 3,5 | 0,44 | |
| 16 | 235,0 | 4,5 | 0,57 | |
| 34 | 235,0 | 4,5 | 0,57 | |
| 43 | 236,0 | 5,5 | 0,70 | |
| 4 | 237,0 | 6,5 | 0,83 | |
| 37 | 237,0 | 6,5 | 0,83 | |
| 42 | 237,8 | 7,3 | 0,93 | |
| 28 | 239,0 | 8,5 | 1,08 | |
| 10 | 240,0 | 9,5 | 1,21 | |
| 40 | 240,0 | 9,5 | 1,21 | |
| 7 | 242,0 | 11,5 | 1,46 | |
| 5 | 245,0 | 14,5 | 1,85 | |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 33 |
| Média Robusta | 230,5 |
| Desvio Padrão Robusto | 7,9 |
| Mediana | 232,0 |
| Média Aritmética | 228,7 |
| Desvio Padrão Aritmético | 12,9 |
| Repro do grupo | 22,5 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 254,1 |
| 3 sigma Abaixo | 206,9 |

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

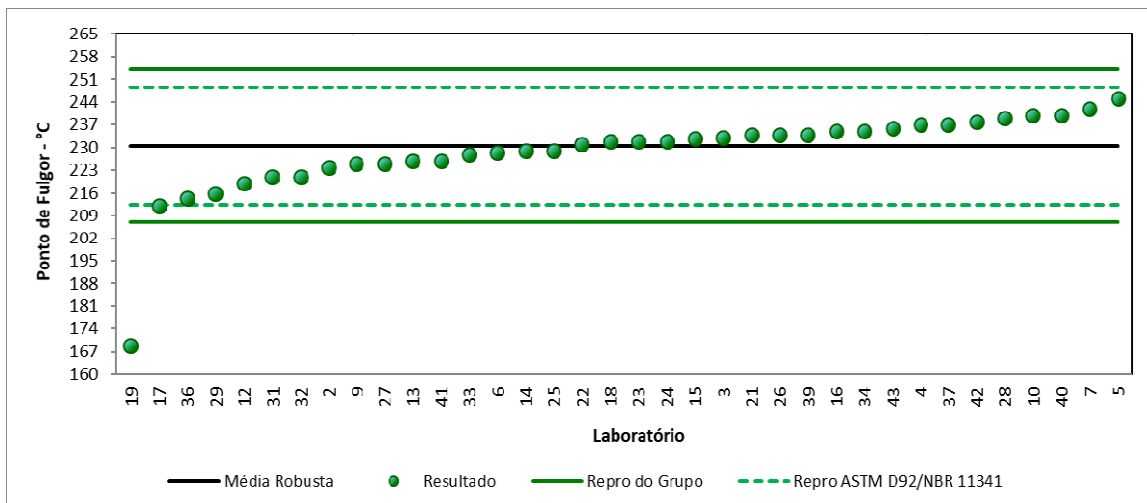
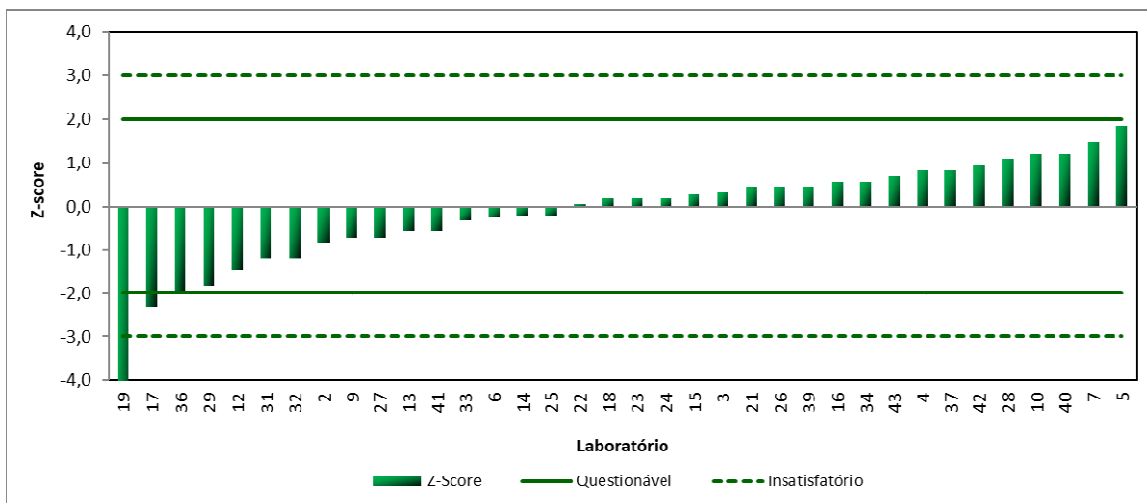


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor.



3.2.6–Ponto de Fluidez

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

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------|----------------|
| 27 | -39 | -7 | -2,20 | Questionável |
| 34 | -36 | -4 | -1,30 | |
| 4 | -35 | -3 | -1,00 | |
| 13 | -35 | -3 | -1,00 | |
| 21 | -35 | -3 | -0,80 | |
| 28 | -35 | -3 | -0,80 | |
| 43 | -34 | -2 | -0,70 | |
| 3 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 5 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 10 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 14 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 23 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 29 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 41 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 44 | -33 | -1 | -0,40 | |
| 15 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 18 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 20 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 22 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 25 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 32 | -30 | 2 | 0,60 | |
| 2 | -27 | 5 | 1,50 | |
| 19 | -27 | 5 | 1,50 | |
| 40 | -27 | 5 | 1,50 | |
| 42 | -24 | 8 | 2,40 | Questionável |
| 37 | 42 | 74 | 22,60 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|-----|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 23 |
| Média Robusta | -32 |
| Desvio Padrão Robusto | 3 |
| Mediana | -33 |
| Média Aritmética | -29 |
| Desvio Padrão Aritmético | 15 |
| Repro do grupo | 10 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | -22 |
| 3 sigma Abaixo | -42 |

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

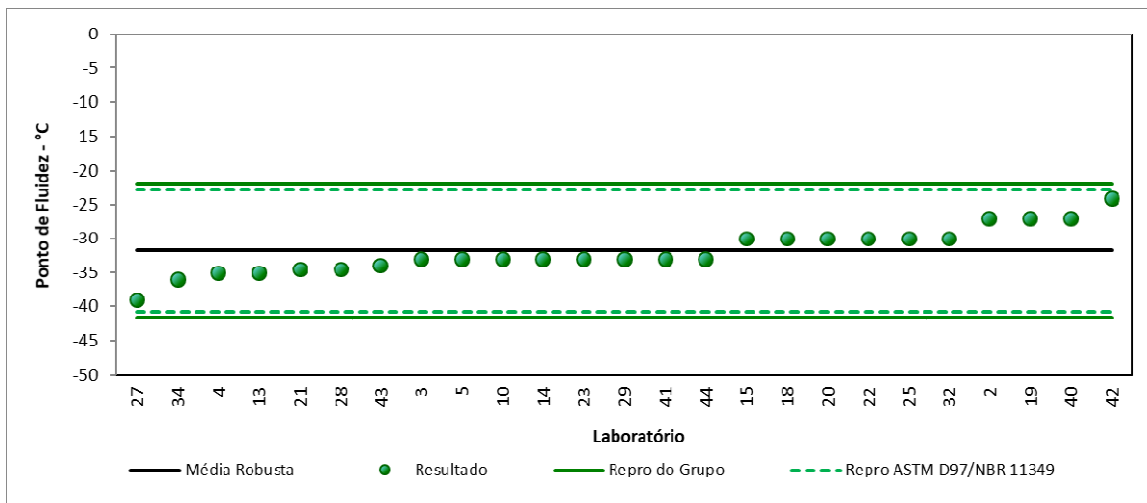
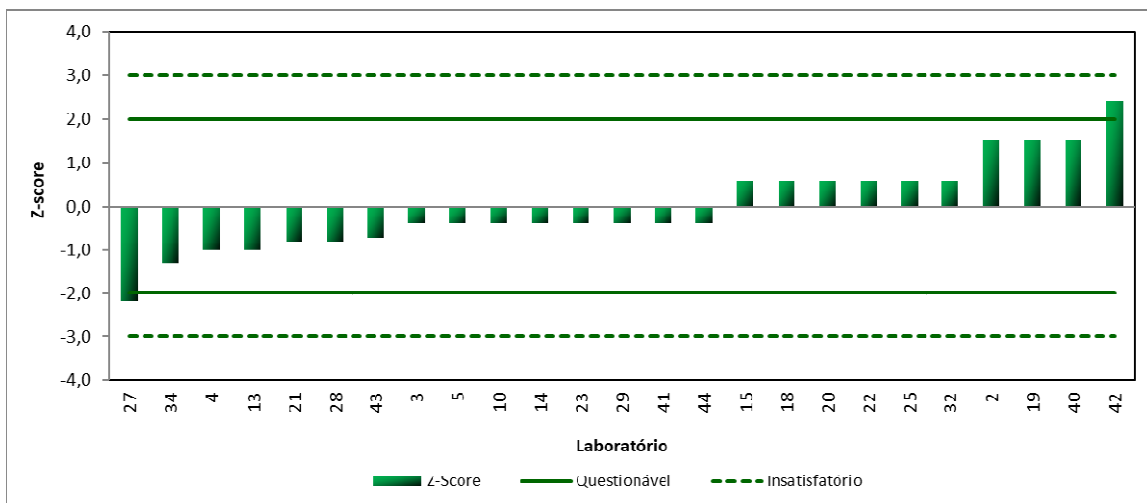


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez.



