

# PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

8<sup>a</sup> Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



# RELATÓRIO PRELIMINAR

## Programa Interlaboratorial de Lubrificantes

# PIL – 8<sup>a</sup> EDIÇÃO

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



## **Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis**

### **Diretor-Geral**

Rodolfo Henrique de Saboia

### **Diretores**

Symone Christine de Santana Araújo

Daniel Maia Vieira

Fernando Moura

Claudio Jorge Martins de Souza

### **Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos**

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

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 Sígilo 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

**1<sup>a</sup> 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](mailto: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<sup>[1]</sup>.

### 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 8<sup>a</sup> 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 AGROQUIMICA 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 Cristovão

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  
QUANTIQ 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.

Ensaios 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<sup>[2]</sup>, sendo constatada, ao final das análises, a homogeneidade do lote enviado aos participantes.

**Tabela1** – 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<sup>[2]</sup>. Esse método é baseado na mediana do conjunto de dados e sua principal característica é a atenuação do efeito dos valores dispersos (*outliers*), por meio de sucessivas iterações nas quais ocorre um ajuste de dados. Após essa etapa, são calculados os parâmetros estatísticos de média robusta e desvio padrão robusto.

## 2.6 Avaliação do desempenho dos participantes

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

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

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

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

onde:

$x_i$  = valor obtido pelo laboratório;

$x_{pt}$  = valor de consenso;

$S_R$  = desvio padrão robusto do grupo.

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

$|z| \geq 3$  Resultado Insatisfatório

$2 < |z| < 3$  Resultado Questionável

$|z| \leq 2$  Resultado Satisfatório

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

### 3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO

#### 3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos

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

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Indice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura	HTHS
Unidade	mm <sup>2</sup> /s (cSt)	mm <sup>2</sup> /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)

Ensaios	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)

Ensaios	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos - perda	Cálcio	Zinco	Enxofre
Unidade	mm <sup>2</sup> /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)

Ensaios	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 automotivoapós 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		
Ponto de Fluídez	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 automotivoapós 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 Fluídez	n				n	n					
Perda por Evaporação - NOACK	n	n		n	n	n	n	n	n	n	n
IBN - TBN	n			n				n	n	n	n
Estabilidade ao Cisalhamento - 30 ciclos	n	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	n
Cinzas Sulfatadas	n	n	i	n	n	n	n	n	n	n	n
Cálcio	n		i		n	n					
Zinco	n		i		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 automotivoapós a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 3).

Ensaios	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	
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 automotivoapós a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).

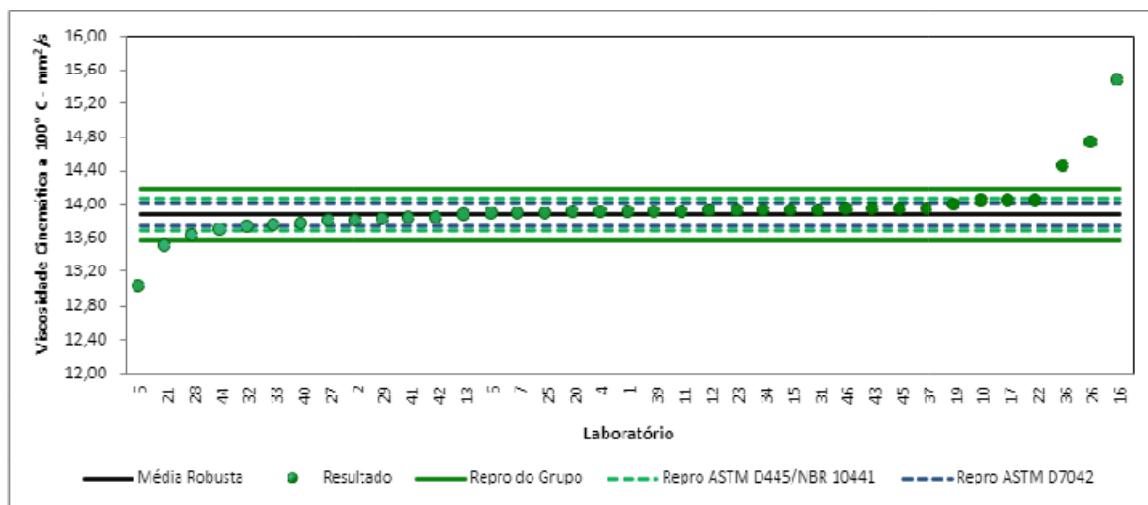
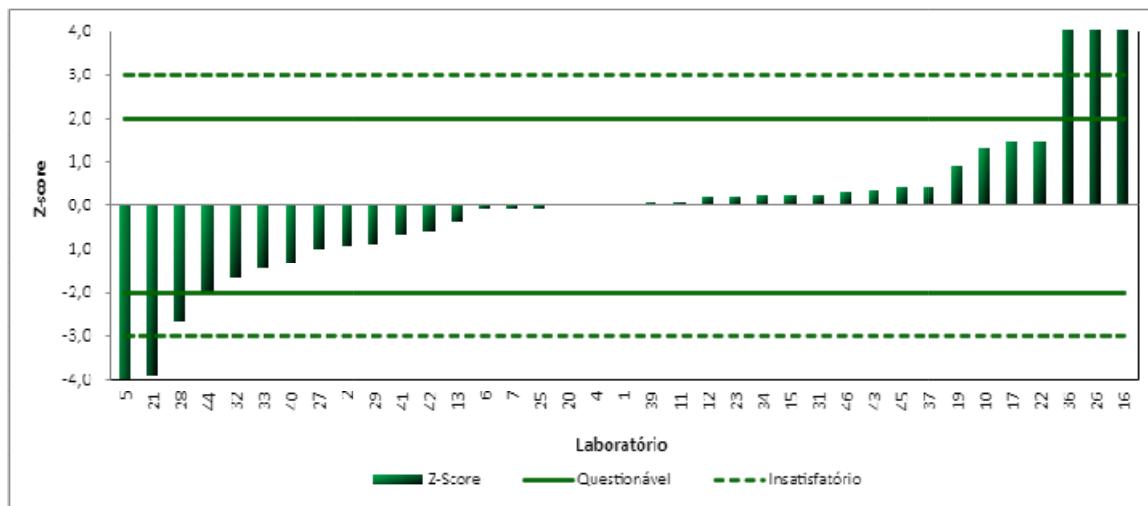
Ensaios	Identificação do laboratório														
	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46
Viscosidade Cinemática a 100°C				i	i		i						q		
Viscosidade Cinemática a 40°C	q			i	i		i	i							
Índice de Viscosidade				n	n		i	i					n		n
Viscosidade Dinâmica à baixa temperatura - CCS	n			n	n		n	n			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
Cálcio				n	n		n						n		n
Zinco				n	n		n					q	q		n
Enxofre			q	n	n		i			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	nº de Resultados Satisfatórios	33
5	13,00	-0,88	<b>-8,69</b>	Insatisfatório	Média Robusta	13,88
21	13,48	-0,40	<b>-3,95</b>	Insatisfatório	Desvio Padrão Robusto	0,10
28	13,61	-0,27	<b>-2,67</b>	Questionável	Mediana	13,88
44	13,68	-0,21	<b>-2,02</b>	Questionável	Média Aritmética	18,26
32	13,71	-0,17	<b>-1,68</b>		Desvio Padrão Aritmético	19,92
33	13,73	-0,15	<b>-1,48</b>		Reprodutibilidade do grupo	0,29
40	13,74	-0,14	<b>-1,38</b>		Intervalos do Grupo	
27	13,78	-0,11	<b>-1,04</b>		3 sigma Acima	14,18
2	13,79	-0,10	<b>-0,94</b>		3 sigma Abaixo	13,58
29	13,79	-0,09	<b>-0,89</b>			
41	13,81	-0,07	<b>-0,69</b>			
42	13,82	-0,06	<b>-0,59</b>			
13	13,84	-0,04	<b>-0,40</b>			
3	13,85	-0,03	<b>-0,30</b>			
14	13,85	-0,03	<b>-0,30</b>			
6	13,87	-0,01	<b>-0,10</b>			
7	13,87	-0,01	<b>-0,10</b>			
25	13,87	-0,01	<b>-0,10</b>			
20	13,88	-0,01	<b>-0,05</b>			
4	13,88	0,00	<b>-0,03</b>			
1	13,88	0,00	<b>0,00</b>			
39	13,88	0,00	<b>0,02</b>			
11	13,89	0,00	<b>0,05</b>			
12	13,90	0,02	<b>0,20</b>			
23	13,90	0,02	<b>0,20</b>			
34	13,90	0,02	<b>0,23</b>			
15	13,91	0,02	<b>0,24</b>			
31	13,91	0,02	<b>0,24</b>			
46	13,91	0,03	<b>0,29</b>			
43	13,92	0,03	<b>0,34</b>			
45	13,92	0,04	<b>0,39</b>			
37	13,93	0,04	<b>0,44</b>			
18	13,94	0,06	<b>0,59</b>			
19	13,97	0,09	<b>0,89</b>			
10	14,01	0,13	<b>1,31</b>			
17	14,03	0,14	<b>1,43</b>			
22	14,03	0,14	<b>1,43</b>			
36	14,44	0,56	<b>5,52</b>	Insatisfatório		
26	14,71	0,82	<b>8,14</b>	Insatisfatório		
16	15,46	1,58	<b>15,59</b>	Insatisfatório		
38	93,18	79,30	<b>782,52</b>	Insatisfatório		
35	117,70	103,82	<b>1024,49</b>	Insatisfatório		

