

Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos

Relatório final



anp
Agência Nacional
do Petróleo,
Gás Natural e Biocombustíveis

INTRODUÇÃO

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 quarta edição do PIL-ANP, que foi conduzida conforme as recomendações da norma ISO/IEC 17043:2011^[1].

SUMÁRIO

EXPEDIENTE.....	2
LISTA DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES.....	4
1. OBJETIVOS.....	5
2. METODOLOGIA.....	5
2.1.Amostras.....	5
2.2.Identificação dos participantes neste relatório.....	5
2.3. Sigilo de Participação.....	5
2.4.Homogeneidade.....	5
2.5.Estabilidade.....	6
2.6.Método de Obtenção do Valor Designado.....	7
2.7.Avaliação do Desempenho dos Participantes.....	7
3. RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO	7
3.1.Resultados dos Ensaio Físico-químicos	7
3.2.Estatística Robusta	15
3.3.Avaliação do Ensaio de Espuma.....	45
3.4.Avaliação do Ensaio de Boro.....	46
3.5.Avaliação do ensaio HTHS	47
3.6.Gráficos de Desempenho.....	48
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	50
4.1.Discussão dos Resultados.....	51
4.2. Considerações Gerais.....	52
5. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES.....	55
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	55

EXPEDIENTE

Elaborado pelo Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas (CPT) da Superintendência de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos (SBQ)

Diretor-Geral

Décio Oddone

Diretores

Aurélio Cesar Nogueira Amaral

Dirceu Cardoso Amorelli Junior

Felipe Kury

José Cesário Cecchi

Superintendente de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos – SBQ

Carlos Orlando Enrique da Silva

Superintendente Adjunta de Biocombustíveis e Qualidade de Produtos – SBQ

Danielle Machado e Silva

Coordenador do Centro de Pesquisa e Análises Tecnológicas – CPT

Fábio da Silva Vinhado

Coordenador de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais – CPL

Felipe Feitosa de Oliveira

Organização e Coordenação (Comissão Técnica) - CPT

Cristiane Brito Costa

Igor Freitas Figueiredo

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Maristela Lopes Silva Melo

Coordenação de Petróleo, Lubrificantes e Produtos Especiais – CPL/CPT/SBQ

Alhan José dos Santos

Igor Freitas Figueiredo

Ana Beatriz Rocha Guimarães

Julia de Moraes Oliveira

Bruno N. L. Bezerra de Oliveira

Luiz Filipe Paiva Brandão

Caroline da Conceição Azevedo Rocha

Maria da Conceição Carvalho França

Cristiane Brito Costa

Maristela Lopes Silva Melo

Graziele Duarte Colbano

Paulo Pivesso

Guilherme Vianna de Melo Jacintho

Paulo Roberto Rodrigues de Matos

Helena Silva Pereira Carneiro

Vianney Oliveira dos Santos Júnior

Telefones para contato: (61) 3255-5242 / 3426-5185 / 3255-5229

E-mail: pil_anp@anp.gov.br

LISTA DOS LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas (CPT/SBQ)
Elvin Lubrificantes Indústria e Comércio Ltda
Energis 8 Agroquímica Ltda
Energis8 Indústria e Comércio de Lubrificantes Ltda - CTQ - Centro Tecnológico Químico
Eternal – Indústria, Comércio, Serviços e Tratamento de Resíduos da Amazônia Ltda.
Fábrica Química Petróleos e Derivados LTDA
Fuchs Lubrificantes do Brasil Ltda
Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa - Laboratório de Ensaios de Combustíveis da UFMG (LEC-UFMG)
LACAUT – Laboratório de Análise de Combustíveis Automotivos
GC Industrial Importadora e Exportadora de Lubrificantes Ltda.
ICONIC Lubrificantes S.A. – São Cristovão
ICONIC Lubrificantes S.A. – Duque de Caxias
Ingrax Indústria e Comércio de Graxas S/A
Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT - Laboratório de Referências Metrológicas
Lubrificantes Fênix Ltda
Lucheti Lubrificantes Ltda
Lwart Lubrificantes Ltda - Laboratório de Controle de Processo e Qualidade
Mercedes-Benz do Brasil S.A. - Laboratório de Lubrificantes Mercedes-Benz
Pax Lubrificantes Ltda
Petronas Lubrificantes Brasil S.A
Promax Produtos Máximos S/A Indústria e Comércio
QuantiQ Distribuidora Ltda
Safra Química Indústria e Comércio de Lubrificantes Ltda
SGS do Brasil Ltda.
Spark Lubrificantes Eireli
SRIII Indústria e Comércio de Lubrificantes Eireli – ME
Tamco Lubrificantes e Derivados Ltda
Teclub Indústria e Comércio de Lubrificantes Ltda
Test Oil do Brasil Ltda EPP
Texsa do Brasil Ltda.
TG Indústria e Comércio de Lubrificantes e Graxas Ltda - Laboratório de Controle de Qualidade
Total Lubrificantes do Brasil
Universidade Federal de Goiás - LAMES
Universidade Federal de Pernambuco - Laboratório de Combustíveis da UFPE
Universidade Federal do Rio de Janeiro / Escola de Química - LABCOM
YPF Brasil Comércio de Derivados de Petróleo Ltda - Laboratório Controle de Qualidade YPF

1 - OBJETIVOS

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

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

2 - METODOLOGIA

2.1 – Amostras

O óleo lubrificante utilizado nesta edição foi automotivo e oriundo de uma mistura de óleos lubrificantes de um mesmo grau de viscosidade coletados pelo Programa de Monitoramento de Lubrificantes (PML) e considerados conformes quanto a qualidade.

Após homogeneização da amostra, estudos de homogeneidade e estabilidade foram realizados para garantir que os resultados da análise estatística não fossem influenciados por heterogeneidade e instabilidade dos itens de comparação enviados aos laboratórios.

O volume de óleo lubrificante encaminhado a cada laboratório variou entre 1 e 2 litros, de acordo com os ensaios que cada laboratório se comprometeu a realizar.

2.2 – Identificação dos participantes neste relatório

Para verificar seu desempenho no relatório, cada um dos laboratórios recebeu, juntamente com as amostras, uma carta endereçada ao contato técnico do laboratório participante, com um código de identificação sigiloso, conhecido apenas pela coordenação deste programa e pelo próprio representante do laboratório.

2.3 - Sigilo de participação

A coordenação deste programa mantém estes 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 homogeneidade das amostras enviadas aos laboratórios participantes foi avaliada a fim de evitar a ocorrência de diferenças significativas causadas pelo processo de divisão do produto. Após o envasilhamento das amostras, 10 recipientes foram aleatoriamente selecionados, sendo retiradas 2 alíquotas de cada um deles para a realização dos testes de homogeneidade, que obedeceram aos ensaios constantes da Tabela 1. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente, pelo método descrito na norma ISO 13528:2015 ^[2] e, para todos eles, foi constatada a homogeneidade das amostras.

Tabela 1. Parâmetros de avaliação de homogeneidade.

Produto	Parâmetro	Metodologia utilizada
Óleo lubrificante automotivo	Viscosidade Cinemática a 100 °C	NBR10441
	Viscosidade Cinemática a 40 °C	NBR10441
	Viscosidade Dinâmica a Baixa Temperatura	NBR 14173
	Massa Específica a 20°C	ASTM D4052
	Cálcio	ASTM D4951
	Magnésio	ASTM D4951
	Fósforo	ASTM D4951
Zinco	ASTM D4951	

2.5 - Estabilidade

Outro parâmetro essencial a ser garantido em programas interlaboratoriais é a estabilidade das amostras. Segundo a ABNT ISO Guia 30:2015 ^[3], a estabilidade é definida como sendo a capacidade que um material possui para manter o valor de uma determinada propriedade dentro de limites especificados por um período de tempo pré-estabelecido, quando estocado nas condições especificadas.

Durante a realização de um programa interlaboratorial, é importante que seja fornecida evidência de que os itens são suficientemente estáveis para garantir que não ocorram quaisquer alterações expressivas. Isso significa garantir que as variações que podem ocorrer durante o período do programa são pequenas em relação ao valor designado e não afetarão a avaliação dos resultados.

Neste programa interlaboratorial, a estabilidade das amostras foi monitorada desde o período de preparação e realização da homogeneização até o término das medições pelos laboratórios participantes (10/06/2019 a 21/06/2019). Foram utilizadas 10 garrafas na primeira semana e 6 garrafas na última semana. Todas as amostras foram analisadas em duplicata. Os parâmetros empregados no estudo de estabilidade das amostras estão relacionados na Tabela 2.

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

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

Tabela 2. Parâmetros de avaliação da estabilidade.

Produto	Parâmetro	Metodologia utilizada
Óleo lubrificante automotivo	Viscosidade Cinemática a 100 °C	NBR10441
	Viscosidade Cinemática a 40 °C	NBR10441
	Massa Específica a 20°C	ASTM D4052
	Cálcio	ASTM D4951
	Magnésio	ASTM D4951
	Fósforo	ASTM D4951
	Zinco	ASTM D4951

2.6 – Método de obtenção do valor designado

O valor designado (valor real convencional) foi obtido por consenso mediante tratamento robusto (indicado pela norma ISO 13528:2015, Anexo C) da média dos resultados obtidos por todos os participantes em cada ensaio. 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 (média robusta e desvio padrão robusto).

2.7 – Avaliação do desempenho dos participantes

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

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

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

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

onde:

x_i = valor obtido pelo laboratório;

x_{pt} = valor de consenso;

S_R = desvio padrão robusto do grupo.

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

$$|z| \geq 3 \text{ Resultado Insatisfatório}$$

$$2 < |z| < 3 \text{ Resultado Questionável}$$

$$|z| \leq 2 \text{ Resultado Satisfatório}$$

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

3 – RESULTADOS E TRATAMENTO ESTATÍSTICO

3.1 – Resultados dos ensaios físico-químicos

As tabelas 3, 4 e 5 apresentam as médias dos resultados obtidos pelos laboratórios nos ensaios de óleo lubrificante automotivo.

Tabela 3. Média dos resultados obtidos para a amostra de óleo lubrificante automotivo pelos laboratórios participantes.

Ensaio	Viscosidade Cinemática a 100°C	Viscosidade Cinemática a 40°C	Índice de Viscosidade	Viscosidade Dinâmica à Baixa Temperatura	Ponto de Fulgor	Ponto de Fluidez
Unidade	mm ² /s (cSt)	mm ² /s (cSt)	adimensional	cP (mPa.s), °C	°C	°C
Metodologia	NBR 10441	NBR 10441	NBR 14358	NBR 14173	NBR 11341	NBR 11349/15468
	ASTM D445/D7042	ASTM D445/D7042	ASTM D2270	ASTM D5293	ASTM D92	ASTM D97/D5950/D7346
1						
2	13,40	92,91	145			
3	13,48	93,24	145	4396		-29
4	13,45	92,48	146	4382	220,0	
5	13,57	92,99	130		224,8	
6	13,34	92,16	145		214,5	-22
7	13,08	91,27	142	4378	224,0	-30
8	13,35	94,07	142		220,0	
9	13,50	92,50	147	4479	219,8	
10	13,60	92,77	148		219,0	
11	13,36	93,18	143	4583	218,0	-33
12	13,63	93,71	147		215,5	-33
13	13,06	89,45	146	4673	220,0	-33
14	13,05	91,10	142		216,0	
15	13,47	91,72	148		228,0	
16	13,51	91,27	149	4351	201,0	-27
17	13,54	91,91	149	3838	228,0	-33
18	13,35	90,53	149		214,0	
19						
20	13,37	92,96	144	4422	223,0	-30
21	13,41	93,22	144	4506	214,0	-30
22	13,27	86,86	154		238,0	-30
23	14,07	102,10	140		182,0	
24	13,49	92,42	147		230,0	
25						
26	13,51	93,71	145	4423	216,0	-33
27	13,49	92,41	147	4528	220,0	-33
28						
29	13,16	90,24	145		232,0	-36
30	13,50	93,12	146		220,0	
31	13,36	93,80	142	4341	222,5	-33
32					237,0	-29
33	13,46	94,07	259		220,0	-30
34	12,44	88,34	137		226,5	-27
35	13,88	92,56	153			-36
36	12,97	92,52	138	4320	222,0	-28
37	13,65	92,99	149	4635	233,0	-33
38	13,80	95,11	147	4823	221,0	-33
39	13,56	92,55	148	4400	218,0	-30
40	13,41	93,58	144		218,0	

Tabela 4. Média dos resultados obtidos para a amostra de óleo lubrificante automotivo pelos laboratórios participantes.

Ensaio	Espuma	IBT (TBN)	Perda por Evaporação Noack	Cálcio	Zinco	Magnésio
Unidade	mL	mg KOH/g	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m
Metodologia	NBR 14235	NBR 5798	NBR 14157	NBR 14786/14066	NBR 14786/14066	NBR 14786/14066
	ASTM D892	ASTM D2896	ASTM D5800	ASTM D4951/D4628/D6481/D6595	ASTM D4951/D4628/D6481/D6595	ASTM D4951/D4628/D6481/D6595/D7751
1						
2				0,216	0,123	
3				0,216	0,112	0,026
4		8,2	10,8	0,240	0,125	0,032
5						
6				0,205	0,103	0,025
7	20,0		10,6	0,213	0,119	0,001
8						
9		8,2	12,4	0,200	0,112	0,028
10						
11	0,0			0,146	0,096	
12		9,2		0,198	0,108	
13	320/0	9,4	4,8	0,241	0,114	0,010
14			10,4			
15		6,7	8,7	0,208	0,114	
16		8,0		0,218	0,119	0,020
17	10	7,7	8,9	0,193	0,103	
18		8,4	2,1	0,212	0,110	
19						
20	257	9,9	11,2	0,227	0,123	0,033
21	320	8,3	11,0	0,235	0,115	0,030
22		8,9	10,2	0,209	0,113	0,040
23	0	10,8		0,147	0,073	0,022
24						
25						
26	40/0	8,2		0,207	0,104	0,087
27	180	8,5		0,219	0,114	
28						
29		9,5	9,1	0,161	0,084	
30						
31				0,207	0,113	0,023
32						
33						
34			11,3			
35	10			0,214	0,118	
36	10	8,1		0,196	0,101	
37	295		13,2	0,156	0,116	0,032
38	20	7,4	9,6	0,212	0,125	
39	253	10,0		0,215	0,105	
40	20	8,2		0,216	0,109	0,024

Tabela 5. Média dos resultados obtidos para a amostra de óleo lubrificante automotivo pelos laboratórios participantes.

Ensaio	Fósforo	Molibdênio	Boro	Enxofre	Estabilidade ao Cisalhamento	Visc. Alta Temp. e Alto Cisalhamento - HTHS
Unidade	% m/m	% m/m	% m/m	% m/m	mm2/s	cP (mPas)
Metodologia	NBR 14786	NBR 14786	NBR 14786	NBR 14786/14533	NBR 14325	
	ASTM D4951/D6481/D6595	ASTM D4951/D6595/D7751	ASTM D4951/D6595	ASTM D4951/D6481/D4294/D2622	ASTM D6278/D7109	ASTM 4683/D4741/D5481
1						
2				0,393		
3	0,096	0,005	0,009	0,438		
4	0,102	0,006	0,009		12,36	
5				0,445		
6	0,087	0,005	0,008	0,014		
7	0,103	0,006		0,506	11,62	
8						
9	0,095	0,006		0,436		
10						
11	0,083			0,273		
12	0,094			0,426		
13	0,087	0,005		0,355		
14						
15	0,095	0,002		0,430	12,59	
16	0,106	0,033		0,571		
17	0,086	0,004		0,584	12,64	
18	0,108			0,744	12,02	
19						
20	0,104	0,005	0,009	0,492	12,51	
21	0,101	0,005	0,008	0,467	12,58	3,61
22	0,100	0,015		0,405	13,19	
23	0,070	0,004	0,005			
24						
25						
26	0,092	0,019	0,019	0,437		
27	0,101			0,522		
28						
29	0,076				12,01	
30						
31	0,095			0,408		
32						
33						
34					9,70	
35						
36	0,093	0,003	0,005			
37					12,27	
38	0,091			0,408	12,18	
39	0,094			0,454		
40	0,094			0,436		

A Tabela 6 traz a relação de ensaios com resultados questionáveis, insatisfatórios, não realizados ou excluídos apresentados após a aplicação de estatística robusta e cálculos de z-score (ou z'-score, quando aplicável).