Observação: O laboratório 37 foi excluído da escala para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.7–Número de Basicidade - TBN

Normas: NBR 5798/ASTM D2896

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------|----------------|
| 37 | 6,40 | -1,70 | -3,70 | Insatisfatório |
| 6 | 6,90 | -1,20 | -2,60 | Questionável |
| 29 | 7,60 | -0,50 | -1,10 | |
| 40 | 7,60 | -0,50 | -1,10 | |
| 36 | 7,70 | -0,40 | -0,90 | |
| 14 | 7,80 | -0,30 | -0,60 | |
| 17 | 7,80 | -0,30 | -0,60 | |
| 13 | 7,90 | -0,20 | -0,40 | |
| 41 | 7,90 | -0,20 | -0,40 | |
| 16 | 8,00 | -0,10 | -0,20 | |
| 18 | 8,00 | -0,10 | -0,20 | |
| 1 | 8,10 | 0,00 | 0,00 | |
| 2 | 8,10 | 0,00 | 0,00 | |
| 25 | 8,10 | 0,00 | 0,00 | |
| 43 | 8,10 | 0,00 | 0,00 | |
| 11 | 8,20 | 0,10 | 0,20 | |
| 23 | 8,20 | 0,10 | 0,20 | |
| 34 | 8,40 | 0,30 | 0,60 | |
| 22 | 8,50 | 0,40 | 0,90 | |
| 10 | 8,60 | 0,50 | 1,10 | |
| 31 | 8,80 | 0,70 | 1,50 | |
| 28 | 8,90 | 0,80 | 1,70 | |
| 42 | 9,00 | 0,90 | 1,90 | |

| | |
|---------------------------------------|------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 21 |
| Média Robusta | 8,10 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,46 |
| Mediana | 8,10 |
| Média Aritmética | 8,03 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,59 |
| Repro do grupo | 1,36 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 9,49 |
| 3 sigma Abaixo | 6,71 |

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

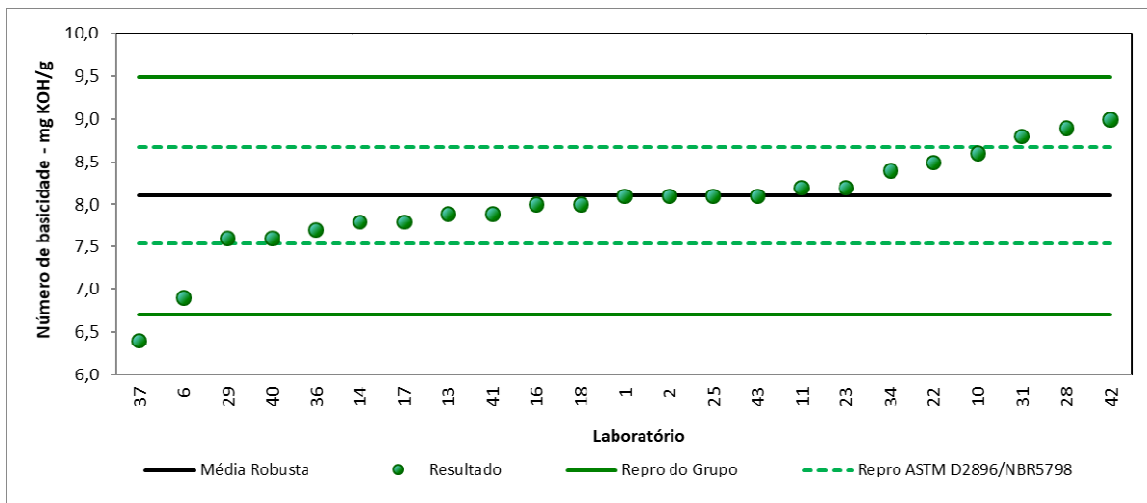
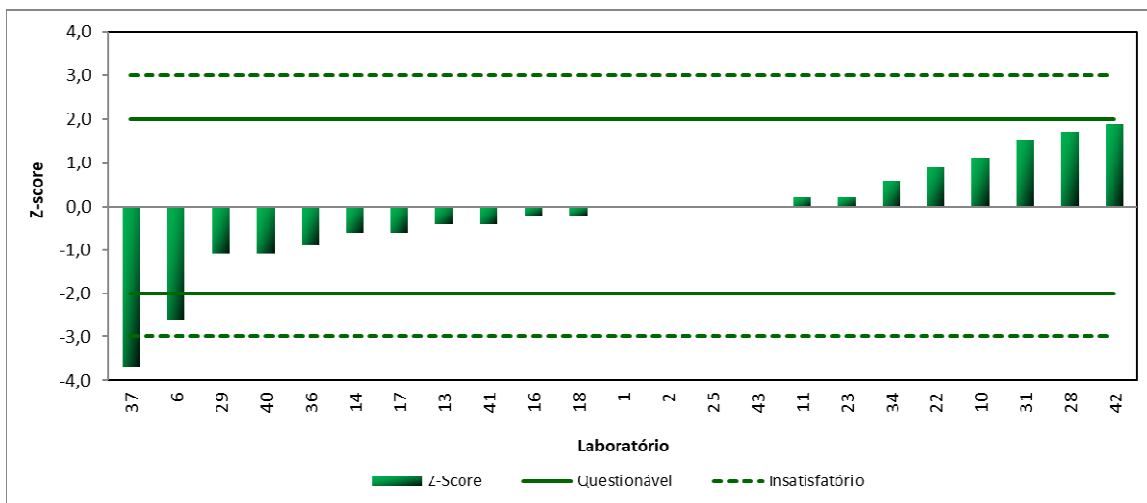


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Número de basicidade.



3.2.8–Perda por Evaporação - Noack

Normas:NBR 14157-2/ASTM D5800 (Procedimento B)

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------|----------------|
| 39 | 7,1 | -1,8 | -1,90 | |
| 14 | 7,8 | -1,1 | -1,10 | |
| 25 | 7,9 | -1,0 | -1,00 | |
| 3 | 8,2 | -0,7 | -0,70 | |
| 29 | 8,3 | -0,6 | -0,60 | |
| 28 | 8,4 | -0,5 | -0,50 | |
| 34 | 8,5 | -0,4 | -0,40 | |
| 44 | 8,7 | -0,2 | -0,20 | |
| 31 | 8,8 | -0,1 | -0,10 | |
| 22 | 9,0 | 0,1 | 0,10 | |
| 43 | 9,0 | 0,1 | 0,10 | |
| 23 | 9,1 | 0,2 | 0,20 | |
| 33 | 9,5 | 0,6 | 0,60 | |
| 32 | 9,7 | 0,8 | 0,80 | |
| 1 | 9,8 | 0,9 | 0,90 | |
| 37 | 9,8 | 0,9 | 0,90 | |
| 27 | 10,9 | 2,0 | 2,10 | Questionável |
| 10 | 12,5 | 3,6 | 3,70 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 16 |
| Média Robusta | 8,9 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,97 |
| Mediana | 8,9 |
| Média Aritmética | 9,1 |
| Desvio Padrão Aritmético | 1,2 |
| Repro do grupo | 2,9 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 11,8 |
| 3 sigma Abaixo | 6,0 |

Figura 15. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio perda por evaporação - Noack.

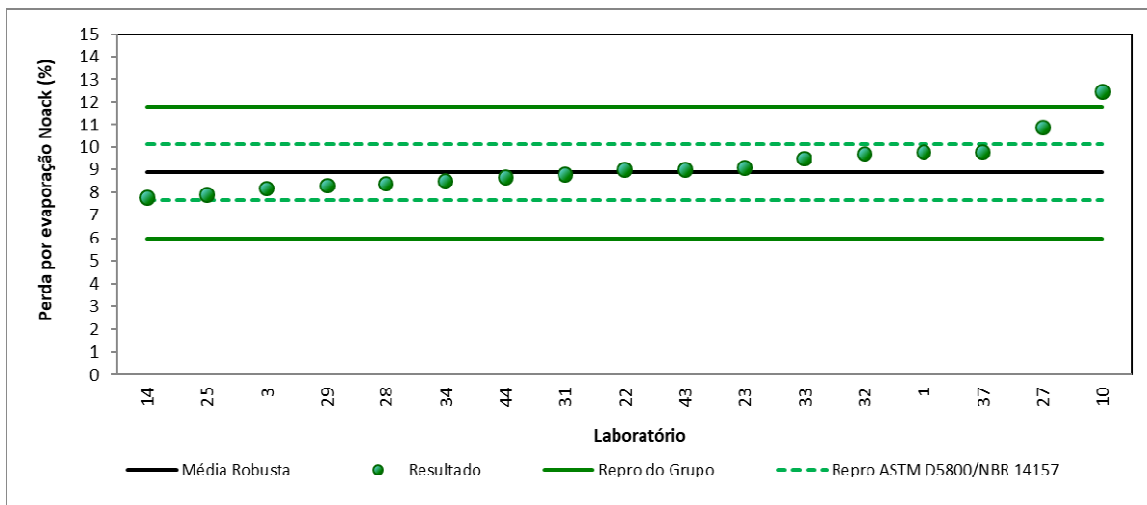
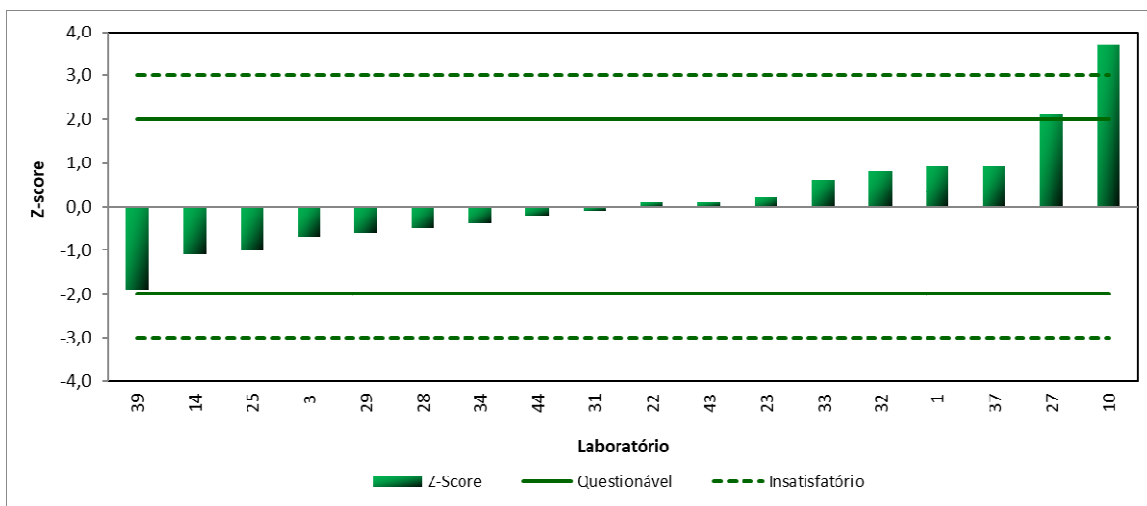


