



Cíntia de Holleben

**Proposta de protocolos estatísticos alternativos
para Programas de Ensaios de Proficiência**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Metrologia (Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação) da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Elcio Cruz de Oliveira

Rio de Janeiro
Maio de 2018



Cíntia de Holleben

**Proposta de protocolos estatísticos alternativos
para Programas de Ensaios de Proficiência**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Metrologia (Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação) da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada. Banca Examinadora:

Prof. Elcio Cruz de Oliveira

Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PUC-Rio)
Orientador

Prof. Reinaldo Castro Souza

Departamento de Engenharia Elétrica (DEE/PUC-Rio)

Prof^a. Elisabeth Costa Monteiro

Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PUC-Rio)

Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 04 de maio de 2018

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Cíntia de Holleben

Formada em Química Industrial pela Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, Brasil, 2010.

Ficha Catalográfica

Holleben, Cíntia de

Proposta de protocolos estatísticos alternativos para Programas de Ensaio de Proficiência / Cíntia de Holleben ; orientador: Elcio Cruz de Oliveira. – 2018.

116 f. : il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Centro Técnico Científico, Programa de Pós-Graduação em Metrologia para a Qualidade e Inovação, 2018.

Inclui bibliografia

1. Metrologia – Teses. 2. Metrologia. 3. Ensaio de proficiência. 4. Óleos lubrificantes. 5. Estatística robusta. I. Oliveira, Elcio Cruz de. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Centro Técnico Científico. Programa de Pós-Graduação em Metrologia para a Qualidade e Inovação. III. Título.

CDD: 389.1

À minha querida mãe, um ser humano evoluído, mulher forte e corajosa,
com uma enorme facilidade de incluir todos em um mesmo plano.

Agradecimentos

Primeiramente, agradeço a Deus por ter me colocado entre pessoas que de certa forma me ajudaram a alcançar tudo que construí até hoje e por me dar o privilégio de ser uma pessoa apta a cumprir com os meus objetivos.

À minha mãe Vera Lúcia de Holleben, meus irmãos Rodrigo de Holleben e Waldemar Luiz de Holleben e a minha tia Gisela Maria Holleben, que são a base da minha pirâmide e por eles eu enfrento qualquer desafio.

Ao meu namorado André Arteiro, pelo apoio e parceria em todos os momentos, principalmente na quase inexistência de vida social.

Ao meu orientador, Dr. Elcio Cruz de Oliveira, por aceitar a orientação e por aconselhar e dividir expertise de forma relevante para a construção desse trabalho.

Aos demais membros da banca examinadora, Dr. Reinaldo Castro Souza e Dra. Elisabeth Costa Monteiro, pela contribuição fundamental de suas avaliações.

A todos os professores do Programa de Pós-graduação em Metrologia para Qualidade, Inovação e Sustentabilidade (Pós-MQI), especialmente aos Professores Dr. Mauricio Nogueira Frota e Dr. Carlos Hall, pela oportunidade de fazer parte desse grupo ainda muito seletivo na comunidade Brasileira.

À equipe técnica e administrativa do Pós-MQI, Márcia Ribeiro, Paula Guimarães, pelo apoio técnico e administrativo.

À Capes, pela bolsa de estudo e à PUC-Rio, pelo acesso ao Programa de Pós-graduação em Metrologia para Qualidade, Inovação e Sustentabilidade que permitiram a conclusão do Mestrado em Metrologia.

A minha grande amiga Vanessa Breder, por me incentivar a buscar esse título, sempre me desejando o melhor e trazendo sempre palavras motivadoras para que os meus dias fossem mais leves.

A empresa onde trabalho, ICONIC, pelo incentivo e permissão para comparecer às aulas e desenvolver os trabalhos propostos durante o período do curso.

Ao meu colega de vida acadêmica, que se tornou um grande amigo, Diogo Jerônimo, por dividir tanto conhecimento e estar por perto sempre disposto a contribuir. Muito obrigada mesmo!

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

Resumo

De Holleben, Cíntia; Oliveira, Elcio Cruz (Orientador). **Proposta de protocolos estatísticos alternativos para Programas de Ensaio de Proficiência**. Rio de Janeiro, 2018. 116p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-graduação em Metrologia (Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O objetivo dessa dissertação é propor protocolos estatísticos alternativos ao atual praticado pela *American Society for Testing and Materials* (ASTM) para a determinação do desempenho dos laboratórios participantes de Ensaio de Proficiência (EP) utilizando estatística robusta. A participação em EP é um requisito compulsório à conformidade nas certificações e acreditações para laboratórios de ensaio e calibração. O Programa de EP da ASTM considera o valor de consenso para prover os escores dos participantes. O modelo para estimar os escores, ZASTM, se baseia na média amostral (valor designado, VD) e no desvio padrão amostral (desvio padrão para a proficiência, DPP). Neste cenário, há necessidade de tratamento exaustivo dos dados, motivação para este estudo, incluindo o tratamento de *outliers* e a investigação de existência de distribuição normal (Gaussiana). Neste estudo, os protocolos propostos (nIQR e MADe) consideram o emprego de estatísticas robustas, mais resistentes à presença de *outliers*, os quais ocasionam desvios da normalidade desejada. Os resultados da comparação do protocolo ASTM com os protocolos propostos, em dados da matriz de óleos lubrificantes, reportados ao provedor ASTM, revelam haver diferença entre as médias ou entre as variâncias dos escores produzidos pelos diferentes protocolos ao nível de 5 % de significância, ocasionando mudança na classificação do desempenho dos laboratórios. Conclui-se que os protocolos estatísticos alternativos propostos apresentaram a vantagem de dispensar o tratamento de *outliers* e a investigação da distribuição dos dados, sendo que o protocolo MADe ainda apresentou redução na incerteza de medição associada ao valor designado por consenso.