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável).

Ensaio	Identificação do laboratório									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Viscosidade Cinemática a 100°C	n						q			
Viscosidade Cinemática a 40°C	n									
Índice de Viscosidade	n				i					
Visc. Dinâmica à Baixa Temperatura	n	n			n	n		n		n
Ponto de Fulgor	n	n	n							
Ponto de Fluidez	n	n		n	n	i		n	n	n
Espuma	n	n	n	n	n	n		n	n	n
IBT (TBN)	n	n	n		n	n	n	n		n
Perda por Evaporação - Noack	n	n	n		n	n		n		n
Cálcio	n			q	n			n		n
Fósforo	n	n			n			n		n
Zinco	n				n			n		n
Enxofre	n			n		i		n		n
Magnésio	n	n			n		q	n		n
Boro	n	n			n		n	n	n	n
Molibdênio	n	n			n			n		n
Estabilidade ao Cisalhamento	n	n	n		n	n		n	n	n
Visc. Alta Temp e Alto Cisalhamento - HTHS	n	n	n	n	n	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	0	6	12	14	5	12	15	4	13	4
Resultados satisfatórios	0,00%	100,00%	100,00%	92,86%	80,00%	83,33%	86,67%	100,00%	100,00%	100,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	20,00%	16,67%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	0,00%	7,14%	0,00%	0,00%	13,33%	0,00%	0,00%	0,00%

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável) - continuação.

Ensaio	Identificação do laboratório									
	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Viscosidade Cinemática a 100°C			q	q					n	
Viscosidade Cinemática a 40°C			q						n	
Índice de Viscosidade									n	
Visc. Dinâmica à Baixa Temperatura		n		n	n		i	n	n	
Ponto de Fulgor						i			n	
Ponto de Fluidez				n	n			n	n	
Espuma		n		n	n	n		n	n	
IBT (TBN)	n			n					n	
Perda por Evaporação - Noack	n	n	i			n		i	n	
Cálcio	i		q	n					n	
Fósforo				n				n	n	
Zinco				n					n	
Enxofre	i			n		q	q	i	n	
Magnésio	n	n		n	n		n		n	
Boro	n	n	n	n	n	n	n	n	n	
Molibdênio	n	n		n		i		n	n	
Estabilidade ao Cisalhamento	n	n	n	n		n			n	
Visc. Alta Temp e Alto Cisalhamento - HTHS	n	n	n	n	n	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	11	10	15	5	12	13	15	11	0	17
Resultados satisfatórios	81,82%	100,00%	73,33%	80,00%	100,00%	76,92%	86,67%	81,82%	0,00%	100,00%
Resultados insatisfatórios	18,18%	0,00%	6,67%	0,00%	0,00%	15,38%	6,67%	18,18%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	0,00%	0,00%	20,00%	20,00%	0,00%	7,69%	6,67%	0,00%	0,00%	0,00%

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) ou excluídos (e) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável) - continuação.

Ensaio	Identificação do laboratório									
	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Viscosidade Cinemática a 100°C			i		n			n		
Viscosidade Cinemática a 40°C		i	i		n			n		
Índice de Viscosidade		q			n			n		
Visc. Dinâmica à Baixa Temperatura		n	n	n	n			n	n	n
Ponto de Fulgor		q	i		n			n		
Ponto de Fluidez			n	n	n			n		n
Espuma		n		n	n			n	n	n
IBT (TBN)				n	n			n		n
Perda por Evaporação - Noack			n	n	n	n	n	n		n
Cálcio	q		i	n	n			n	i	n
Fósforo			q	n	n			n	q	n
Zinco			i	n	n			n	i	n
Enxofre			n	n	n			n		n
Magnésio				n	n	i	n	n	n	n
Boro		n		n	n		n	n	n	n
Molibdênio		i		n	n	i	n	n	n	n
Estabilidade ao Cisalhamento			n	n	n	n	n	n		n
Visc. Alta Temp e Alto Cisalhamento - HTHS		n	n	n	n	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	18	14	12	4	0	15	12	0	12	4
Resultados satisfatórios	94,44%	71,43%	50,00%	100,00%	0,00%	86,67%	100,00%	0,00%	75,00%	100,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	14,29%	41,67%	0,00%	0,00%	13,33%	0,00%	0,00%	16,67%	0,00%
Resultados questionáveis	5,56%	14,29%	8,33%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	8,33%	0,00%

Tabela 6. Relação de ensaios com resultados questionáveis (q), insatisfatórios (i), não realizados (n) para a amostra de óleo lubrificante automotivo após a aplicação de estatística robusta e cálculo de z-score (ou z'-score, quando aplicável) - continuação.

Ensaio	Identificação do laboratório									
	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Viscosidade Cinemática a 100°C		n		i	q	q		q		
Viscosidade Cinemática a 40°C		n		i				q		
Índice de Viscosidade		n	i	q	q	q				
Visc. Dinâmica à Baixa Temperatura		n	n	n	n			i		n
Ponto de Fulgor		q			n					
Ponto de Fluidez										n
Espuma	n	n	n	n						
IBT (TBN)	n	n	n	n	n		n			
Perda por Evaporação - Noack	n	n	n		n	n			n	n
Cálcio		n	n	n			i			
Fósforo		n	n	n	n		n			
Zinco		n	n	n						
Enxofre		n	n	n	n	n	n			
Magnésio		n	n	n	n	n		n	n	
Boro	n	n	n	n	n		n	n	n	n
Molibdênio	n	n	n	n	n		n	n	n	n
Estabilidade ao Cisalhamento	n	n	n	q	n	n			n	n
Visc. Alta Temp e Alto Cisalhamento - HTHS	n	n	n	n	n	n	n	n	n	n
Total de ensaios realizados	11	2	5	7	7	13	12	14	12	11
Resultados satisfatórios	100,00%	50,00%	80,00%	42,86%	71,43%	84,62%	91,67%	78,57%	100,00%	100,00%
Resultados insatisfatórios	0,00%	0,00%	20,00%	28,57%	0,00%	0,00%	8,33%	7,14%	0,00%	0,00%
Resultados questionáveis	0,00%	50,00%	0,00%	28,57%	28,57%	15,38%	0,00%	14,29%	0,00%	0,00%

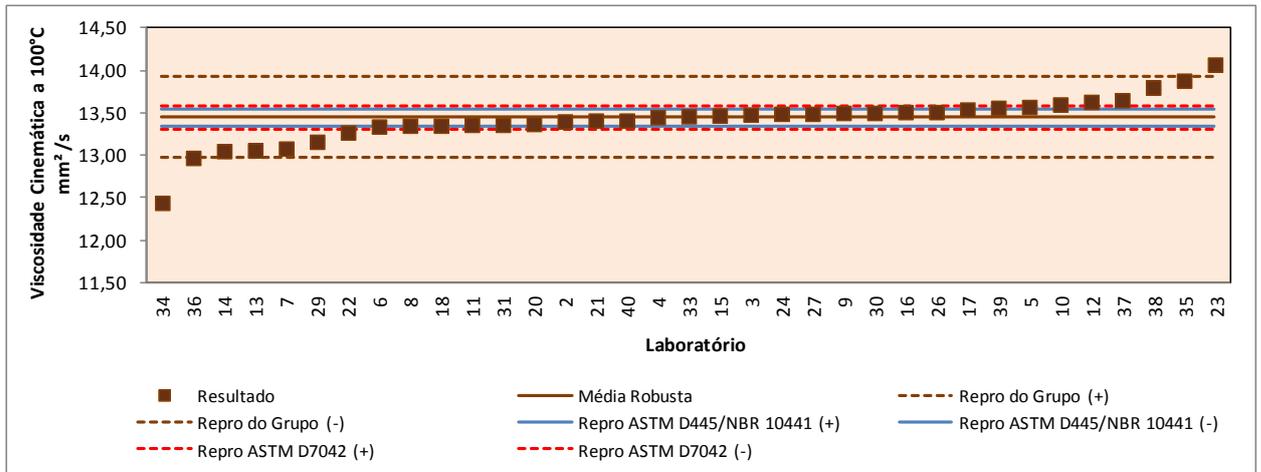
3.2 – Estatística robusta

3.2.1 - Viscosidade Cinemática a 100°C

Laboratório	Resultado	Desvio	Z'-Score	Observação
34	12,44	-1,00	-6,2	Insatisfatório
36	12,97	-0,47	-2,9	Questionável
14	13,05	-0,39	-2,4	Questionável
13	13,06	-0,38	-2,4	Questionável
7	13,08	-0,36	-2,2	Questionável
29	13,16	-0,28	-1,7	
22	13,27	-0,17	-1,1	
6	13,34	-0,10	-0,6	
8	13,35	-0,09	-0,6	
18	13,35	-0,09	-0,6	
11	13,36	-0,08	-0,5	
31	13,36	-0,08	-0,5	
20	13,37	-0,07	-0,4	
2	13,40	-0,04	-0,3	
21	13,41	-0,03	-0,2	
40	13,41	-0,03	-0,2	
4	13,45	0,01	0,0	
33	13,46	0,02	0,1	
15	13,47	0,03	0,2	
3	13,48	0,04	0,2	
24	13,49	0,05	0,3	
27	13,49	0,05	0,3	
9	13,50	0,06	0,4	
30	13,50	0,06	0,4	
16	13,51	0,07	0,4	
26	13,51	0,07	0,4	
17	13,54	0,10	0,6	
39	13,56	0,12	0,7	
5	13,57	0,13	0,8	
10	13,60	0,16	1,0	
12	13,63	0,19	1,2	
37	13,65	0,21	1,3	
38	13,80	0,36	2,2	Questionável
35	13,88	0,44	2,7	Questionável
23	14,07	0,63	3,9	Insatisfatório

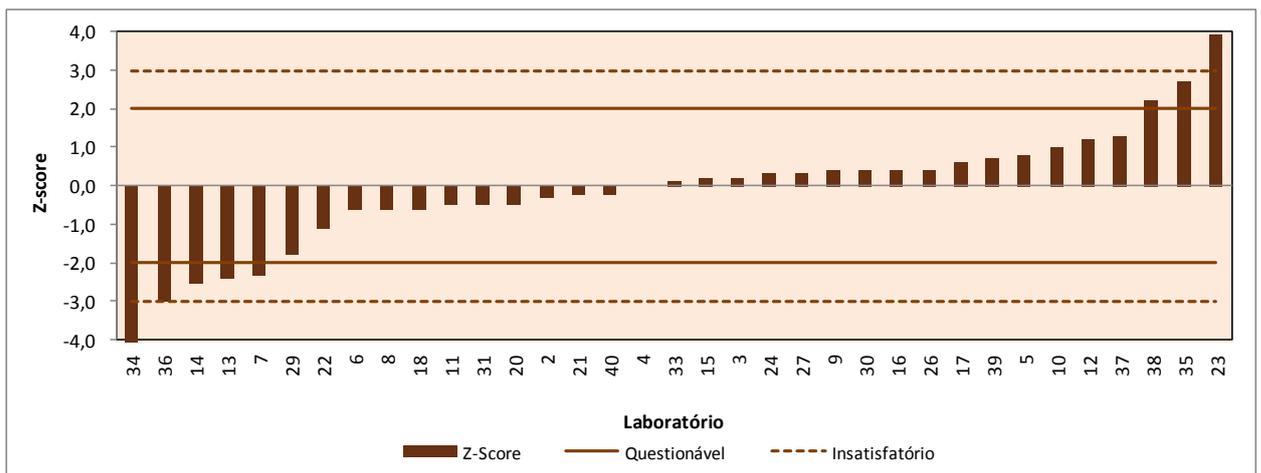
Nº de Resultados Satisfatórios	27
Média Robusta	13,44
Desvio Padrão Robusto	0,16
Mediana	13,46
Média Aritmética	13,42
Desvio Padrão Aritmético	0,28
Repro do grupo	0,46
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	13,92
3 sigma Abaixo	12,97

Gráfico 1. Representação das médias dos resultados obtidos para Viscosidade Cinemática a 100 °C. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.



*A reprodutibilidade na norma NBR 10441 é idêntica a da norma ASTM D445

Gráfico 2. Valores de z' obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C.

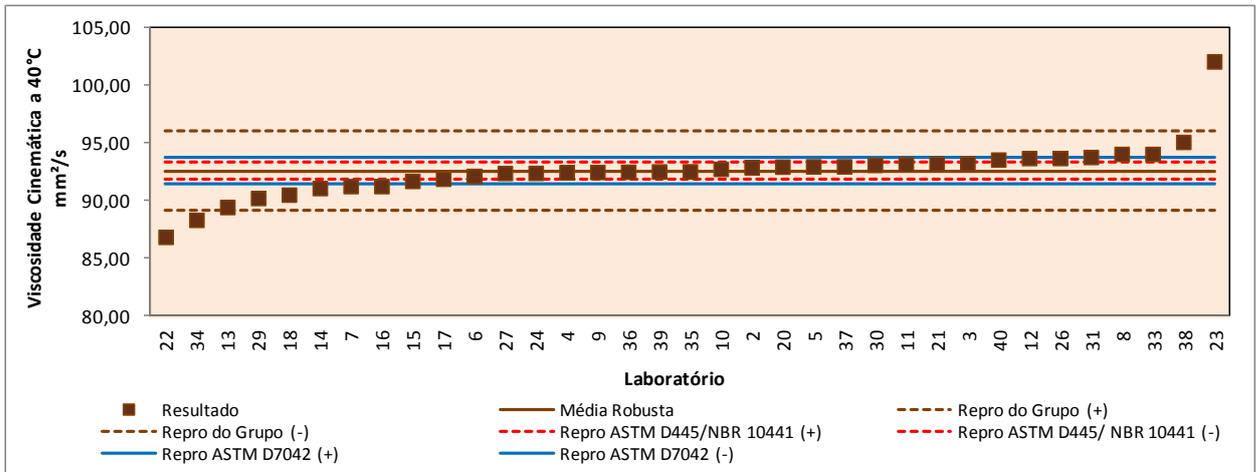


3.2.2 - Viscosidade Cinemática a 40°C

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
22	86,86	-5,73	-5,0	Insatisfatório
34	88,34	-4,25	-3,7	Insatisfatório
13	89,45	-3,14	-2,7	Questionável
29	90,24	-2,35	-2,0	
18	90,53	-2,06	-1,8	
14	91,10	-1,49	-1,3	
7	91,27	-1,32	-1,1	
16	91,27	-1,32	-1,1	
15	91,72	-0,87	-0,8	
17	91,91	-0,68	-0,6	
6	92,16	-0,43	-0,4	
27	92,41	-0,18	-0,2	
24	92,42	-0,17	-0,1	
4	92,48	-0,11	-0,1	
9	92,50	-0,09	-0,1	
36	92,52	-0,07	-0,1	
39	92,55	-0,04	0,0	
35	92,56	-0,03	0,0	
10	92,77	0,18	0,2	
2	92,91	0,32	0,3	
20	92,96	0,37	0,3	
5	92,99	0,40	0,4	
37	92,99	0,40	0,4	
30	93,12	0,53	0,5	
11	93,18	0,59	0,5	
21	93,22	0,63	0,6	
3	93,24	0,65	0,6	
40	93,58	0,99	0,9	
12	93,71	1,12	1,0	
26	93,71	1,12	1,0	
31	93,80	1,21	1,1	
8	94,07	1,48	1,3	
33	94,07	1,48	1,3	
38	95,11	2,52	2,2	Questionável
23	102,10	9,51	8,3	Insatisfatório