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Perda por Evaporação – Noack.



3.2.9–Estabilidade ao Cisalhamento

Normas:NBR 14325/ASTM D6278/D7109

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|--------------|------------|
| 33 | 11,91 | -0,42 | -1,21 | |
| 25 | 11,97 | -0,36 | -1,03 | |
| 39 | 11,98 | -0,35 | -1,01 | |
| 28 | 12,16 | -0,17 | -0,48 | |
| 23 | 12,28 | -0,05 | -0,14 | |
| 43 | 12,36 | 0,03 | 0,10 | |
| 21 | 12,39 | 0,06 | 0,18 | |
| 34 | 12,39 | 0,06 | 0,18 | |
| 27 | 12,67 | 0,34 | 1,00 | |
| 37 | 12,72 | 0,39 | 1,13 | |
| 10 | 12,77 | 0,44 | 1,28 | |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 11 |
| Média Robusta | 12,33 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,34 |
| Mediana | 12,36 |
| Média Aritmética | 12,33 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,30 |
| Repro do grupo | 1,09 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 13,36 |
| 3 sigma Abaixo | 11,29 |

Figura 17. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de estabilidade ao cisalhamento

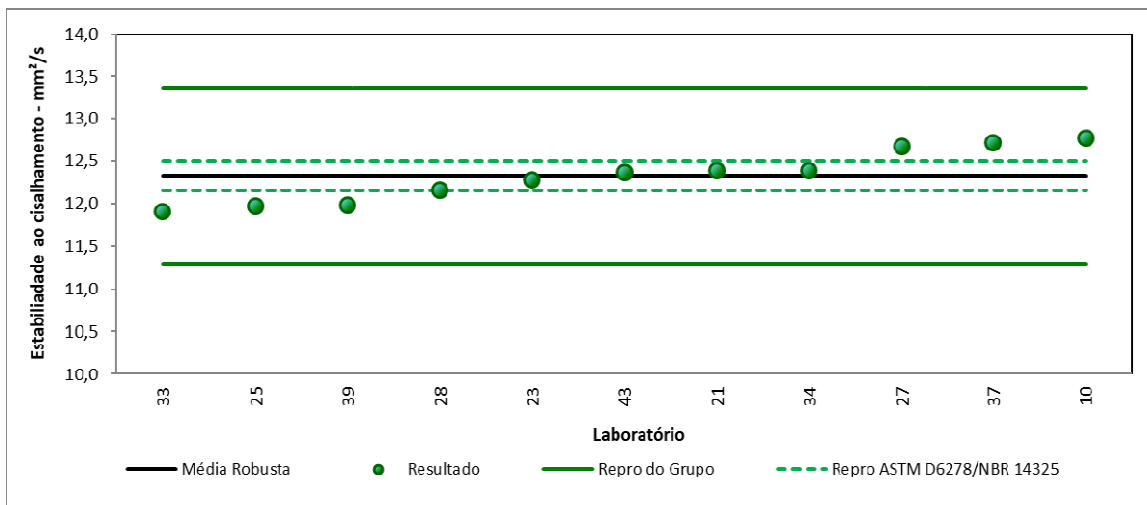
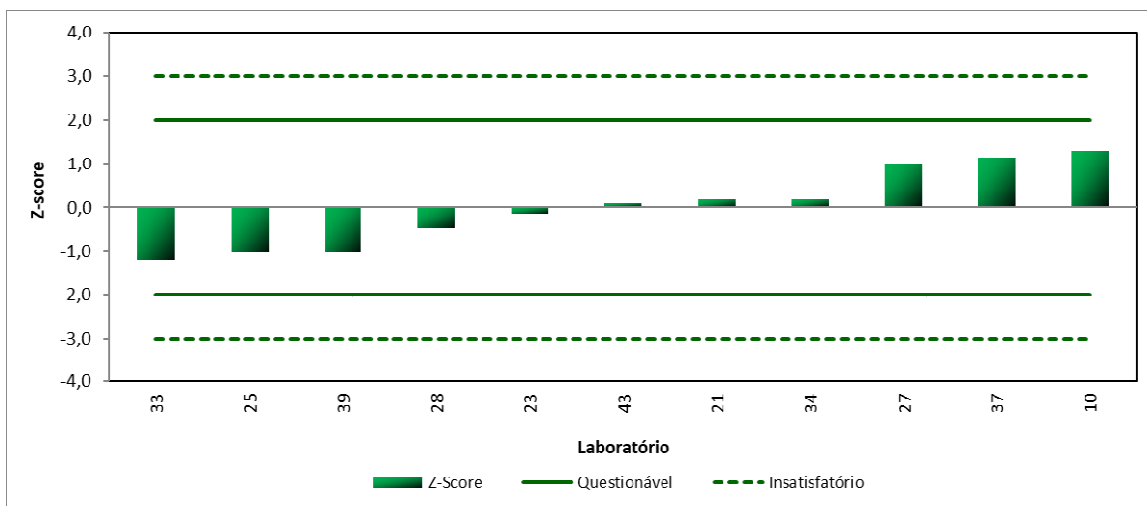


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Estabilidade ao cisalhamento.



3.2.10 – Estabilidade ao Cisalhamento - Perda

Normas: NBR 14325/ASTM D6278/D7109

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|--------------|------------|
| 27 | 8,02 | -2,66 | -1,12 | |
| 21 | 8,08 | -2,60 | -1,09 | |
| 37 | 8,69 | -1,99 | -0,84 | |
| 10 | 8,92 | -1,76 | -0,74 | |
| 28 | 10,65 | -0,03 | -0,01 | |
| 23 | 10,90 | 0,22 | 0,09 | |
| 34 | 10,90 | 0,22 | 0,09 | |
| 43 | 11,03 | 0,35 | 0,15 | |
| 33 | 13,22 | 2,54 | 1,07 | |
| 25 | 13,33 | 2,65 | 1,12 | |
| 39 | 13,73 | 3,05 | 1,28 | |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 11 |
| Média Robusta | 10,68 |
| Desvio Padrão Robusto | 2,38 |
| Mediana | 10,90 |
| Média Aritmética | 10,68 |
| Desvio Padrão Aritmético | 2,09 |
| Repro do grupo | 7,49 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 17,81 |
| 3 sigma Abaixo | 3,55 |

Figura 19. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de estabilidade ao cisalhamento – perda.

