

PROGRAMA INTERLABORATORIAL DE **LUBRIFICANTES**

9ª Edição

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis



RELATÓRIO FINAL
Programa Interlaboratorial
de Lubrificantes
PIL – 9ª 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

Ana Luiza A. Mizuno

Helena Silva Pereira Carneiro

Andre Luis de Aguiar Cavalcante

Luiz Filipe Paiva Brandão

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Maria da Conceição Carvalho França

Cristiane Brito Costa

Maristela Lopes Silva Melo

Euler Martins Lage

Millene Lopes Ribeiro

Graziele Duarte Colbano

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Gabriela Cavalcante Alvim

Rafaela Verzani Vacareli

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Sumário

1. VISÃO GERAL	7
1.1 Objetivos.....	7
1.2 Instituições Participantes	7
2. METODOLOGIA	9
2.1 Amostras	9
2.2 Identificação dos participantes.....	9
2.3 Sigilo de participação	9
2.4 Homogeneidade	9
2.5 Método de obtenção do valor designado.....	10
2.6 Avaliação do desempenho do participante.....	10
3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO	11
3.1 Resultados dos ensaios físico-químicos.....	11
3.2 Estatística robusta	17
3.3 Avaliação do ensaio de Demulsibilidade.....	37
3.4 Avaliação do ensaio de Espuma.....	38
3.5 Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas	39
3.6 Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball	40
3.7 Avaliação do ensaio de teor de água – Karl Fisher	41
3.8 Avaliação do ensaio de nitrogênio	42
3.9 Avaliação do ensaio de magnésio	42
3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio.....	43
3.11 – Avaliação do ensaio de boro.....	44
3.12 – Avaliação do ensaio de corrosividade ao cobre 3h 100 °C	44
3.13 – Gráficos de desempenho.....	45
4. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	47
4.1 Resumo do tratamento estatístico.....	47
4.2 Recomendações.....	48
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	49

1ª versão – Data de publicação 28 de novembro de 2022

Versão final – Data de publicação 09 de dezembro de 2022

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

O CPT/ANP agradece à **ULTRAX LUBRIFICANTES** pela gentileza no fornecimento da amostra utilizada nessa edição.

1. VISÃO GERAL

O Programa de Comparação Interlaboratorial em Lubrificantes da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (PIL-ANP) é realizado pelo Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas (CPT), vinculado à Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos (SBQ). Este relatório apresenta a análise estatística e a discussão dos resultados obtidos pelos laboratórios participantes da nona edição do PIL-ANP, que foi conduzida conforme as recomendações da norma ISO/IEC 17043:2011 [1].

1.1 Objetivos

A discussão da análise estatística dos resultados deste PIL busca, em linhas gerais, fornecer subsídios para que os laboratórios participantes possam aprimorar suas metodologias analíticas. As informações aqui contidas podem ser utilizadas para, por exemplo:

- determinar e monitorar o desempenho de laboratórios;
- identificar problemas analíticos e iniciar ações corretivas;
- fornecer confiança adicional aos clientes do laboratório.

1.2 Instituições participantes

Estão listadas abaixo, em ordem alfabética de razões sociais, todas as instituições participantes na 9ª edição do Programa Interlaboratorial de Lubrificantes.

- AFTON CHEMICAL INDÚSTRIA DE ADITIVOS LTDA
- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS - ANP
- ANTON PAAR BRASIL IMP. EXP COM DE INSTRUMENTOS ANALITICOS LTDA.
- ARBUZ QUIMICA LTDA
- BIOENERGÉTICA VALE DO PARACATU S/A
- CHROMA LAB CONSULTORIA E DESENVOLVIMENTO LTDA
- COSAN LUBRIFICANTES E ESPECIALIDADES S.A.
- DAG APARELHOS CIENTÍFICOS LTDA-EPP
- ECOLUBRI INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ENERGIS 8 AGROQUIMICA LTDA
- ENERGIS8 INDUSTRIA E COMERCIO DE LUBRIFICANTES LTDA
- ETERNAL – INDÚSTRIA, COM., SERVIÇOS E TRATAMENTO DE RESÍDUOS DA AMAZÔNIA
- FACULDADES CATOLICAS
- FUCHS LUBRIFICANTES DO BRASIL
- FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA

- FUNDAÇÃO PARA O DESENVOLVIMENTO DA UNESP - FUNDUNESP
- GTOIL DO BRASIL -EIRELI
- ICONIC LUBRIFICANTES S.A.
- INGRAX INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE GRAXAS S.A.
- INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO S.A.
- INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO SA- IPT
- LUBRIFICANTES FÊNIX LTDA
- LUBRIN ANÁLISES TRIBOLOGICAS EIRELI.
- LUCHETI LUBRIFICANTES LTDA
- LWART SOLUÇÕES AMBIENTAIS LTDA
- PAX LUBRIFICANTES LTDA
- PETROLEO BRASILEIRO S A PETROBRAS
- PETRONAS LUBRIFICANTES BRASIL SA
- 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 – SENAI
- SRIII INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE LUBRIFICANTES EIRELI
- TAMCO LUBRIFICANTES E DERIVADOS LTDA
- TEST OIL DO BRASIL LTDA
- TEXAS OILTECH LABORATORIES DO BRASIL - ANÁLISES DE PETRÓLEO LTDA.
- TEXSA DO BRASIL LTDA
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
- UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
- VIBRA ENERGIA S.A
- ZF DO BRASIL LTDA

2. METODOLOGIA

2.1 Amostras

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

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

O volume de amostra enviado a cada laboratório variou entre um e dois litros, a depender da quantidade de ensaios selecionados no formulário de inscrição. A coleta e o transporte das amostras foram de responsabilidade exclusiva do laboratório inscrito.

2.2 Identificação dos participantes

Visando preservar o sigilo dos resultados reportados no programa interlaboratorial, o código de identificação do participante foi enviado para os e-mails informados no formulário de inscrição, sendo este um código sigiloso conhecido apenas pelos representantes do laboratório e a comissão organizadora do programa.

2.3 Sigilo de participação

A coordenação deste programa mantém os códigos em absoluto sigilo e, desta forma, os mesmos só poderão ser informados a terceiros mediante uma autorização formal do responsável do laboratório participante ou solicitação de representante legal credenciado da própria empresa participante.

2.4 Homogeneidade

A avaliação da homogeneidade das amostras preparadas foi realizada a fim de evitar intercorrências causadas por eventuais falhas no processo de homogeneização. Dez amostras foram selecionadas aleatoriamente após o término do envase dos óleos. As análises físico-químicas listadas na Tabela 1 foram realizadas em duplicata. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente seguindo o método descrito na norma ISO 13528:2015^[2], sendo constatada, ao final das análises, a homogeneidade do lote enviado aos participantes.

Tabela 1 – Parâmetros de avaliação da homogeneidade das amostras.

Produto	Parâmetro	Norma
Óleo Lubrificante Hidráulico	VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 40°C	ASTM D7042
	VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 100°C	ASTM D7042

2.5 Método de obtenção do valor designado

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

2.6 Avaliação do desempenho dos participantes

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

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

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

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

onde:

x_i = valor obtido pelo laboratório;

x_{pt} = valor de consenso;

S_R = desvio padrão robusto do grupo.

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

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

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	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez
Unidade	mm ² /s (cSt)	mm ² /s (cSt)	Adimensional	°C	°C
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 10358	NBR 11341	NBR 11349 NBR 15468
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D2270	ASTM D92	ASTM D97 ASTM D5950 ASTM D7346
1	9,18	66,95	114	255,0	-30
2	9,20	68,60	110	253,0	-24
3	9,26	65,81	115		
4	9,33	68,02			
5	9,22	67,06	114	262,0	-24
6	9,53	67,92		257,0	
7					
8	9,08	67,40	110	243,0	-27
9	9,29	67,18	116	250,0	-30
10	9,10	68,14	109	258,0	
11	8,88	68,94	102	265,0	
12	9,19	67,39	113	257,0	-27
13					
14	9,22	67,09	114	249,0	-29
15				258,0	
16	9,28	66,89	116		
17				255,5	-30
18	9,22	67,13	114	248,0	
19	9,23	67,28	114	244,0	-21
20	9,04	71,20	101	258,5	-35
21	8,69	64,76	107	253,5	-21
22	6,55	101,15			-29
23	9,38	66,64	120	245,0	
24	9,29	67,29	116	260,0	-30
25	9,20	67,07	114	246,0	-24
26	6,99	69,76	28		
27	9,19	65,08	118	261,0	
28	9,23	66,99	115	251,0	
29	9,20	66,86	114	256,0	-26
30	9,23	67,16	114		-24
31	9,12	67,91	110	262,0	
32	9,18	66,98	114	251,0	
33	9,21	67,31	114	248,0	
34	9,30	67,50	115	255,0	
35					
36	9,25	67,23	115	254,0	-31
37	9,03	66,17	112	245,0	
38	9,22	67,34	114	273,0	-24
39	9,23	67,23	114		
40	9,24	66,94	114	245,0	-36
41	9,29	68,03	114	258,0	-24
42	9,27	67,90	114	250,0	
43	9,30	67,56	114	253,5	-18
44	9,41	69,53		257,0	

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

Ensaio	Demulsibilidade óleo	Demulsibilidade água	Demulsibilidade emulsão	Demulsibilidade tempo	Espuma - Sequencia II Tendência
Unidade	mL	mL	mL	minutos	mL
Metodologia	NBR 14172	NBR 14172	NBR 14172	NBR 14172	NBR14235
	ASTM D1401	ASTM D1401	ASTM D1401	ASTM D1401	ASTM D892
1	43	37	0	30,00	0,00
2	0	8	72	30,00	0,00
3					
4					
5	0	0	80	30,00	0,00
6					
7					
8	1	35	44	30,00	
9	1	8	72	30,00	0,00
10					
11					0,00
12	0	10	70	30,00	10,00
13					
14					0,00
15					
16					
17					
18					
19	40	40	0	20,00	0,00
20	2	5	76	30,00	
21	0	18	62	30,00	10,00
22					
23	10	0	70	30,00	0,00
24	0	18	63	30,00	0,00
25					10,00
26					
27	10	10	61	30,00	
28					
29	0	5	75	30,00	
30					
31	1	4	75	30,00	0,00
32					
33					
34					0,00
35					
36					
37					
38	0	8	72	60,00	0,00
39	1	8	71	30,00	
40	1	10	69	30,00	0,00
41					0,00
42					
43	1	76	3	30,00	
44					

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

Ensaio	IAT	Corrosividade ao cobre. 3h a 100°C	Desgaste em quatro esferas	Extrema Pressão (Four Ball). carga de soldagem	Teor de água Karl Fischer	Massa Específica a 20°C
Unidade	mgKOH/g		mm	kgf	%m/m	g/mL
Metodologia	NBR14448 NBR14248	NBR 14359		NBR 15353		NBR 14065
	ASTM D664 ASTM D974	ASTM D130	ASTM D4172	ASTM D2783	ASTM D6304	ASTM D4052
1	0,40	1A			0,00	0,8609
2	0,40	1A				0,8600
3	0,50					0,8607
4		1A				0,8606
5	0,40	1A	0,53	126,0	0,00	0,8607
6	0,40				0,01	
7		1A				0,8591
8	0,00	1A				0,8621
9	0,50	1A	0,32	100,0	0,02	0,8635
10		1A				0,8606
11	0,44	1A			0,00	
12	0,50	1A				0,8607
13						
14	0,40	1A	0,55	126,0	0,01	0,8612
15		1A				0,8600
16						0,8607
17						0,8609
18	0,40	1A			0,00	0,8607
19	0,50	1A	0,42		0,02	
20	250,20	1A			100,45	
21		1A				0,8607
22	1,60				123,50	0,8606
23	0,40	1A			140,75	
24	0,40	1A				0,8610
25	0,50	1A				0,8624
26	0,90	1A			0,01	0,8607
27			1,90	143,0	82,0	
28						0,8607
29		1A			219,0	0,8606
30	0,40	1A			0,01	0,8607
31	0,50	1A				
32	0,50	1A			73,6	
33	0,40	1A				0,8607
34	0,70	1A			0,02	0,8645
35						
36						0,8610
37	1,00	1A			0,01	0,8625
38	0,50	1A	0,57	126,0	0,01	0,8607
39	0,50			800,0		0,8630
40	0,50	1A				0,8618
41	0,40	1B			0,01	0,8603
42					76,5	0,8607
43	0,20	1A			244,5	0,8669
44					129,0	0,8669