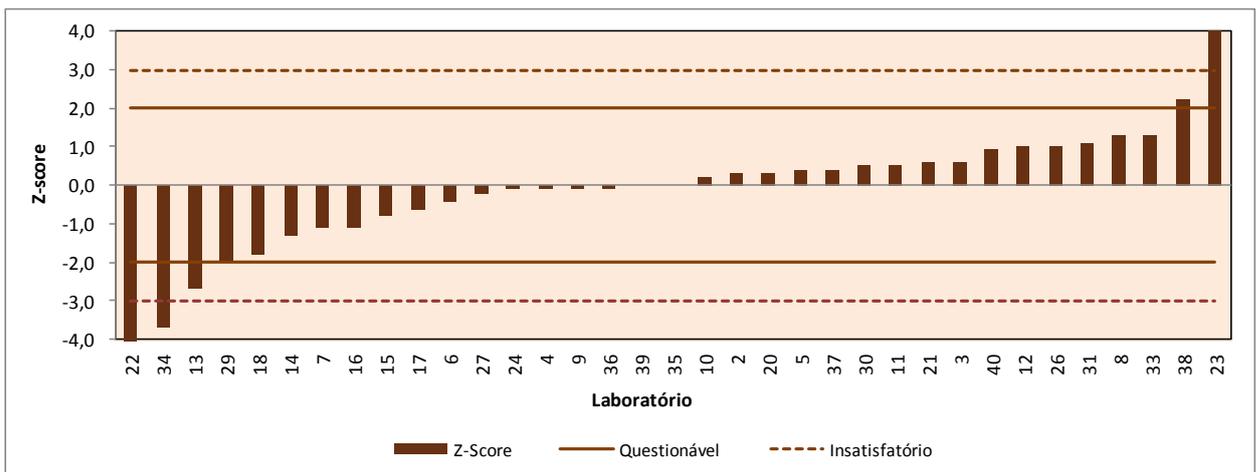
Nº de Resultados Satisfatórios	30
Média Robusta	92,59
Desvio Padrão Robusto	1,15
Mediana	92,56
Média Aritmética	92,57
Desvio Padrão Aritmético	2,34
Repro do grupo	3,30
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	96,03
3 sigma Abaixo	89,14

Gráfico 3. Representação das médias dos resultados obtidos para Viscosidade Cinemática a 40 °C. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.



*A reprodutibilidade na norma NBR 10441 é idêntica a da norma ASTM D445

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



3.2.3 - Índice de Viscosidade

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
33	259	113	35,1	Insatisfatório
22	154	8	2,6	Questionável
35	153	7	2,3	Questionável
16	149	3	1,0	
18	149	3	1,0	
37	149	3	1,0	
17	149	3	0,9	
10	148	2	0,7	
15	148	2	0,7	
39	148	2	0,7	
9	147	1	0,4	
12	147	1	0,4	
24	147	1	0,4	
27	147	1	0,4	
38	147	1	0,4	
4	146	0	0,1	
13	146	0	0,1	
30	146	0	0,1	
2	145	-1	-0,2	
3	145	-1	-0,2	
6	145	-1	-0,2	
26	145	-1	-0,2	
29	145	-1	-0,2	
20	144	-2	-0,5	
21	144	-2	-0,5	
40	144	-2	-0,5	
11	143	-3	-0,8	
7	142	-4	-1,1	
8	142	-4	-1,1	
14	142	-4	-1,1	
31	142	-4	-1,1	
23	140	-6	-1,8	
36	138	-8	-2,4	Questionável
34	137	-9	-2,7	Questionável
5	130	-16	-4,8	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	146
Desvio Padrão Robusto	3
Mediana	146
Média Aritmética	148
Desvio Padrão Aritmético	20
Repro do grupo	9
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	155
3 sigma Abaixo	137

Gráfico 5. Representação das médias dos resultados obtidos para Índice de Viscosidade. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

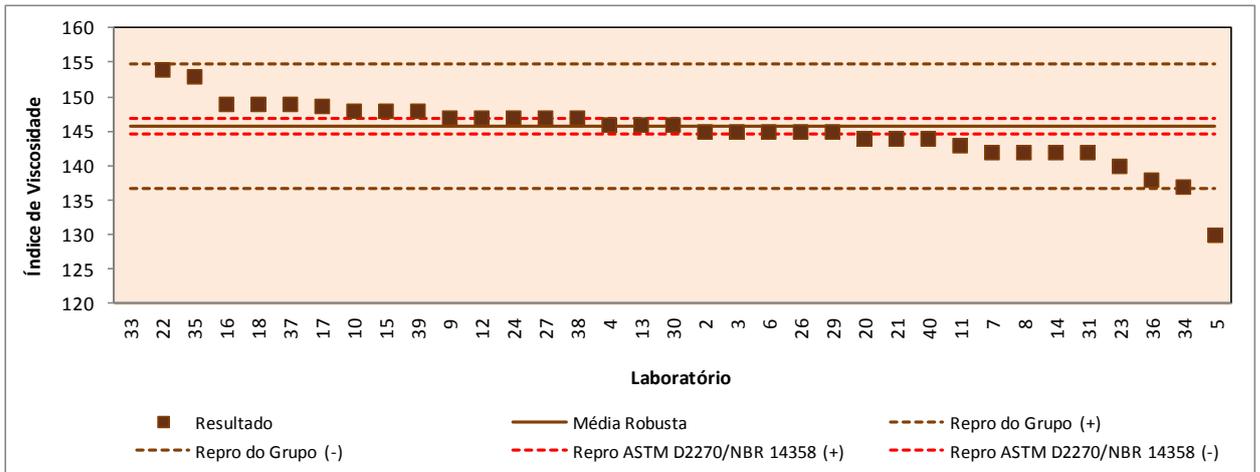
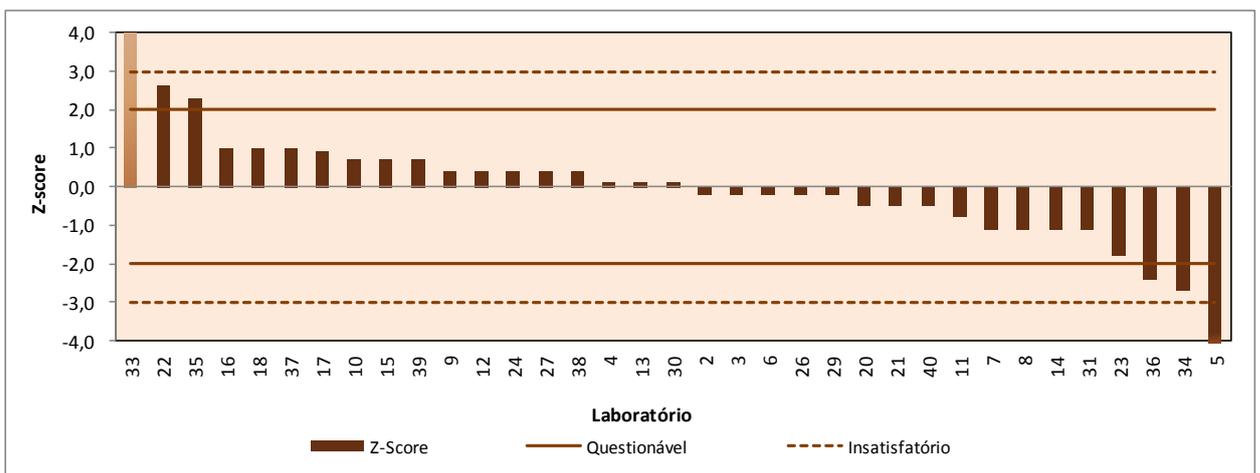


Gráfico 6. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Índice de Viscosidade.



3.2.4 - Viscosidade Dinâmica a Baixa Temperatura

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
17	3838	-608	-4,9	Insatisfatório
36	4320	-126	-1,0	
31	4341	-105	-0,9	
16	4351	-95	-0,8	
7	4378	-68	-0,5	
4	4382	-64	-0,5	
3	4396	-50	-0,4	
39	4400	-46	-0,4	
20	4422	-24	-0,2	
26	4423	-23	-0,2	
9	4479	33	0,3	
21	4506	60	0,5	
27	4528	82	0,7	
11	4583	137	1,1	
37	4635	189	1,5	
13	4673	227	1,8	
38	4823	377	3,1	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	15
Média Robusta	4446
Desvio Padrão Robusto	123
Mediana	4422
Média Aritmética	4440
Desvio Padrão Aritmético	206
Repro do grupo	368
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	4814
3 sigma Abaixo	4077

Gráfico 7. Representação das médias dos resultados obtidos para Viscosidade Dinâmica a Baixa Temperatura. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

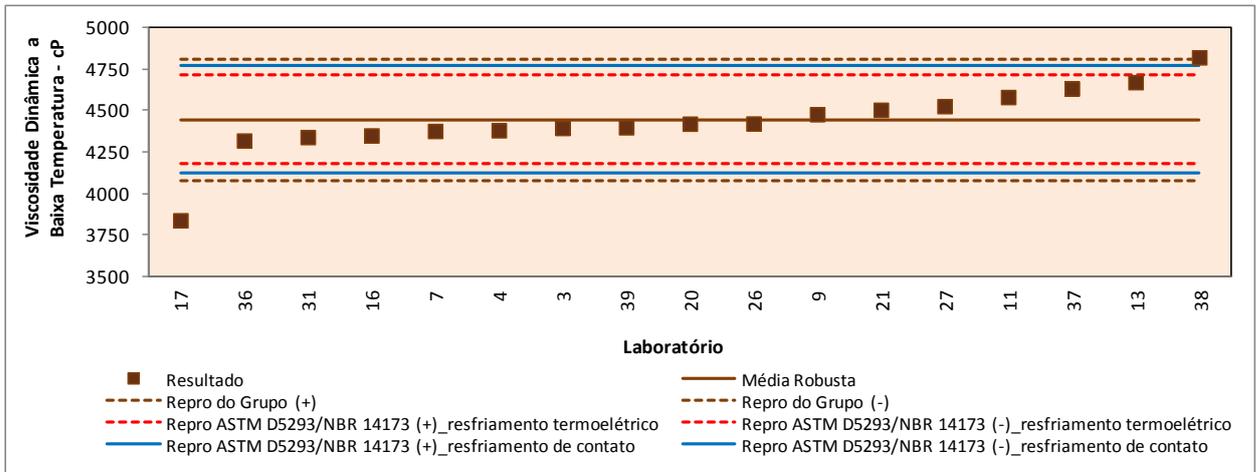
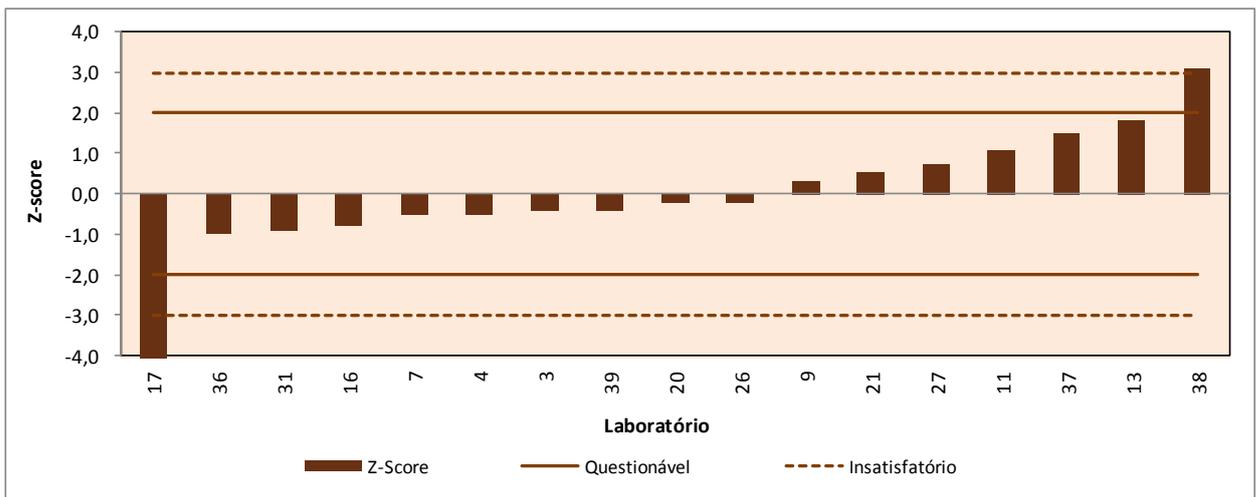


Gráfico 8. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Viscosidade Dinâmica a Baixa Temperatura.

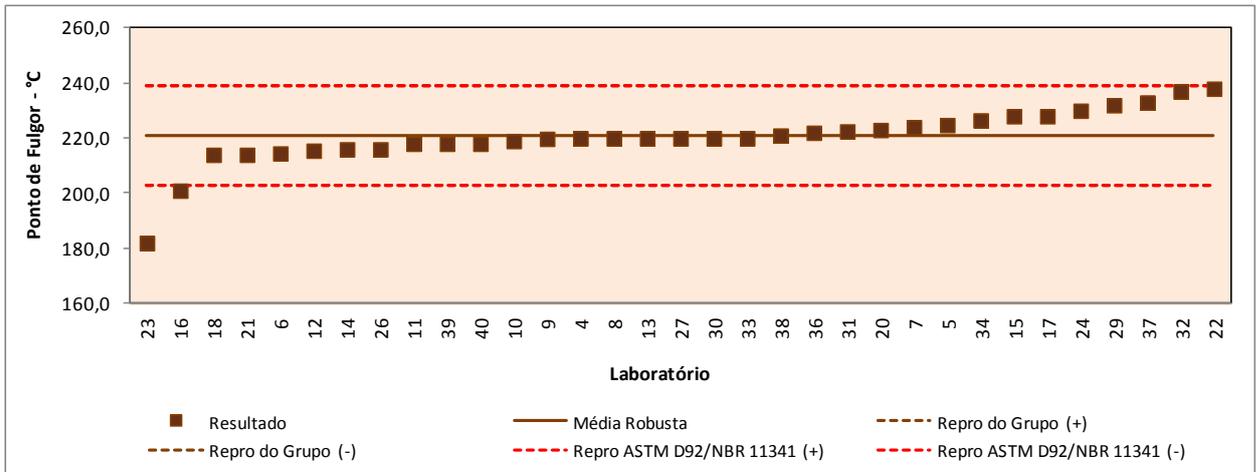


3.2.5 - Ponto de Fulgor Cleveland

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
23	182,0	-39	-6,5	Insatisfatório
16	201,0	-20	-3,3	Insatisfatório
18	214,0	-7	-1,2	
21	214,0	-7	-1,2	
6	214,5	-6	-1,1	
12	215,5	-5	-0,9	
14	216,0	-5	-0,8	
26	216,0	-5	-0,8	
11	218,0	-3	-0,5	
39	218,0	-3	-0,5	
40	218,0	-3	-0,5	
10	219,0	-2	-0,3	
9	219,8	-1	-0,2	
4	220,0	-1	-0,2	
8	220,0	-1	-0,2	
13	220,0	-1	-0,2	
27	220,0	-1	-0,2	
30	220,0	-1	-0,2	
33	220,0	-1	-0,2	
38	221,0	0	0,0	
36	222,0	1	0,2	
31	222,5	2	0,3	
20	223,0	2	0,3	
7	224,0	3	0,5	
5	224,8	4	0,6	
34	226,5	6	0,9	
15	228,0	7	1,2	
17	228,0	7	1,2	
24	230,0	9	1,5	
29	232,0	11	1,8	
37	233,0	12	2,0	
32	237,0	16	2,7	Questionável
22	238,0	17	2,8	Questionável