Palavras-chave

Metrologia; ensaio de proficiência; óleos lubrificantes; estatística robusta.

Abstract

De Holleben, Cíntia; Oliveira, Élcio Cruz (Advisor). **Proposal for alternative statistical protocols for Proficiency Testing Programs.** Rio de Janeiro, 2018. 116p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Metrologia (Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The objective of this dissertation is to propose statistical protocols that are alternative to the current one applied by the American Society for Testing and Materials (ASTM) to determine the performance of participants laboratories of Proficiency Testing (PT) by using robust statistics. Participation in PT is a mandatory requirement for compliance in certifications and accreditations for testing and calibration laboratories. The ASTM EP Program employs the consensus value to provide the participants' scores. The method for estimating the scores, Z_{ASTM} , is based on the sample data mean (assigned value, AV) and the sample data standard deviation (standard deviation for proficiency assesment, SDPA). In this case, it is necessary an exhaustive treating of the data, motivation for this study, including the treatment of outliers and the investigation of existence of normal distribution (Gaussian). In this study, the proposed protocols (nIQR and MADe) consider the application of robust statistics, which are more resistant to the presence of outliers, which cause deviations from the desired normality. The results of the ASTM protocol comparison with the proposed protocols in the lubricant oil matrix data reported to the ASTM provider show a difference between the means or between the variances of the scores produced by the different protocols at the 5 % level of significance, causing variation in the classification of laboratory performance. It is concluded that the proposed alternative statistical protocols had the advantage of dispensing the outliers' treatment and the investigation of the data distribution, and the MADe protocol still showed reduction in the measurement uncertainty associated to the assigned value by consensus.

Keywords

Metrology; proficiency test; lubricant oils; robust statistics.

Sumário

1	Introdução	19
1.1.	Definição do problema de pesquisa	22
1.2.	Motivação	22
1.3.	Objetivo Geral	22
1.4.	Objetivos Específicos	23
1.5.	Estrutura da dissertação	23
2	Confiabilidade metrológica em ensaios de proficiência	24
2.1.1.	Contexto internacional	24
2.1.1.	BIPM	24
2.1.2.	OIML	27
2.1.3.	ISO/IEC	28
2.1.4.	IUPAC	29
2.1.5.	ILAC	30
2.1.6.	ASTM	30
2.1.7.	IATF	32
2.2.	Contexto nacional	33
2.2.1.	INMETRO	33
2.2.2.	ABNT	34
2.2.3.	ANP	35
3	Garantia da qualidade em laboratórios de ensaios	37
3.1.	Ensaio realizados para o controle da qualidade de lubrificantes	39
3.2.	Ensaio de proficiência (EP)	42
3.3.	Protocolo estatístico do EP ASTM	43
3.3.1.	Resumo estatístico	44
3.3.2.	Determinação do desempenho dos participantes	45
4	Métodos estatísticos para definição dos parâmetros e análise comparativa	49
4.1.	Base de dados utilizada	49

4.2. Análise exploratória dos dados reportados	50
4.3. Determinação e análise dos escores de desempenho	52
4.3.1. Protocolos alternativos e parâmetros	52
4.3.2. Testes estatísticos empregados para comparação dos escores por protocolo	53
5 Resultados e comparação das diferentes abordagens	60
5.1. Tratamento de <i>outliers</i> , verificação de simetria, unimodalidade e cálculo dos parâmetros estimados (VD e DPP)	60
5.2. Análise dos escores obtidos pelos protocolos alternativos, e comparação com os escores obtidos pelo protocolo ASTM	66
5.2.1. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016	67
O <i>Boxplot</i> para os escores nesse caso está apresentado na Figura 8:	67
5.2.2. Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017	69
5.2.3. Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016	71
5.2.4. Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017	74
5.2.5. Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016	76
5.2.6. Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017	79
5.3. Comparação das diferentes abordagens	81
6 Conclusão e trabalhos futuros	85
7 Referências bibliográficas	88
Anexos	94
Apêndice A – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C, Rodada: 3ª/2016.	96
Apêndice B – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o	

Ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C, Rodada: 1ª/2017. 101

Apêndice C – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Poc. A, Rodada: 3ª/2016.105

Apêndice D – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Poc. A, Rodada: 1ª/2017.108