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

Ensaio	Cálcio	Zinco	Enxofre	Magnésio	Fósforo	Molibdênio	Boro	Nitrogênio
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m		% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786 NBR 14533	NBR 14786 NBR 14066	NBR 14786	NBR 14786	NBR 14786	
	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D6481 ASTM D7751	ASTM D4951 ASTM D6481 ASTM D4294 ASTM D2622 ASTMD7751	ASTM D4951 ASTM D4628 ASTM D7751	ASTM D4951 ASTM D6481 ASTM D6595	ASTM D4951 ASTM D7751	ASTM D4951	ASTM D5291 ASTM D5762
1	0,009	0,040	0,089	0,000	0,033	0,000	0,000	0,512
2	0,003	0,036	0,091	0,000	0,029	0,000		
3								
4								
5	0,008	0,041	0,099	0,000	0,033	0,000	0,001	
6								
7			0,087					
8	0,010	0,039	0,105	0,000	0,035			
9	0,009	0,041	0,086		0,037			
10								
11	0,008	0,040	0,102		0,033			
12	0,009	0,046	0,095	0,000	0,029	0,000	0,001	
13								
14	0,005	0,034	0,088					
15	0,007	0,037	0,078	0,000	0,027	0,000	0,000	
16								
17								
18								
19								
20	1,035	3,935	10,245	0,245	3,595	0,000		
21	0,008	0,051	0,101		0,029			
22								
23								
24								
25		0,040	0,099		0,031			
26			0,090					1,775
27	65,000	424,500	1043,000		282,500	1,000		
28	0,009	0,0373	0,1010		0,031		0,000	
29			0,099					23,350
30	0,008	0,039	0,107		0,032			
31	0,010	0,042	0,112		0,034	0,000		
32	0,008	0,038	0,100		0,030			
33								
34	65,080	330,920		0,225	262,890	0,000	0,255	
35								
36	0,008	0,044			0,035			
37								
38	0,008	0,040	0,094	0,000	0,031	0,000	0,000	
39	0,008	0,040		0,001	0,034	0,000		0,011
40	0,009	0,038	0,102		0,031	0,000		
41	0,008	0,041	0,101	0,006	0,031	0,000		
42								
43	68,073	347,456	0,127	<0.5	114,383	<0.5	<0.5	
44								

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 hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 1).

Ensaio	Identificação do laboratório											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Viscosidade Cinemática a 100°C						i	n				i	
Viscosidade Cinemática a 40°C		q	q				n				q	
Ponto de Fulgor			n	n			n					
Ponto de Fluides			n	n		n	n			n	n	
IAT				n			n			n		
Massa Específica a 20°C		q				n	i	i	i		n	
Cálcio		i	n	n		n	n			n		
Zinco			n	n		n	n			n		q
Enxofre			n	n		n				n		
Fósforo			n	n		n	n			n		
Total de ensaios realizados	10	10	4	3	10	4	2	10	10	4	8	10
Resultados satisfatórios	100%	70%	75%	100%	100%	75%	50%	90%	90%	100%	75,0%	90%
Resultados insatisfatórios	0%	10%	0%	0%	0%	25%	50%	10%	10%	0%	12,5%	0%
Resultados questionáveis	0%	20%	25%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	12,5%	10%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	100,0%	100,0%	40,0%	30,0%	100,0%	40,0%	20,0%	100,0%	100,0%	40,0%	80,0%	100,0%

Tabela 7. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 2).

Ensaio	Identificação do laboratório										
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	
Viscosidade Cinemática a 100°C	n		n		n			q	i	i	
Viscosidade Cinemática a 40°C	n		n		n			i	i	i	
Ponto de Fulgor	n			n						n	
Ponto de Fluides	n		n	n		n					
IAT	n		n	n	n			i	n	i	
Massa Específica a 20°C	n		q				n	n			
Cálcio	n	i		n	n	n	n	i		n	
Zinco	n	q		n	n	n	n	i	i	n	
Enxofre	n		q	n	n	n	n	i		n	
Fósforo	n	n		n	n	n	n	i		n	
Total de ensaios realizados	0	9	6	3	3	5	5	9	9	5	
Resultados satisfatórios		78%	67%	100%	100%	100%	100%	22%	67%	40%	
Resultados insatisfatórios		11%	0%	0%	0%	0%	0%	67%	33%	60%	
Resultados questionáveis		11%	33%	0%	0%	0%	0%	11%	0%	0%	
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	0,0%	90,0%	60,0%	30,0%	30,0%	50,0%	50,0%	90,0%	90,0%	50,0%	

Tabela 8. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 3).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32
Viscosidade Cinemática a 100°C				i						
Viscosidade Cinemática a 40°C				i	i					
Ponto de Fulgor				n				n		
Ponto de Fluidez	n			n	n	n			n	n
IAT				i	n	n	n			
Massa Específica a 20°C	n		i		n				n	n
Cálcio	n	n	n	n	i		n			
Zinco	n	n		n	i		n			
Enxofre	n	n			i					
Fósforo	n	n		n	i		n			
Total de ensaios realizados	4	6	9	5	7	8	6	9	8	8
Resultados satisfatórios	100%	100%	89%	40%	29%	100%	100%	100%	100%	100%
Resultados insatisfatórios	0%	0%	11%	60%	71%	0%	0%	0%	0%	0%
Resultados questionáveis	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	40,0%	60,0%	90,0%	50,0%	70,0%	80,0%	60,0%	90,0%	80,0%	80,0%

Tabela 9. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante hidráulico após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável). (Parte 4).

Ensaio	Identificação do laboratório											
	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
Viscosidade Cinemática a 100°C			n		q							q
Viscosidade Cinemática a 40°C			n		q							i
Ponto de Fulgor			n			q	n					
Ponto de Fluidez	n	n	n		n		n			n		n
IAT			n	n	i					n	q	n
Massa Específica a 20°C		i	n		i		i	i			i	i
Cálcio	n	i	n		n					n	i	n
Zinco	n	i	n		n					n	i	n
Enxofre	n	n	n	n	n		n			n	i	n
Fósforo	n	i	n		n					n	i	n
Total de ensaios realizados	5	8	0	8	5	10	7	10	10	4	10	4
Resultados satisfatórios	100%	50%		100%	20%	90%	86%	90%	100%	100%	40%	25%
Resultados insatisfatórios	0%	50%		0%	40%	0%	14%	10%	0%	0%	50%	50%
Resultados questionáveis	0%	0%		0%	40%	10%	0%	0%	0%	0%	10%	25%
Nº de ensaios realizados / Nº de parâmetros do programa (%) (labs com 100% de ensaios satisfatórios)	50,0%	80,0%	0,0%	80,0%	50,0%	100,0%	70,0%	100,0%	100,0%	40,0%	100,0%	40,0%

3.2 Estatística robusta

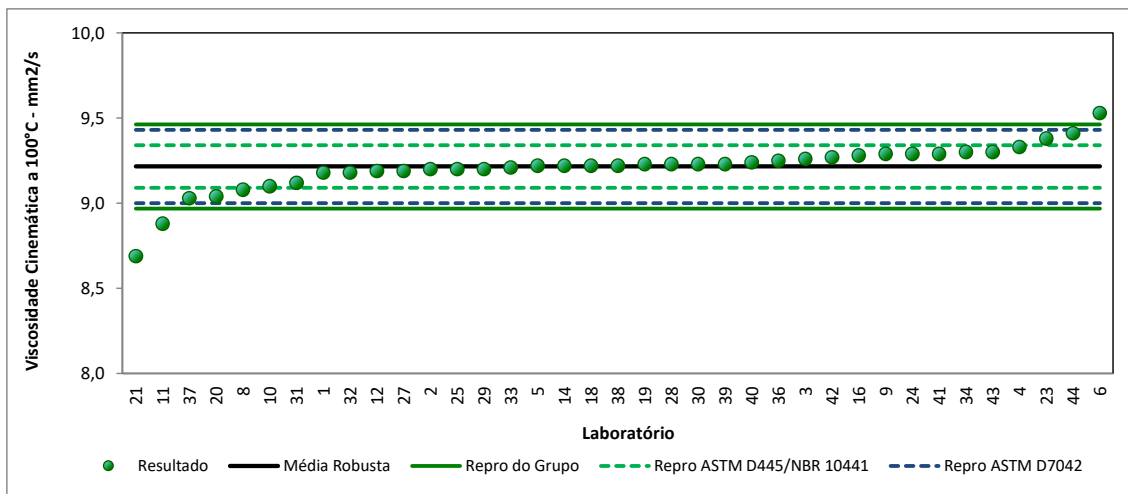
3.2.1 - Viscosidade cinemática a 100°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
22	6,55	-2,67	-32,34	Insatisfatório
26	6,99	-2,23	-27,00	Insatisfatório
21	8,69	-0,53	-6,38	Insatisfatório
11	8,88	-0,34	-4,08	Insatisfatório
37	9,03	-0,19	-2,26	Questionável
20	9,04	-0,18	-2,14	Questionável
8	9,08	-0,14	-1,65	
10	9,10	-0,12	-1,41	
31	9,12	-0,10	-1,17	
1	9,18	-0,04	-0,44	
32	9,18	-0,04	-0,44	
12	9,19	-0,03	-0,32	
27	9,19	-0,03	-0,32	
2	9,20	-0,02	-0,20	
25	9,20	-0,02	-0,20	
29	9,20	-0,02	-0,20	
33	9,21	-0,01	-0,08	
5	9,22	0,00	0,05	
14	9,22	0,00	0,05	
18	9,22	0,00	0,05	
38	9,22	0,00	0,05	
19	9,23	0,01	0,17	
28	9,23	0,01	0,17	
30	9,23	0,01	0,17	
39	9,23	0,01	0,17	
40	9,24	0,02	0,29	
36	9,25	0,03	0,41	
3	9,26	0,04	0,53	
42	9,27	0,05	0,65	
16	9,28	0,06	0,77	
9	9,29	0,07	0,89	
24	9,29	0,07	0,89	
41	9,29	0,07	0,89	
34	9,30	0,08	1,02	
43	9,30	0,08	1,02	
4	9,33	0,11	1,38	
23	9,38	0,16	1,99	
44	9,41	0,19	2,35	Questionável
6	9,53	0,31	3,81	Insatisfatório