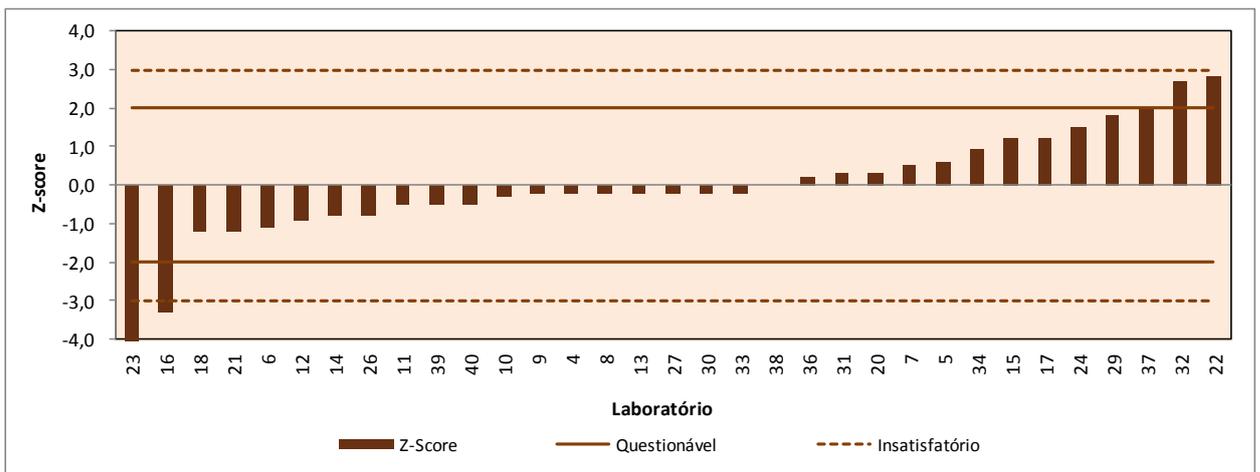
Nº de Resultados Satisfatórios	29
Média Robusta	220,9
Desvio Padrão Robusto	6,0
Mediana	220,0
Média Aritmética	220,5
Desvio Padrão Aritmético	10,0
Repro do grupo	17,3
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	238,9
3 sigma Abaixo	203,0

Gráfico 9. Representação gráfica das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fulgor. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.



*A reprodutibilidade do grupo foi de 17,3°C, enquanto que a da ASTM D92/NBR 11341 é de 18°C, dessa forma não é possível visualizar graficamente.

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



3.2.6 - Ponto de Fluidez

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
29	-36,0	-4,9	-1,6	
35	-36,0	-4,9	-1,6	
11	-33,0	-1,9	-0,6	
12	-33,0	-1,9	-0,6	
13	-33,0	-1,9	-0,6	
17	-33,0	-1,9	-0,6	
26	-33,0	-1,9	-0,6	
27	-33,0	-1,9	-0,6	
31	-33,0	-1,9	-0,6	
37	-33,0	-1,9	-0,6	
38	-33,0	-1,9	-0,6	
7	-30,0	1,1	0,4	
20	-30,0	1,1	0,4	
21	-30,0	1,1	0,4	
22	-30,0	1,1	0,4	
33	-30,0	1,1	0,4	
39	-30,0	1,1	0,4	
3	-29,0	2,1	0,7	
32	-29,0	2,1	0,7	
36	-28,0	3,1	1,0	
16	-27,0	4,1	1,3	
34	-27,0	4,1	1,3	
6	-22,0	9,1	3,0	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	22
Média Robusta	-31,1
Desvio Padrão Robusto	3,0
Mediana	-30,0
Média Aritmética	-30,9
Desvio Padrão Aritmético	3,2
Repro do grupo	8,8
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	-22,1
3 sigma Abaixo	-40,1

Gráfico 11. Representação das médias dos resultados obtidos para Ponto de Fluidez. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

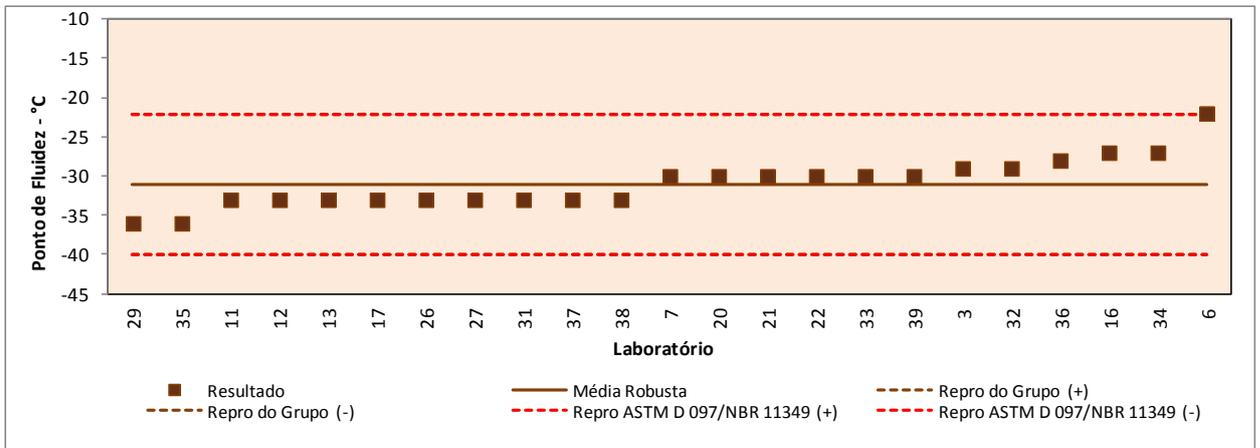
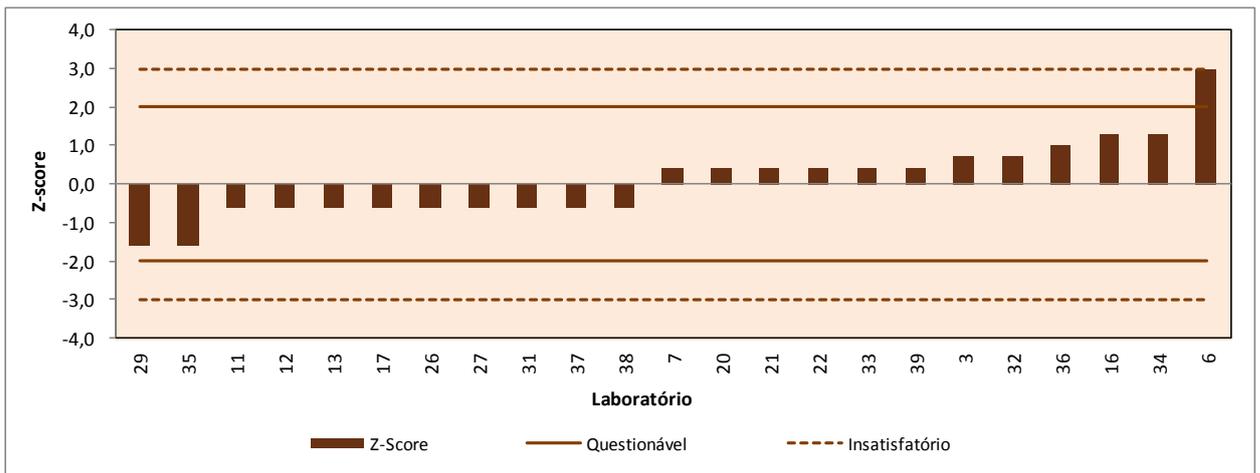


Gráfico 12. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Ponto de Fluidez.



3.2.7 - IBT (TBN)

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	6,70	-2,00	-1,9	
38	7,40	-1,30	-1,2	
17	7,66	-1,04	-1,0	
16	8,00	-0,70	-0,7	
36	8,10	-0,60	-0,6	
9	8,20	-0,50	-0,5	
26	8,20	-0,50	-0,5	
40	8,21	-0,49	-0,5	
21	8,30	-0,40	-0,4	
18	8,40	-0,30	-0,3	
27	8,50	-0,20	-0,2	
22	8,90	0,20	0,2	
12	9,20	0,50	0,5	
13	9,40	0,70	0,7	
29	9,50	0,80	0,8	
20	9,90	1,20	1,1	
39	10,00	1,30	1,2	
4	10,80	2,10	2,0	
23	10,80	2,10	2,0	

Nº de Resultados Satisfatórios	19
Média Robusta	8,70
Desvio Padrão Robusto	1,05
Mediana	8,40
Média Aritmética	8,75
Desvio Padrão Aritmético	1,11
Repro do grupo	3,11
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	11,84
3 sigma Abaixo	5,56

Gráfico 13. Representação das médias dos resultados obtidos para IBT (TBN). No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

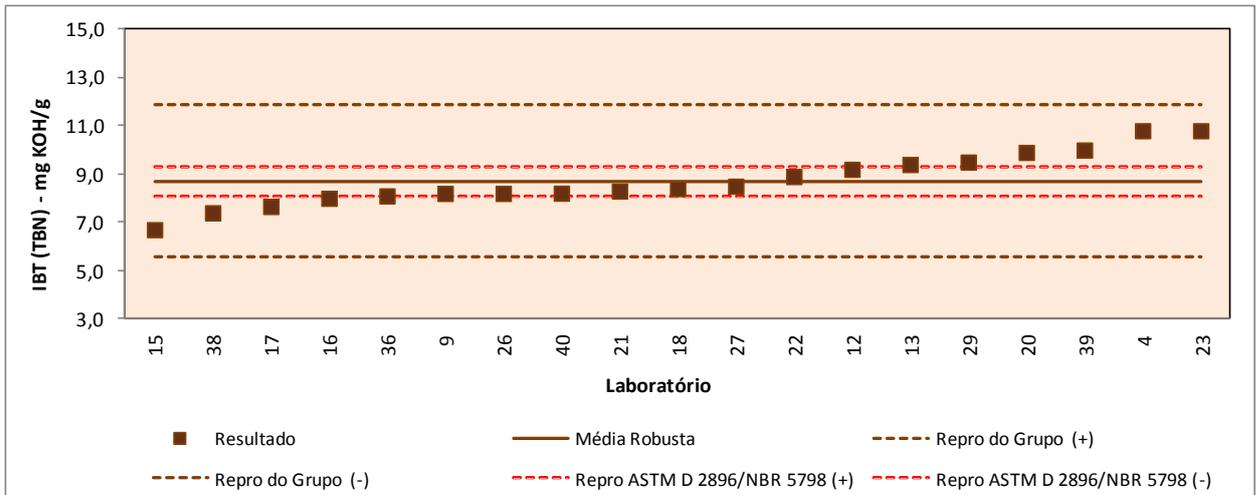
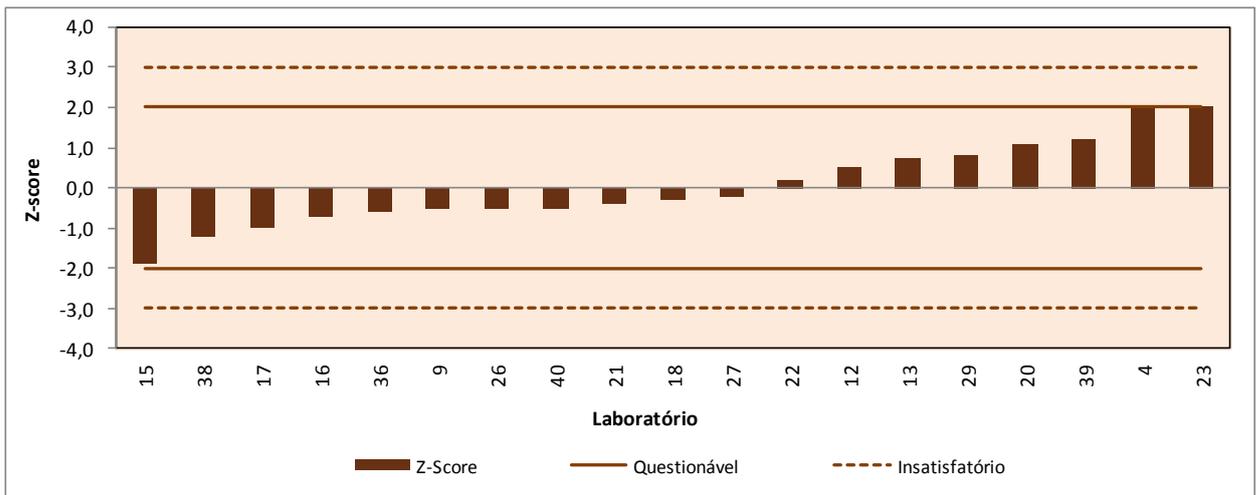


Gráfico 14. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: IBT (TBN).



3.2.8 - Perda por Evaporação Noack

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
18	2,1	-8,10	-5,5	Insatisfatório
13	4,8	-5,40	-3,7	Insatisfatório
15	8,7	-1,50	-1,0	
17	8,9	-1,32	-0,9	
29	9,1	-1,10	-0,7	
38	9,6	-0,60	-0,4	
22	10,2	0,00	0,0	
14	10,4	0,20	0,1	
7	10,6	0,40	0,3	
4	10,8	0,60	0,4	
21	11,0	0,80	0,5	
20	11,2	1,00	0,7	
34	11,3	1,06	0,7	
9	12,4	2,20	1,5	
37	13,2	3,00	2,0	

Nº de Resultados Satisfatórios	13
Média Robusta	10,20
Desvio Padrão Robusto	1,47
Mediana	10,40
Média Aritmética	9,62
Desvio Padrão Aritmético	2,83
Repro do grupo	4,47
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	14,62
3 sigma Abaixo	5,78

Gráfico 15. Representação das médias dos resultados obtidos para Perda por Evaporação Noack. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

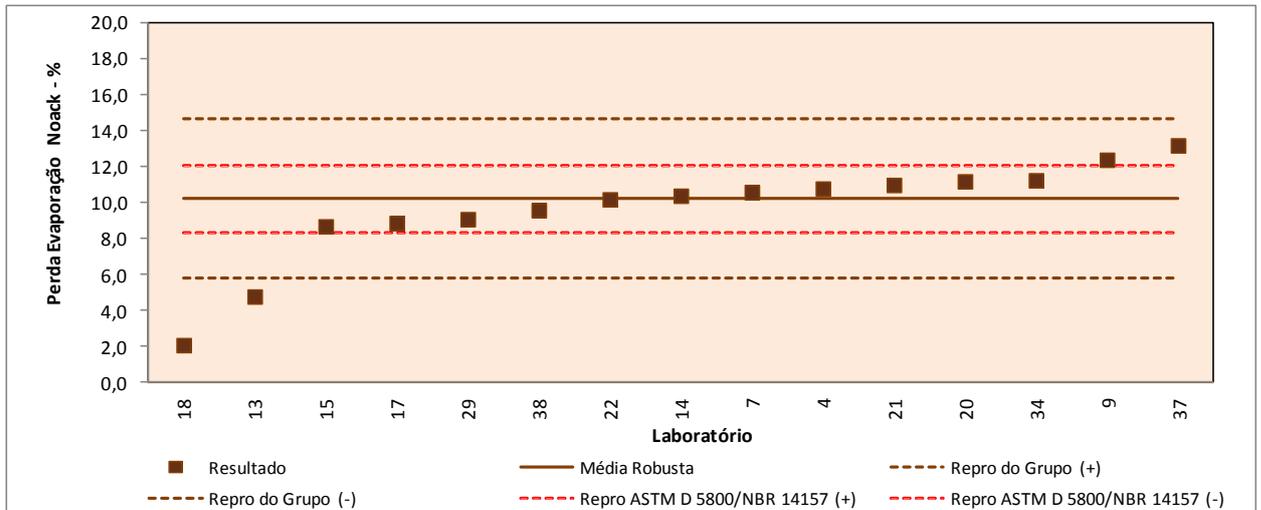
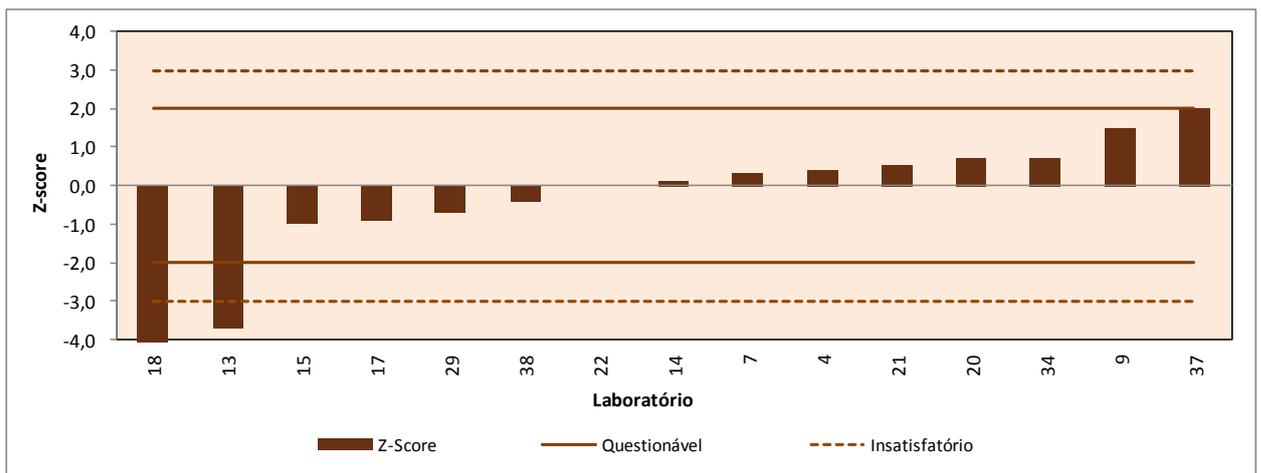


Gráfico 16. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Perda por Evaporação Noack.