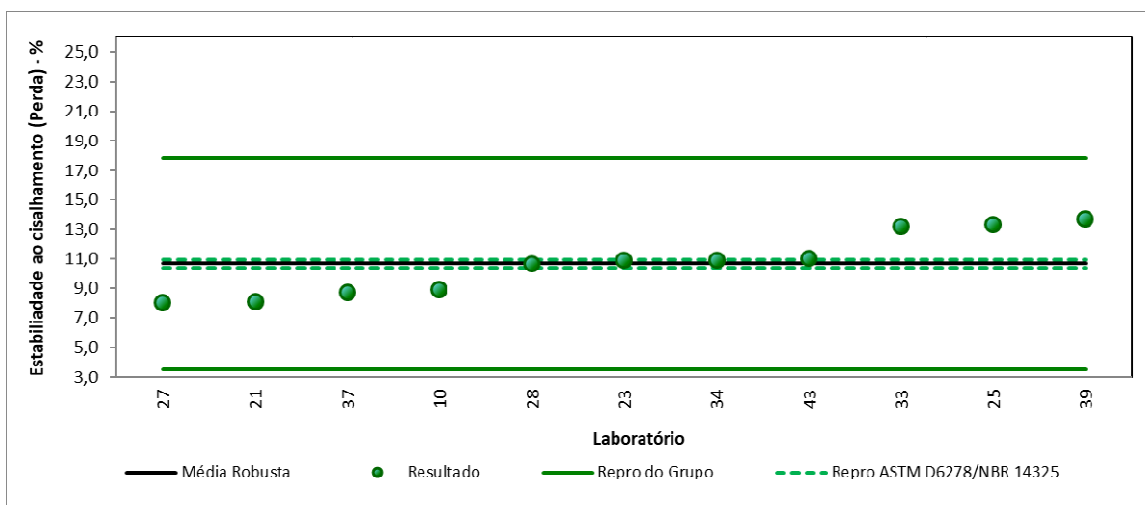
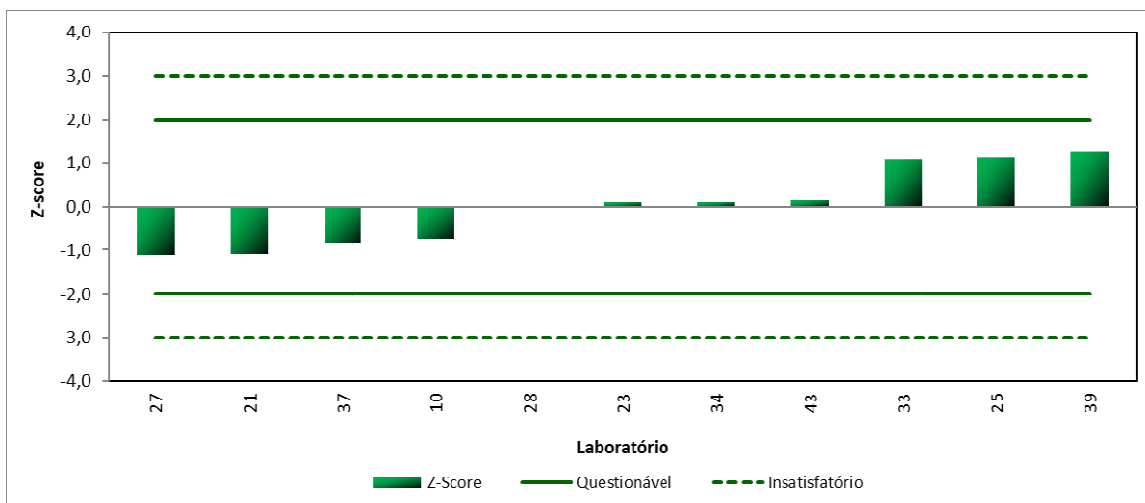


Figura 20. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Estabilidade ao cisalhamento – perda.



Observações:

Alguns laboratórios apresentaram problemas nos cálculos do percentual de perda de viscosidade, sendo necessário observar os arredondamentos realizados.

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.

3.2.11- Cálcio

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

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------------|-----------------------|
| 14 | 0,002 | -0,216 | -23,70 | Insatisfatório |
| 23 | 0,191 | -0,027 | -3,00 | Questionável |
| 34 | 0,201 | -0,017 | -1,90 | |
| 40 | 0,204 | -0,014 | -1,50 | |
| 7 | 0,205 | -0,014 | -1,50 | |
| 29 | 0,207 | -0,011 | -1,20 | |
| 45 | 0,210 | -0,008 | -0,90 | |
| 2 | 0,213 | -0,005 | -0,50 | |
| 6 | 0,214 | -0,004 | -0,50 | |
| 28 | 0,214 | -0,004 | -0,40 | |
| 13 | 0,216 | -0,002 | -0,20 | |
| 33 | 0,217 | -0,001 | -0,10 | |
| 31 | 0,218 | 0,000 | 0,00 | |
| 18 | 0,219 | 0,001 | 0,10 | |
| 20 | 0,220 | 0,002 | 0,20 | |
| 21 | 0,221 | 0,003 | 0,30 | |
| 15 | 0,221 | 0,003 | 0,30 | |
| 41 | 0,221 | 0,003 | 0,30 | |
| 32 | 0,223 | 0,005 | 0,60 | |
| 39 | 0,224 | 0,006 | 0,60 | |
| 43 | 0,224 | 0,006 | 0,60 | |
| 22 | 0,224 | 0,006 | 0,70 | |
| 27 | 0,226 | 0,008 | 0,80 | |
| 42 | 0,229 | 0,011 | 1,20 | |
| 25 | 0,232 | 0,014 | 1,50 | |
| 37 | 0,235 | 0,017 | 1,90 | |
| 1 | 0,251 | 0,033 | 3,60 | Insatisfatório |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 24 |
| Média Robusta | 0,218 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,009 |
| Mediana | 0,219 |
| Média Aritmética | 0,210 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,043 |
| Repro do grupo | 0,026 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 0,245 |
| 3 sigma Abaixo | 0,191 |

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

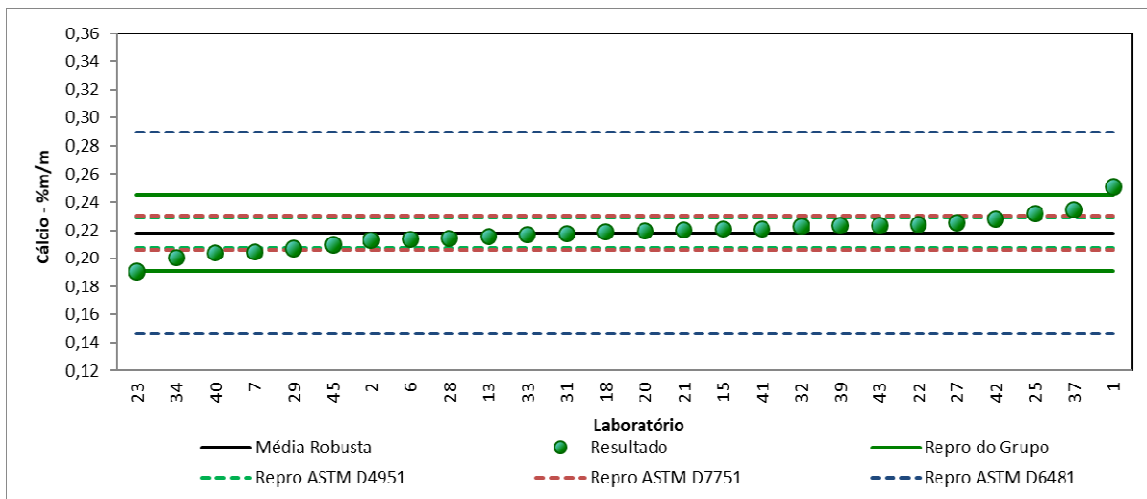
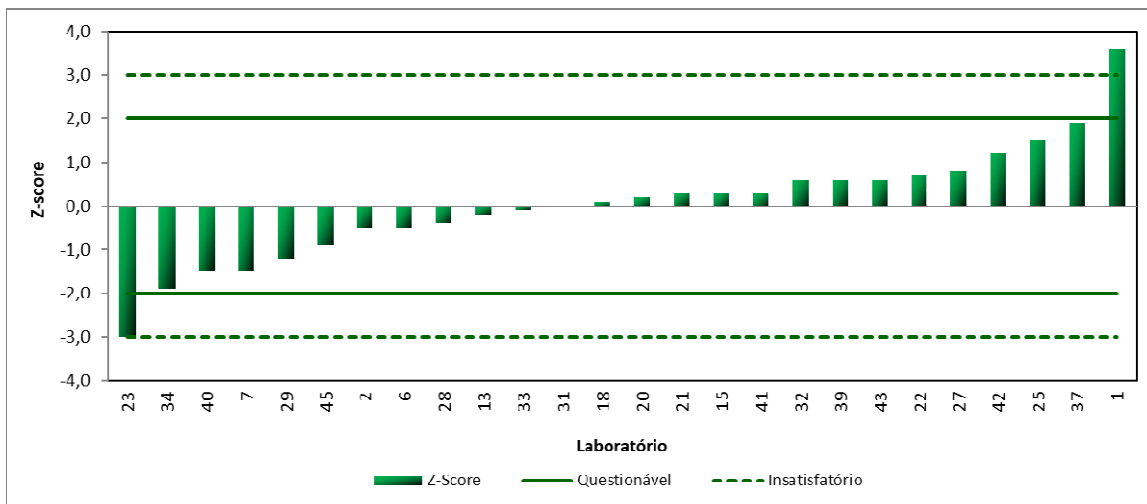


Figura 22. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.



Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.12 -Zinco

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

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------------|----------------|
| 14 | 0,000 | -0,102 | -23,30 | Insatisfatório |
| 42 | 0,092 | -0,010 | -2,30 | Questionável |
| 2 | 0,096 | -0,006 | -1,40 | |
| 6 | 0,096 | -0,006 | -1,40 | |
| 7 | 0,097 | -0,005 | -1,10 | |
| 29 | 0,097 | -0,005 | -1,10 | |
| 31 | 0,099 | -0,003 | -0,70 | |
| 20 | 0,100 | -0,002 | -0,40 | |
| 21 | 0,100 | -0,002 | -0,40 | |
| 27 | 0,100 | -0,002 | -0,40 | |
| 37 | 0,100 | -0,002 | -0,40 | |
| 18 | 0,101 | -0,001 | -0,20 | |
| 40 | 0,101 | -0,001 | -0,20 | |
| 41 | 0,101 | -0,001 | -0,20 | |
| 13 | 0,103 | 0,001 | 0,20 | |
| 22 | 0,103 | 0,001 | 0,20 | |
| 34 | 0,103 | 0,001 | 0,20 | |
| 45 | 0,103 | 0,001 | 0,20 | |
| 25 | 0,104 | 0,002 | 0,50 | |
| 32 | 0,104 | 0,002 | 0,50 | |
| 33 | 0,104 | 0,002 | 0,50 | |
| 28 | 0,105 | 0,003 | 0,70 | |
| 15 | 0,107 | 0,005 | 1,20 | |
| 43 | 0,107 | 0,005 | 1,20 | |
| 39 | 0,110 | 0,008 | 1,80 | |
| 44 | 0,111 | 0,009 | 2,10 | Questionável |
| 1 | 0,114 | 0,012 | 2,80 | Questionável |
| 23 | 0,114 | 0,012 | 2,80 | Questionável |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 23 |
| Média Robusta | 0,102 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,004 |
| Mediana | 0,102 |
| Média Aritmética | 0,099 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,020 |
| Repro do grupo | 0,013 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 0,115 |
| 3 sigma Abaixo | 0,089 |