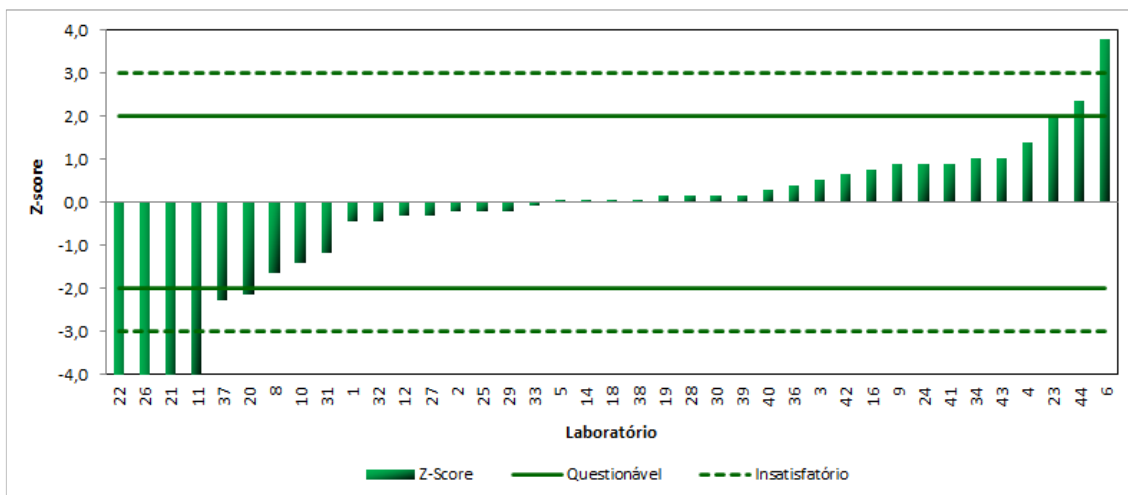
Nº de Resultados Satisfatórios	31
Média Robusta	9,22
Desvio Padrão Robusto	0,08
Mediana	9,22
Média Aritmética	9,08
Desvio Padrão Aritmético	0,56
Reprodutibilidade do grupo	0,24
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	9,46
3 sigma Abaixo	8,97

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



Observação: Os laboratórios 22 e 26 foram excluídos da escala para facilitar a leitura do gráfico.

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



3.2.2 – Viscosidade cinemática a 40°C

Normas: ASTM D445/ASTM 7042/NBR 10441

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
21	64,76	-2,59	-4,48	Insatisfatório
27	65,08	-2,27	-3,92	Insatisfatório
3	65,81	-1,54	-2,66	Questionável
37	66,17	-1,18	-2,04	Questionável
23	66,64	-0,71	-1,23	
29	66,86	-0,49	-0,84	
16	66,89	-0,46	-0,79	
40	66,94	-0,41	-0,71	
1	66,95	-0,40	-0,69	
32	66,98	-0,37	-0,64	
28	66,99	-0,36	-0,62	
5	67,06	-0,29	-0,50	
25	67,07	-0,28	-0,48	
14	67,09	-0,26	-0,45	
18	67,13	-0,22	-0,38	
30	67,16	-0,19	-0,33	
9	67,18	-0,17	-0,29	
36	67,23	-0,12	-0,21	
39	67,23	-0,12	-0,21	
19	67,28	-0,07	-0,12	
24	67,29	-0,06	-0,10	
33	67,31	-0,04	-0,07	
38	67,34	-0,01	-0,02	
12	67,39	0,04	0,07	
8	67,40	0,05	0,09	
34	67,50	0,15	0,26	
43	67,56	0,21	0,37	
42	67,90	0,55	0,95	
31	67,91	0,56	0,97	
6	67,92	0,57	0,99	
4	68,02	0,67	1,16	
41	68,03	0,68	1,18	
10	68,14	0,79	1,37	
2	68,60	1,25	2,16	Questionável
11	68,94	1,59	2,75	Questionável
44	69,53	2,18	3,77	Insatisfatório
26	69,76	2,41	4,17	Insatisfatório
20	71,20	3,85	6,66	Insatisfatório
22	101,15	33,80	58,44	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	67,35
Desvio Padrão Robusto	0,58
Mediana	67,28
Média Aritmética	68,29
Desvio Padrão Aritmético	5,52
Reprodutibilidade do grupo	1,66
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	69,08
3 sigma Abaixo	65,61

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

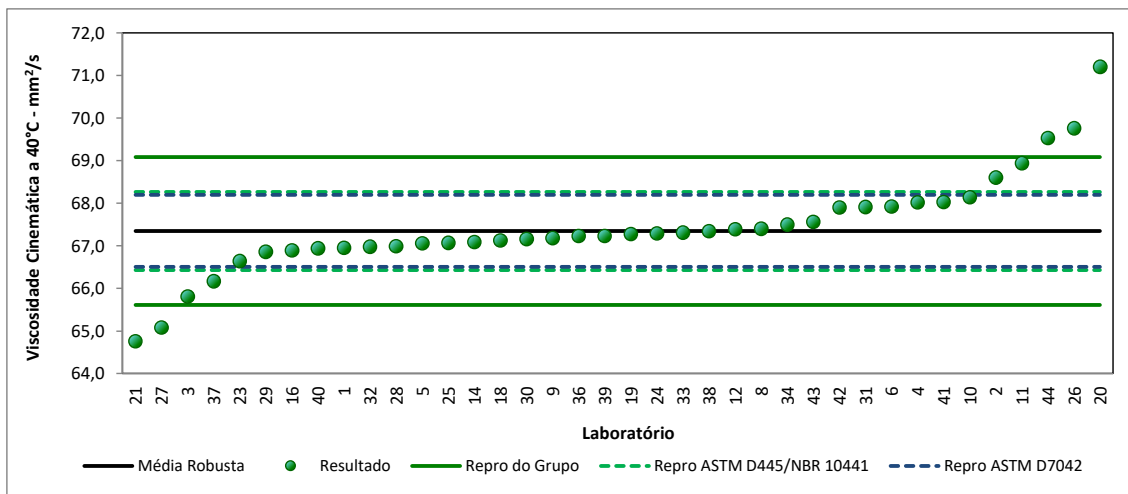
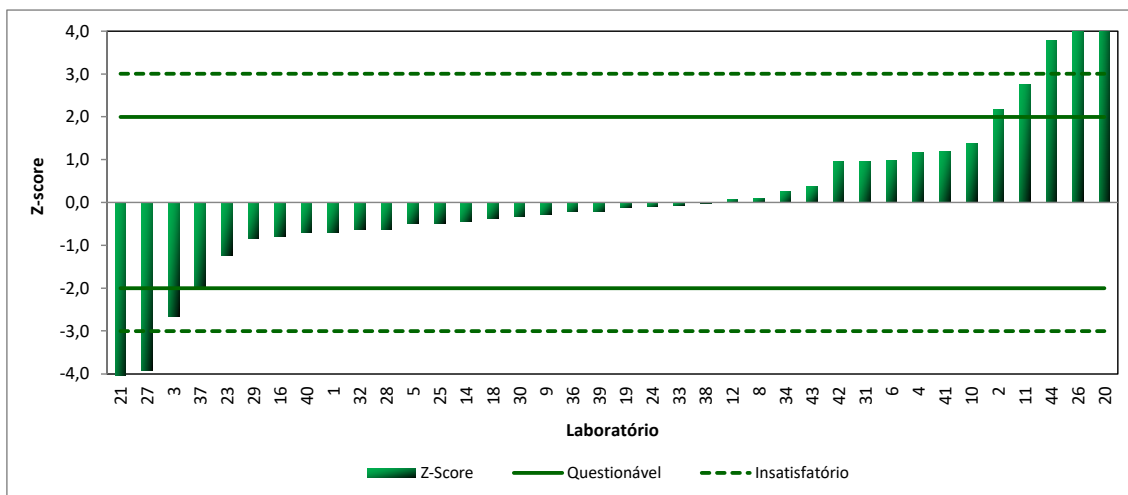


Figura 4. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 40 °C.



Observação: O laboratório 22 foi excluído da escala para facilitar a leitura dos gráficos.

3.2.3 – Ponto de Fulgor

Normas: NBR 11341/ ASTM D92

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
8	243,0	-10,8	-1,64	
19	244,0	-9,8	-1,49	
23	245,0	-8,8	-1,34	
37	245,0	-8,8	-1,34	
40	245,0	-8,8	-1,34	
25	246,0	-7,8	-1,18	
18	248,0	-5,8	-0,88	
33	248,0	-5,8	-0,88	
14	249,0	-4,8	-0,73	
9	250,0	-3,8	-0,58	
42	250,0	-3,8	-0,58	
28	251,0	-2,8	-0,43	
32	251,0	-2,8	-0,43	
2	253,0	-0,8	-0,12	
21	253,5	-0,3	-0,05	
43	253,5	-0,3	-0,05	
36	254,0	0,2	0,03	
1	255,0	1,2	0,18	
34	255,0	1,2	0,18	
17	255,5	1,7	0,26	
29	256,0	2,2	0,33	
6	257,0	3,2	0,48	
12	257,0	3,2	0,48	
44	257,0	3,2	0,48	
10	258,0	4,2	0,63	
15	258,0	4,2	0,63	
41	258,0	4,2	0,63	
20	258,5	4,7	0,71	
24	260,0	6,2	0,94	
27	261,0	7,2	1,09	
5	262,0	8,2	1,24	
31	262,0	8,2	1,24	
11	265,0	11,2	1,70	
38	273,0	19,2	2,91	Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	33
Média Robusta	253,8
Desvio Padrão Robusto	6,6
Mediana	254,5
Média Aritmética	254,0
Desvio Padrão Aritmético	6,7
Repro do grupo	19,0
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	273,6
3 sigma Abaixo	234,0

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

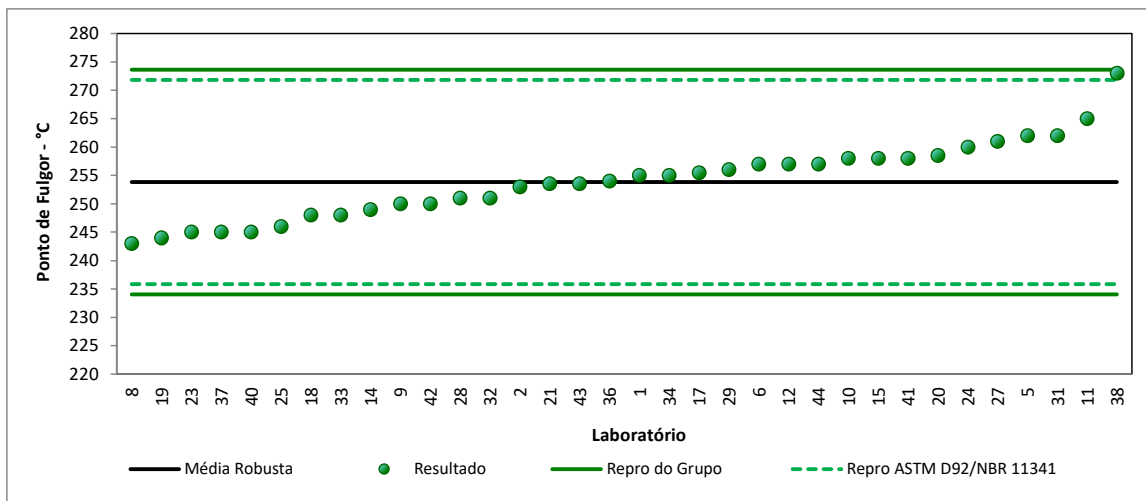
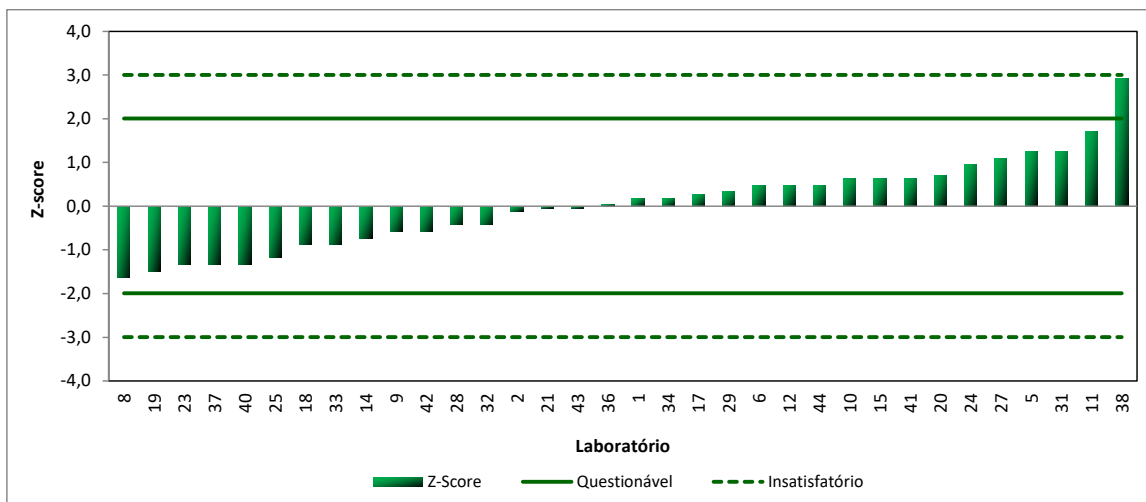