3.2.9 - Cálculo

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
11	0,146	-0,064	-5,3	Insatisfatório
23	0,147	-0,063	-5,2	Insatisfatório
37	0,156	-0,054	-4,5	Insatisfatório
29	0,161	-0,049	-4,1	Insatisfatório
17	0,193	-0,017	-1,4	
36	0,196	-0,014	-1,2	
12	0,198	-0,012	-1,0	
9	0,200	-0,010	-0,8	
6	0,205	-0,005	-0,4	
31	0,207	-0,003	-0,3	
26	0,207	-0,003	-0,2	
15	0,208	-0,002	-0,2	
22	0,209	-0,001	-0,1	
18	0,212	0,002	0,2	
38	0,212	0,002	0,2	
7	0,213	0,003	0,2	
35	0,214	0,004	0,3	
39	0,215	0,005	0,4	
40	0,216	0,006	0,5	
3	0,216	0,006	0,5	
2	0,216	0,006	0,5	
16	0,218	0,008	0,7	
27	0,219	0,009	0,7	
20	0,227	0,017	1,4	
21	0,235	0,025	2,1	Questionável
4	0,240	0,030	2,5	Questionável
13	0,241	0,031	2,6	Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	20
Média Robusta	0,210
Desvio Padrão Robusto	0,012
Mediana	0,212
Média Aritmética	0,205
Desvio Padrão Aritmético	0,025
Repro do grupo	0,035
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,246
3 sigma Abaixo	0,174

Gráfico 17. Representação das médias dos resultados obtidos para Cálcio. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

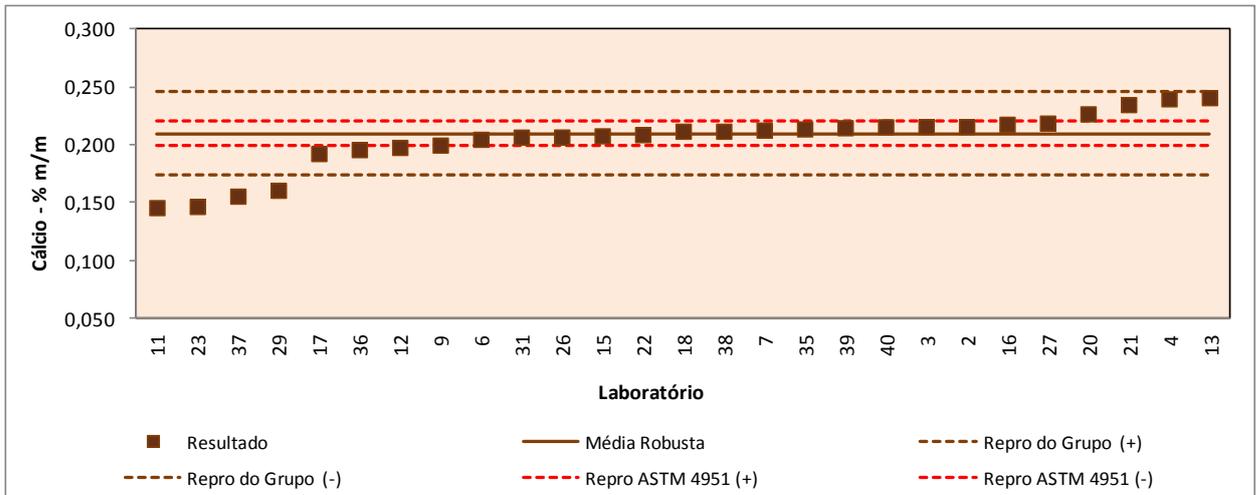
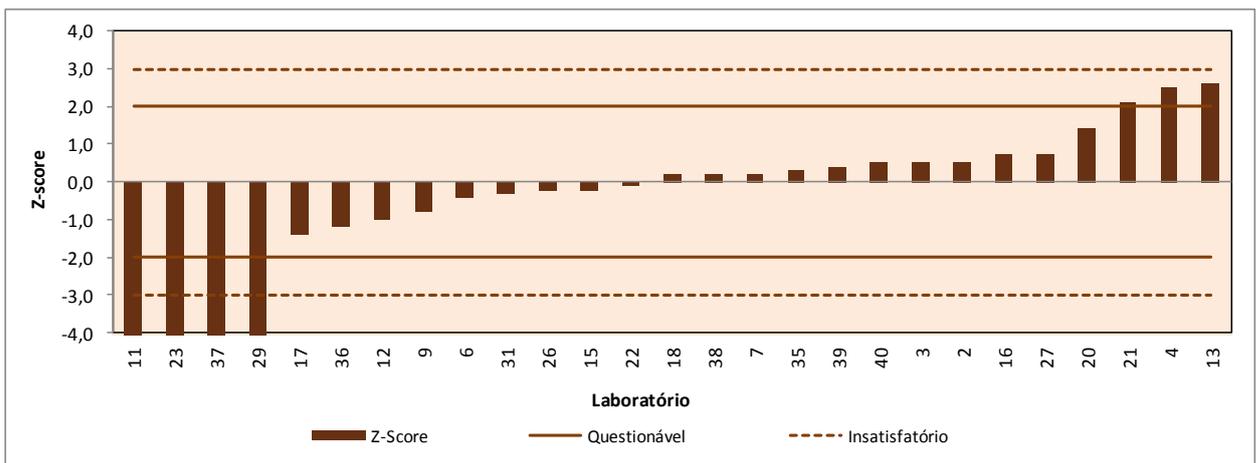


Gráfico 18. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Cálcio.



3.2.10 - Fósforo

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score
23	0,070	-0,025	-2,9
29	0,076	-0,019	-2,2
11	0,083	-0,012	-1,4
17	0,086	-0,008	-1,0
6	0,087	-0,008	-0,9
13	0,087	-0,008	-0,9
38	0,091	-0,004	-0,4
26	0,092	-0,003	-0,3
36	0,093	-0,002	-0,2
39	0,094	-0,001	-0,1
12	0,094	-0,001	-0,1
40	0,094	-0,001	-0,1
31	0,095	0,000	0,0
9	0,095	0,000	0,0
15	0,095	0,000	0,0
3	0,096	0,001	0,2
22	0,100	0,005	0,6
21	0,101	0,006	0,8
27	0,101	0,006	0,8
4	0,102	0,007	0,9
7	0,103	0,008	1,0
20	0,104	0,009	1,1
16	0,106	0,011	1,3
18	0,108	0,013	1,6

Observação

Questionável

Questionável

Nº de Resultados Satisfatórios	22
Média Robusta	0,095
Desvio Padrão Robusto	0,008
Mediana	0,095
Média Aritmética	0,094
Desvio Padrão Aritmético	0,009
Repro do grupo	0,025
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,120
3 sigma Abaixo	0,069

Gráfico 19. Representação das médias dos resultados obtidos para Fósforo. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

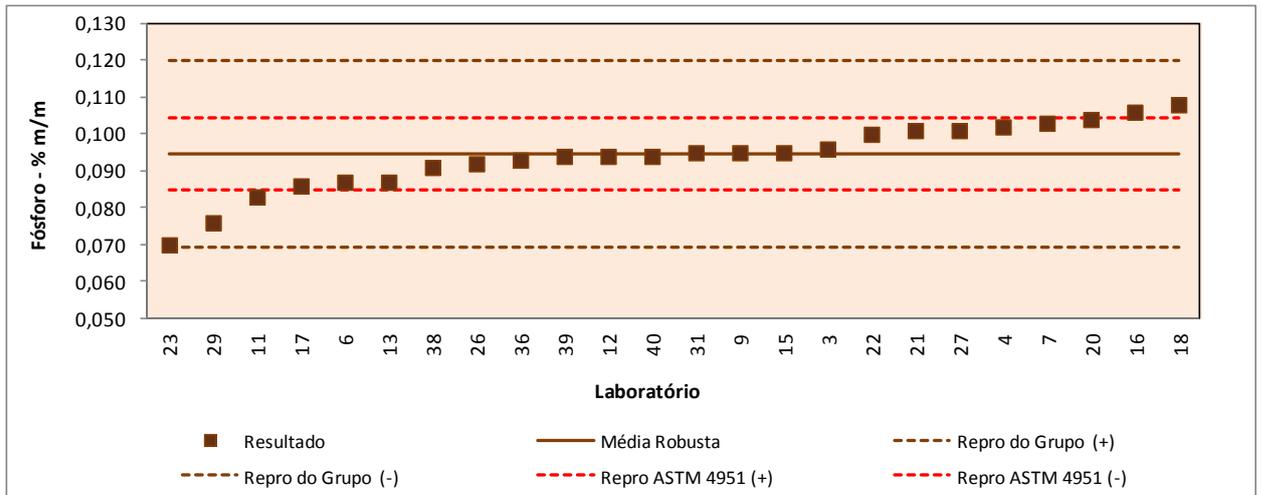
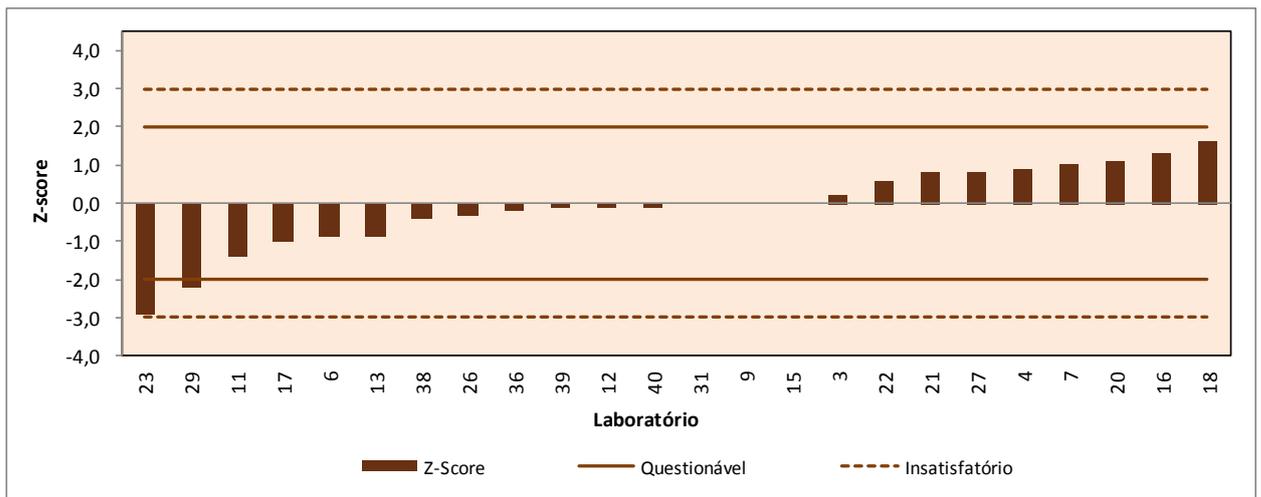


Gráfico 20. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Fósforo.



3.2.11 - Zinco

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
23	0,073	-0,039	-4,1	Insatisfatório
29	0,084	-0,028	-3,0	Insatisfatório
11	0,096	-0,016	-1,7	
36	0,101	-0,010	-1,1	
17	0,103	-0,009	-0,9	
6	0,103	-0,009	-0,9	
26	0,104	-0,008	-0,8	
39	0,105	-0,007	-0,7	
12	0,108	-0,004	-0,4	
40	0,109	-0,003	-0,3	
18	0,110	-0,002	-0,2	
3	0,112	0,000	0,1	
9	0,112	0,000	0,1	
31	0,113	0,001	0,1	
22	0,113	0,001	0,2	
13	0,114	0,002	0,3	
15	0,114	0,002	0,3	
27	0,114	0,002	0,3	
21	0,115	0,003	0,4	
37	0,116	0,004	0,4	
35	0,118	0,006	0,7	
7	0,119	0,007	0,8	
16	0,119	0,007	0,8	
2	0,123	0,011	1,2	
20	0,123	0,011	1,2	
4	0,125	0,013	1,4	
38	0,125	0,013	1,4	

Nº de Resultados Satisfatórios	25
Média Robusta	0,112
Desvio Padrão Robusto	0,009
Mediana	0,113
Média Aritmética	0,110
Desvio Padrão Aritmético	0,012
Repro do grupo	0,027
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,139
3 sigma Abaixo	0,084

Gráfico 21. Representação das médias dos resultados obtidos para Zinco. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