**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.

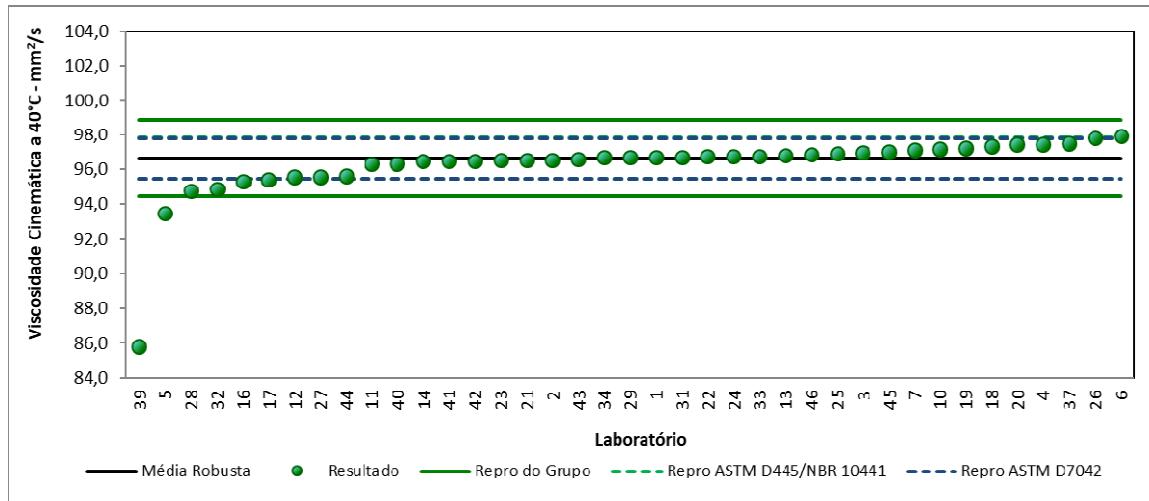
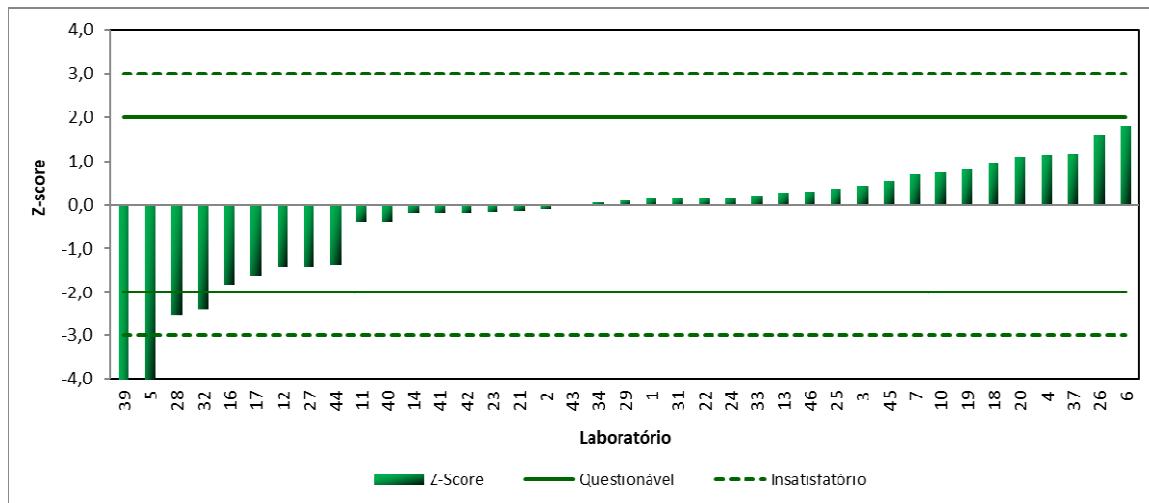
Observação: Os laboratórios 35 e 38 foram excluídos da escala para facilitar as leituras dos gráficos.

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

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

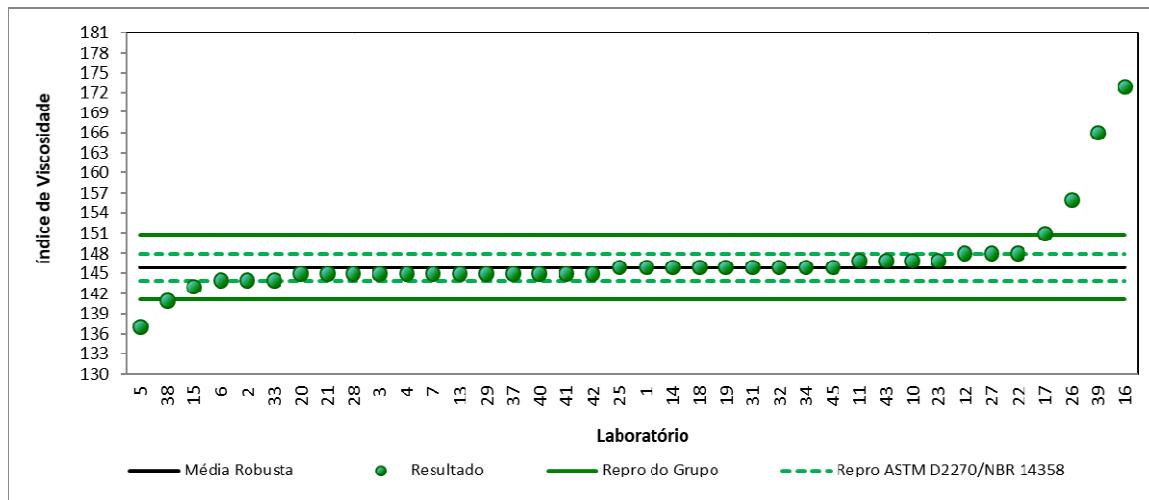
### 3.2.3 – Índice de Viscosidade

Normas: NBR 14358/ASTM D 2270

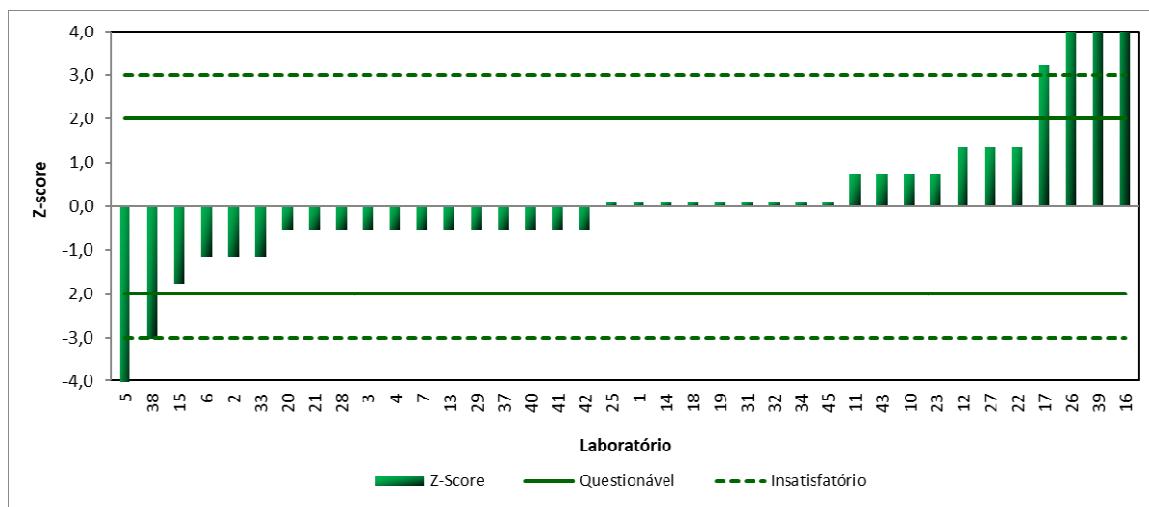
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
5	137	-9	-5,53	Insatisfatório
38	141	-5	-3,03	Insatisfatório
15	143	-3	-1,78	
6	144	-2	-1,15	
2	144	-2	-1,15	
33	144	-2	-1,15	
20	145	-1	-0,53	
21	145	-1	-0,53	
28	145	-1	-0,53	
3	145	-1	-0,53	
4	145	-1	-0,53	
7	145	-1	-0,53	
13	145	-1	-0,53	
29	145	-1	-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

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

**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.



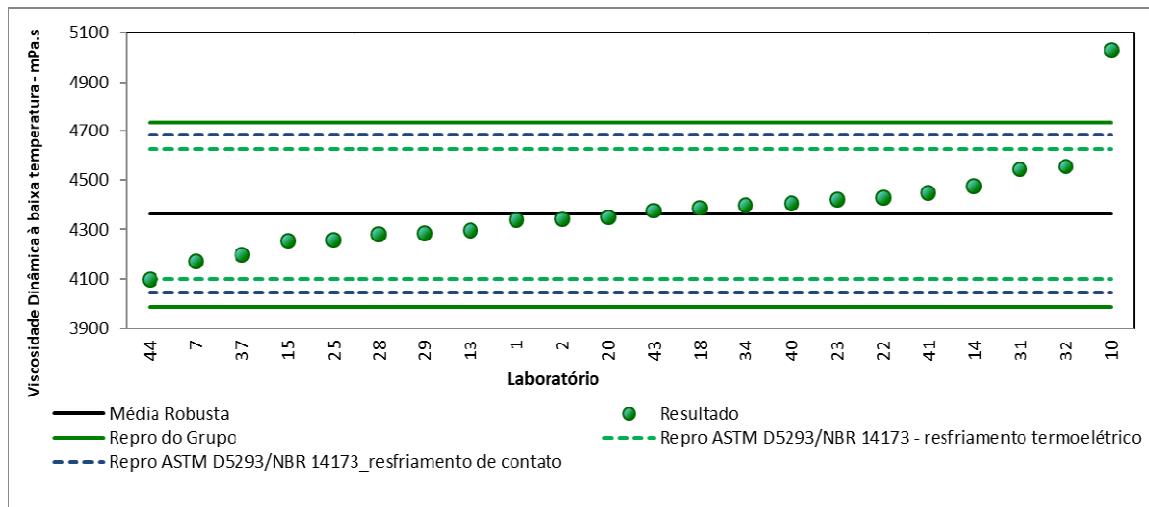
### 3.2.4 – Viscosidade Dinâmica a baixa temperatura - CCS