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

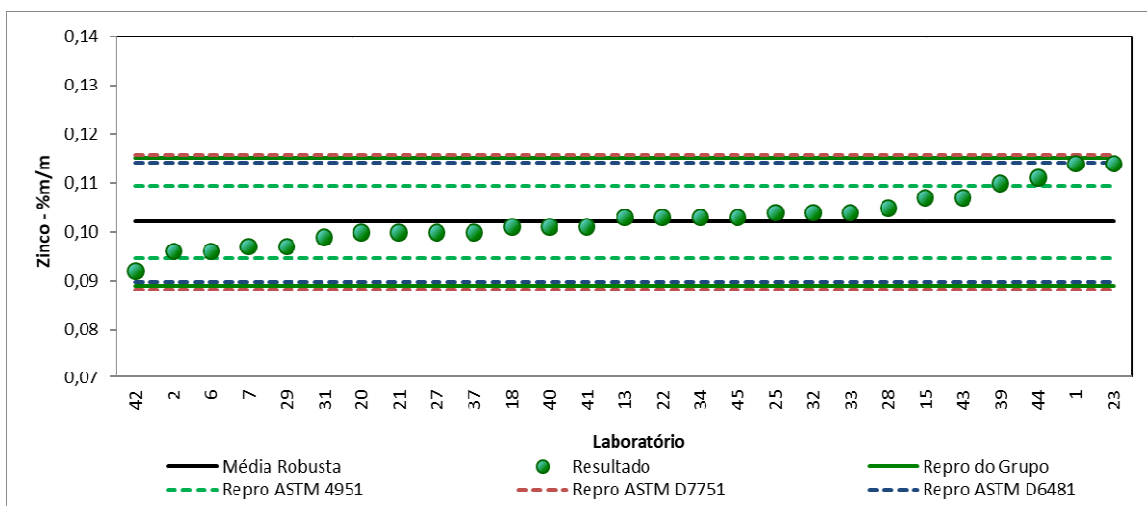
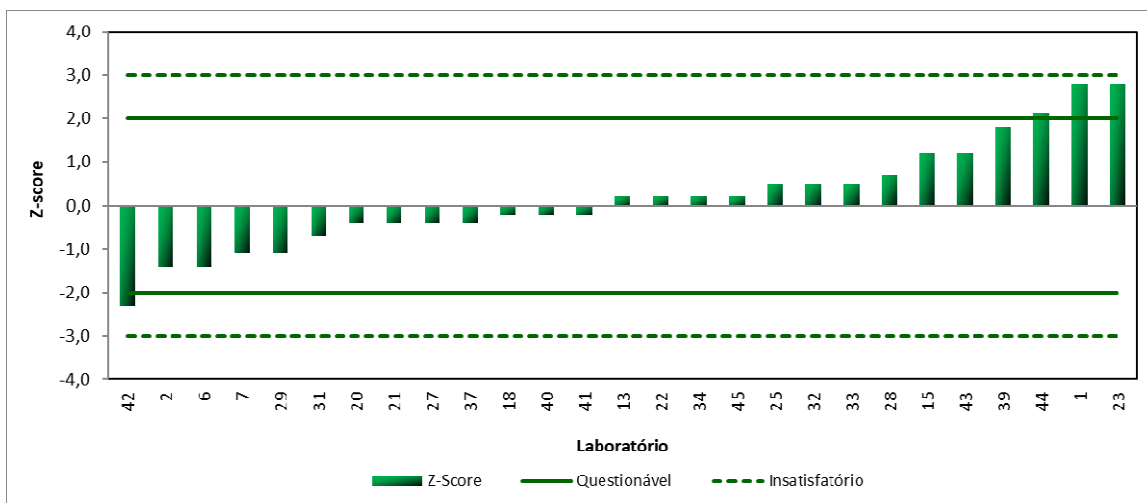


Figura 24. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco.



Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.13 -Enxofre

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

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------------|----------------|
| 14 | 0,019 | -0,366 | -15,00 | Insatisfatório |
| 39 | 0,251 | -0,134 | -5,50 | Insatisfatório |
| 34 | 0,327 | -0,058 | -2,40 | Questionável |
| 28 | 0,345 | -0,040 | -1,60 | |
| 37 | 0,352 | -0,033 | -1,40 | |
| 7 | 0,356 | -0,029 | -1,20 | |
| 23 | 0,356 | -0,029 | -1,20 | |
| 40 | 0,357 | -0,028 | -1,10 | |
| 5 | 0,364 | -0,021 | -0,90 | |
| 45 | 0,379 | -0,006 | -0,20 | |
| 38 | 0,380 | -0,005 | -0,20 | |
| 20 | 0,382 | -0,003 | -0,10 | |
| 2 | 0,392 | 0,007 | 0,30 | |
| 25 | 0,394 | 0,009 | 0,40 | |
| 6 | 0,400 | 0,015 | 0,60 | |
| 18 | 0,400 | 0,015 | 0,60 | |
| 31 | 0,402 | 0,017 | 0,70 | |
| 15 | 0,403 | 0,018 | 0,70 | |
| 33 | 0,403 | 0,018 | 0,70 | |
| 13 | 0,404 | 0,019 | 0,80 | |
| 22 | 0,407 | 0,022 | 0,90 | |
| 41 | 0,412 | 0,027 | 1,10 | |
| 1 | 0,413 | 0,028 | 1,10 | |
| 32 | 0,414 | 0,029 | 1,20 | |
| 43 | 0,437 | 0,052 | 2,10 | Questionável |
| 29 | 0,448 | 0,063 | 2,60 | Questionável |
| 27 | 0,449 | 0,064 | 2,60 | Questionável |
| 42 | 0,452 | 0,067 | 2,80 | Questionável |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 21 |
| Média Robusta | 0,385 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,024 |
| Mediana | 0,397 |
| Média Aritmética | 0,375 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,081 |
| Repro do grupo | 0,071 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 0,458 |
| 3 sigma Abaixo | 0,312 |

Figura 25. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio deteor de Enxofre.

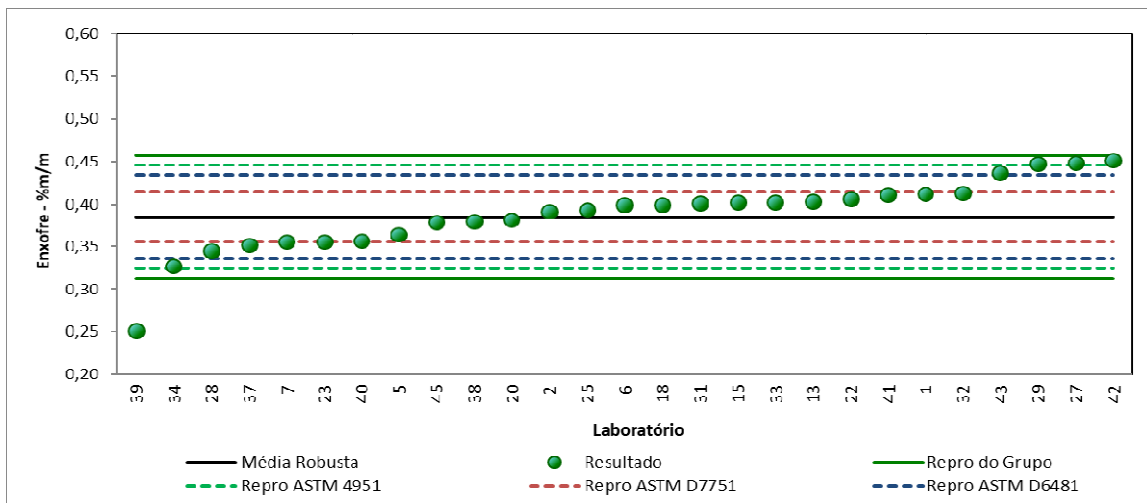
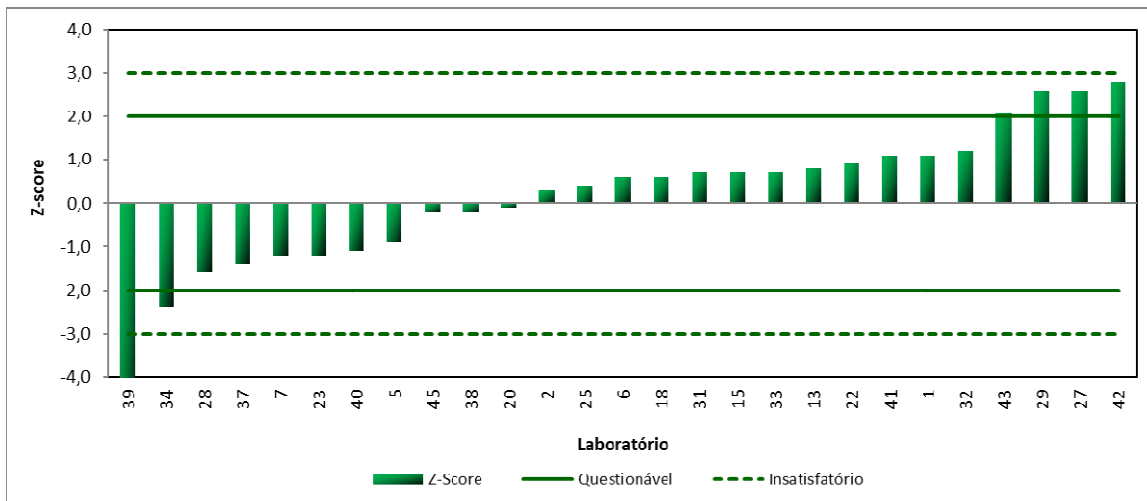


Figura 26. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre.



Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.14 -Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------|----------------|
| 14 | 0,002 | -0,089 | -15,40 | Insatisfatório |
| 42 | 0,078 | -0,013 | -2,30 | Questionável |
| 29 | 0,083 | -0,008 | -1,40 | |
| 18 | 0,085 | -0,006 | -1,10 | |
| 2 | 0,086 | -0,005 | -0,90 | |
| 6 | 0,086 | -0,005 | -0,90 | |
| 7 | 0,089 | -0,002 | -0,40 | |
| 15 | 0,089 | -0,002 | -0,40 | |
| 41 | 0,089 | -0,002 | -0,40 | |
| 20 | 0,090 | -0,001 | -0,20 | |
| 27 | 0,090 | -0,001 | -0,20 | |
| 37 | 0,090 | -0,001 | -0,20 | |
| 45 | 0,090 | -0,001 | -0,20 | |
| 13 | 0,091 | 0,000 | -0,10 | |
| 31 | 0,091 | 0,000 | -0,10 | |
| 33 | 0,091 | 0,000 | -0,10 | |
| 32 | 0,093 | 0,002 | 0,30 | |
| 25 | 0,094 | 0,003 | 0,50 | |
| 28 | 0,094 | 0,003 | 0,50 | |
| 34 | 0,095 | 0,004 | 0,60 | |
| 23 | 0,096 | 0,005 | 0,80 | |
| 43 | 0,096 | 0,005 | 0,80 | |
| 1 | 0,097 | 0,006 | 1,00 | |
| 40 | 0,098 | 0,007 | 1,10 | |
| 21 | 0,099 | 0,008 | 1,30 | |
| 39 | 0,105 | 0,014 | 2,30 | Questionável |
| 22 | 0,107 | 0,016 | 2,70 | Questionável |

| | |
|---------------------------------------|-------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 23 |
| Média Robusta | 0,091 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,006 |
| Mediana | 0,091 |
| Média Aritmética | 0,089 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,018 |
| Repro do grupo | 0,017 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 0,109 |
| 3 sigma Abaixo | 0,074 |

Figura 27. Representação das médias dos resultados para o ensaio deteor de Fósforo.

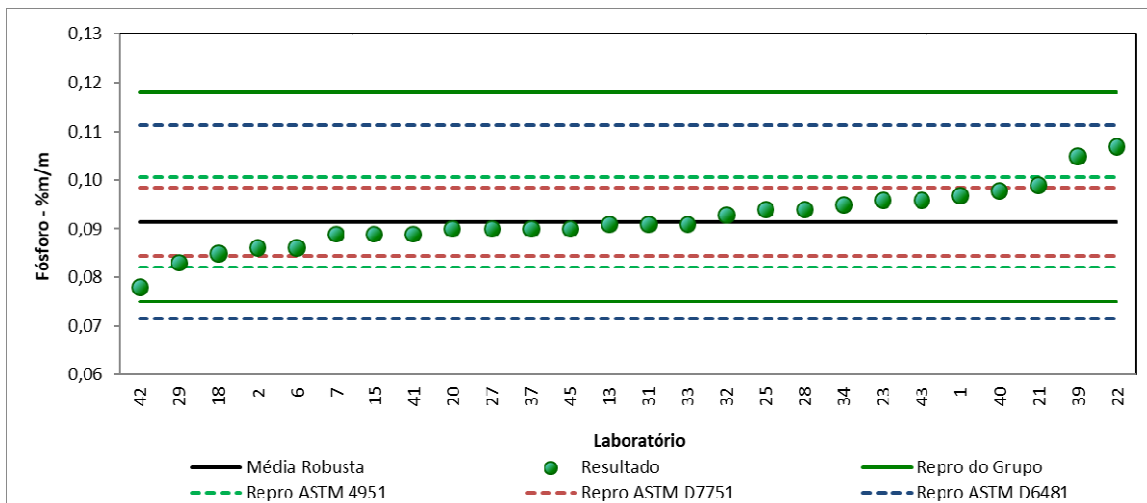
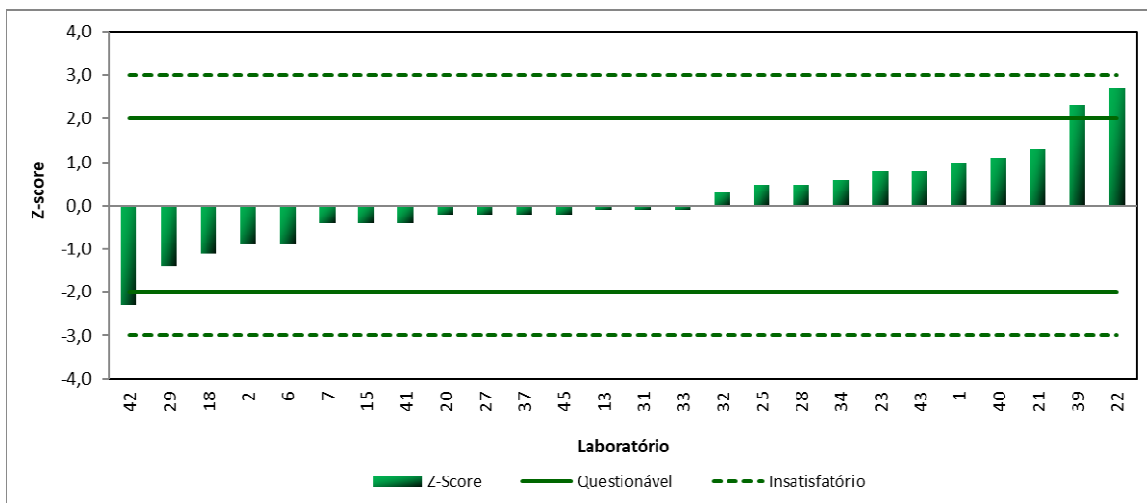


Figura 28. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio:Fósforo.



Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

3.2.15 – Cinzas Sulfatadas

Normas: ASTM D874

| Laboratório | Resultado | Desvio | Z-Score | Observação |
|-------------|-----------|--------|---------------|----------------|
| 14 | 0,01 | -0,90 | -14,20 | Insatisfatório |
| 5 | 0,76 | -0,15 | -2,40 | Questionável |
| 25 | 0,78 | -0,13 | -2,00 | |
| 41 | 0,86 | -0,05 | -0,80 | |
| 38 | 0,89 | -0,02 | -0,30 | |
| 4 | 0,93 | 0,02 | 0,30 | |
| 22 | 0,94 | 0,03 | 0,50 | |
| 11 | 0,95 | 0,04 | 0,60 | |
| 1 | 0,96 | 0,05 | 0,80 | |
| 3 | 0,97 | 0,06 | 1,00 | |
| 42 | 0,98 | 0,07 | 1,10 | |

| | |
|---------------------------------------|------|
| Nº de Resultados Satisfatórios | 9 |
| Média Robusta | 0,91 |
| Desvio Padrão Robusto | 0,06 |
| Mediana | 0,93 |
| Média Aritmética | 0,82 |
| Desvio Padrão Aritmético | 0,28 |
| Repro do grupo | 0,20 |
| Intervalos do Grupo | |
| 3 sigma Acima | 1,10 |
| 3 sigma Abaixo | 0,72 |

Figura 29. Representação das médias dos resultados para o ensaio de Cinzas Sulfatadas.

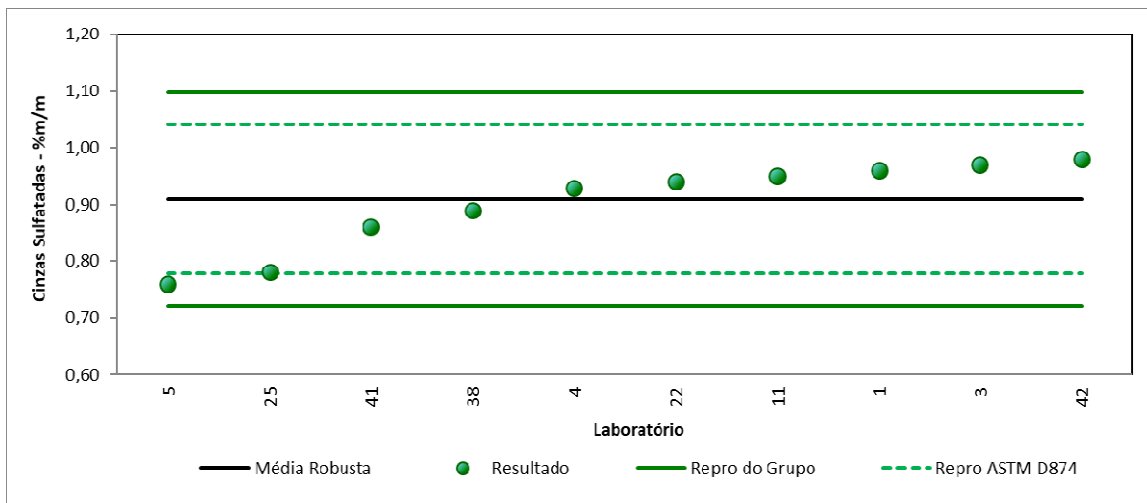
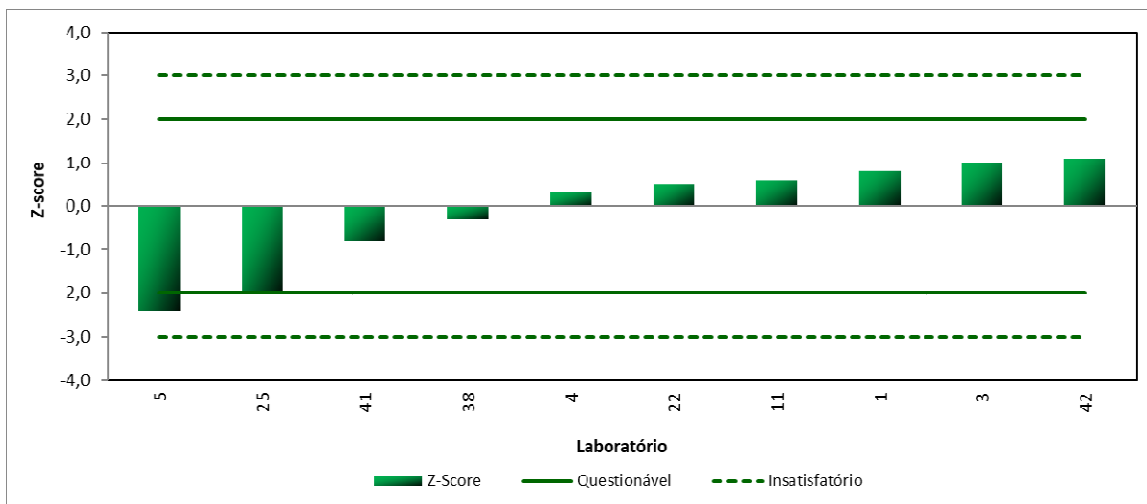