Figura 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fulgor



3.2.4 – Ponto de Fluidez

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
40	-36	-9	-2,00	
20	-35	-9	-1,90	
36	-31	-4	-0,90	
1	-30	-3	-0,70	
9	-30	-3	-0,70	
17	-30	-3	-0,70	
24	-30	-3	-0,70	
14	-29	-2	-0,50	
22	-29	-2	-0,50	
8	-27	0	0,00	
12	-27	0	0,00	
29	-26	1	0,20	
2	-24	3	0,60	
5	-24	3	0,60	
25	-24	3	0,60	
30	-24	3	0,60	
38	-24	3	0,60	
41	-24	3	0,60	
19	-21	6	1,30	
21	-21	6	1,30	
43	-18	9	1,90	

Nº de Resultados Satisfatórios	21
Média Robusta	-27
Desvio Padrão Robusto	5
Mediana	-27
Média Aritmética	-27
Desvio Padrão Aritmético	5
Repro do grupo	13
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	-13
3 sigma Abaixo	-40

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

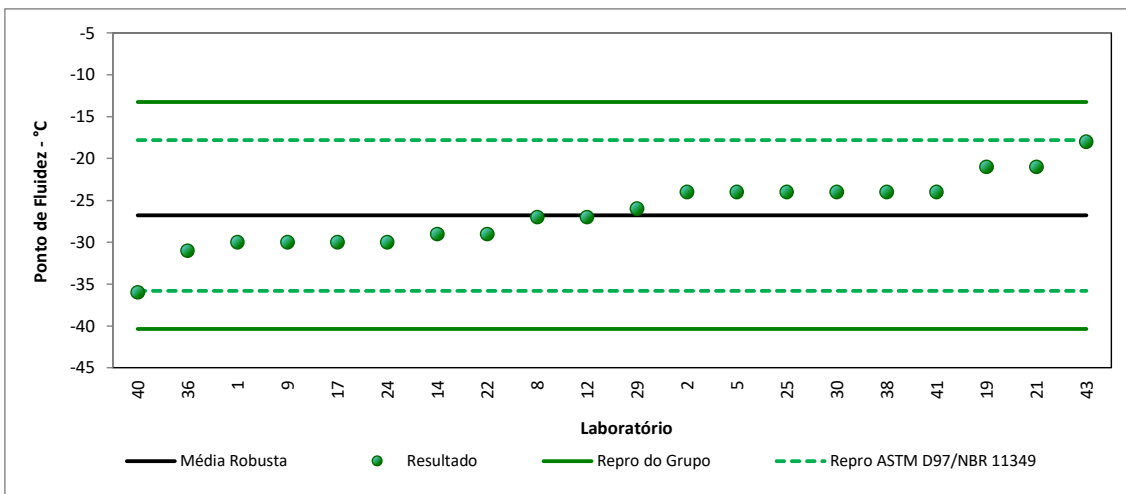
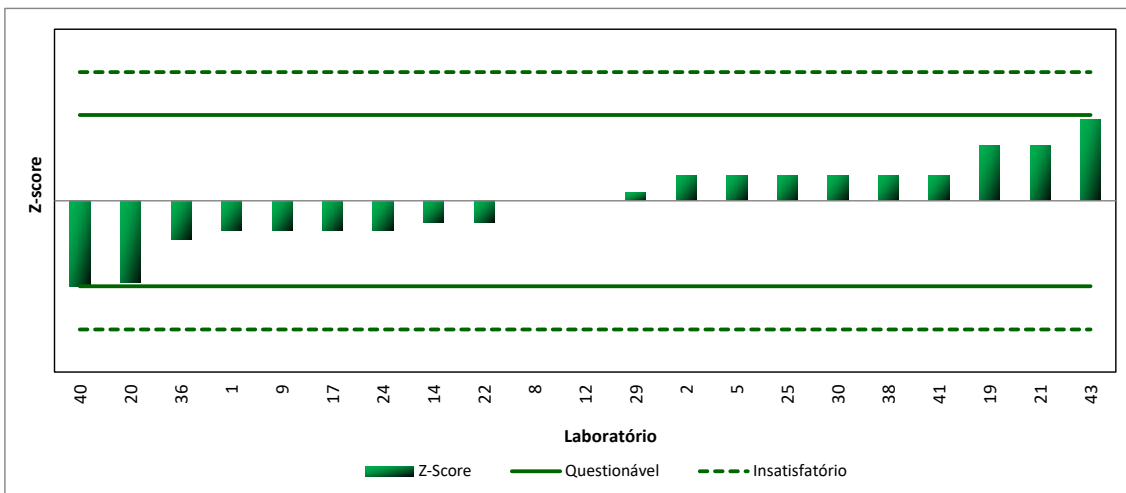


Figura 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez



3.2.5 – Índice de Acidez – IAT

Normas: NBR14448/ NBR14248/ASTM D664/ ASTM D974

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
43	0,20	-0,30	-2,60	Questionável
1	0,40	-0,10	-0,90	
2	0,40	-0,10	-0,90	
5	0,40	-0,10	-0,90	
6	0,40	-0,10	-0,90	
14	0,40	-0,10	-0,90	
18	0,40	-0,10	-0,90	
23	0,40	-0,10	-0,90	
24	0,40	-0,10	-0,90	
30	0,40	-0,10	-0,90	
33	0,40	-0,10	-0,90	
41	0,40	-0,10	-0,90	
11	0,44	-0,06	-0,50	
3	0,50	0,00	0,00	
9	0,50	0,00	0,00	
12	0,50	0,00	0,00	
19	0,50	0,00	0,00	
25	0,50	0,00	0,00	
31	0,50	0,00	0,00	
32	0,50	0,00	0,00	
38	0,50	0,00	0,00	
39	0,50	0,00	0,00	
40	0,50	0,00	0,00	
34	0,70	0,20	1,70	
26	0,90	0,40	3,50	Insatisfatório
37	1,00	0,50	4,30	Insatisfatório
22	1,60	1,10	9,50	Insatisfatório
20	250,20	249,70		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	23
Média Robusta	0,50
Desvio Padrão Robusto	0,12
Mediana	0,50
Média Aritmética	0,53
Desvio Padrão Aritmético	0,27
Repro do grupo	0,34
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,85
3 sigma Abaixo	0,15

O laboratório 20 foi excluído dos cálculos estatísticos por ter reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Figura 9. Representação das médias dos resultados para Índice de Acidez.

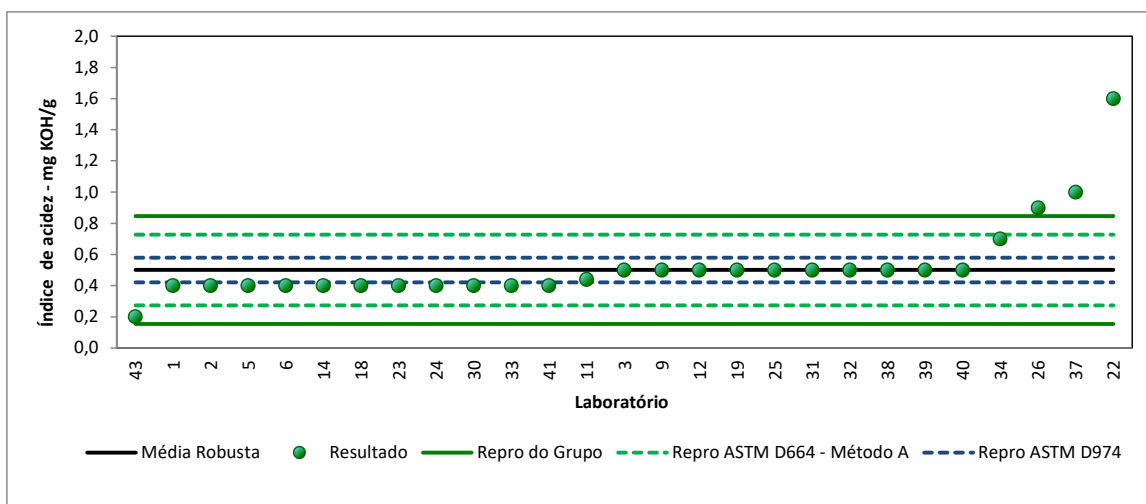
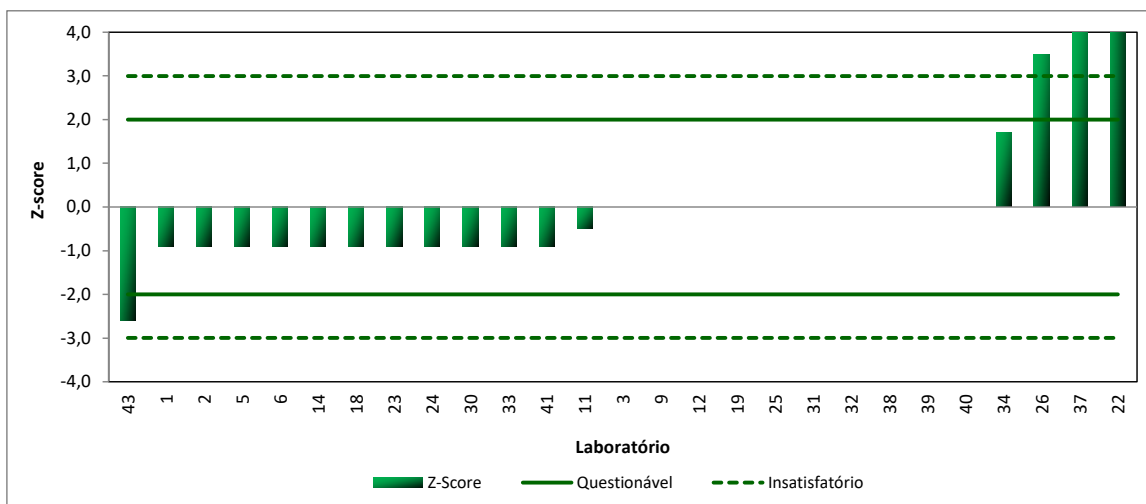


Figura 10. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Acidez.