Normas: NBR 14173/ASTM D5293

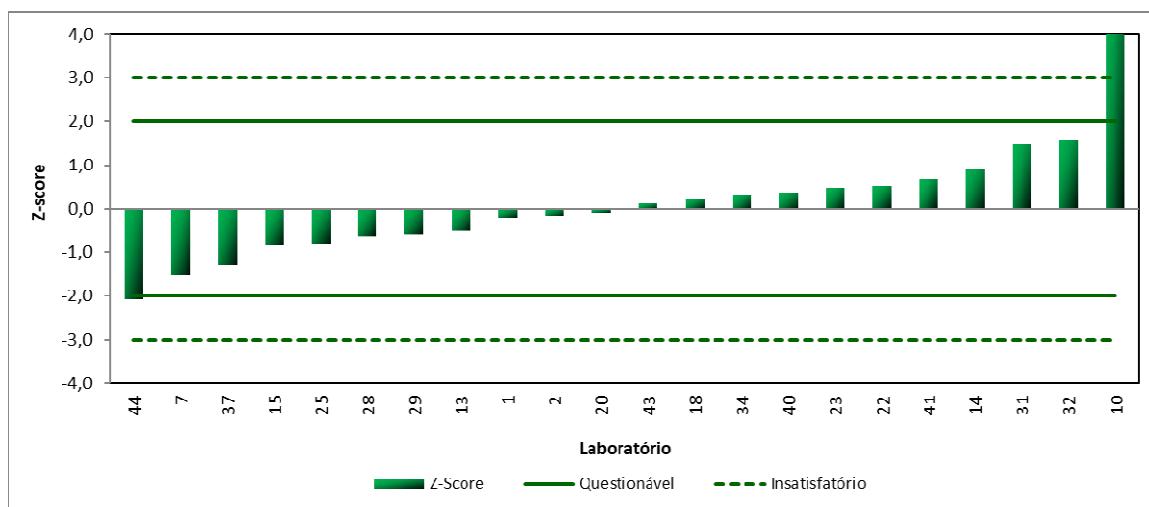
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
44	4101	-261	<b>-2,09</b>	Questionável
7	4171	-191	<b>-1,53</b>	
37	4199	-163	<b>-1,30</b>	
15	4255	-107	<b>-0,86</b>	
25	4261	-101	<b>-0,81</b>	
28	4281	-81	<b>-0,65</b>	
29	4288	-74	<b>-0,59</b>	
13	4298	-64	<b>-0,51</b>	
1	4338	-24	<b>-0,19</b>	
2	4342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

Nº de Resultados Satisfatórios	20
<b>Média Robusta</b>	4362
<b>Desvio Padrão Robusto</b>	125
<b>Mediana</b>	4363
<b>Média Aritmética</b>	4380
<b>Desvio Padrão Aritmético</b>	184
<b>Repro do grupo</b>	367
<b>Intervalos do Grupo</b>	
<b>3 sigma Acima</b>	4736
<b>3 sigma Abaixo</b>	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.



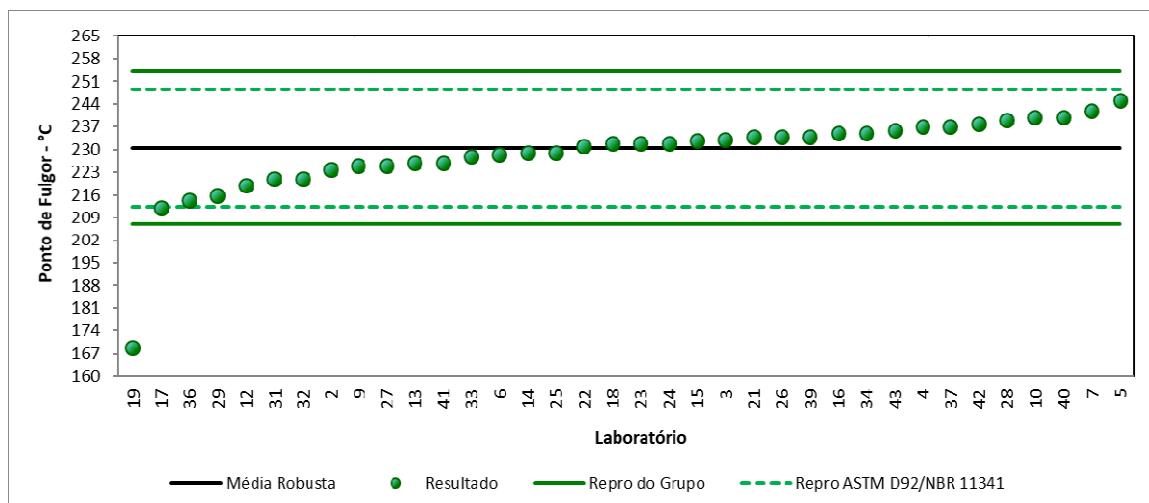
### 3.2.5. Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341 / ASTM D92

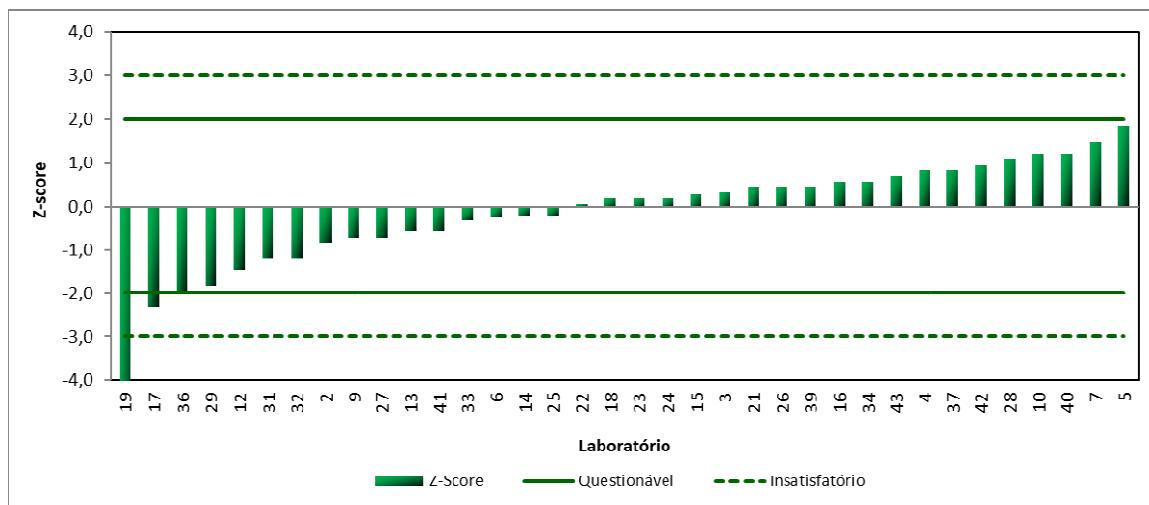
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
19	169,0	-61,5	<b>-7,83</b>	Insatisfatório
17	212,1	-18,4	<b>-2,34</b>	Questionável
36	214,5	-16,0	<b>-2,04</b>	Questionável
29	216,0	-14,5	<b>-1,85</b>	
12	219,0	-11,5	<b>-1,47</b>	
31	221,0	-9,5	<b>-1,21</b>	
32	221,0	-9,5	<b>-1,21</b>	
2	224,0	-6,5	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

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.



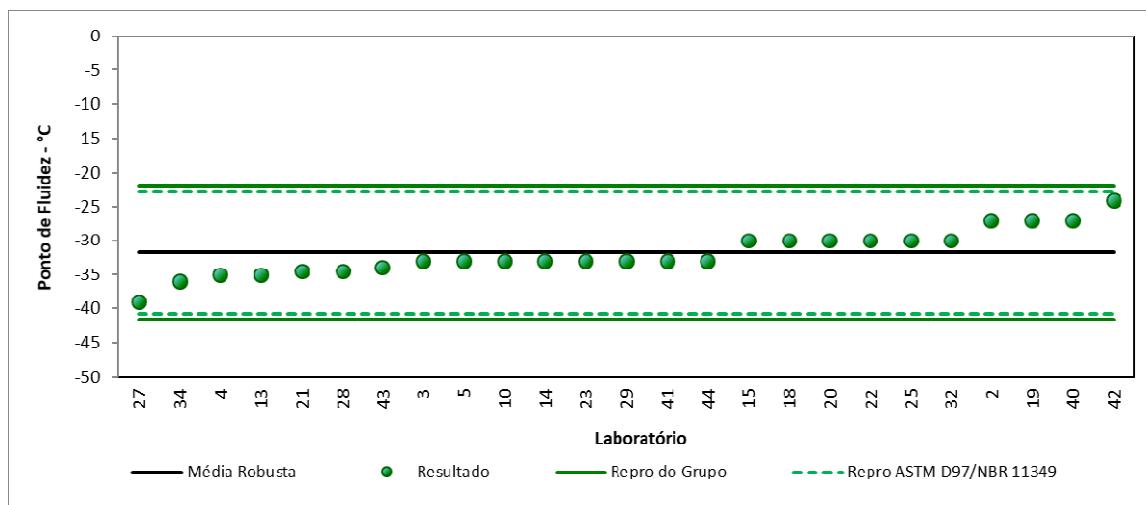
### 3.2.6–Ponto de Fluidez

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

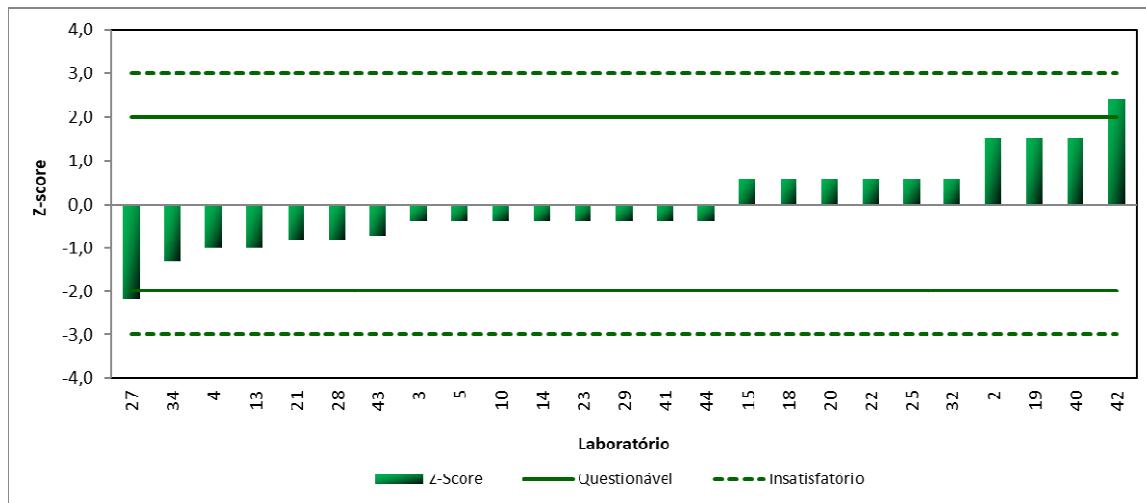
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
27	-39	-7	-2,20	Questionável
34	-36	-4	-1,30	
4	-35	-3	-1,00	
13	-35	-3	-1,00	
21	-35	-3	-0,80	
28	-35	-3	-0,80	
43	-34	-2	-0,70	
3	-33	-1	-0,40	
5	-33	-1	-0,40	
10	-33	-1	-0,40	
14	-33	-1	-0,40	
23	-33	-1	-0,40	
29	-33	-1	-0,40	
41	-33	-1	-0,40	
44	-33	-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
<b>Intervalos do Grupo</b>	
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.