Apêndice E – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Elemento Zinco, ICP - AES, Rodada: 3ª/2016. 111

Apêndice F – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Elemento Zinco, ICP - AES, Rodada: 1ª/2017. 114

Lista de figuras

Figura 1 – Estrutura organizacional dos Comitês ISO e normas publicadas relevantes para Ensaios de proficiência.	28
Figura 2 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de outliers.	62
Figura 3 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de outliers.	62
Figura 4 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio de Ponto de fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de outliers.	63
Figura 5 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio de Ponto de fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de outliers.	63
Figura 6 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio do elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de outliers.	64
Figura 7 – BoxPlot e histograma dos dados brutos do ensaio do elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de outliers.	64
Figura 8 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de outliers.	67
Figura 9 – Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.	68
Figura 10 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de outliers.	69
Figura 11 – Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP	71
Figura 12 – <i>BoxPlot</i> dos escores obtidos do ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de <i>outliers</i> .	72

Figura 13 – Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.	73
Figura 14 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de outliers.	74
Figura 15 – Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP	76
Figura 16 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de outliers.	77
Figura 17 – Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.	78
Figura 18 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de outliers.	79
Figura 19 – Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.	81

Lista de quadros

Quadro 1 – Procedimentos para a determinação do valor de referência ou valor designado para cálculo de desempenho dos participantes de um EP e suas vantagens e desvantagens (ABNT NBR ISO/IEC 17043, 2011; Thompson et al., 2006).	21
Quadro 2 – Métodos ASTM para óleos lubrificantes novos de motor e industriais atualmente disponíveis no catálogo ASTM (ASTM, 2018).	40
Quadro 3 – Legenda utilizada pelo programa de EP da ASTM com os critérios adotados para pontuar o escore Z de cada participante (Committee D02 Proficiency Test Program Engine Oil Lubricants - Report Issue Date: May 11, 2017)	45
Quadro 4 – Critérios utilizados pelo programa de EP da ASTM para classificar o resultado da estatística de Anderson-Darling (Committee D02 Proficiency Test Program Engine Oil Lubricants - Report Issue Date: May 11, 2017)	48

Lista de tabelas

Tabela 1 – Resultados da quantificação dos dados utilizados e do coeficiente de assimetria para cada ensaio estudado.	61
Tabela 2 – Resultados de VD e DPP dos protocolos ASTM, nIQR e MADe, segundo ensaios e rodadas.	65
Tabela 3 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016.	67
Tabela 4 – Resultados dos testes de Friedman (médias) e de Levene (variâncias) para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C.	68
Tabela 5 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017.	70
Tabela 6 – Resultados da ANOVA (médias) e do Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017.	70
Tabela 7 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Ponto de Fulgor fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016.	72
Tabela 8 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016.	73
Tabela 9 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017.	75
Tabela 10 – Resultados dos Testes de Friedman (médias) e de Levene (variâncias) para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017.	75
Tabela 11 – Resultados do Teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016.	77
Tabela 12 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016.	78

Tabela 13 – Resultados do Teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017.	80
Tabela 14 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017.	80
Tabela 15 – Diferença relativa entre os valores designados empregados pelos protocolos alternativos e o valor designado aplicado pelo protocolo ASTM.	82
Tabela 16 – Incertezas expandidas dos valores designados, obtidos pelos diferentes protocolos, segundo ensaios por item de rodada.	83
Tabela 17 – Resultados do teste de Anderson Darling, após aplicação do intervalo interquartilico e comparação das decisões sobre normalidade segundo os critérios aplicados pelos protocolos alternativos e protocolo ASTM.	84

Abreviaturas e Termos

EP	Ensaio de Proficiência
VD	Valor designado
DDP	Desvio Padrão para Proficiência
nIQR	<i>Normalized Interquartile Range</i>
MADe	<i>Scaled Median Absolute Deviation</i>
API	<i>American Petroleum Institute</i>
ACEA	<i>European Automobile Manufacturers' Association</i>
JASO	<i>Japanese Automotive Standards Organization</i>
ANP	Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis
OEM	<i>Original Equipment Manufacturer</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
DIN	<i>Deutsches Institut für Normung</i>
SAE	<i>Society of Automotive Engineers</i>
ILSAC	<i>International Lubricants Standardization and Approval Committee</i>
CEC	Coordinating European Council
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
MRC	Material de referência certificado
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia
BIPM	<i>Bureau International des Poids et Mesures</i>
CM	Convenção do metro
SI	Sistema Internacional de Unidades
CIPM	<i>Committee for Weights and Measures</i>
CGPM	<i>General Conference on Weights and Measures</i>
CCQM	<i>Consultative Committee for Amount of Substance: Metrology in Chemistry and Biology</i>
MRA	<i>Mutual Recognition Arrangement</i>
RMOs	<i>Regional Metrology Organizations</i>
NMIs	<i>National Metrology Institutes</i>
KCDB	<i>key coparision database</i>
OIML	<i>Organisation Internationale de Métrologie Légale</i>
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
IATF	<i>International Automotive Task Force</i>
AIAG	<i>Automotive Industry Action Group</i>
ICP - AES	<i>Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy</i>