3.2.6 – Massa Específica a 20°C

Normas: NBR 14065/ASTM D 4052

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
7	0,8591	-0,0017	-5,50	Insatisfatório
2	0,8600	-0,0008	-2,60	Questionável
15	0,8600	-0,0008	-2,60	Questionável
41	0,8603	-0,0005	-1,63	
4	0,8606	-0,0002	-0,66	
10	0,8606	-0,0002	-0,66	
22	0,8606	-0,0002	-0,66	
29	0,8606	-0,0002	-0,66	
28	0,8607	-0,0001	-0,43	
3	0,8607	-0,0001	-0,34	
5	0,8607	-0,0001	-0,34	
12	0,8607	-0,0001	-0,34	
16	0,8607	-0,0001	-0,34	
18	0,8607	-0,0001	-0,34	
21	0,8607	-0,0001	-0,34	
26	0,8607	-0,0001	-0,34	
30	0,8607	-0,0001	-0,34	
33	0,8607	-0,0001	-0,34	
38	0,8607	-0,0001	-0,34	
42	0,8607	-0,0001	-0,34	
1	0,8609	0,0001	0,31	
17	0,8609	0,0001	0,31	
24	0,8610	0,0002	0,63	
36	0,8610	0,0002	0,63	
14	0,8612	0,0004	1,28	
40	0,8618	0,0010	3,22	Insatisfatório
8	0,8621	0,0013	4,19	Insatisfatório
25	0,8624	0,0016	5,15	Insatisfatório
37	0,8625	0,0017	5,48	Insatisfatório
39	0,8630	0,0022	7,09	Insatisfatório
9	0,8635	0,0027	8,71	Insatisfatório
34	0,8645	0,0037	11,94	Insatisfatório
43	0,8669	0,0061	19,69	Insatisfatório
44	0,8669	0,0061	19,69	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	22
Média Robusta	0,8608
Desvio Padrão Robusto	0,0003
Mediana	0,8607
Média Aritmética	0,8614
Desvio Padrão Aritmético	0,0017
Repro do grupo	0,0009
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,8617
3 sigma Abaixo	0,8599

Figura 11. Representação das médias dos resultados obtidos para o ensaio de Massa Específica a 20°C.

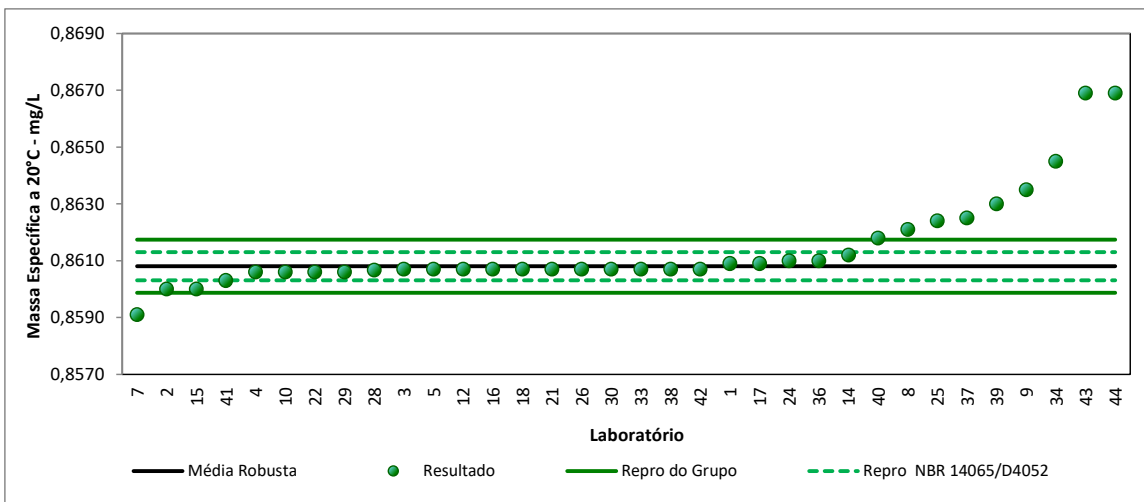
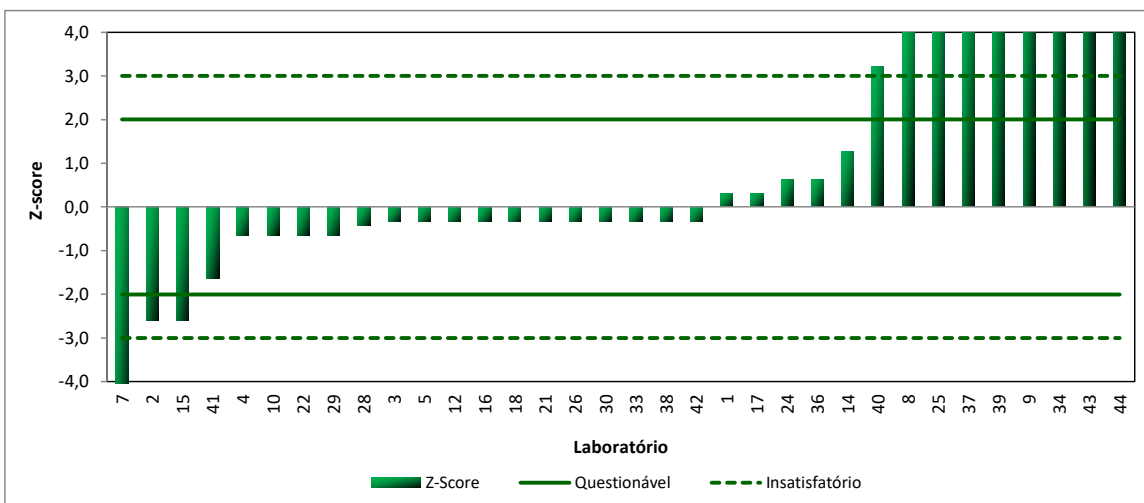


Figura 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Massa Específica a 20°C.



3.2.7 – Cálcio

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
2	0,003	-0,005	-5,20	Insatisfatório
14	0,005	-0,003	-3,20	Insatisfatório
15	0,007	-0,001	-1,20	
5	0,008	0,000	-0,20	
11	0,008	0,000	-0,20	
21	0,008	0,000	-0,20	
30	0,008	0,000	-0,20	
32	0,008	0,000	-0,20	
36	0,008	0,000	-0,20	
38	0,008	0,000	-0,20	
39	0,008	0,000	-0,20	
41	0,008	0,000	-0,20	
28	0,009	0,001	0,50	
1	0,009	0,001	0,70	
9	0,009	0,001	0,70	
12	0,009	0,001	0,70	
40	0,009	0,001	0,70	
8	0,010	0,002	1,70	
31	0,010	0,002	1,70	
20	1,035	1,027		Insatisfatório
27	65,000	64,992		Insatisfatório
34	65,080	65,072		Insatisfatório
43	68,073	68,065		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,008
Desvio Padrão Robusto	0,001
Mediana	0,008
Média Aritmética	0,008
Desvio Padrão Aritmético	0,002
Repro do grupo	0,003
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,011
3 sigma Abaixo	0,005

Os laboratórios 20, 27, 34 e 43 foram excluídos dos cálculos estatísticos por terem reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

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

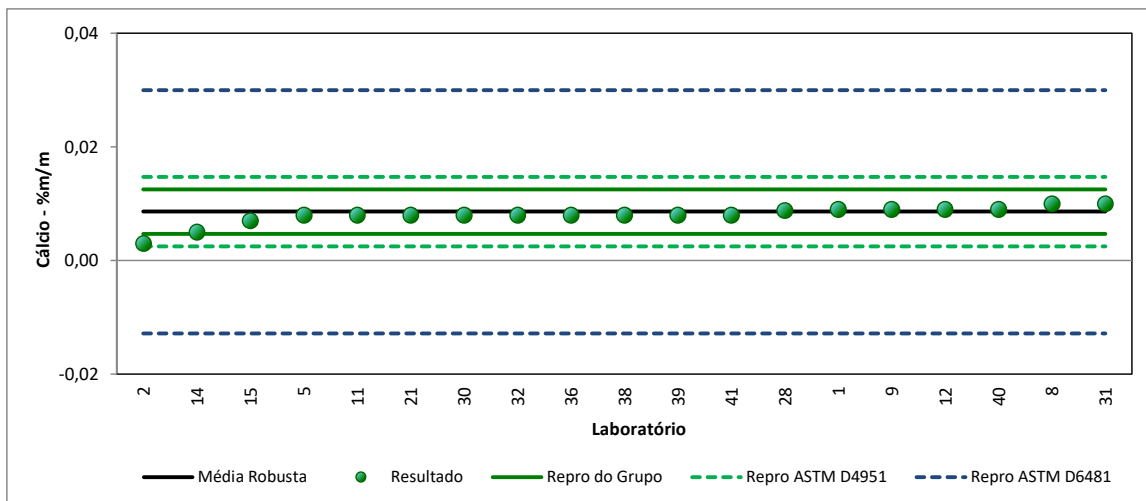
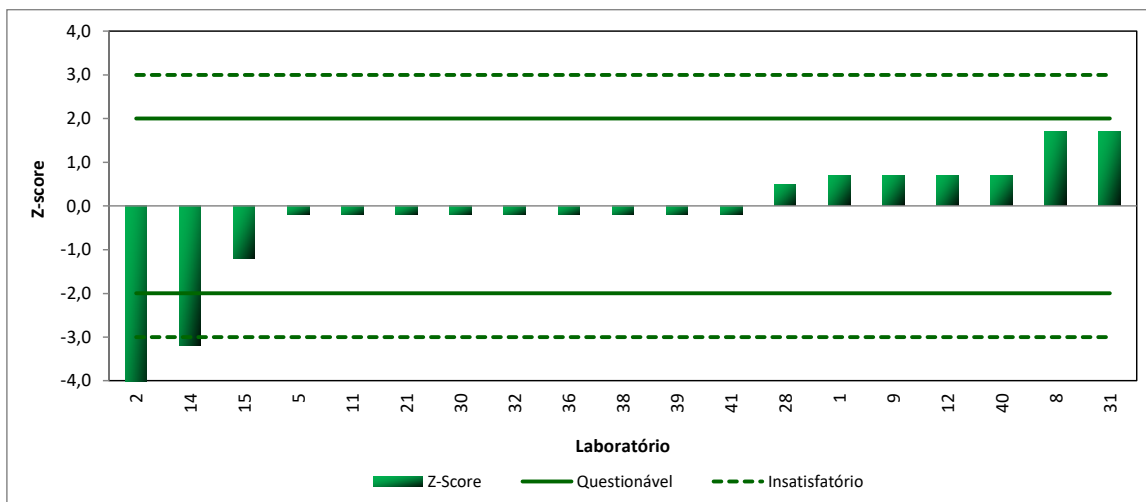


Figura 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.