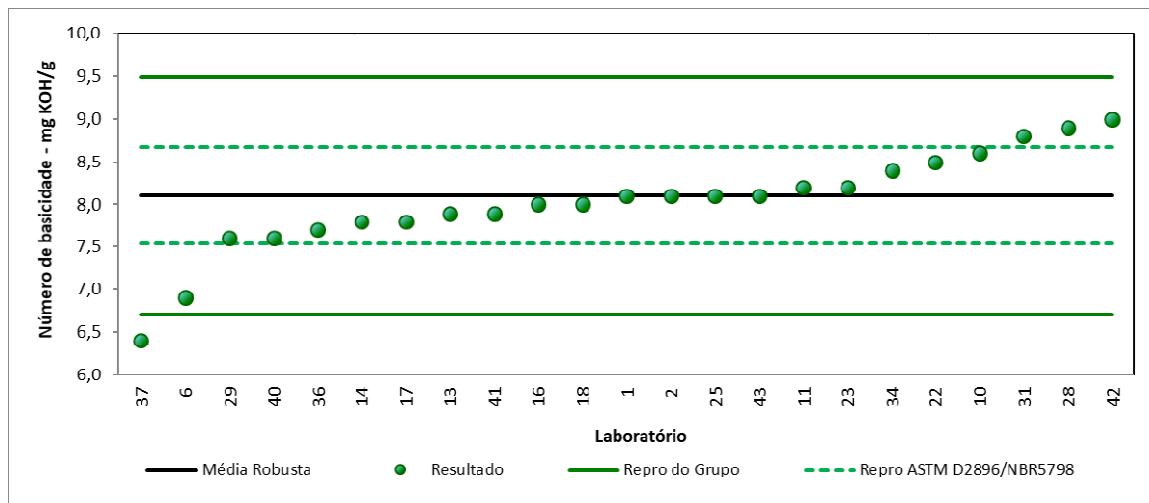
### 3.2.7–Número de Basicidade - TBN

Normas: NBR 5798/ASTM D2896

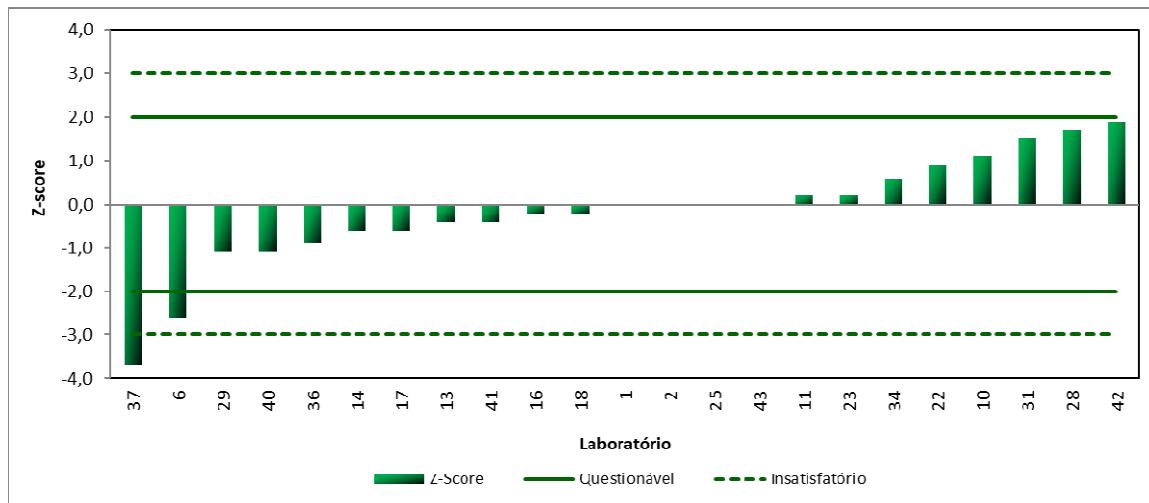
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
37	6,40	-1,70	-3,70	Insatisfatório
6	6,90	-1,20	-2,60	Questionável
29	7,60	-0,50	-1,10	
40	7,60	-0,50	-1,10	
36	7,70	-0,40	-0,90	
14	7,80	-0,30	-0,60	
17	7,80	-0,30	-0,60	
13	7,90	-0,20	-0,40	
41	7,90	-0,20	-0,40	
16	8,00	-0,10	-0,20	
18	8,00	-0,10	-0,20	
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.



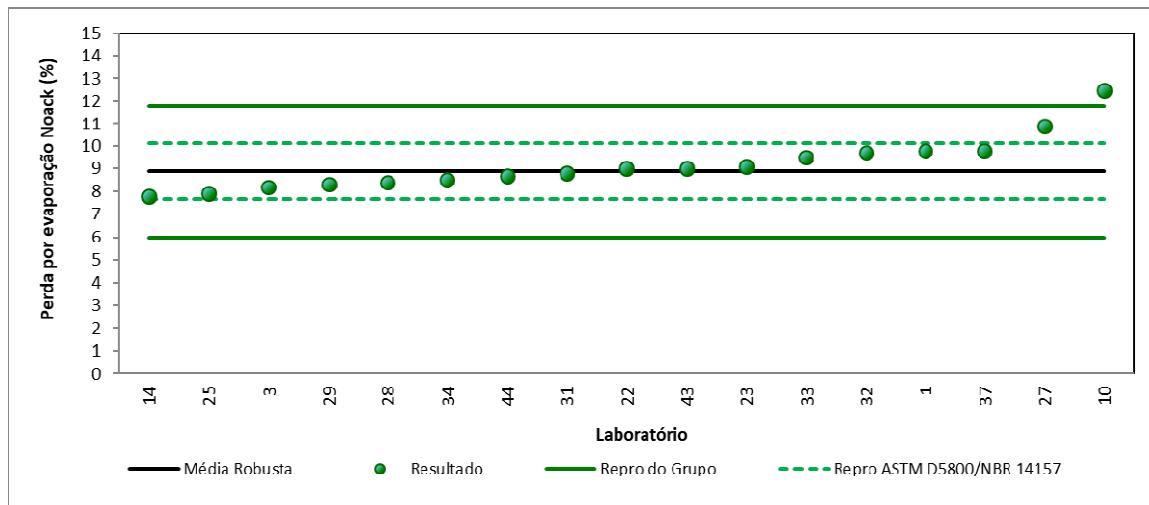
### 3.2.8–Perda por Evaporação - Noack

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

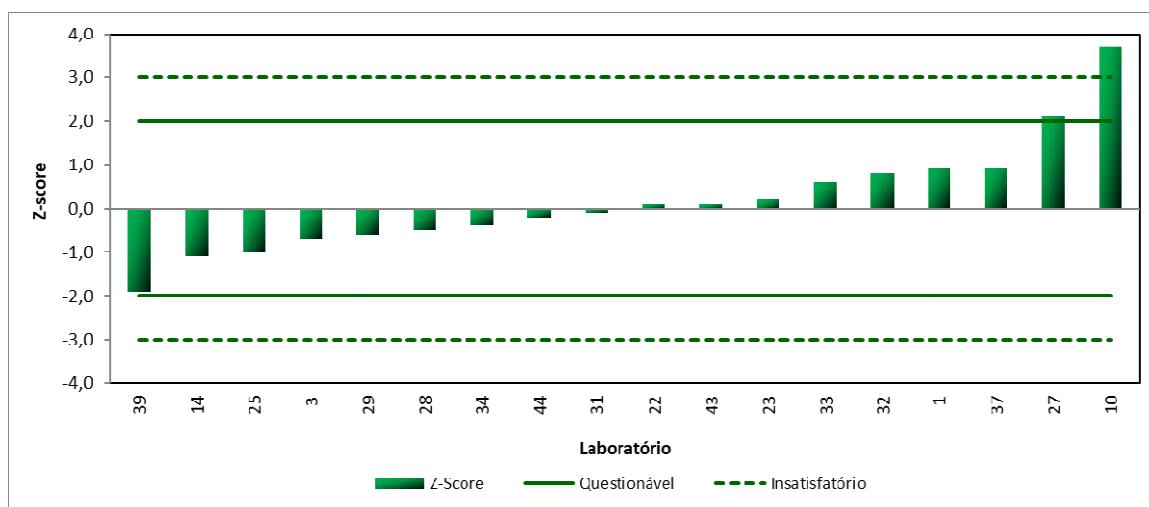
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
39	7,1	-1,8	-1,90	
14	7,8	-1,1	-1,10	
25	7,9	-1,0	-1,00	
3	8,2	-0,7	-0,70	
29	8,3	-0,6	-0,60	
28	8,4	-0,5	-0,50	
34	8,5	-0,4	-0,40	
44	8,7	-0,2	-0,20	
31	8,8	-0,1	-0,10	
22	9,0	0,1	0,10	
43	9,0	0,1	0,10	
23	9,1	0,2	0,20	
33	9,5	0,6	0,60	
32	9,7	0,8	0,80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