Figura 30. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cinzas Sulfatadas.



Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

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

Normas: ASTM D4741/ D5481/D4683

Somente quatro laboratórios reportaram resultados para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS. Com base nos valores reportados, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 10.

Por se tratar de uma amostra 15W40, os resultados obtidos foram considerados satisfatórios.

Tabela 10. Resultados por laboratório para o ensaio de viscosidade a alta temperatura e alto cisalhamento - HTHS

| Laboratório | Resultado (mPa.s) |
|-------------|-------------------|
| 1 | 4,0 |
| 14 | 3,8 |
| 25 | 4,3 |
| 41 | 3,7 |

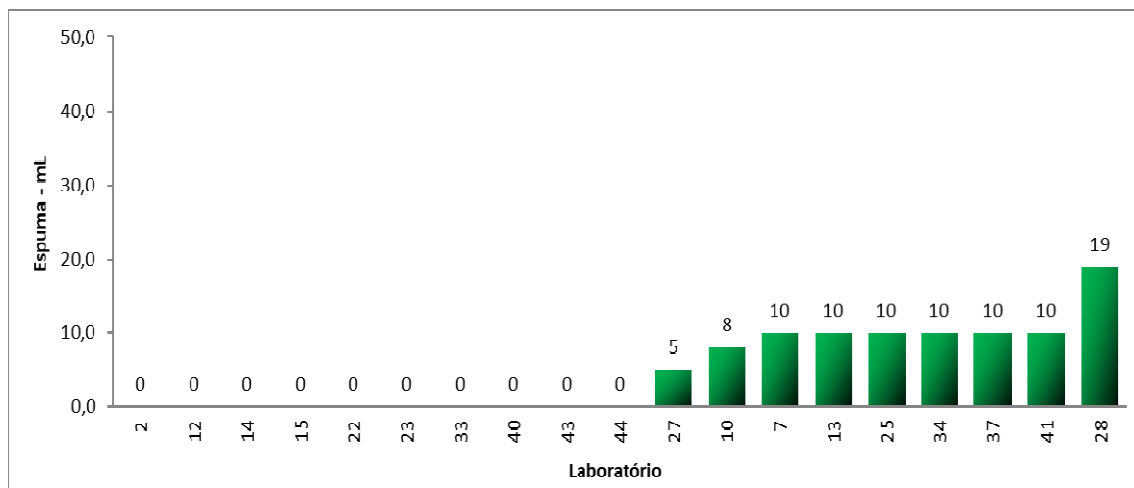
3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

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.

Dezenove 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 31.

Figura 31. Representação dos resultados para o ensaio de espuma.



Considerando apenas a mediana para o ensaio (0 mL), recomenda-se que o laboratório 28 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro. Devem ser observadas as boas práticas de laboratório e as regras básicas de leitura de instrumentos analíticos como provetas, principalmente no que diz respeito a precisão e exatidão analítica desses instrumentos.

3.5 – Avaliação do ensaio de teor de Molibdênio

Normas: NBR 14786/ASTM D4951/D7751

Dezesseis laboratórios reportaram resultados para o ensaio teor de molibdênio. Com base nos valores reportados, não foi possível a realização do tratamento estatístico, tendo em vista que a amostra não foi dopada com tal elemento, e os valores apresentados podem estar no limite de detecção/quantificação do método/equipamentos. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 11.

Tabela 11. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Molibdênio

| Laboratório | Resultado (%m/m) |
|-------------|------------------|
| 14 | 0,001 |
| 40 | 0,001 |
| 33 | 0,006 |
| 37 | 0,006 |
| 2 | 0,007 |
| 15 | 0,007 |
| 20 | 0,007 |
| 22 | 0,007 |
| 25 | 0,007 |
| 28 | 0,007 |
| 41 | 0,007 |
| 42 | 0,007 |
| 45 | 0,007 |
| 1 | 0,008 |
| 43 | 0,008 |
| 29 | 0,012 |

3.6 – Avaliação do ensaio de teor de Magnésio

Norma: NBR 14786/NBR 14066/ASTMD4951/D4628/D6481/D7751

Treze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de magnésio. Com base nos valores apresentados, não foi possível a realização do tratamento estatístico, tendo em vista que a amostra não foi dopada com tal elemento, e os valores reportados podem estar no limite de detecção/quantificação do método/equipamentos. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 12

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Magnésio

| Laboratório | Resultado (%m/m) |
|-------------|------------------|
| 18 | 0,000 |
| 14 | 0,000 |
| 42 | 0,013 |
| 15 | 0,014 |
| 25 | 0,014 |
| 43 | 0,014 |
| 45 | 0,014 |
| 41 | 0014 |
| 20 | 0,015 |
| 22 | 0,016 |
| 1 | 0,020 |
| 29 | 0,057 |
| 40 | 0,084 |

3.7 – Avaliação do ensaio de teor de Boro

Normas: NBR 14786/ASTMD4951

Somente sete laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de Boro. Com base nos valores apresentados, não foi possível a realização do tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento, e tais resultados podem estar abaixo dos limites de detecção/quantificação do método/equipamentos. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 13.

Tabela 13. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de Boro

| Laboratório | Resultado (%m/m) |
|-------------|------------------|
| 14 | 0,000 |
| 25 | 0,006 |
| 41 | 0,006 |
| 42 | 0,006 |
| 20 | 0,007 |
| 15 | 0,008 |
| 45 | 0,154 |

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 | 0,064 |
| 14 | 0,073 |
| 24 | 0,086 |
| 11 | 0,095 |
| 42 | 0,150 |

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

Normas ASTM D4684

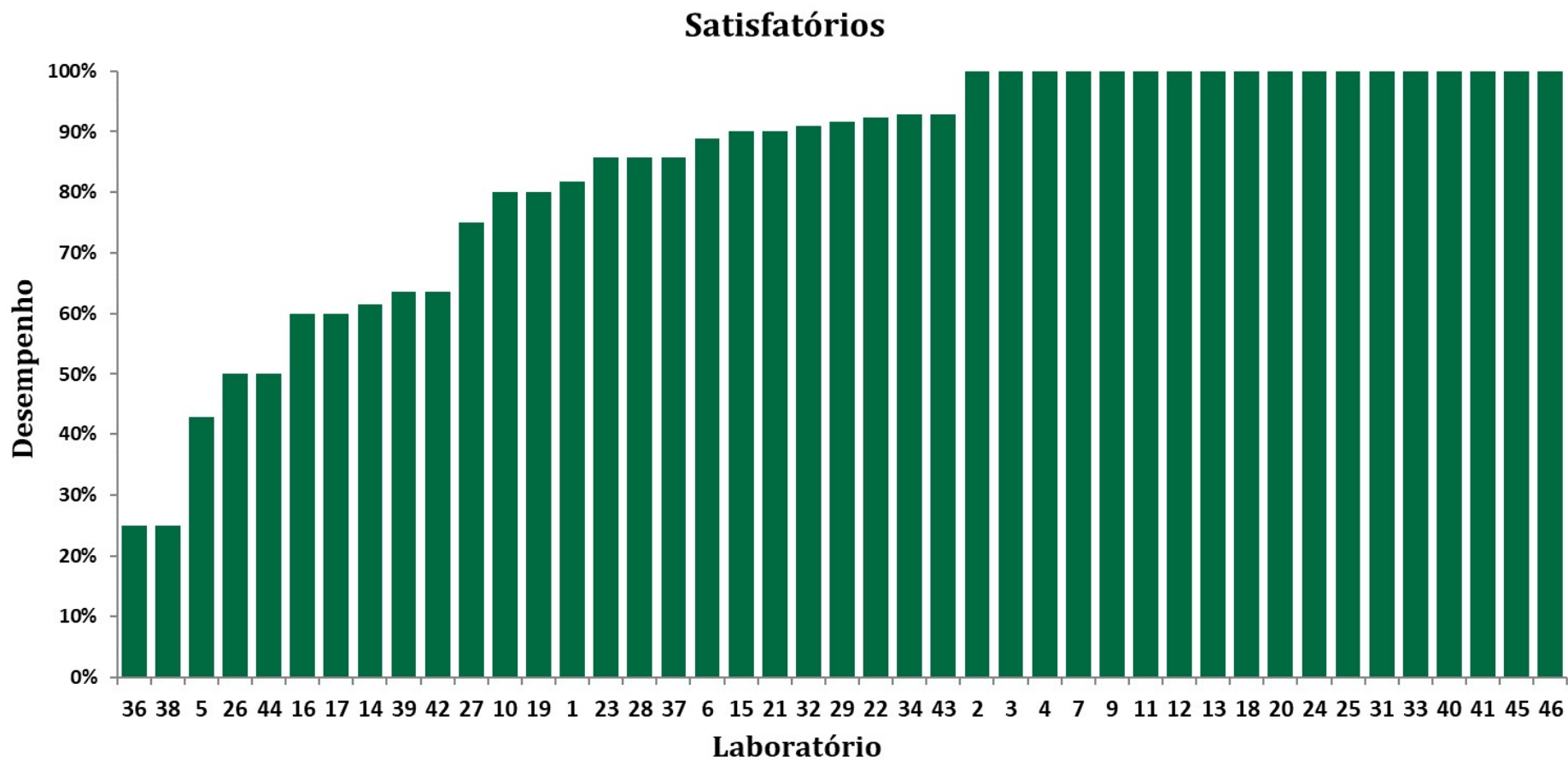
Apenas quatro laboratórios reportaram resultados para o ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 15.