3.2.8 - Zinco

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
14	0,034	-0,006	-2,30	Questionável
2	0,036	-0,004	-1,50	
15	0,037	-0,003	-1,10	
28	0,037	-0,003	-1,00	
32	0,038	-0,002	-0,90	
40	0,038	-0,002	-0,70	
8	0,039	-0,001	-0,30	
30	0,039	-0,001	-0,30	
1	0,040	0,000	0,10	
11	0,040	0,000	0,10	
25	0,040	0,000	0,10	
38	0,040	0,000	0,10	
39	0,040	0,000	0,10	
5	0,041	0,001	0,50	
9	0,041	0,001	0,50	
41	0,041	0,001	0,50	
31	0,042	0,002	0,90	
36	0,044	0,004	1,70	
12	0,046	0,006	2,50	Questionável
21	0,051	0,011	4,50	Insatisfatório
20	3,935	3,895		Insatisfatório
34	330,920	330,880		Insatisfatório
43	347,456	347,416		Insatisfatório
27	424,500	424,460		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,040
Desvio Padrão Robusto	0,002
Mediana	0,040
Média Aritmética	0,040
Desvio Padrão Aritmético	0,004
Repro do grupo	0,007
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,047
3 sigma Abaixo	0,032

Os laboratórios 20, 27, 34 e 43 foram excluídos dos cálculos estatísticos por terem reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

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

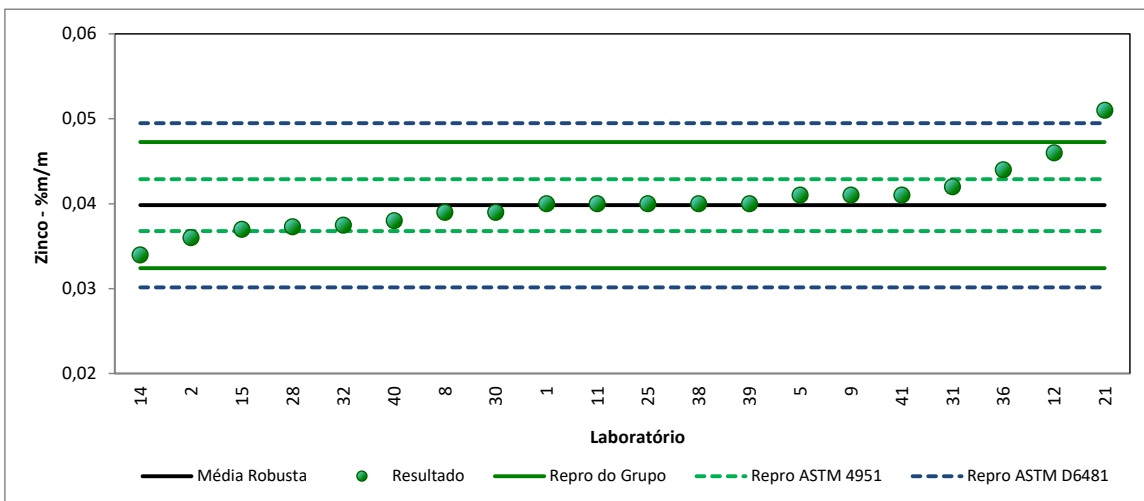
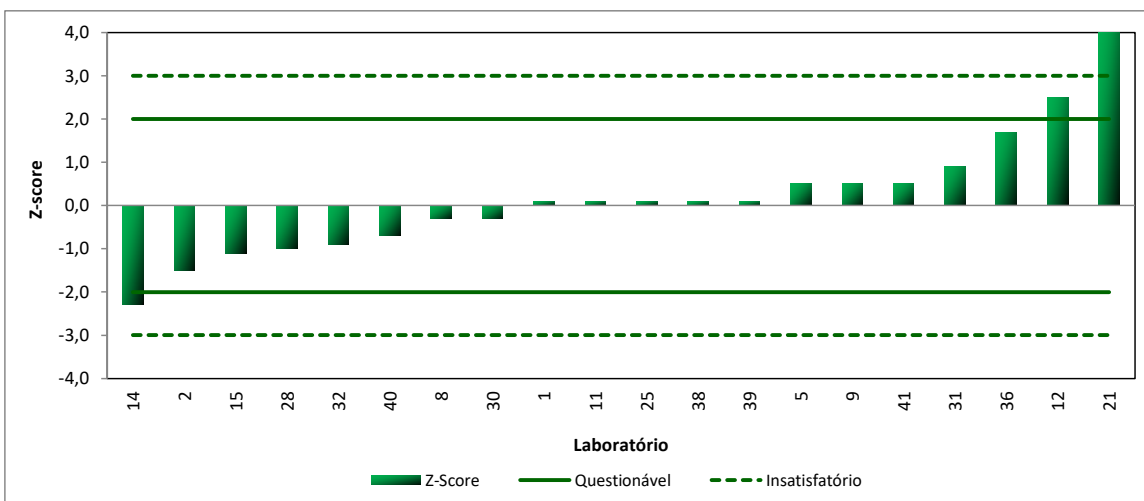


Figura 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco



3.2.9 - Enxofre

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

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	0,078	-0,019	-2,30	Questionável
9	0,086	-0,011	-1,30	
7	0,087	-0,010	-1,20	
14	0,088	-0,009	-1,10	
1	0,089	-0,008	-1,00	
26	0,090	-0,007	-0,90	
2	0,091	-0,006	-0,80	
38	0,094	-0,003	-0,40	
12	0,095	-0,002	-0,30	
5	0,099	0,002	0,20	
25	0,099	0,002	0,20	
29	0,099	0,002	0,20	
32	0,100	0,003	0,30	
21	0,101	0,004	0,40	
28	0,101	0,004	0,40	
41	0,101	0,004	0,40	
11	0,102	0,005	0,50	
40	0,102	0,005	0,50	
8	0,105	0,008	0,90	
30	0,107	0,010	1,10	
31	0,112	0,015	1,70	
43	0,127	0,030	3,50	Insatisfatório
20	10,245	10,148		Insatisfatório
27	1043,000	1042,903		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	0,097
Desvio Padrão Robusto	0,009
Mediana	0,099
Média Aritmética	0,098
Desvio Padrão Aritmético	0,010
Repro do grupo	0,025
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,123
3 sigma Abaixo	0,072

Os laboratórios 20 e 27 foram excluídos dos cálculos estatísticos por terem reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

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

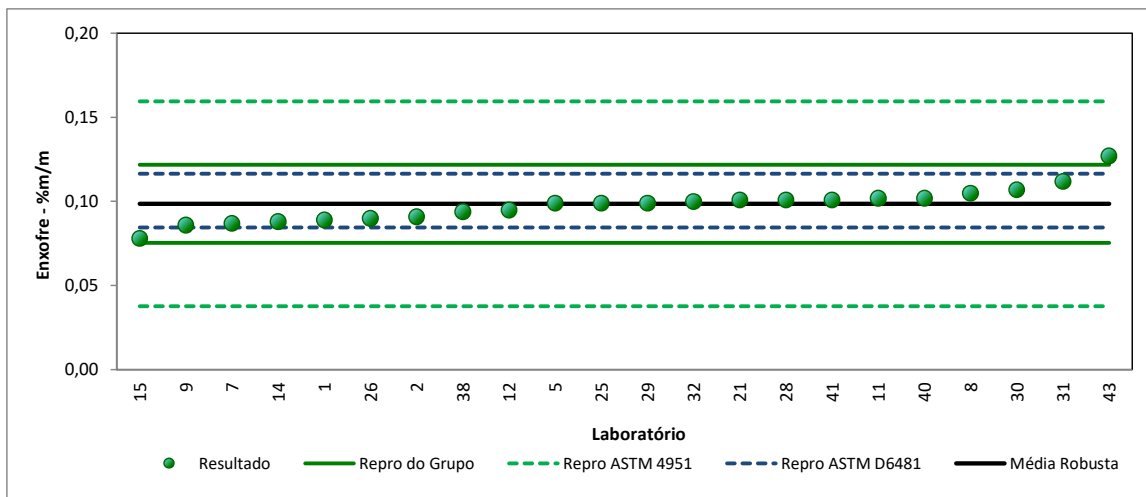
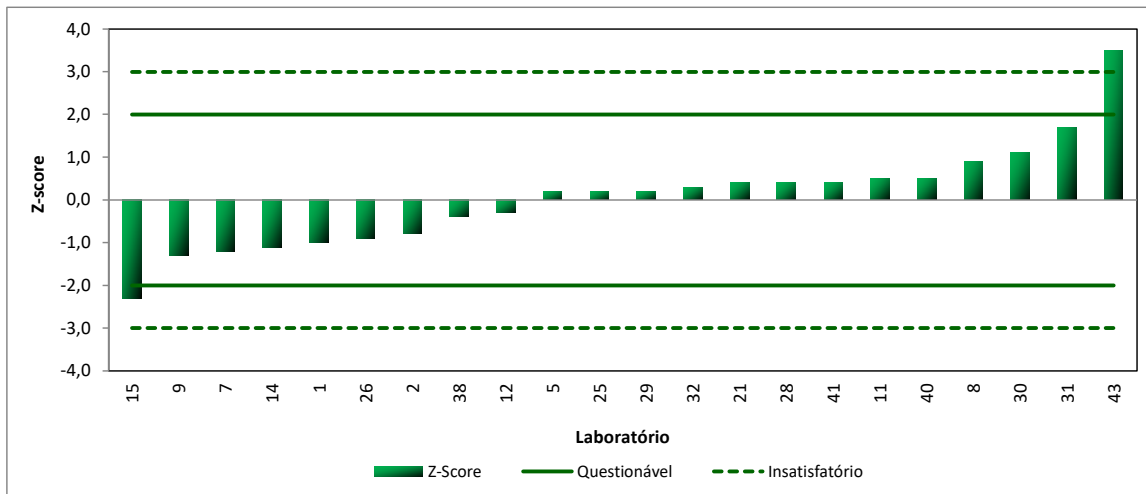


Figura 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre



3.2.9 - Fósforo

Normas: NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D7751

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	0,027	-0,005	-1,90	
2	0,029	-0,003	-1,10	
12	0,029	-0,003	-1,10	
21	0,029	-0,003	-1,10	
32	0,030	-0,002	-0,70	
25	0,031	-0,001	-0,30	
28	0,031	-0,001	-0,30	
38	0,031	-0,001	-0,30	
40	0,031	-0,001	-0,30	
41	0,031	-0,001	-0,30	
30	0,032	0,000	0,10	
1	0,033	0,001	0,50	
5	0,033	0,001	0,50	
11	0,033	0,001	0,50	
31	0,034	0,002	0,90	
39	0,034	0,002	0,90	
8	0,035	0,003	1,20	
36	0,035	0,003	1,20	
9	0,037	0,005	2,00	
20	3,595	3,563		Insatisfatório
43	114,383	114,351		Insatisfatório
34	262,890	262,858		Insatisfatório
27	282,500	282,468		Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	19
Média Robusta	0,032
Desvio Padrão Robusto	0,003
Mediana	0,031
Média Aritmética	0,032
Desvio Padrão Aritmético	0,003
Repro do grupo	0,008
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,040
3 sigma Abaixo	0,024

Os laboratórios 20, 27, 34 e 43 foram excluídos dos cálculos estatísticos por terem reportado o valor na unidade mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções.

Figura 19. Representação das médias dos resultados para o ensaio de teor de Fósforo.