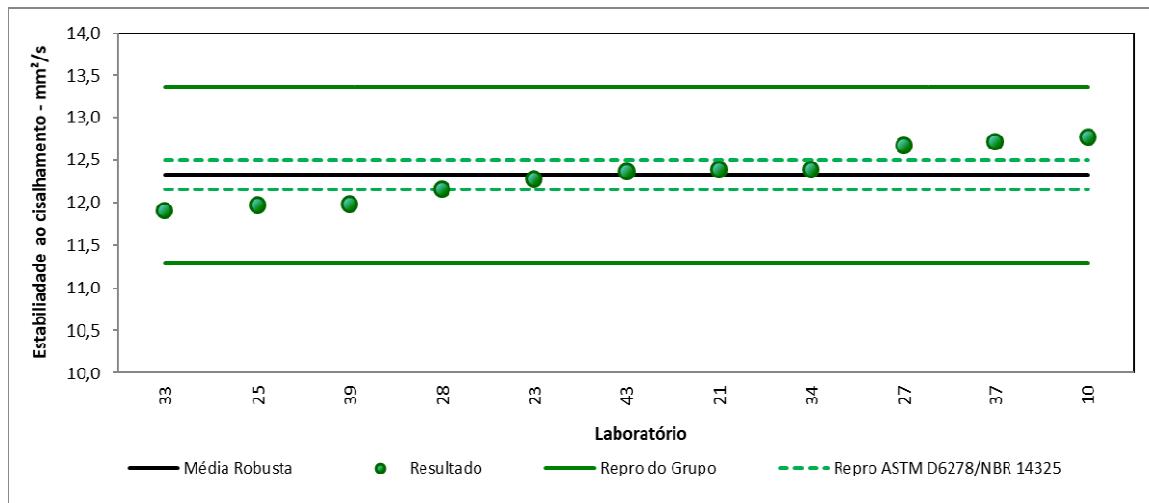
### 3.2.9–Estabilidade ao Cisalhamento

Normas:NBR 14325/ASTM D6278/D7109

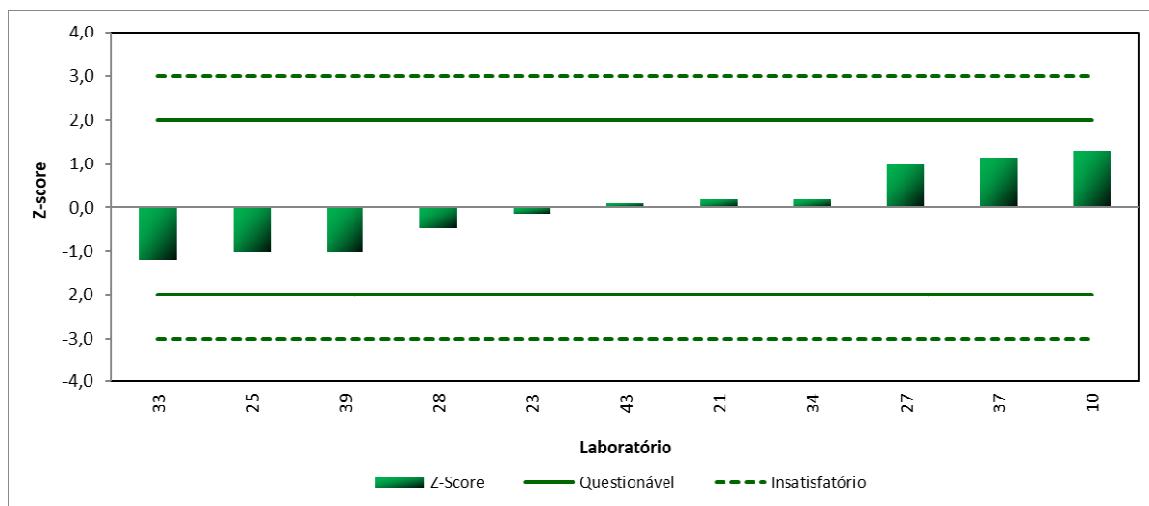
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
33	11,91	-0,42	<b>-1,21</b>	
25	11,97	-0,36	<b>-1,03</b>	
39	11,98	-0,35	<b>-1,01</b>	
28	12,16	-0,17	<b>-0,48</b>	
23	12,28	-0,05	<b>-0,14</b>	
43	12,36	0,03	<b>0,10</b>	
21	12,39	0,06	<b>0,18</b>	
34	12,39	0,06	<b>0,18</b>	
27	12,67	0,34	<b>1,00</b>	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

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



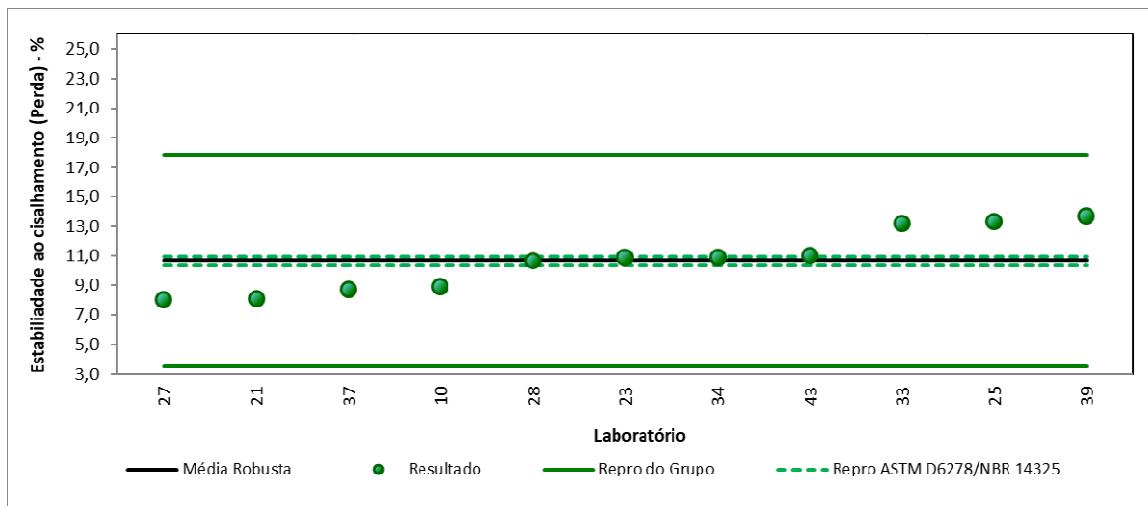
### 3.2.10 – Estabilidade ao Cisalhamento - Perda

Normas:NBR 14325/ASTM D6278/D7109

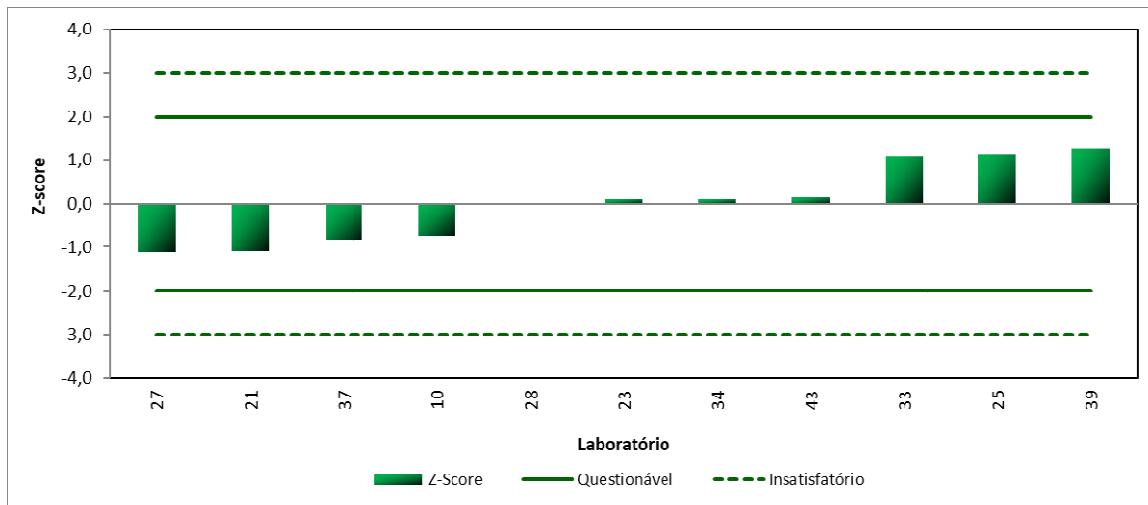
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
27	8,02	-2,66	<b>-1,12</b>	
21	8,08	-2,60	<b>-1,09</b>	
37	8,69	-1,99	<b>-0,84</b>	
10	8,92	-1,76	<b>-0,74</b>	
28	10,65	-0,03	<b>-0,01</b>	
23	10,90	0,22	<b>0,09</b>	
34	10,90	0,22	<b>0,09</b>	
43	11,03	0,35	<b>0,15</b>	
33	13,22	2,54	<b>1,07</b>	
25	13,33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

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

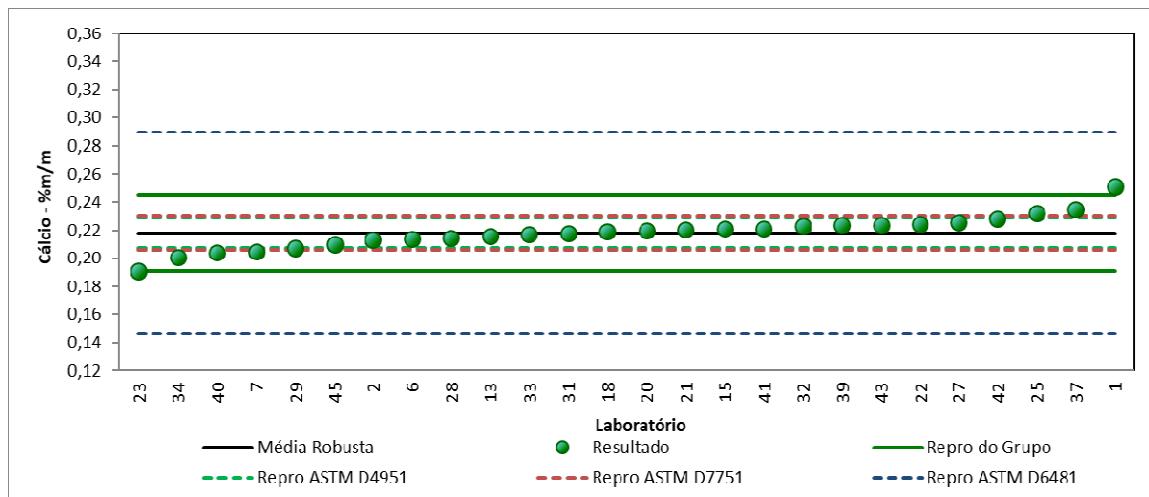
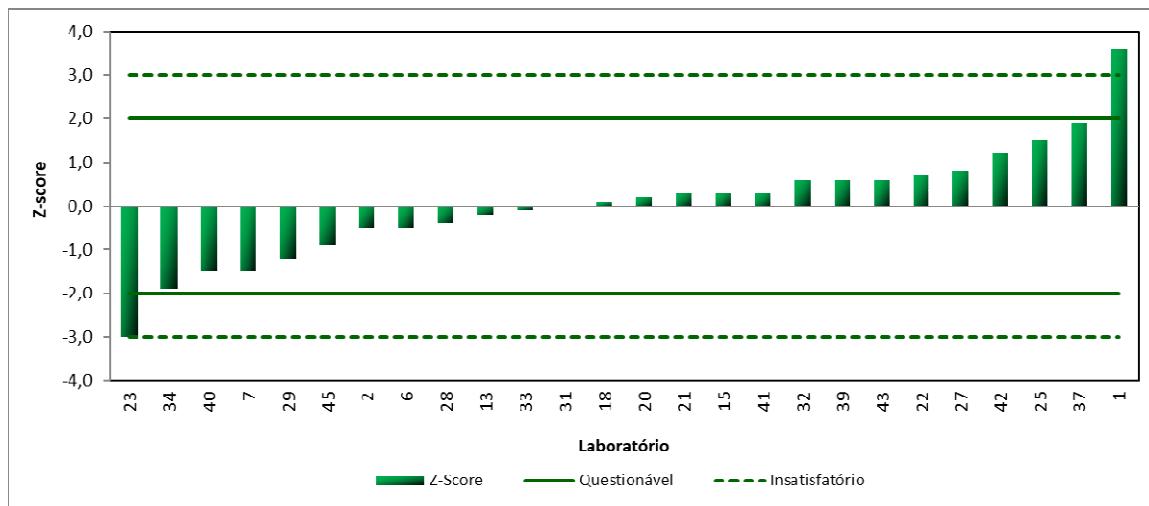
A viscosidade do óleo após cisalhamento deve ser medida no mesmo tubo viscosimétrico utilizado na análise do óleo sem cisalhar. Assim, caso o tubo viscosimétrico apresente tendências, essas não interferirão no cálculo da perda, visto que tanto o resultado de viscosidade inicial quanto o final apresentaram 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	<b>-23,70</b>	Insatisfatório
23	0,191	-0,027	<b>-3,00</b>	Questionável
34	0,201	-0,017	<b>-1,90</b>	
40	0,204	-0,014	<b>-1,50</b>	
7	0,205	-0,014	<b>-1,50</b>	
29	0,207	-0,011	<b>-1,20</b>	
45	0,210	-0,008	<b>-0,90</b>	
2	0,213	-0,005	<b>-0,50</b>	
6	0,214	-0,004	<b>-0,50</b>	
28	0,214	-0,004	<b>-0,40</b>	
13	0,216	-0,002	<b>-0,20</b>	
33	0,217	-0,001	<b>-0,10</b>	
31	0,218	0,000	<b>0,00</b>	
18	0,219	0,001	<b>0,10</b>	
20	0,220	0,002	<b>0,20</b>	
21	0,221	0,003	<b>0,30</b>	
15	0,221	0,003	<b>0,30</b>	
41	0,221	0,003	<b>0,30</b>	
32	0,223	0,005	<b>0,60</b>	
39	0,224	0,006	<b>0,60</b>	
43	0,224	0,006	<b>0,60</b>	
22	0,224	0,006	<b>0,70</b>	
27	0,226	0,008	<b>0,80</b>	
42	0,229	0,011	<b>1,20</b>	
25	0,232	0,014	<b>1,50</b>	
37	0,235	0,017	<b>1,90</b>	
1	0,251	0,033	<b>3,60</b>	Insatisfatório