GESD	<i>Generalized Extreme Studentized Deviate</i>
AD	Anderson-Darling
GUM	<i>Guide to the expression of uncertainty in measurement</i>
TC	<i>Technical Comittee</i>
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i>
AMC	<i>Analytical Methods Committee</i>
PM	<i>Pensky Martens</i>

*“Aprender é a única coisa de que a mente
nunca se cansa, nunca tem medo e nunca se
arrepende”*

Leonardo da Vinci

1

Introdução

Os procedimentos mais recentes, para avaliar a qualidade de mensurandos voltados ao segmento de lubrificantes, são datados do século XIX (Caines et. al.), sendo que somente no século XX, com a implementação de métodos estatísticos para tomada de decisão (Montgomery, 2012; Deming, 1992; Ishikawa, 1985) que o controle de qualidade para derivados de petróleo (entre eles, os lubrificantes) teve impulso. Entre algumas das ferramentas para demonstração da confiabilidade estatística que se desenvolveram, se encontra o ensaio de proficiência (EP), cujas primeiras aplicações datam da década de 1940 (Cerriotti, 2014), sendo incorporados em múltiplas áreas devido as suas vantagens, amplamente divulgadas em normas e literatura científica.

A participação em programas de EP é uma ferramenta amplamente utilizada por laboratórios para a verificação e manutenção da qualidade de resultados de ensaios. São muitos os propósitos do uso do EP (ABNT NBR ISO/IEC 17043, 2017), especialmente como requisito compulsório à acreditação e à conformidade de laboratórios de ensaio e calibração.

No segmento de petróleo (e seus derivados) e biocombustíveis, os *bench tests*, estabelecidos por especificações (API, ACEA, JASO, entre outras) e/ou resoluções (ANP no caso do Brasil) são baseados em normas padronizadas definidas por estes organismos. Normas padronizadas permitem que resultados sejam internacionalmente aceitos e passíveis de reprodução em outros laboratórios (Hubber, 1999). Além dessas normas, segundo a ANP, laboratórios que realizam atividade de ensaio para biodiesel devem ser acreditados na ABNT NBR ISO/IEC 17025 e, da mesma forma, laboratórios de ensaios de lubrificantes, que são fornecedores de *OEM's* (Original Equipment Manufacturer), devem ser certificados pela norma de gestão da qualidade para fornecedores do setor automotivo, a IATF 16949. Tais laboratórios deverão atestar conformidade em relação à garantia da qualidade de seus resultados por meio de EP.

A seleção de programas de EP pelos laboratórios participantes deve considerar principalmente o seu escopo de ensaios ou de calibração (ABNT NBR ISO/IEC 17043). A partir disso, são avaliados os provedores mais apropriados de

acordo com a frequência do programa de EP, modelo estatístico empregado, política de confidencialidade, custos, características de confiança na adequação do item de EP e, sobretudo os ensaios e respectivos métodos utilizados. Nas especificações e resoluções para produtos de petróleo e biocombustíveis, os métodos normalizados provêm, principalmente, dos organismos ASTM, ISO, ABNT NBR, EN, DIN, SAE e CEC. Os métodos de ensaio da ASTM são as referências mais citadas nas especificações de óleos lubrificantes (API e ACEA), muito devido à API ser a maior especificação para esses produtos. A ASTM possui em seu escopo de serviços, além de publicações e normas padrão, o *ASTM Proficiency Testing Program*, o que torna esta organização um dos mais importantes provedores de EP do setor automotivo.

Na estrutura de um programa de EP, o provedor do EP assume a responsabilidade pelo desenvolvimento e toda a operação do programa, compreendendo atividades como (Thompson et al., 2006):

- Preparação e validação do material de ensaio;
- Distribuição do material de ensaio de acordo com o cronograma;
- Determinação de um valor designado para cada mensurando, antes ou depois da distribuição do material de ensaio;
- Análise estatística dos resultados dos laboratórios participantes;
- Informação aos participantes sobre seu desempenho e orientação para os participantes.

O valor designado é um dos parâmetros utilizados no cálculo dos escores de desempenho dos participantes, cuja definição é um parâmetro fundamental. Ele pode ser estabelecido pelo provedor por meio de diferentes procedimentos, os quais podem apresentar vantagens e desvantagens de acordo com o propósito de EP. A escolha do valor designado, entre outras implicações, delimita a medida de dispersão com o qual são obtidos os escores de desempenho. A *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) (Thompson et al., 2006) e a ISO (ABNT NBR ISO/IEC 17043) descrevem tais procedimentos, resumidos no Quadro 1:

Quadro 1 – Procedimentos para a determinação do valor de referência ou valor designado para cálculo de desempenho dos participantes de um EP e suas vantagens e desvantagens (ABNT NBR ISO/IEC 17043, 2011; Thompson et al., 2006).