Tabela 15. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura

| Laboratório | Resultado (mPa.s) |
|-------------|-------------------|
| 30 | 30274 |
| 22 | 39950 |
| 41 | 42378 |
| 14 | 42691 |

3.10– Gráficos de desempenho

Figura 32. 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 33. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

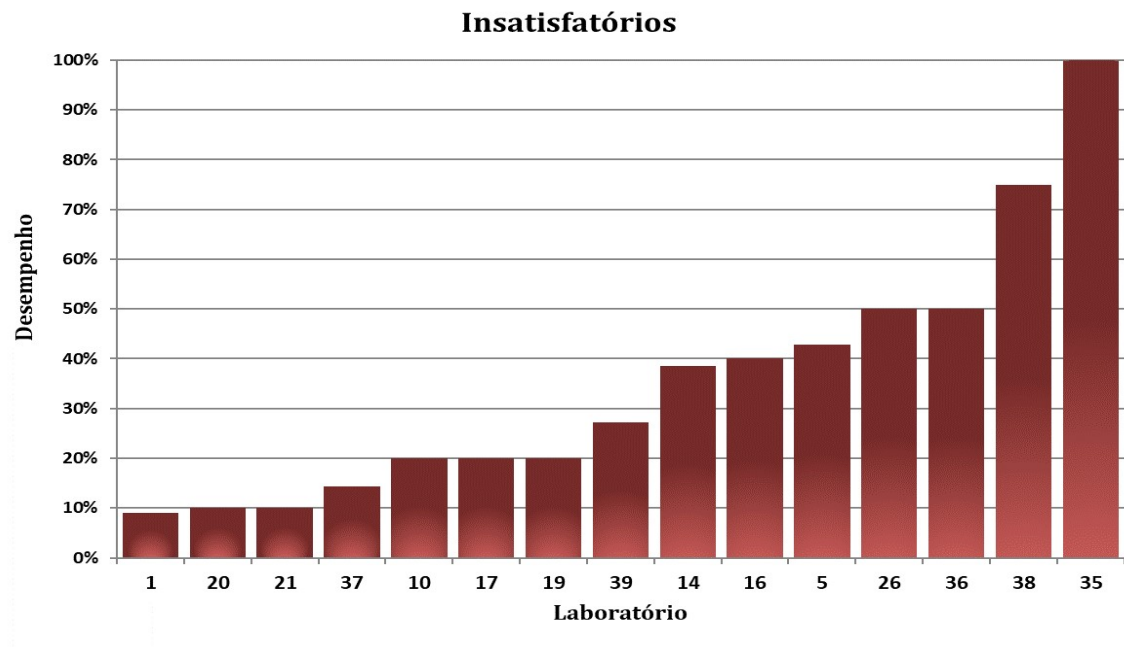
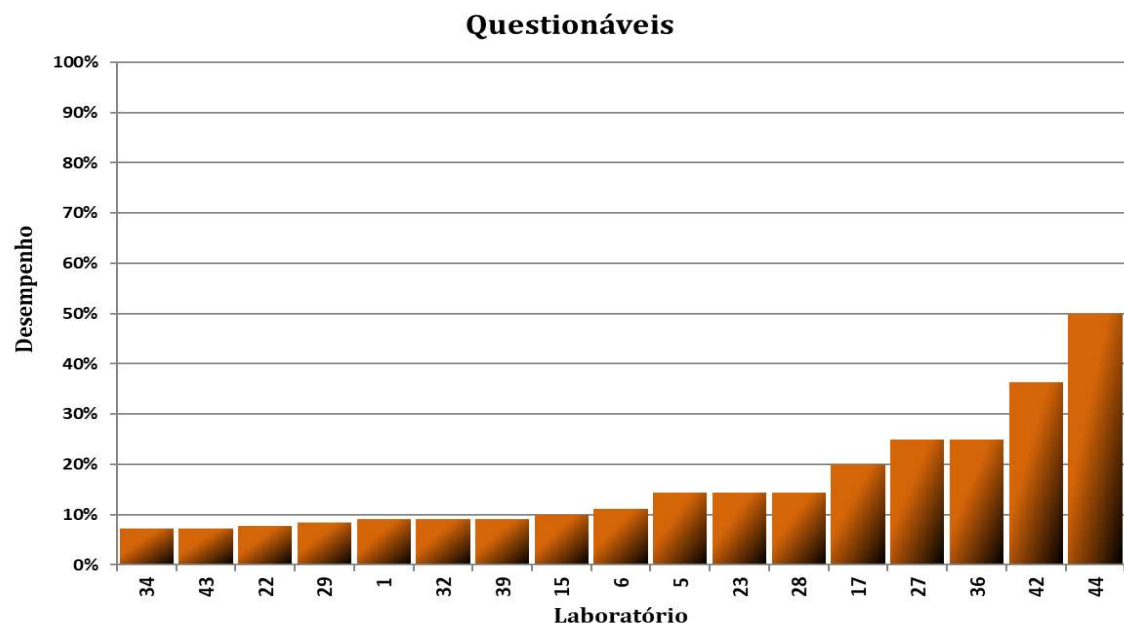


Figura 34. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



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

4 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

4.1. Resumo do tratamento estatístico

| Ensaio | Unidade | Nº de Resultados Satisfatórios | Média Robusta | Desvio Padrão Robusto | Mediana | Média Aritmética | Desvio Padrão Aritmético | Repro do grupo | Intervalos do Grupo | |
|--|--------------------------|--------------------------------|---------------|-----------------------|---------|------------------|--------------------------|----------------|---------------------|----------------|
| | | | | | | | | | 3 sigma acima | 3 sigma abaixo |
| Viscosidade Cinemática a 100°C | mm ² /s (cSt) | 33 | 13,88 | 0,10 | 13,88 | 18,26 | 19,92 | 0,29 | 14,18 | 13,58 |
| Viscosidade Cinemática a 40°C | mm ² /s (cSt) | 35 | 96,62 | 0,74 | 96,70 | 92,58 | 17,55 | 2,10 | 98,83 | 94,42 |
| Índice de Viscosidade | Adimensional | 32 | 145,85 | 1,60 | 146,00 | 146,97 | 6,09 | 4,59 | 150,65 | 141,04 |
| Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS | mPa.s | 20 | 4362 | 125 | 4363 | 4380 | 184 | 367 | 4736 | 3988 |
| Ponto de Fulgor | °C | 33 | 230,5 | 7,9 | 232,0 | 228,7 | 12,9 | 22,5 | 254,1 | 206,9 |
| Ponto de Fluidez | °C | 23 | -32 | 3 | -33 | -29 | 15 | 10 | -22 | -42 |
| Perda por Evaporação - NOACK | % | 16 | 8,9 | 1,0 | 8,9 | 9,1 | 1,2 | 2,9 | 11,8 | 6,0 |
| IBN - TBN | mg KOH/g | 21 | 8,10 | 0,46 | 8,10 | 8,03 | 0,59 | 1,36 | 9,49 | 6,71 |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos | mm ² /s (cSt) | 11 | 12,33 | 0,34 | 12,36 | 12,33 | 0,30 | 1,09 | 13,36 | 11,29 |
| Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda | % m/m | 11 | 10,68 | 2,38 | 10,9 | 10,68 | 2,09 | 7,49 | 17,81 | 3,55 |
| Cinzas Sulfatadas | %m/m | 9 | 0,91 | 0,06 | 0,93 | 0,82 | 0,28 | 0,20 | 1,10 | 0,72 |
| Cálcio | % m/m | 24 | 0,218 | 0,009 | 0,219 | 0,210 | 0,043 | 0,026 | 0,245 | 0,191 |
| Zinco | % m/m | 23 | 0,102 | 0,004 | 0,102 | 0,099 | 0,020 | 0,013 | 0,115 | 0,089 |
| Enxofre | % m/m | 21 | 0,385 | 0,024 | 0,397 | 0,375 | 0,081 | 0,071 | 0,458 | 0,312 |
| Fósforo | % m/m | 23 | 0,091 | 0,006 | 0,091 | 0,089 | 0,018 | 0,017 | 0,109 | 0,074 |

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;
- 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.

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).