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

**Figura 21.** Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de teorCálcio.**Figura 22.** Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.

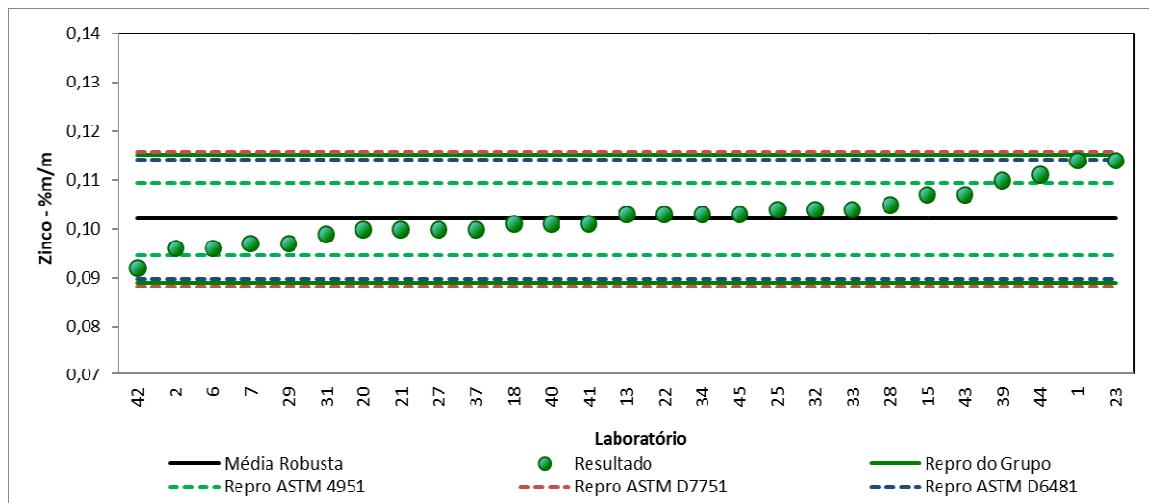
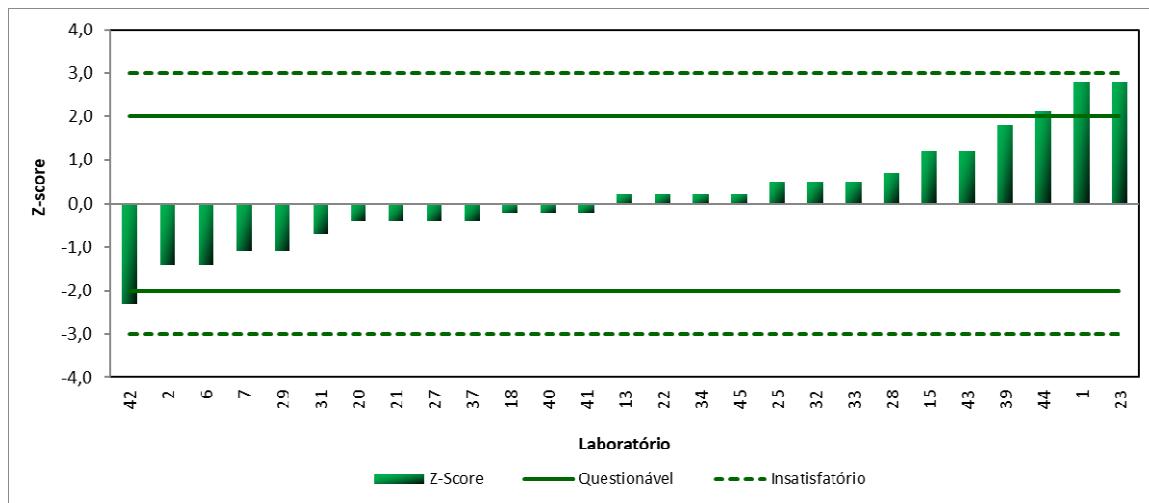
Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

### 3.2.12 -Zinco

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

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

<b>Nº de Resultados Satisfatórios</b>	23
<b>Média Robusta</b>	0,102
<b>Desvio Padrão Robusto</b>	0,004
<b>Mediana</b>	0,102
<b>Média Aritmética</b>	0,099
<b>Desvio Padrão Aritmético</b>	0,020
<b>Repro do grupo</b>	0,013
<b>Intervalos do Grupo</b>	
<b>3 sigma Acima</b>	0,115
<b>3 sigma Abaixo</b>	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.

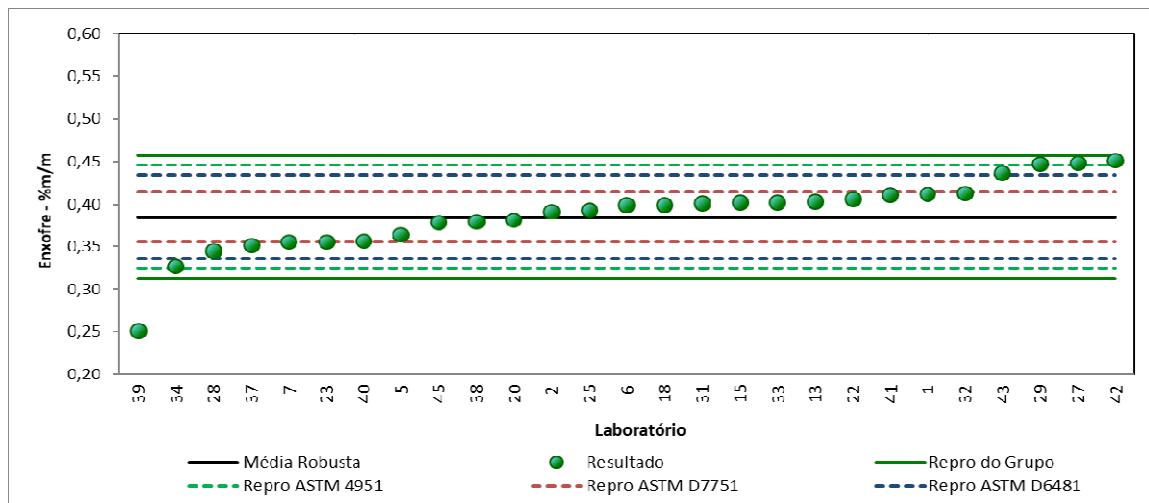
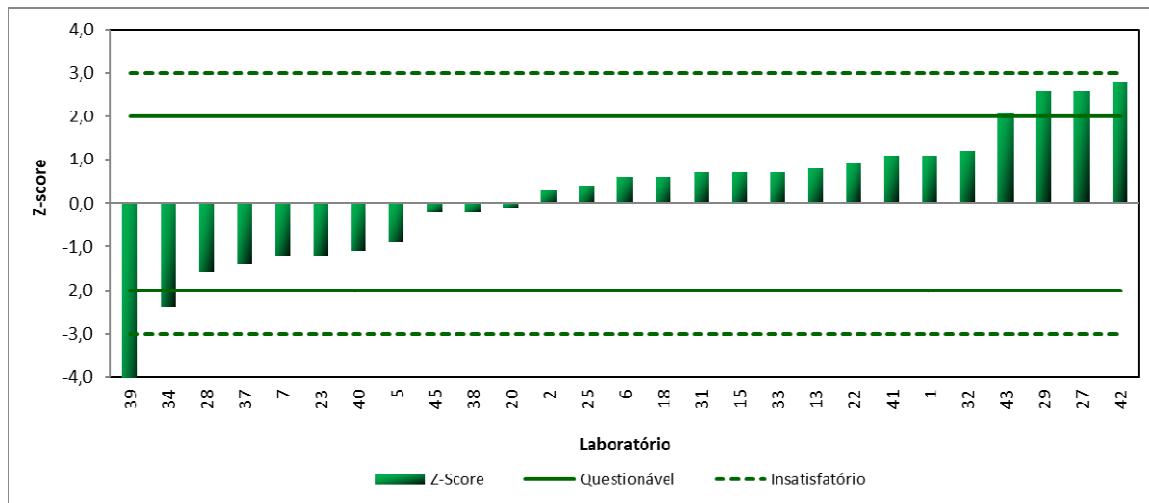
Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

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

<b>Nº de Resultados Satisfatórios</b>	21
<b>Média Robusta</b>	0,385
<b>Desvio Padrão Robusto</b>	0,024
<b>Mediana</b>	0,397
<b>Média Aritmética</b>	0,375
<b>Desvio Padrão Aritmético</b>	0,081
<b>Repro do grupo</b>	0,071
<b>Intervalos do Grupo</b>	
<b>3 sigma Acima</b>	0,458
<b>3 sigma Abaixo</b>	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.