Tipo de Valor Designado	Origem do Valor Designado	Vantagens	Desvantagens
Valores Conhecidos	Formulação do item de EP	<ul style="list-style-type: none"> ▪ A incerteza pode diminuir conforme o procedimento gravimétrico e a homogeneidade; ▪ Fácil de executar em soluções líquidas e homogêneas. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Conhecimento do valor da concentração com precisão; ▪ Dificil homogeneidade para materiais sólidos; ▪ Problemas na recuperação do analito adicionado.
Valor de referência	Laboratório de referência, MRC's	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Incerteza de medição conhecida; ▪ Se oriundo de um MRC, rastreabilidade metrológica automaticamente fornecida. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Alto custo; ▪ Solicitação de validação de metodologia quando uso de laboratório de referência; ▪ Em caso de MRC, facilmente identificáveis, e indisponíveis em todas as matrizes.
Valores de consenso	Comparação direta com os valores de consenso obtidos por laboratórios especialistas, ou pelos resultados reportados pelos participantes do EP.	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Quando envolvendo laboratórios especialistas, eficaz para procedimentos com fins regulatórios; ▪ Quando envolvendo resultados de participantes da rodada, baixo custo, boa aceitação de pares e de cálculo direto. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Quando envolvendo especialistas, pouco efetivo para avaliar rotina e de incerteza que pode ser suficientemente grande. ▪ Quando envolvendo dados dos participantes da rodada, risco de tendências (erro sistemático ou subpopulações), e de incerteza alta para poucos laboratórios participantes.

Notadamente, o uso de materiais de referência certificados (MRC's) confere rastreabilidade metrológica aos resultados de um EP, além de contribuir na identificação e controle do erro sistemático dos laboratórios participantes (ISO 5725-4, 2004). Entretanto, MRC's passam por etapas demoradas e onerosas e por isso se tornam caros e disponíveis em poucas matrizes (Alves & Moraes, 2002). Quando é empregado o consenso entre participantes para determinar o valor designado, a ISO (ISO 13528, 2015) recomenda que técnicas estatísticas robustas devem ser aplicadas em sua definição (ISO 13528, 2015).

1.1.

Definição do problema de pesquisa

O provedor ASTM, em seu programa de EP para óleos lubrificantes, emprega o consenso entre participantes como mecanismo para gerar os parâmetros que provêm os escores dos participantes (Z_{ASTM}). O parâmetro empregado como valor designado (VD) é a média amostral dos dados, e o parâmetro empregado como desvio padrão para a proficiência (DPP) é o desvio padrão amostral. Esse protocolo depende de eventual tratamento de *outliers*, o que face ao método estatístico escolhido e da aleatoriedade e distribuição dos dados reportados, está sujeito a erros que podem majorar a incerteza associada ao valor designado.

1.2.

Motivação

O trabalho é motivado pela busca de protocolos estatísticos alternativos para EP que empregam o valor de consenso na determinação do valor designado (igualmente ao provedor ASTM), porém trazendo benefícios para as partes interessadas tais como:

- Modelos estatísticos resistentes à *outliers*;
- Protocolos de EP sem exaustivos testes estatísticos;
- Escolha de um protocolo com maior ou menor rigor na avaliação de desempenho de participantes;
- Maior confiabilidade no reporte de escores insatisfatórios, quando todos os dados foram utilizados para cálculo do valor designado e desvio padrão para proficiência.

1.3.

Objetivo Geral

Propor protocolos estatísticos alternativos ao atual praticado pela *American Society for Testing and Materials* (ASTM) para a determinação do desempenho dos laboratórios participantes de Ensaio de proficiência (EP) utilizando estatística robusta.

1.4. Objetivos Específicos

A pesquisa possui os seguintes objetivos específicos:

- Identificar na literatura parâmetros estatísticos robustos para gerar escores de desempenho;
- Calcular os escores de desempenho, utilizando os protocolos propostos;
- Comparar e discutir a utilização do protocolo estatístico ASTM contra os protocolos alternativos propostos.

1.5. Estrutura da dissertação

A seguir é apresentada de forma sucinta a estrutura dessa dissertação de mestrado.

O capítulo 1 contextualiza o trabalho e caracteriza a motivação da escolha do tema da pesquisa, definindo os objetivos a serem alcançados.

O capítulo 2 apresenta os organismos e documentos associados que suportam a confiabilidade metrológica de programas de EP.

O capítulo 3 apresenta a garantia da qualidade em laboratórios de ensaios como requisito de normas de acreditação e certificação e a utilização de ensaios de proficiência para garantir a conformidade no requisito, bem como descreve o protocolo estatístico do provedor ASTM.

No capítulo 4 é caracterizada a base de dados e os protocolos estatísticos alternativos propostos para programas de EP, além dos métodos utilizados na comparação dos novos protocolos com o protocolo estatístico praticado pelo EP ASTM.

No capítulo 5 é apresentada a comparação dos resultados dos escores gerados pelos protocolos estatísticos alternativos propostos e do protocolo estatístico do EP ASTM com uma rica discussão dos impactos na aplicação dos diferentes protocolos.

No capítulo 6 são especificadas as conclusões e as recomendações para trabalhos futuros.