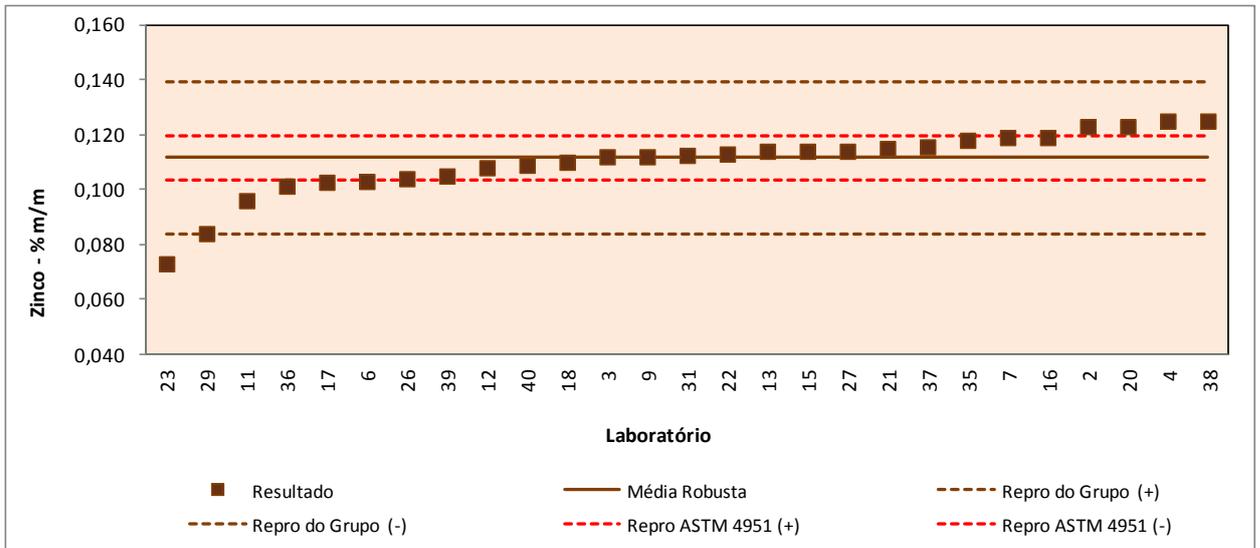
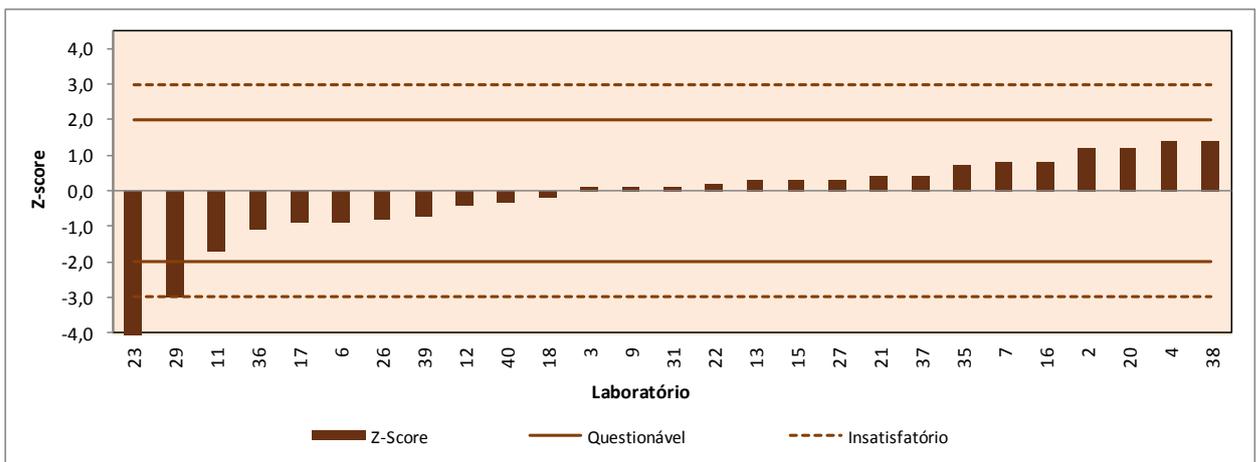


Gráfico 22. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Zinco.



3.2.12 - Enxofre

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
6	0,014	-0,427	-8,0	Insatisfatório
11	0,273	-0,168	-3,1	Insatisfatório
13	0,355	-0,086	-1,6	
2	0,393	-0,048	-0,9	
22	0,405	-0,036	-0,7	
31	0,408	-0,033	-0,6	
38	0,408	-0,033	-0,6	
12	0,426	-0,015	-0,3	
15	0,430	-0,011	-0,2	
9	0,436	-0,005	-0,1	
40	0,436	-0,005	-0,1	
26	0,437	-0,004	-0,1	
3	0,438	-0,003	-0,1	
5	0,445	0,004	0,1	
39	0,454	0,013	0,2	
21	0,467	0,026	0,5	
20	0,492	0,051	1,0	
7	0,506	0,065	1,2	
27	0,522	0,081	1,5	
16	0,571	0,130	2,4	Questionável
17	0,584	0,143	2,7	Questionável
18	0,744	0,303	5,7	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	17
Média Robusta	0,441
Desvio Padrão Robusto	0,053
Mediana	0,437
Média Aritmética	0,438
Desvio Padrão Aritmético	0,132
Repro do grupo	0,157
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,601
3 sigma Abaixo	0,281

Gráfico 23. Representação das médias dos resultados obtidos para Enxofre. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

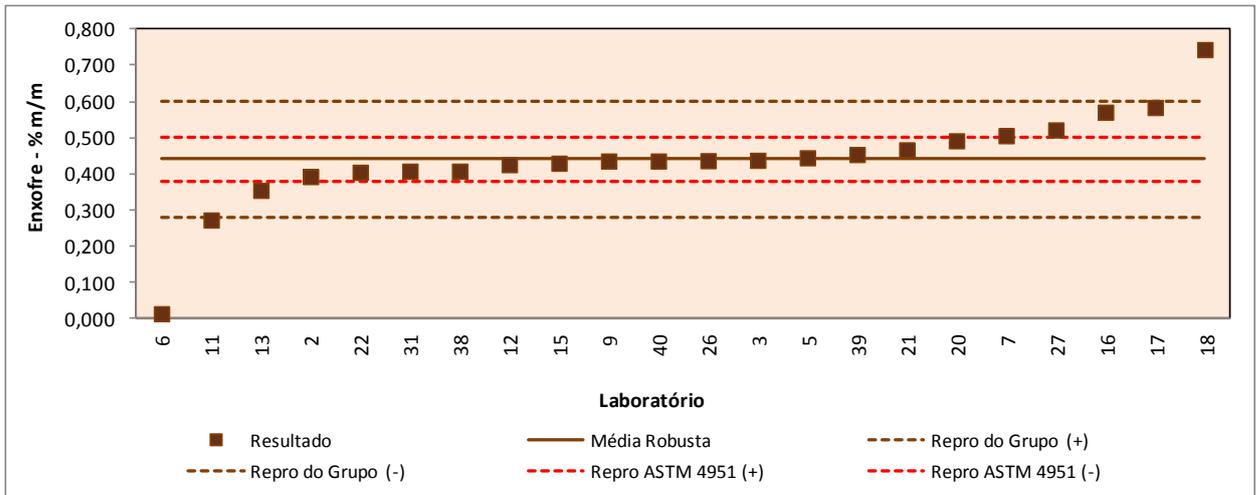
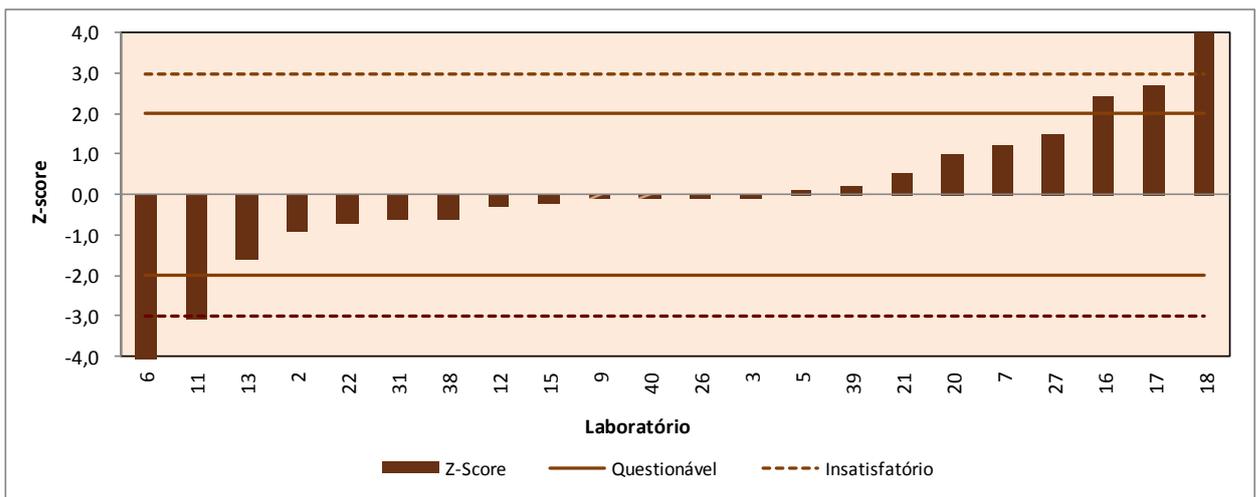


Gráfico 24. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Enxofre.



3.2.13 - Magnésio

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
7	0,001	-0,026	-2,8	Questionável
13	0,010	-0,017	-1,8	
16	0,020	-0,007	-0,7	
23	0,022	-0,005	-0,5	
31	0,023	-0,004	-0,4	
40	0,024	-0,003	-0,3	
6	0,025	-0,002	-0,2	
3	0,026	-0,001	-0,1	
9	0,028	0,001	0,2	
21	0,030	0,003	0,4	
4	0,032	0,005	0,6	
37	0,032	0,005	0,6	
20	0,033	0,006	0,7	
22	0,040	0,013	1,5	
26	0,087	0,060	6,6	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	13
Média Robusta	0,027
Desvio Padrão Robusto	0,009
Mediana	0,026
Média Aritmética	0,029
Desvio Padrão Aritmético	0,019
Repro do grupo	0,028
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,054
3 sigma Abaixo	-0,001

Gráfico 25. Representação das médias dos resultados obtidos para Magnésio. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

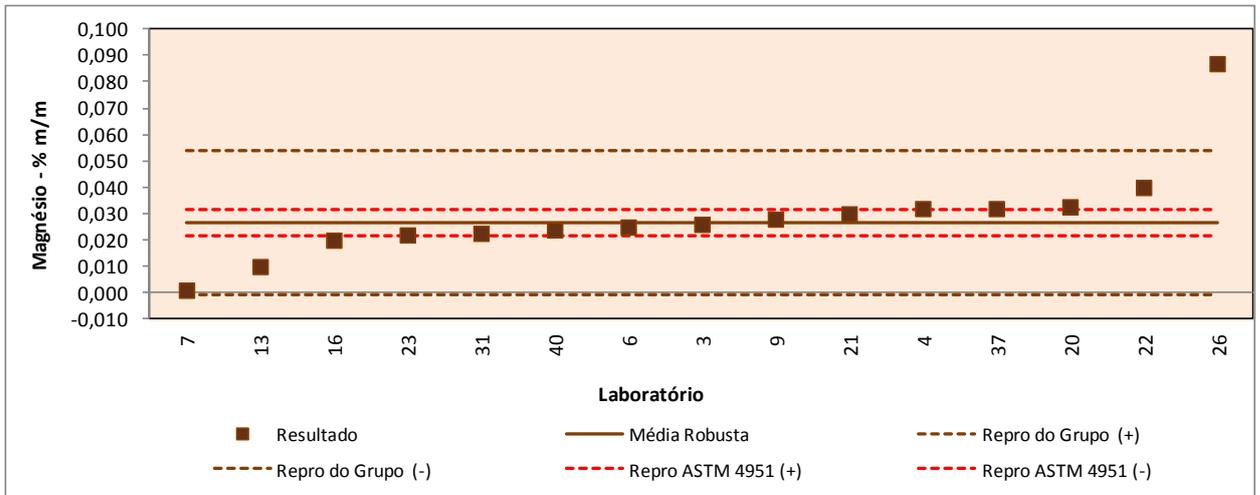
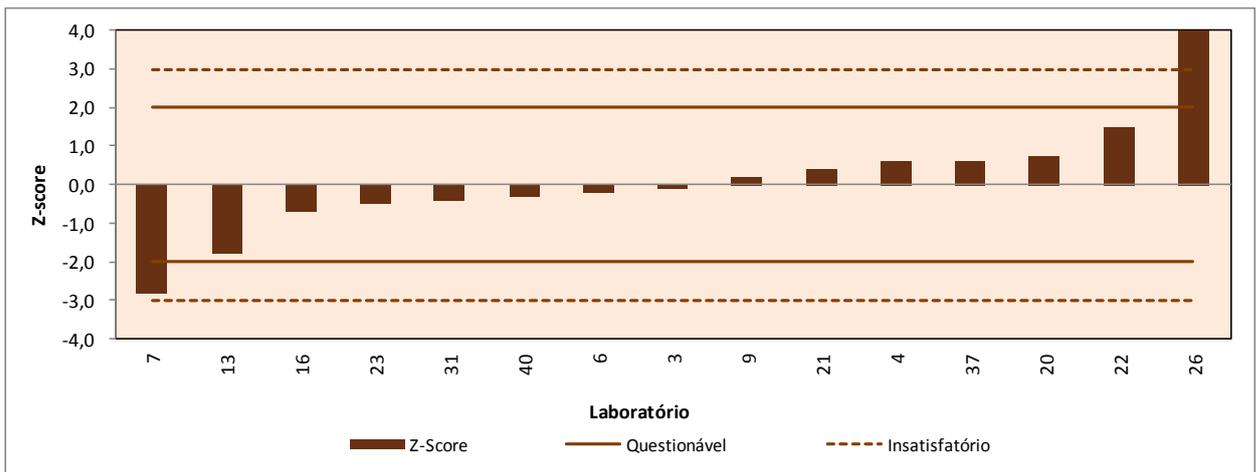


Gráfico 26. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Magnésio.



3.2.14 - Molibdênio

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
15	0,002	-0,003	-2,0	
36	0,003	-0,002	-1,4	
17	0,004	-0,001	-0,8	
23	0,004	-0,001	-0,8	
3	0,005	0,000	-0,1	
6	0,005	0,000	-0,1	
13	0,005	0,000	-0,1	
21	0,005	0,000	-0,1	
4	0,006	0,000	0,2	
20	0,006	0,000	0,2	
7	0,006	0,001	0,5	
9	0,006	0,001	0,5	
22	0,015	0,010	6,2	Insatisfatório
26	0,019	0,014	8,7	Insatisfatório
16	0,033	0,028	17,6	Insatisfatório

Nº de Resultados Satisfatórios	12
Média Robusta	0,005
Desvio Padrão Robusto	0,002
Mediana	0,005
Média Aritmética	0,008
Desvio Padrão Aritmético	0,008
Repro do grupo	0,005
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	0,010
3 sigma Abaixo	0,000

Gráfico 27. Representação das médias dos resultados obtidos para Molibdênio. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

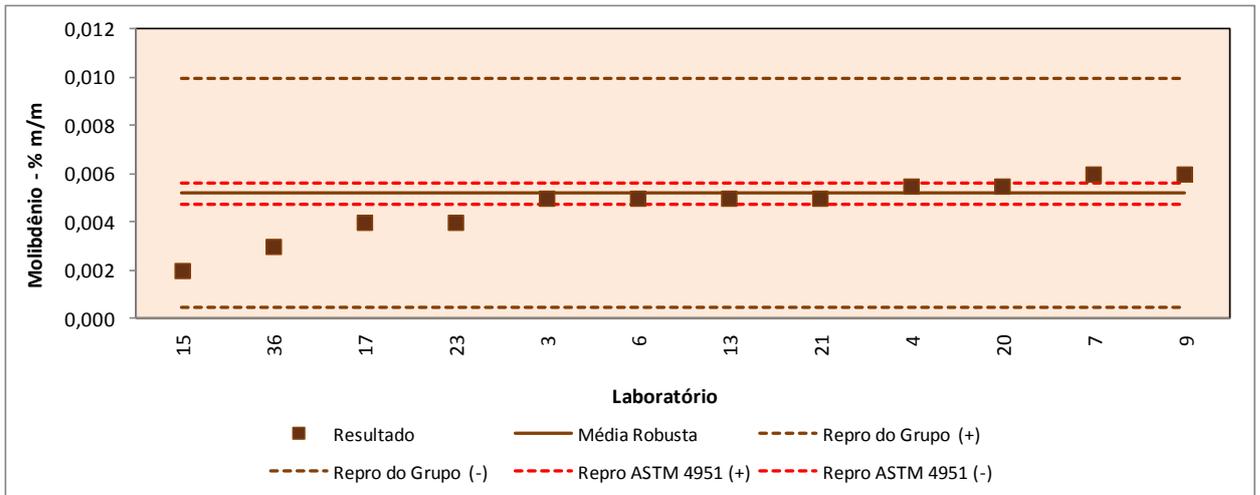
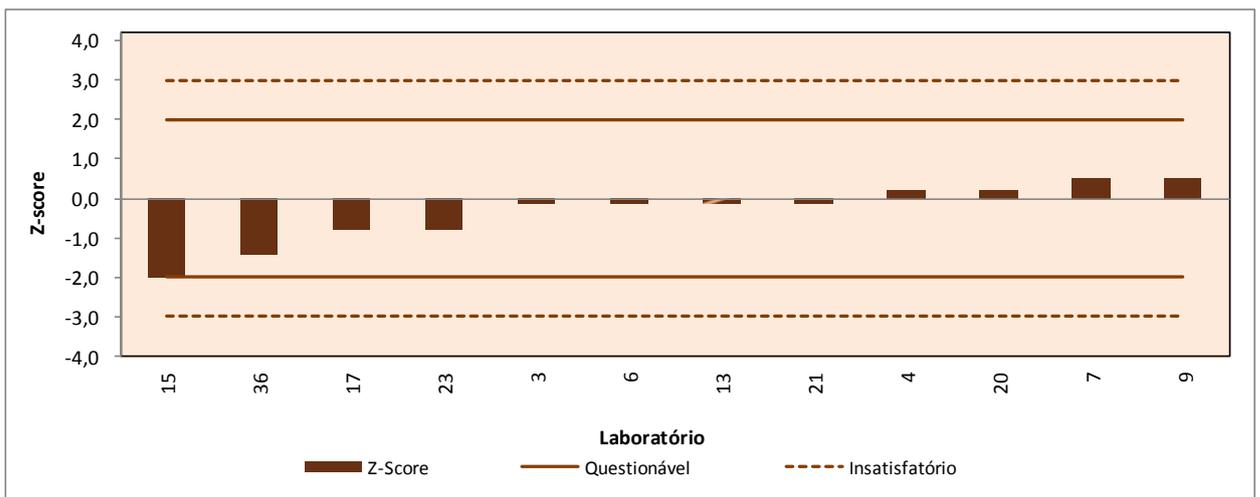


Gráfico 28. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Molibdênio.