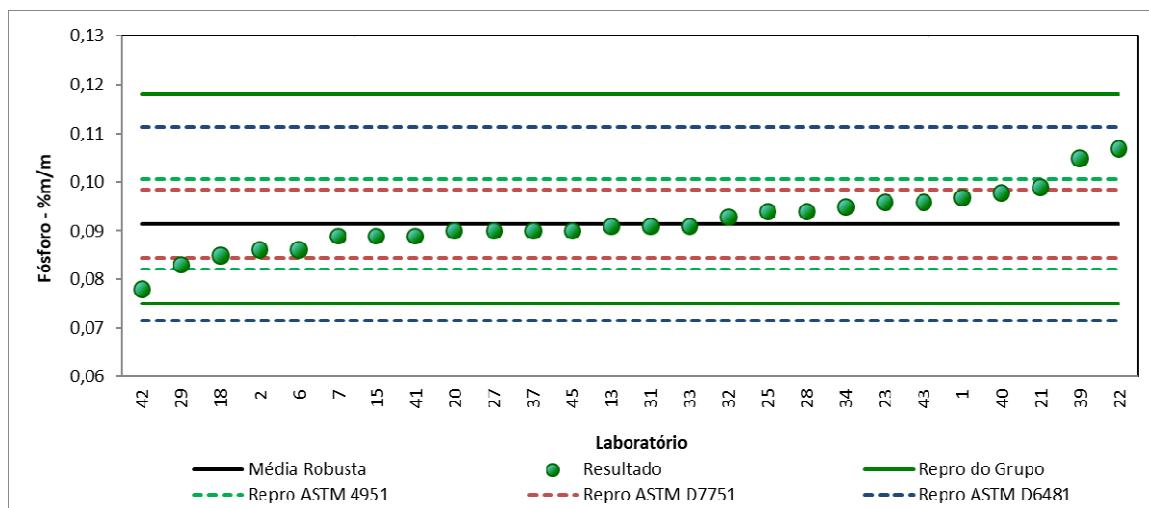
### 3.2.14 -Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

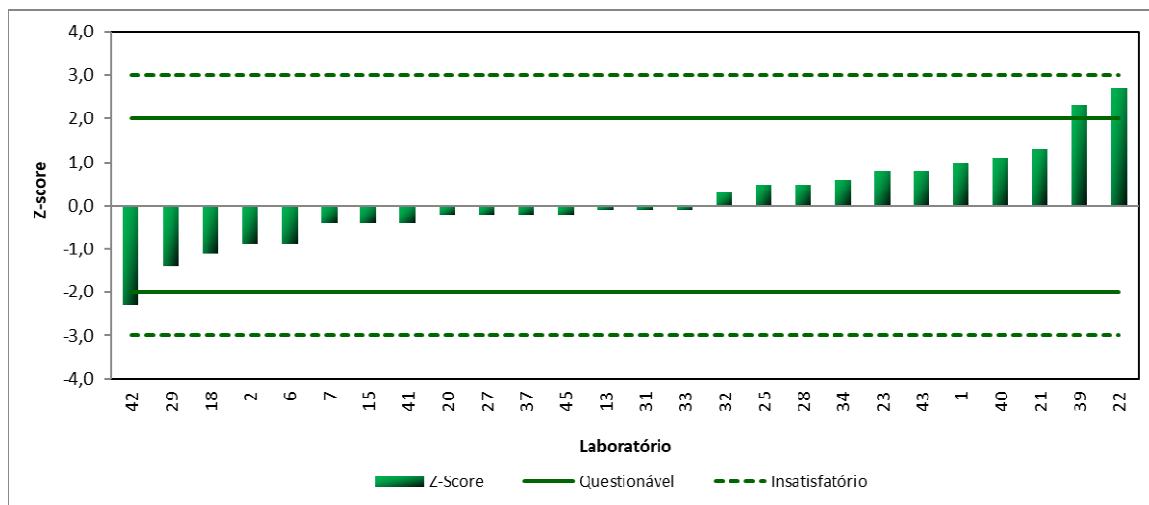
Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
14	0,002	-0,089	-15,40	Insatisfatório
42	0,078	-0,013	-2,30	Questionável
29	0,083	-0,008	-1,40	
18	0,085	-0,006	-1,10	
2	0,086	-0,005	-0,90	
6	0,086	-0,005	-0,90	
7	0,089	-0,002	-0,40	
15	0,089	-0,002	-0,40	
41	0,089	-0,002	-0,40	
20	0,090	-0,001	-0,20	
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
<b>Média Robusta</b>	0,091
<b>Desvio Padrão Robusto</b>	0,006
<b>Mediana</b>	0,091
<b>Média Aritmética</b>	0,089
<b>Desvio Padrão Aritmético</b>	0,018
<b>Repro do grupo</b>	0,017
<b>Intervalos do Grupo</b>	
<b>3 sigma Acima</b>	0,109
<b>3 sigma Abaixo</b>	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.



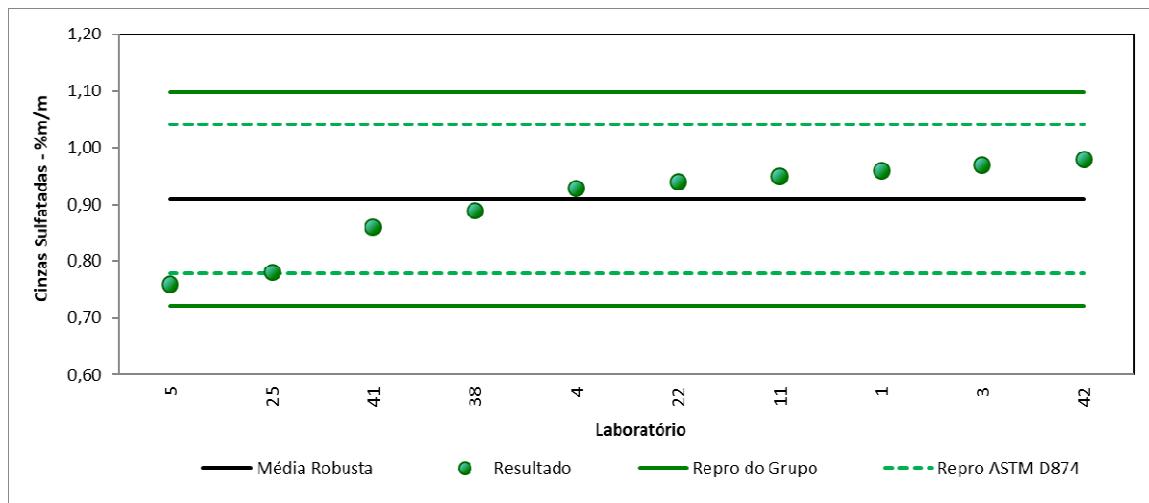
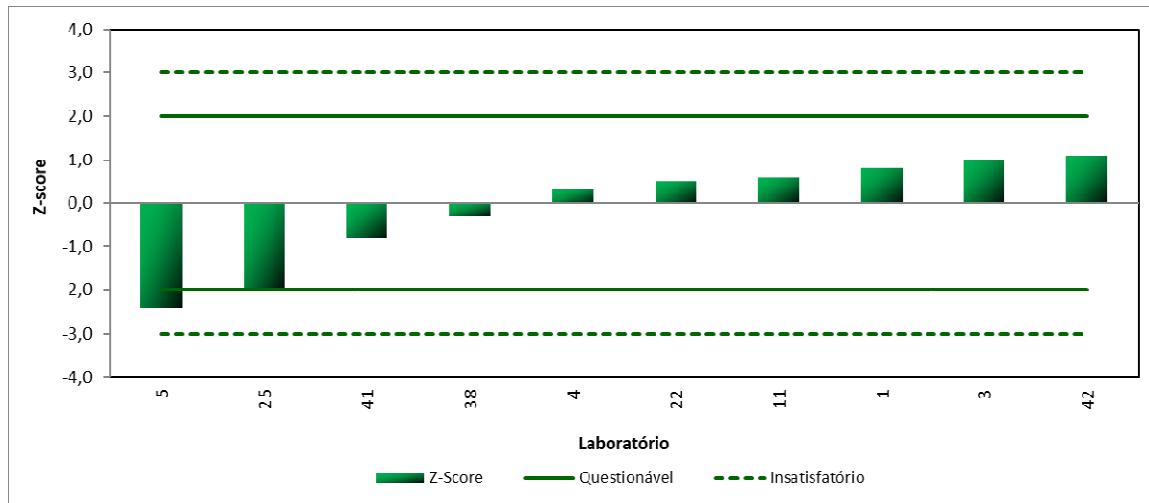
Observação: O laboratório 14 foi excluído para facilitar as leituras dos gráficos.