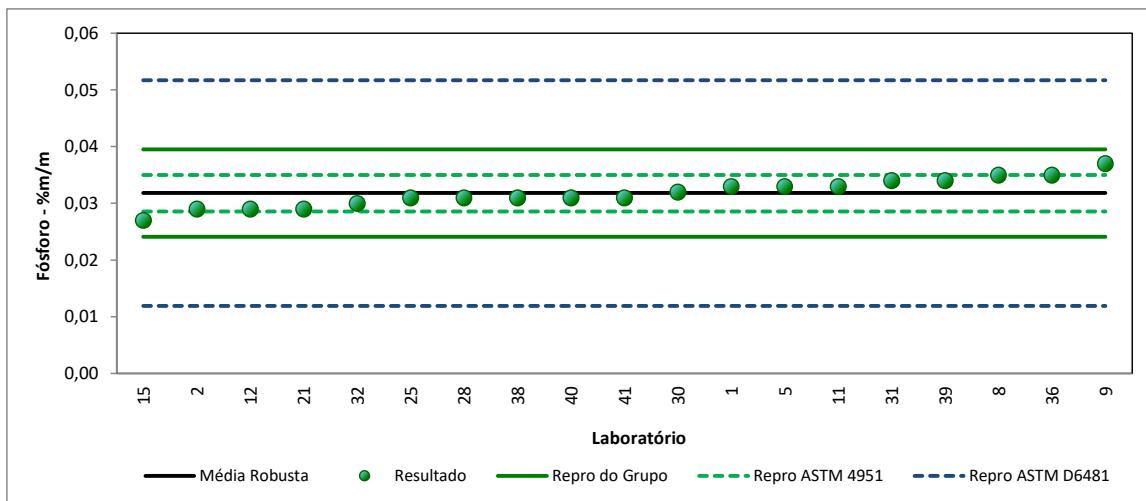
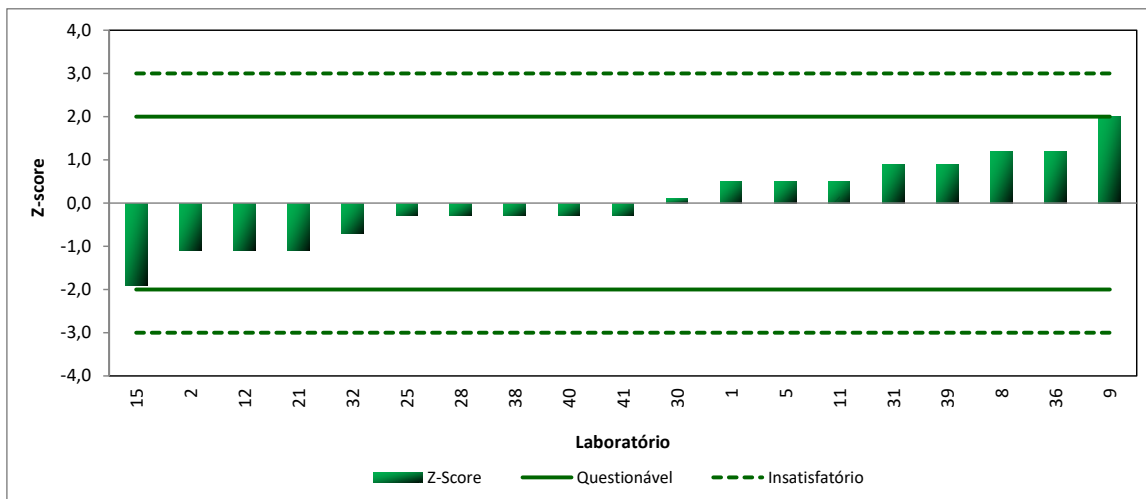


Figura 20. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.



3.3 – Avaliação do ensaio de Demulsibilidade

Norma: ASTM D1401

Dezoito laboratórios enviaram resultados para a análise, no entanto, pela natureza dos resultados (valores de tempo iguais a 30 para quase todos os laboratórios) não foi possível realizar qualquer tipo de análise estatística. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 10.

Vale destacar que o laboratório 38 não executou o ensaio corretamente, visto que o tempo de análise para óleos com viscosidade cinemática a 40°C menor que 90 cSt é de 30 minutos.

Tabela 10. Resultados para o ensaio de Demulsibilidade – Óleo/Água/Emulsão

Laboratório	Óleo (mL)	Água	Emulsão	Tempo
1	43	37	0	30
2	0	8	72	30
5	0	0	80	30
8	1	35	44	30
9	1	8	72	30
12	0	10	70	30
19	40	40	0	20
20	2	5	76	30
21	0	18	62	30
23	10	0	70	30
24	0	18	63	30
27	10	10	61	30
29	0	5	75	30
31	1	4	75	30
38	0	8	72	60
39	1	8	71	30
40	1	10	69	30
43	1	76	3	30

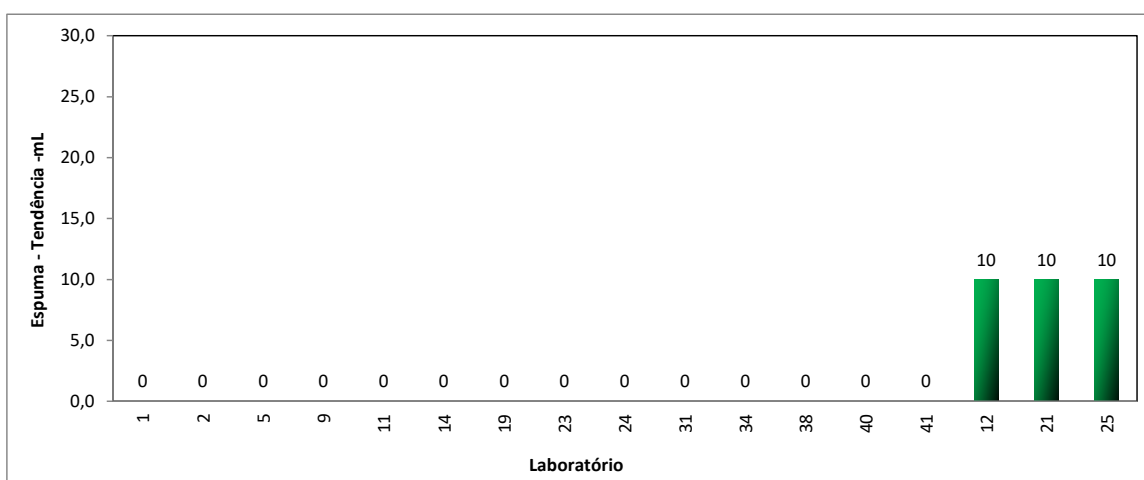
3.4 – Avaliação do ensaio de Espuma

Normas: ASTM D892/NBR 14235

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

Dezessete laboratórios reportaram resultados para o ensaio de espuma. Optou-se por não realizar qualquer tipo de análise estatística com base nos valores apresentados, pois quando se considera os resultados e a reprodutibilidade da norma, os valores são idênticos. A título de comparação, eles estão dispostos na Figura 21.

Figura 21. Representação dos resultados para o ensaio de espuma.



Considerando apenas a mediana para o ensaio (0 mL) e a reprodutibilidade da norma ASTM D892 de 11 mL, para a mediana em questão, todos os resultados foram considerados satisfatórios.

3.5 – Avaliação do ensaio desgaste em quatro esferas

Normas: ASTM D4172

Apenas seis laboratórios reportaram resultados para o ensaio de desgaste em 4 esferas, número inferior ao mínimo necessário para a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 11.

Tabela 11. Resultados por laboratório para o ensaio de desgaste em quatro esferas

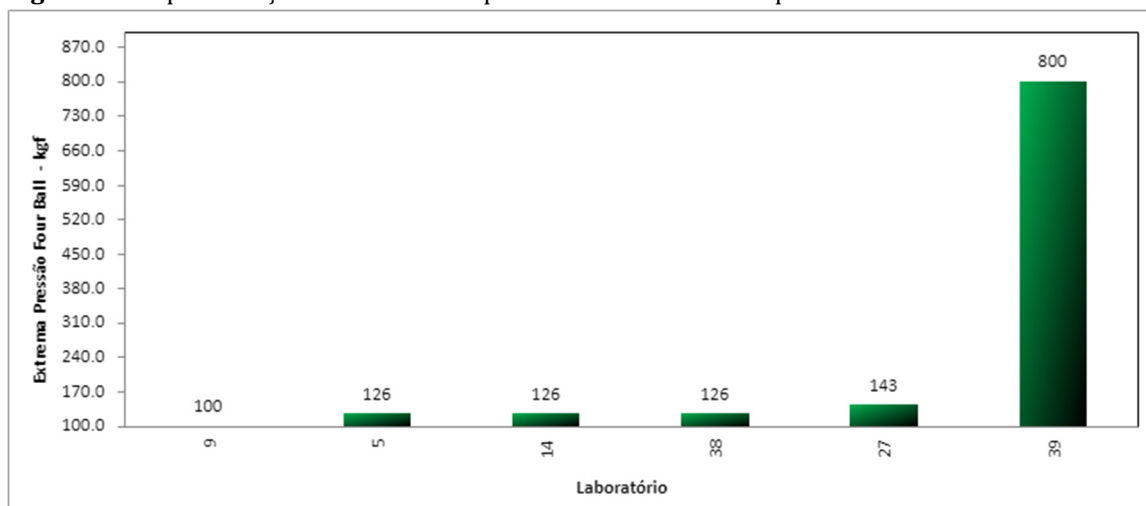
Laboratório	Resultado (mm)
5	0,53
9	0,32
14	0,55
19	0,42
27	1,90
38	0,57

3.6 – Avaliação do ensaio de extrema pressão, Four Ball

Norma: ASTM 2783

Seis laboratórios reportaram resultados para o ensaio de extrema pressão Four Ball. Com base nos valores reportados, não foi possível a realização do tratamento estatístico. Os resultados recebidos estão dispostos na Figura 22.

Figura 22. Representação dos resultados para o ensaio de extrema pressão Four Ball.



Considerando apenas a mediana para o ensaio (126 kgf) e a reprodutibilidade da norma ASTM D2783 para a mediana em questão, recomenda-se que o laboratório 39 analise criticamente seu resultado para encontrar eventuais fontes de erro.

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

Norma: ASTM D6304

Vinte e dois laboratórios reportaram resultados para o ensaio de teor de água. Apesar da quantidade de reporte, optou-se por não realizar a análise estatística.

Pelos resultados pode-se inferir que nove (9) laboratórios reportaram seus valores em mg/kg, realizando-o em desacordo com o protocolo de instruções. Apesar disso, avaliando os resultados, ao serem convertidos para a unidade correta, a mediana dos valores seria 0,01. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 12.

Tabela 12. Resultados por laboratório para o ensaio de teor de água – Karl Fisher

Laboratório	Resultado (%m/m)
1	0,00
5	0,00
11	0,00
6	0,01
14	0,01
26	0,01
30	0,01
37	0,01
38	0,01
41	0,01
9	0,02
19	0,02
34	0,02
32	73,60
42	76,50
27	82,00
20	100,45
22	123,50
44	129,00
23	140,75
29	219,00
43	244,50

3.8 – Avaliação do ensaio de nitrogênio

Normas: ASTM D5291/NBR 5762

Apenas quatro 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 13.

Tabela 13. Resultados por laboratório para o ensaio de determinação de nitrogênio.

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	0,512
26	1,775
29	23,350
39	0,011

3.9 – Avaliação do ensaio de magnésio

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

Apenas doze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de magnésio. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 14.

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

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	0,000
2	0,000
5	0,000
8	0,000
12	0,000
15	0,000
20	0,245
34	0,225
38	0,000
39	0,001
41	0,006
43	<0,5

3.10 – Avaliação do ensaio de molibdênio

Normas: NBR 14786/ASTM D4951/D7751

Apenas catorze laboratórios reportaram resultados para o ensaio de molibdênio. Com base na quantidade de reportes, não foi possível realizar o tratamento estatístico, uma vez que a amostra não foi dopada com tal elemento. Os resultados recebidos estão dispostos na Tabela 15.