Por fim, encontram-se as referências bibliográficas consultadas para desenvolvimento da pesquisa.

2

Confiabilidade metrológica em ensaios de proficiência

A confiabilidade metrológica em medições analíticas é fornecida por meio de ferramentas da metrologia. A metrologia engloba todos os aspectos teóricos e práticos da medição, qualquer incerteza de medição e o campo de aplicação (VIM, 2012). Na estrutura da metrologia, organizações nacionais e internacionais estabelecem normas e guias que promovem a credibilidade, confiabilidade e universalidade dos resultados das medições químicas. As principais organizações que contribuem para a construção dessa infraestrutura da confiabilidade metrológica são apresentadas a seguir.

2.1.1.

Contexto internacional

2.1.1.

BIPM

O *Bureau International des Poids et Mesures* (BIPM) é uma organização intergovernamental, instituída pela Convenção do Metro com a finalidade de assegurar a rastreabilidade global dos resultados de medição ao Sistema Internacional de Unidades (SI). A Convenção do Metro (CM), assinada em Paris em 1875, estabeleceu uma estrutura organizacional permanente para a uniformidade de todas as questões relativas às unidades de medida. Nessa estrutura, as atividades do BIPM são gerenciadas sob a autoridade da Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM) e a supervisão exclusiva do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM).

O CIPM tem a incumbência de promover a uniformidade universal em unidades de medida, por meio de ação direta ou pela apresentação de projetos à CGPM. Nesse sentido, a partir da globalização da economia, o CIPM identificou a necessidade de um sistema transparente, aberto e abrangente para fornecer informações sobre a equivalência dos serviços nacionais de medição e elaborou um Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA) para reconhecimento de padrões nacionais de medição e de certificados de calibração e medição emitidos pelos Institutos Nacionais de Metrologia (NMI). O MRA atua diretamente em

comparações-chave de medições de ordem regional e internacional para prover o reconhecimento mútuo dos NMIs. Os resultados de calibração e medição certificados (CMCs) integram a base de dados do CIPM MRA, disponível publicamente pelo BIPM.

Em consequência da expansão das tarefas confiadas ao BIPM, em 1927 o CIPM instituiu os Comitês Consultivos, órgãos destinados a esclarecer as questões a ele submetidas para estudo científico e aconselhamento. Atualmente, existem dez comitês, dentre eles o CCQM (Comitê Consultivo para Quantidade de Substância), ligado à metrologia química e biológica. O CCQM atua no desenvolvimento, aperfeiçoamento e registro de Materiais de referência certificado (MRC) e métodos de referência, além de aconselhar o CIPM em relação às medições químicas e biológicas (BIPM, 2018). Para atingir os objetivos do comitê, o CCQM estabeleceu grupos de trabalho (WG's) com funções distintas, mas que envolvem a realização de EP e desenvolvimento de MRC:

- CCQM *Working Group on Cell Analysis* (CAWG);
- CCQM *Working Group on Electrochemical Analysis* (EAWG);
- CCQM *Working Group on Gas Analysis* (GAWG);
- CCQM *Working Group on Inorganic Analysis* (IAWG);
- CCQM *WG on Key Comparisons and CMC Quality* (KCWG);
- CCQM *Working Group on Nucleic Acid Analysis* (NAWG);
- CCQM *Working Group on Organic Analysis* (OAWG);
- CCQM *Working Group on Protein Analysis* (PAWG);
- CCQM *Working Group on Surface Analysis* (SAWG);
- CCQM *Strategic Planning Working Group* (SPWG).

Os grupos de trabalho atuam igualmente sob as diretrizes a seguir, com exceção dos grupos KCWG e do SPWG, (BIPM, 2018a):

- Promover o estabelecimento de comparabilidade global de resultados de medições químicas e biológicas em sua área de especialização, organizando comparações e desenvolvendo métodos e procedimentos de medição apropriados para apoiar as capacidades e competências reivindicadas;

- Fornecer subsídios para o desenvolvimento de um plano estratégico de CCQM e desenvolver e manter um plano de trabalho consistente com o plano estratégico adotado pelo CCQM;
- Avaliar novas tecnologias de medição para seu uso na atribuição de valor de padrões de medição
- Fazer interface com outros WGs do CCQM e organizações de partes interessadas internacionais trabalhando em mensurações compreendidas pelo grupo de trabalho;
- Apoiar os RMOs (*Regional Metrology Organizations*) na avaliação crítica das capacidades de calibração e medição dos NMIs a serem inseridos no Apêndice C do MRA do CIPM.

O WG KCWG possui a função particular de definir critérios para a revisão de CMC's, bem como coordenar esse processo de revisão. O WG SPWG atua na elaboração e atualização do documento de planejamento estratégico do CCQM.