### 3.2.15 – Cinzas Sulfatadas

Normas: ASTM D874

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

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

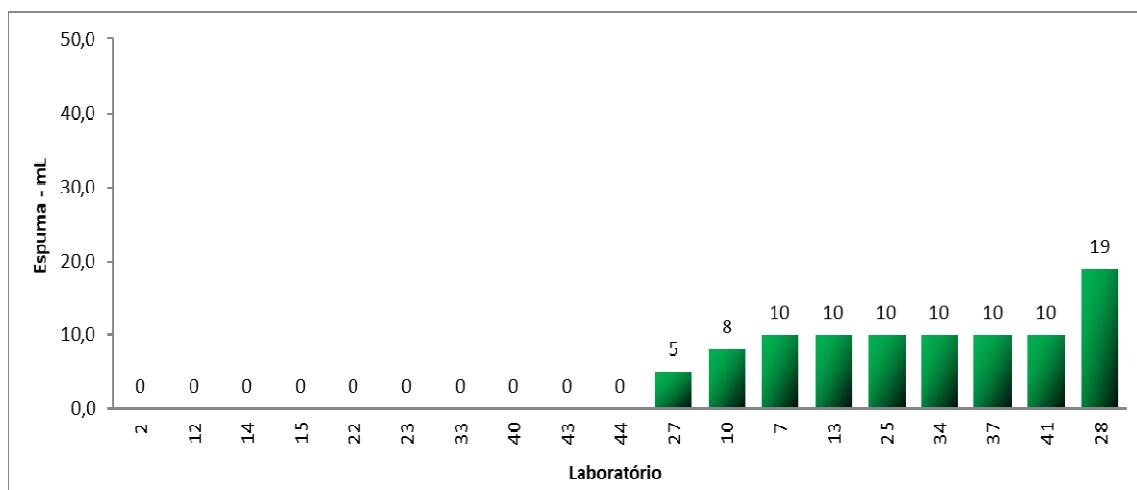
### 3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

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 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)
<b>18</b>	0,000
<b>14</b>	0,000
<b>42</b>	0,013
<b>15</b>	0,014
<b>25</b>	0,014
<b>43</b>	0,014
<b>45</b>	0,014
<b>41</b>	0,014
<b>20</b>	0,015
<b>22</b>	0,016
<b>1</b>	0,020
<b>29</b>	0,057
<b>40</b>	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)
<b>1</b>	0,064
<b>14</b>	0,073
<b>24</b>	0,086
<b>11</b>	0,095
<b>42</b>	0,150

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

NormasASTM D4684

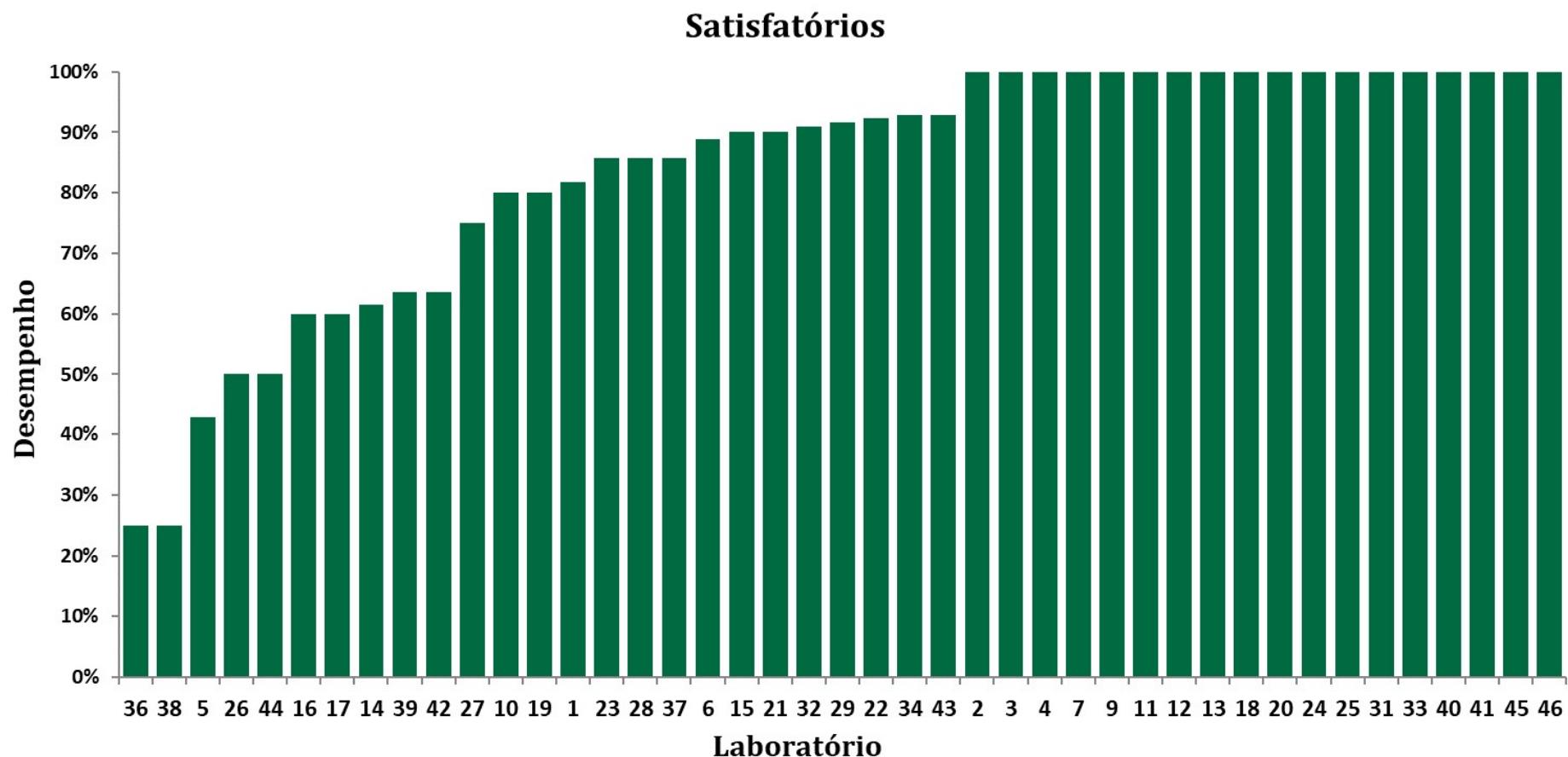
Apenas quatro laboratórios reportaram resultados para o ensaio de viscosidade de bombeamento a baixa temperatura. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 15.

**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

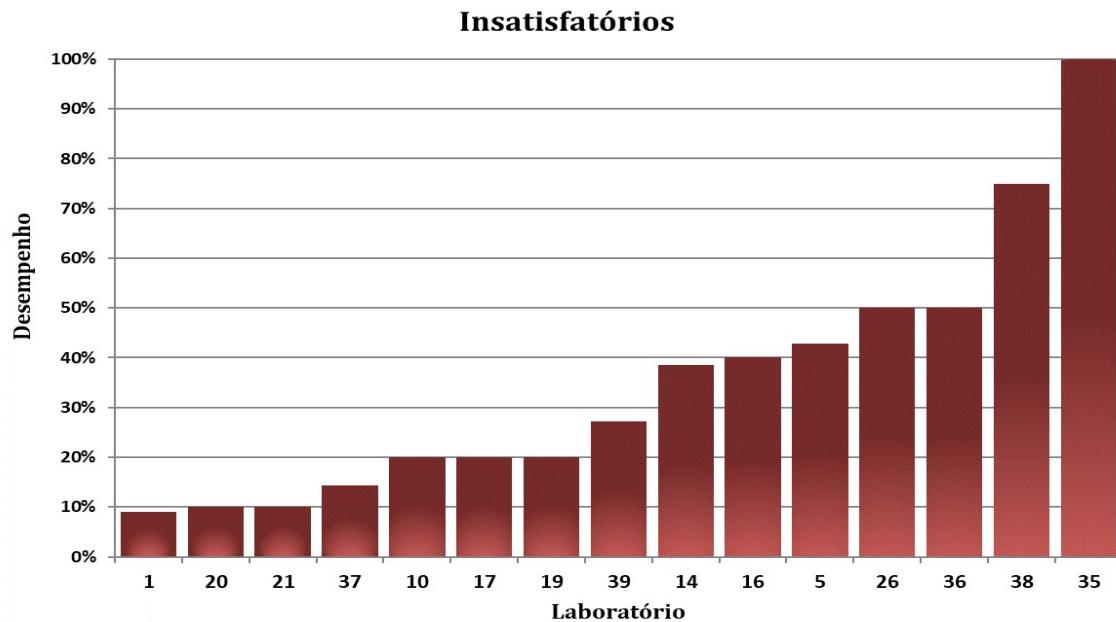
### 3.10– Gráficos de desempenho

**Figura 32.** Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

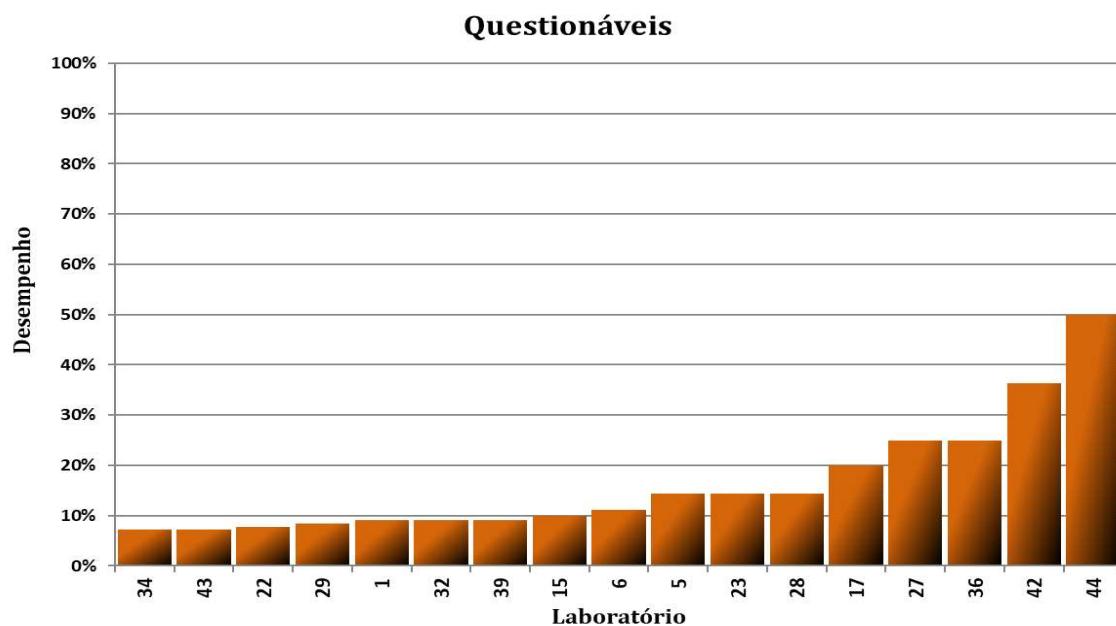


Dezoito participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram.

**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 <sup>2</sup> /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 <sup>2</sup> /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 <sup>2</sup> /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. StatisticalMethods for use in proficiencytestingbyinterlaboratorycomparisons (2016);
- [3] PD ISO Guide 30:2015. ReferenceMaterials – SelectedTermsandDefinitions (2015).