OBS.: Os laboratórios 16, 22 e 26 foram excluídos da escala para facilitar a leitura dos gráficos.

3.2.15 – Estabilidade ao Cisalhamento

Laboratório	Resultado	Desvio	Z-Score	Observação
34	9,70	-2,19	-3,0	Insatisfatório
7	11,62	-0,27	-0,4	
29	12,01	0,12	0,2	
18	12,02	0,13	0,2	
38	12,18	0,29	0,4	
37	12,27	0,38	0,5	
4	12,36	0,47	0,6	
20	12,51	0,62	0,8	
21	12,58	0,69	0,9	
15	12,59	0,70	1,0	
17	12,64	0,75	1,0	
22	13,19	1,30	1,8	

Nº de Resultados Satisfatórios	11
Média Robusta	12,29
Desvio Padrão Robusto	0,44
Mediana	12,32
Média Aritmética	12,14
Desvio Padrão Aritmético	0,86
Repro do grupo	1,38
Intervalos do Grupo	
3 sigma Acima	13,62
3 sigma Abaixo	10,96

Gráfico 29. Representação das médias dos resultados obtidos para Estabilidade ao Cisalhamento. No eixo das abscissas, encontram-se representados os códigos de cada laboratório com resultados válidos.

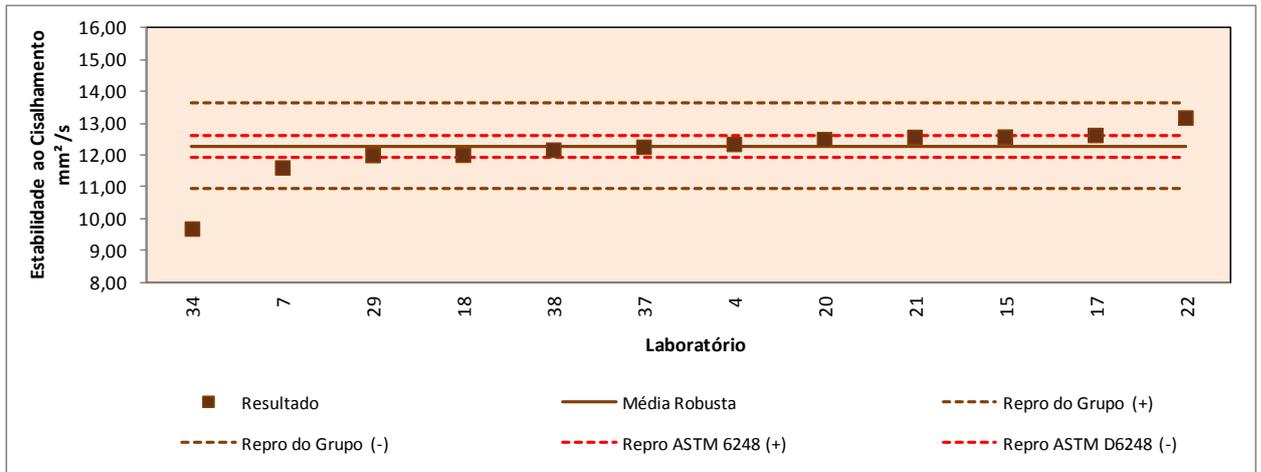
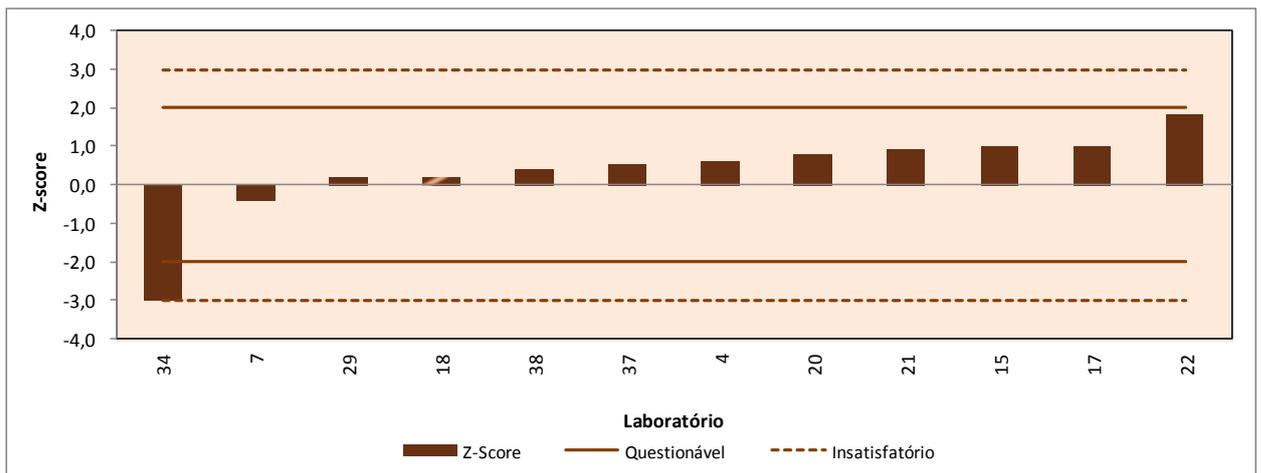


Gráfico 30. Valores de z obtidos para a média dos resultados. Ensaio: Estabilidade ao Cisalhamento.



3.3 – Avaliação do ensaio de Espuma

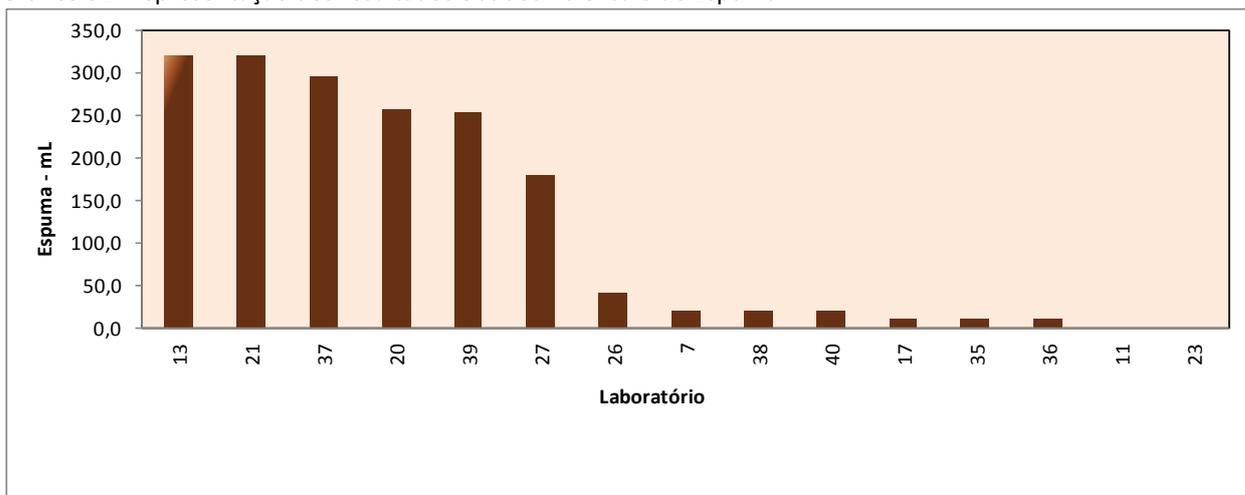
Para este ensaio, foi solicitado reportar o resultado para a Sequência II considerando apenas a Tendência à formação de espuma. Ou seja, o volume de espuma no final do período de borbulhamento de 5 min. Não seria, portanto, necessário reportar o valor da Estabilidade da espuma (volume de espuma no final do período de repouso de 10 min).

Quinze (15) laboratórios realizaram este ensaio. No tratamento dos resultados, optou-se por não estabelecer uma avaliação de desempenho dos participantes com base nos valores apresentados. Foi feita apenas uma comparação nas formas de tabela e gráfico, de maneira a ilustrar os diferentes resultados obtidos pelos participantes, conforme descrito a seguir:

Tabela 7. Resultados obtidos no ensaio de Espuma.

Laboratório	Resultado
13	320
21	320
37	295
20	257
39	253
27	180
26	40
7	20
38	20
40	20
17	10
35	10
36	10
11	0
23	0

Gráfico 31. Representação dos resultados obtidos no ensaio de Espuma



Com base nesta comparação, observou-se uma variabilidade considerável entre os resultados apresentados pelos laboratórios, o que demonstra a necessidade de uma atenção na realização do ensaio.

3.4 – Avaliação do ensaio de Boro

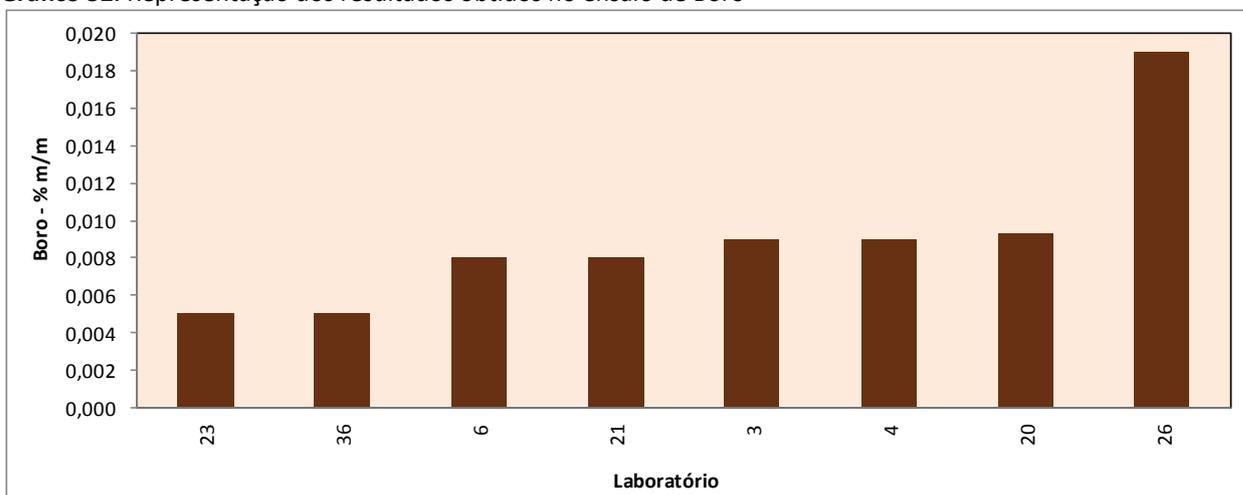
Somente oito (08) laboratórios realizaram este ensaio, não sendo possível a análise estatística para este parâmetro. Dessa forma, optou-se por não estabelecer uma avaliação de desempenho dos participantes com base nos valores apresentados. Foi feita apenas uma comparação nas formas de tabela e gráfico, de maneira a ilustrar os diferentes resultados obtidos pelos participantes, conforme descrito a seguir:

Tabela 8. Resultados obtidos no ensaio de Boro.

Laboratório	Resultado (%m/m)
23	0,0050
36	0,0050
6	0,0080
21	0,0080
3	0,0090
4	0,0090
20	0,0093
26	0,0190

Média 0,0090
Desvio padrão 0,0044

Gráfico 32. Representação dos resultados obtidos no ensaio de Boro



Em uma análise simples de média e desvio padrão, é possível perceber que o desvio padrão entre eles é quase a metade da média dos resultados reportados. Isto ocorre devido ao resultado do laboratório 26, que acabou elevando o desvio entre o demais dos laboratórios.

3.5 - Avaliação do ensaio de Viscosidade a Alta Temperatura e Alto Cisalhamento - HTHS

Neste ensaio somente um laboratório enviou resultado, exposto na tabela abaixo.

Tabela 9. Resultados obtidos no ensaio HTHS

Laboratório	Resultado (cP)
21	3,61

Devido a limitação imposta pelo baixo número de participantes não foi possível a análise estatística.

3.6 – Gráficos de desempenho

Gráfico 33. Porcentagem de ensaios satisfatórios em comparação com o número de ensaios totais realizados por laboratório.