Para o desenvolvimento de tarefas específicas de interesse em comum, o BIPM e organizações internacionais criaram Joint Committes, entres os quais dois estão relacionados às atividades de EP deste trabalho:

- JCGM (*Joint Committee for Guides in Metrology*) – designado a manter e promover o GUM (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) e o VIM (International Vocabulary of Metrology).
- JCRB (*Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM*) – O JCRB coordena as atividades entre as RMOs para o estabelecimento da confiança no reconhecimento mútuo dos Certificados de Calibração e Medição (CMC), de acordo com os termos do Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA) do CIPM. Este comitê analisa e aprova as capacidades de calibração e medição de cada RMO previamente à publicação no KCDB (*key coparision database*), (BIPM, 2018b).

2.1.2. OIML

A *Organisation Internationale de Métrologie Légale* (OIML) foi criada em 1995 com objetivo de promover a harmonização global das diretrizes de metrologia legal dos seus países e estados membros e, da mesma forma países observadores da OIML. A Metrologia Legal é a aplicação de requisitos legais para medições e instrumentos de medição (OIML, 2018).

Facilitar o comércio internacional por meio da implantação de uma infraestrutura metrológica legal uniforme e eficaz é a missão dessa organização. Para isso, a OIML define padrões para reduzir as barreiras comerciais e os custos no mercado, criando sistemas de reconhecimento mútuo associados às unidades de medida, métodos e instrumentos de medição. Esses padrões estão presentes nas publicações da OIML que incluem:

- Recomendações Internacionais – referem-se a regulamentos modelo para os instrumentos de medição;
- Documentos Internacionais – referem-se a documentos com natureza orientativa sobre Metrologia Legal;
- Vocabulários, Guias, Publicações Básicas e Relatórios de Especialistas – referem-se a documentos de natureza informativa que auxiliam na implantação de regras exigidas na Metrologia Legal.

A OIML possui 18 comitês técnicos (TC), cada um tem seus respectivos subcomitês (SC), os quais publicam documentos relacionados às suas áreas específicas. Dentre as publicações dos TC's, aquelas relacionadas ao presente trabalho são: OIML D17, como o título “Esquema de hierarquia para instrumentos de medição da viscosidade de líquidos”, desenvolvido pelo TC -17/SC5, que trata sobre os instrumentos de medição físico-químicas e viscosimetria respectivamente, e o OIML D30, com o título “Guia para a aplicação da ISO / IEC 17025 para avaliação de Laboratórios de Ensaios envolvidos em metrologia”, desenvolvido pelo TC3/SC5, que tratam do controle metrológico e avaliações da conformidade respectivamente.

2.1.3. ISO/IEC

A *International Organization for Standardization* (ISO) é uma organização internacional não-governamental de normalização organizada por comitês técnicos e formada pelos institutos nacionais de normalização, ao quais atuam desenvolvendo normas voluntárias, baseadas em consenso com o mercado e na relevância para o mesmo, direcionadas para inovação e superação dos desafios globais (ISO, 2018a).

Os comitês da ISO e as normas relacionadas ao tema do presente trabalho são apresentados na Figura 1 (ISO, 2018b).

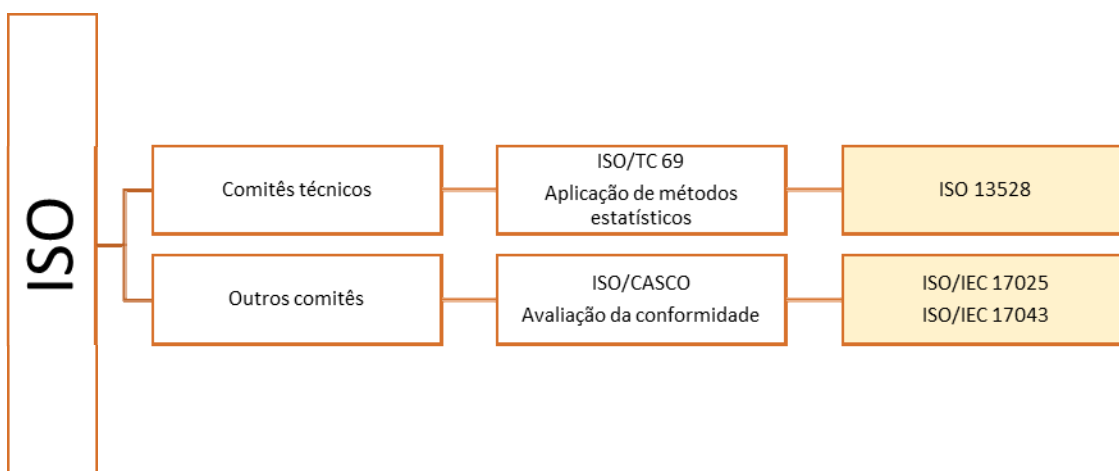


Figura 1 – Estrutura organizacional dos Comitês ISO e normas publicadas relevantes para Ensaios de proficiência.

A norma ISO 13528 (2015), *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*, desenvolvida pelo subcomitê SC6 é uma das principais referências desse trabalho. Esta norma apresenta os métodos estatísticos mais frequentemente empregados no processo de realização do EP (homogeneidade e estabilidade de material, determinação do valor designado, avaliação de desempenho, entre outros), incluindo técnicas consistentes e alinhadas com outras normas internacionais (ISO 5725-2 séries, ISO/IEC 98-3 (GUM) e ISO/IEC Guide 99 (VIM)) para o processo de realização do EP.