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

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	0,000
2	0,000
5	0,000
12	0,000
15	0,000
20	0,000
27	1,000
31	0,000
34	0,000
38	0,000
39	0,000
40	0,000
41	0,000
43	<0,50

3.11 – Avaliação do ensaio de boro

Normas: ASTM D4951

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

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

Laboratório	Resultado (% m/m)
1	0,000
5	0,001
12	0,001
15	0,000
28	0,000
34	0,255
38	0,000
43	<0,5

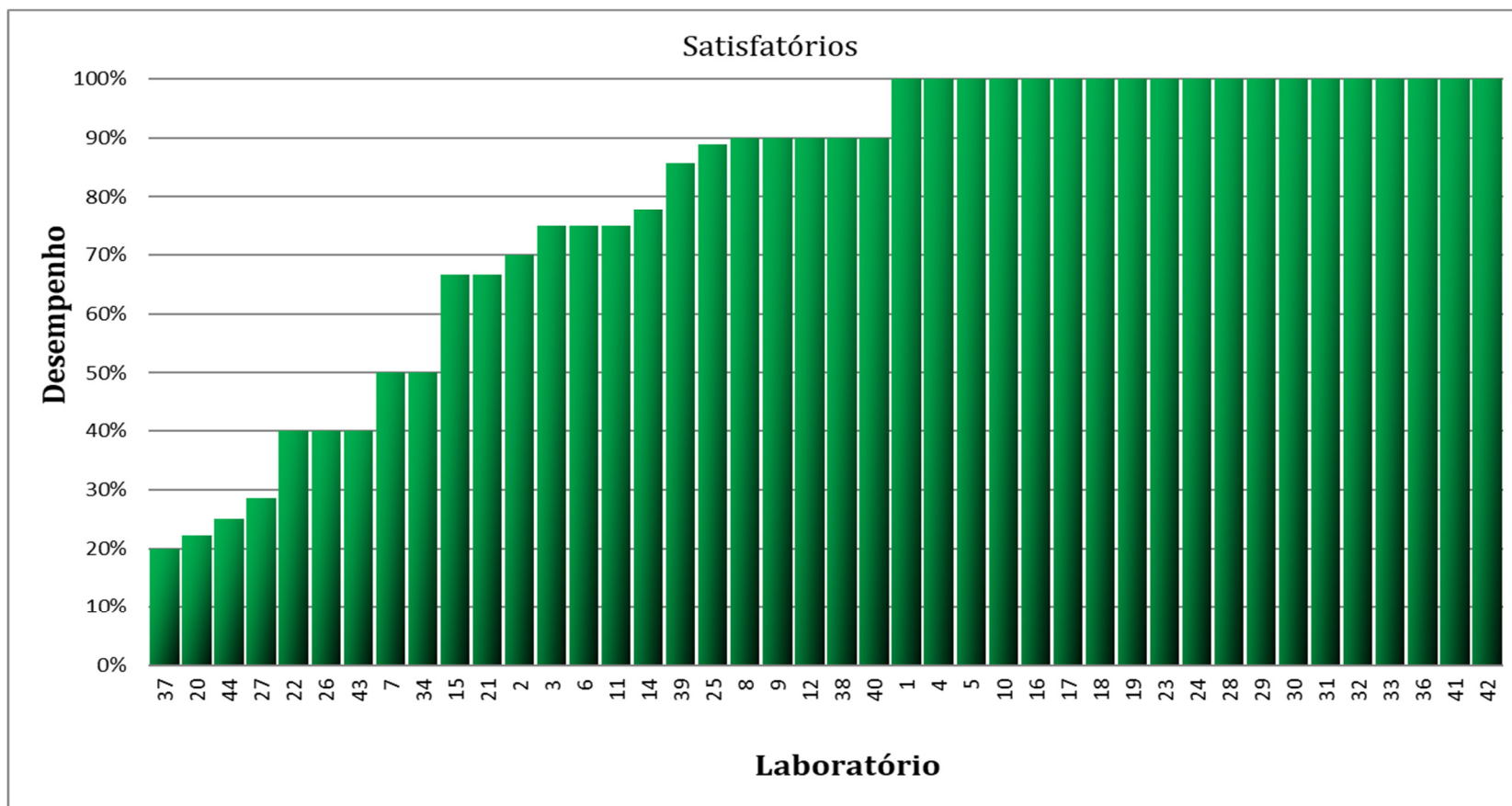
3.12 – Avaliação do ensaio de corrosividade ao cobre 3h a 100°C

Normas: ASTM D130 / NBR 14359

Trinta e um laboratórios reportaram resultados para o ensaio de corrosividade ao cobre. Esse ensaio é peculiar na forma de reporte dos resultados, que é não numérica, dessa forma não é possível realizar um tratamento estatístico. Com exceção do laboratório 41, que reportou 1B, todos reportaram 1A. Isso demonstra o consenso do grupo e todos foram considerados satisfatórios.

3.13 – Gráficos de desempenho

Figura 23. Porcentagem de ensaios com resultado satisfatório em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



Dezenove participantes obtiveram 100% de resultados satisfatórios nos ensaios que realizaram e que foi possível a análise estatística.

Figura 24. Porcentagem de ensaios com resultados insatisfatórios em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.

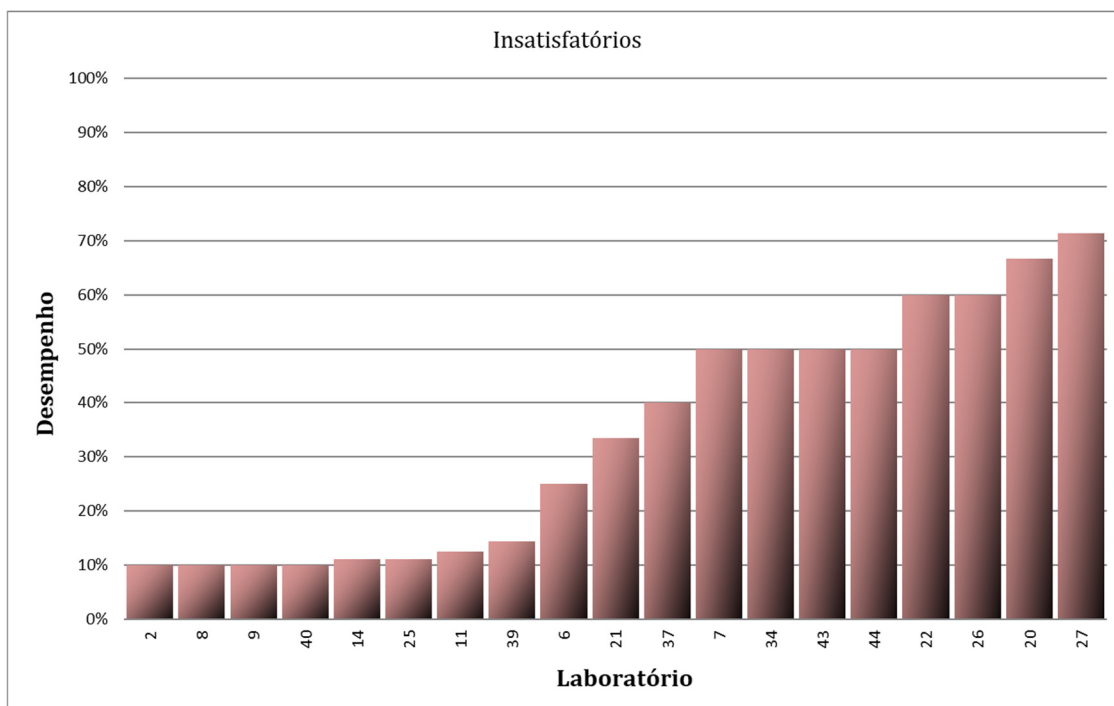
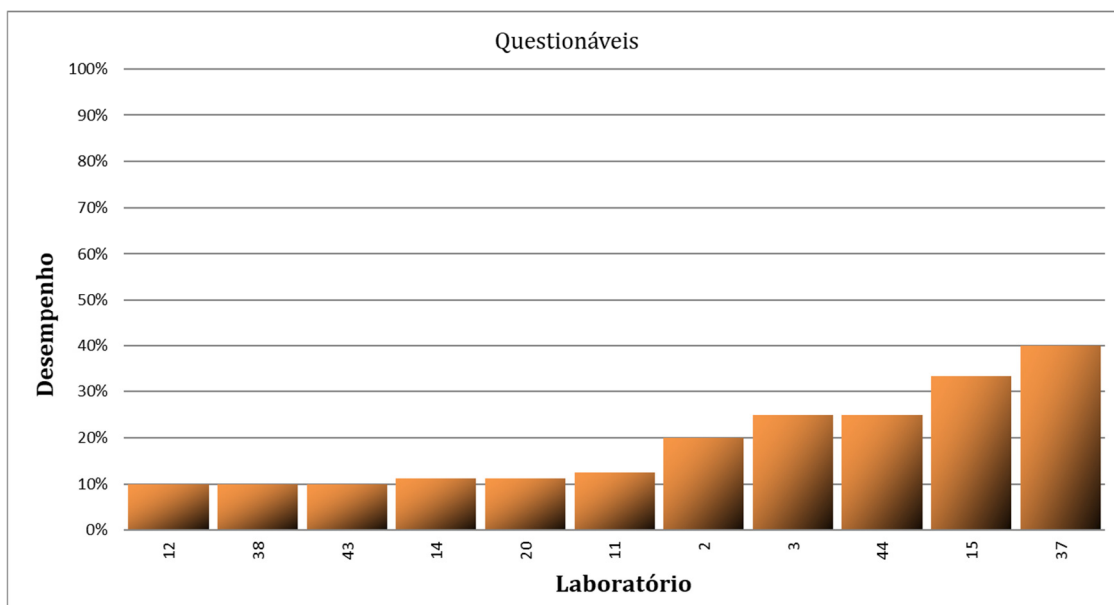


Figura 25. Porcentagem de ensaios com resultados questionáveis em comparação com o número de ensaios realizados pelo laboratório.



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

4 – CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

4.1. Resumo do tratamento estatístico

Ensaio	Unidade	Nº de Resultados Satisfatórios	Média Robusta	Desvio Padrão Robusto	Mediana	Média Aritmética	Desvio Padrão Aritmético	Repro do grupo	Intervalos do Grupo	
									3 sigma acima	3 sigma abaixo
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm ² /s (cSt)	29	67,349	0,578	67,280	68,292	5,519	1,656	69,084	65,614
Viscosidade Cinemática a 100°C	mm ² /s (cSt)	31	9,216	0,082	9,220	9,083	0,564	0,236	9,464	8,969
Ponto de Fulgor	°C	33	253,8	6,6	254,5	254,0	6,7	19,0	273,6	234,0
Ponto de Fluidez	°C	21	-27	5	-27	-27	5	13	-13	-40
IAT	mgKOH/g	23	0,50	0,12	0,50	0,53	0,27	0,34	0,85	0,15
Massa Específica a 20°C	g/mL	22	0,8608	0,0003	0,8607	0,8614	0,0017	0,0009	0,8617	0,8599
Cálcio	% m/m	17	0,008	0,001	0,008	0,008	0,002	0,003	0,011	0,005
Zinco	% m/m	17	0,040	0,002	0,040	0,040	0,004	0,007	0,047	0,032
Enxofre	% m/m	20	0,097	0,009	0,099	0,098	0,010	0,025	0,123	0,072
Fósforo	% m/m	19	0,032	0,003	0,031	0,032	0,003	0,008	0,040	0,024

4.2. Recomendações

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

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

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

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011. Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência (2017);
- [2] ISO 13528:2015. Statistical Methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons (2016);
- [3] PD ISO Guide 30:2015. Reference Materials – Selected Terms and Definitions (2015).