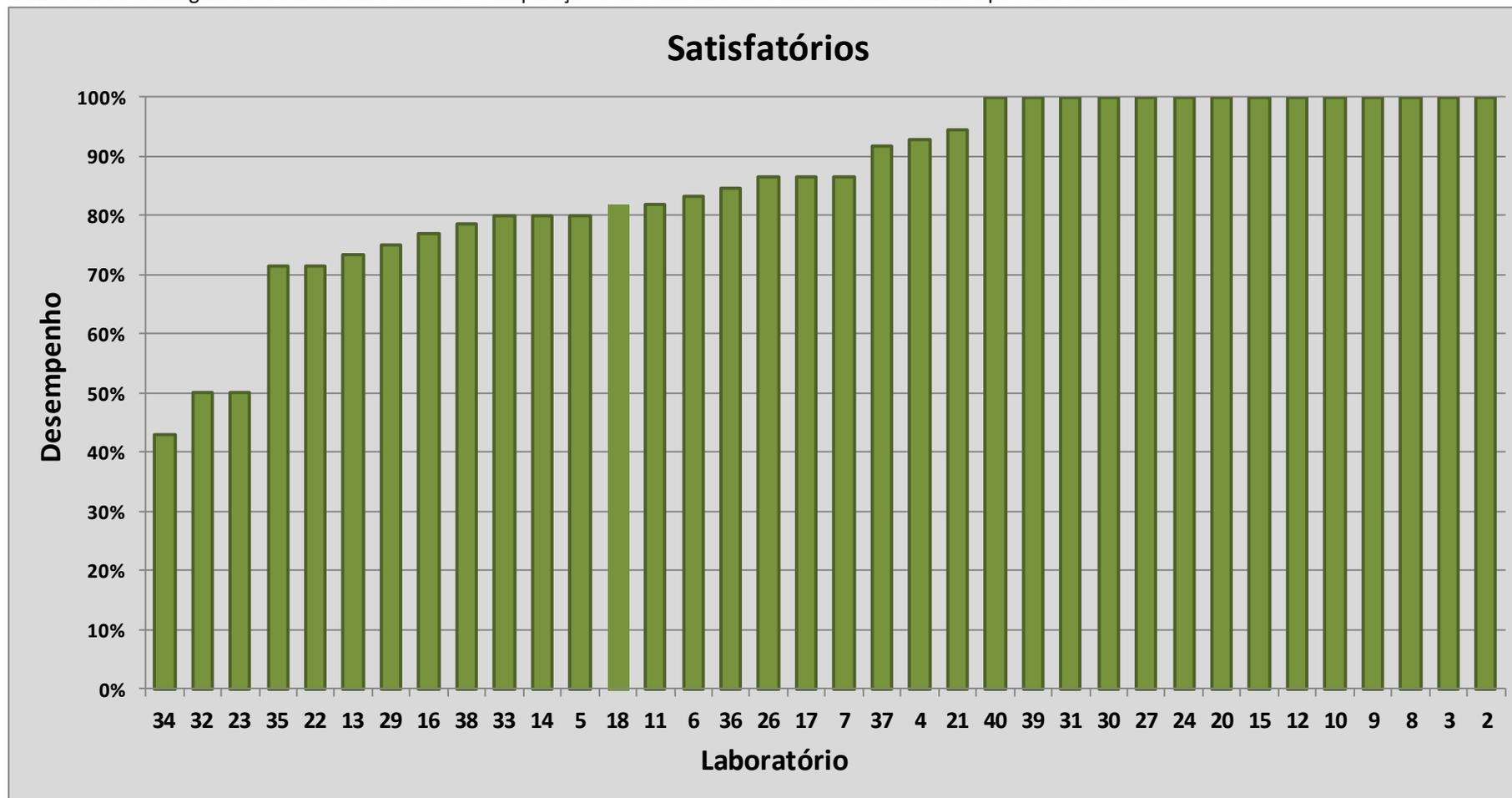


Gráfico 34. Porcentagem de ensaios insatisfatórios em comparação com o número de ensaios totais realizados por laboratório.

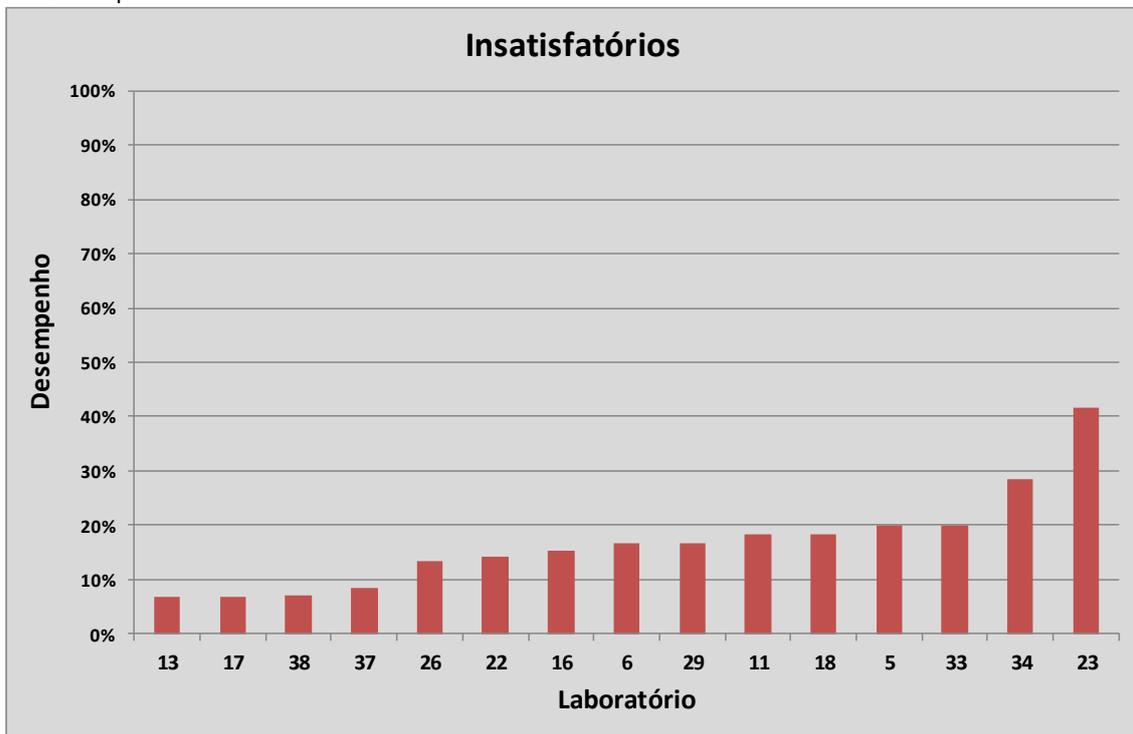
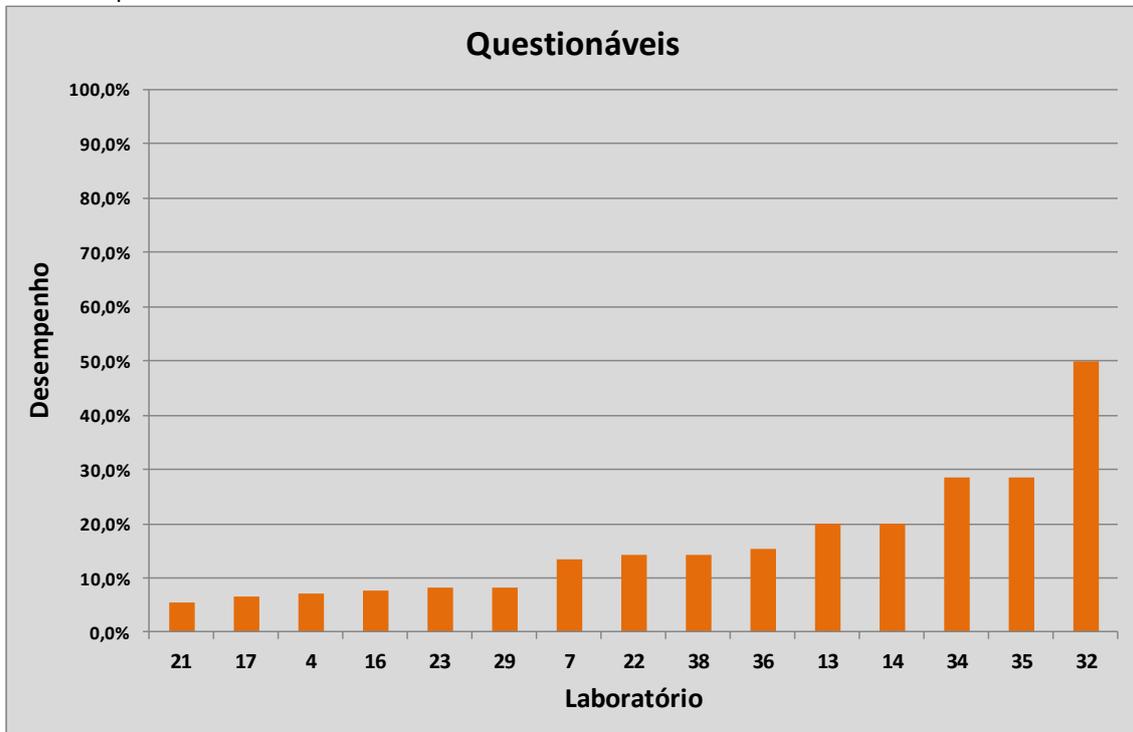


Gráfico 35. Porcentagem de ensaios questionáveis em comparação com o número de ensaios totais realizados por laboratório.



4 – CONSIDERAÇÕES FINAIS

4.1 – Discussão dos resultados

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

Este ensaio foi realizado por 35 laboratórios. Os resultados para os laboratórios 23 e 34 foram considerados insatisfatórios. Os resultados foram considerados questionáveis para os laboratórios 7, 13, 14, 35, 36 e 38.

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

Este ensaio foi realizado por 35 laboratórios. Os laboratórios 13 e 38 apresentaram resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados para os laboratórios 22, 23 e 34 foram considerados insatisfatórios.

Índice de Viscosidade - NBR 14358 / ASTM D2270

Este ensaio foi realizado por 35 laboratórios. Os laboratórios 22, 34, 35 e 36 apresentaram resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados para os laboratórios 5 e 33 foram considerados insatisfatórios.

Viscosidade Dinâmica a Baixa Temperatura - NBR 14173 / ASTM D5293

Este ensaio foi realizado por 17 laboratórios. Dentre eles, os laboratórios 17 e 38 apresentaram resultados considerados insatisfatórios.

Ponto de Fulgor Cleveland - NBR 11341 / ASTM D92

Este ensaio foi realizado por 33 laboratórios. Os laboratório 22 e 32 apresentaram resultados considerados questionáveis, enquanto os resultados dos laboratórios 16 e 23 foram considerados insatisfatórios. Vale destacar que neste ensaio a reprodutibilidade do grupo ficou próxima à reprodutibilidade da ASTM.

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

Este ensaio foi realizado por 23 laboratórios. Apenas o resultado do laboratório 6 foi considerado insatisfatório.

IBT(TBN) - NBR 5798 / ASTM D2896

Realizaram este ensaio 19 laboratórios sendo que todos os resultados foram consideração satisfatórios.

Perda por Evaporação Noack - NBR 14157 / ASTM D5800

Este ensaio foi realizado por 15 laboratórios. Sendo os laboratórios 13 e 18 apresentaram resultados considerados insatisfatórios.

Cálcio NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D6595

Este ensaio foi realizado por 27 laboratórios. Para os laboratórios 11, 23, 29 e 37 os resultados foram considerados insatisfatórios. Os laboratórios 4, 13 e 21 apresentaram resultados questionáveis.

Fósforo - NBR 14786 / ASTM D4951/D6481/D6595

Este ensaio foi realizado por 24 laboratórios. Os laboratórios 23 e 29 apresentaram resultados considerados questionáveis.

Zinco - NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D6595

Este ensaio foi realizado por 27 laboratórios. Os laboratórios 23 e 29 os resultados foram considerados insatisfatórios.

Enxofre - NBR 14786/14533 / ASTM D4951/D6481/D4294/D2622

Dos 22 laboratórios que realizaram este ensaio, os laboratórios 16 e 17 apresentaram resultados questionáveis e os laboratórios 6, 11 e 18 tiveram seus resultados considerados insatisfatórios.

Magnésio - NBR 14786/14066 / ASTM D4951/D4628/D6481/D6595/D7751

Este ensaio foi realizado por 15 laboratórios. O laboratório 7 apresentou resultado questionável, enquanto que o laboratório 26 teve seu resultado considerado insatisfatório.

Boro - NBR 14786 / ASTM D4951/D6595

Somente 8 laboratórios apresentaram resultados nesta edição, não sendo possível realizar a estatística robusta para este ensaio.

Molibdênio - NBR 14786 / ASTM D4951/D6595/D7751

Este ensaio foi realizado por 15 laboratórios. Para os laboratórios 16, 22 e 26, os resultados foram considerados insatisfatórios.

Estabilidade ao Cisalhamento - NBR 14325/ ASTM D6278/D7109

Dos 12 laboratórios que realizaram este ensaio, apenas o laboratório 34 teve seu resultado considerado insatisfatório.

Viscosidade a Alta Temperatura e Alto Cisalhamento - ASTM 4683/D4741/D5481

Apenas 1 laboratório realizou o ensaio, não sendo possível realizar o tratamento estatístico adequado.

4.2 – Considerações gerais

Para determinados parâmetros, observou-se que alguns participantes reportaram valores extremos, possivelmente devido aos seguintes motivos: erro grosseiro na transcrição do resultado para o formulário de registro de resultados, valores reportados em unidades diferentes daquelas indicadas no referido formulário, dentre outros.

Os laboratórios indicados na Tabela 10 apresentaram desempenho satisfatório para todos os ensaios que realizaram (100%). A última coluna da referida tabela discrimina, em percentual, a relação entre o número de ensaios realizados por cada um destes laboratórios e o número de parâmetros de ensaio avaliados no programa (dezoito).

Tabela 10. Relação de laboratórios com 100% de ensaios satisfatórios.

Laboratório	Nº de parâmetros ensaiados	Relação entre o número de ensaios realizados pelo laboratório e o número de parâmetros do programa (%)
20	17	94,4%
9	13	72,2%
15	12	66,7%
3	12	66,7%
27	12	66,7%
39	12	66,7%
31	11	61,1%
40	11	61,1%
12	10	55,6%
2	6	33,3%
8	4	22,2%
10	4	22,2%
24	4	22,2%
30	4	22,2%

Com relação aos participantes relacionados na Tabela 11, sugere-se a aplicação de ações corretivas, uma vez que os referidos laboratórios obtiveram um percentual global de resultados insatisfatórios maior que 20%.

Tabela 11. Relação de laboratórios com percentual global de resultados insatisfatórios maior que 20%.

Laboratório	Percentual global de resultados insatisfatórios (%)
23	41,7%
34	28,6%

A Tabela 12 traz um resumo do resultado da estatística robusta realizada para cada parâmetro.

Tabela 12. Resumo do resultado da estatística robusta realizada para cada parâmetro.

Ensaio	Nº de Resultados Satisfatórios	Unidade	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	27	mm ² /s (cSt)	13,44	0,16	13,46	13,42	0,28	0,46	13,92	12,97
Viscosidade Cinemática a 40°C	30	mm ² /s (cSt)	92,59	1,15	92,56	92,57	2,34	3,30	96,03	89,14
Índice de Viscosidade	29	adimensional	146	3	146	148	20	8,6	155	137
Visc. Dinâmica à Baixa Temperatura	15	cP (mPa.s), °C	4446	123	4422	4440	206	368	4814	4077
Ponto de Fulgor	29	°C	220,9	6,0	220,0	220,5	10,0	17,3	239,8	203,0
Ponto de Fluidez	22	°C	-31	3	-30	-31	3,2	8,8	-22	-40
IBT (TBN)	19	mg KOH/g	8,70	1,05	8,40	8,75	1,11	3,11	11,84	5,56
Perda por Evaporação-Noack	13	% m/m	10,20	1,47	10,40	9,62	2,83	4,47	14,62	5,78
Cálcio	20	% m/m	0,210	0,012	0,212	0,205	0,025	0,035	0,246	0,174
Fósforo	22	% m/m	0,095	0,008	0,095	0,094	0,009	0,025	0,120	0,069
Zinco	25	% m/m	0,112	0,009	0,113	0,110	0,012	0,027	0,139	0,084
Enxofre	17	% m/m	0,441	0,053	0,437	0,438	0,132	0,157	0,601	0,281
Magnésio	13	% m/m	0,026	0,009	0,026	0,029	0,019	0,028	0,054	-0,001
Molibdênio	12	% m/m	0,005	0,002	0,005	0,008	0,008	0,005	0,010	0,000
Estabilidade ao Cisalhamento	11	mm ² /s	12,29	0,44	12,32	12,14	0,86	1,38	13,62	10,96

5 – CONCLUSÕES E 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.

- ✓ Recomenda-se a investigação das causas;
- ✓ 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, se houve alterações entre positivo e negativo. Muitos escores positivos ou negativos em sequência podem indicar algum erro sistemático do sistema de medição, uma tendência positiva ou negativa, que geralmente pode ser corrigida com ações técnicas.

6 – 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).