O Comitê de avaliação da conformidade (ISO/CASCO) desenvolveu juntamente com a IEC as normas ISO/IEC 17025 e ISO/IEC 17043.

A *international Electrotechnical Commission* (IEC) é uma organização que desenvolve e publica normas Internacionais para todas as tecnologias elétricas, eletrônicas e tecnologias correlacionadas à área. A IEC coopera com a ISO para garantir que normas internacionais se complementem, combinando todos os conhecimentos relevantes de especialistas das áreas relacionadas.

A norma ISO/IEC 17025 (2017) – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração especifica os requisitos gerais para a competência, imparcialidade e operação consistente dos laboratórios. Para a acreditação nesta norma, é compulsória à conformidade com os requisitos técnicos e de gestão. Requisitos técnicos incluem o uso de métodos normalizados ou validados, uso de materiais de referência certificados e a participação em programas de comparação interlaboratorial ou de ensaios de proficiência.

A ISO/IEC 17043 (2017) – Avaliação da conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência especifica os requisitos gerais para a competência dos provedores de programas de EP, assim como auxilia no desenvolvimento e operação do programa de EP.

2.1.4. IUPAC

A *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) é uma organização global que contribui efetivamente para a compreensão e aplicação universal das ciências químicas, fornecendo uma linguagem comum para a química e defendendo o livre intercâmbio de informações científicas.

O trabalho científico da IUPAC é conduzido em grande parte por meio de um Sistema de Projetos formal, no qual propostas de químicos de todo o mundo são revisadas por pares e, se relevantes, são aprovadas e sustentadas (IUPAC, 2018). Dentro do escopo de atividades da organização estão os projetos tradicionais que incluem o desenvolvimento e manutenção de:

- Nomenclatura química e terminologia (incluindo a nomeação de novos elementos na tabela periódica);
- Padronização de métodos de medição, pesos atômicos, entre outros;

- Recomendações para estabelecer nomenclatura e terminologia não ambíguas, uniformes e consistentes para campos científicos específicos;
- Publicação de relatórios técnicos, revistas, livros, bases de dados e outros recursos de informação.

A realização das atividades da organização é conduzida por grupos intitulados “Divisões”, cada um representando um ramo da química específico. Dentre eles, o *Analytical Chemistry Division* é o responsável pela elaboração do *Technical Report: International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories* (Thompson et al, 2006). Tal documento orienta o desenvolvimento e operação de programas de EP que envolvem química analítica, contribuindo para uniformização dos mesmos.

2.1.5. ILAC

A *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC) é uma cooperação internacional de organismos de acreditação de laboratórios e de inspeção cujo objetivo é remover barreiras técnicas de mercado por meio do acordo de reconhecimento mútuo. Os organismos de acreditação que são signatários do acordo de reconhecimento mútuo da ILAC fortalecem sua credibilidade e aumentam a aceitação de seus produtos e serviços, contribuindo para a expansão do livre comércio.

A participação de EP de um organismo de acreditação signatário do acordo de reconhecimento mútuo da ILAC está subentendida nas regras e procedimentos pertinentes contidos nas publicações da ILAC, (ILAC, 2018).

2.1.6. ASTM

A *American Society for Testing and Materials* (ASTM), fundada em 1898, por Charles B. Dudley, como *Internacional Association for Testing Materials* (IATM) com o objetivo inicial de padronizar materiais ferroviários, expandiu-se para todas as áreas onde a indústria americana e mundial demandasse aperfeiçoamento, tornado-se em 2001, a ASTM Internacional.

A ASTM atua por meio de comitês técnicos para o desenvolvimento e manutenção de suas normas padronizadas de consenso. Os Comitês ASTM são compostos por mais de 32 mil voluntários da indústria e incluem fabricantes e consumidores, bem como outros grupos de interesse, como governo ou academia (ASTM, 2018).

O Comitê D02 da ASTM para Produtos de Petróleo e Lubrificantes foi formado em 1904, quando membros da *Engineers Club* (Pensilvânia) sinalizaram a necessidade de normas padronizadas na indústria do petróleo. Atualmente, o escopo do Comitê inclui a disseminação do conhecimento e a publicação de especificações padrão, classificações, métodos de ensaios, práticas e guias, bem como a operação e manutenção do *ASTM Proficiency Testing Program* (PTP) para área de produtos de petróleo e lubrificantes. A atividade de comparação interlaboratorial da ASTM teve início em 1993 por meio do *Interlaboratory Crosscheck Program*, coordenado pelo subcomitê D02.92 (Totten, 2004). Esse programa permitiu à ASTM dimensionar a evolução da confiança na utilização de seus métodos de ensaio pela comunidade internacional, incorporando conhecimento técnico científico para promover a atualização de suas normas padronizadas e programas de EP para o cenário atual.

Os programas de ensaios de proficiência da ASTM são programas da garantia de qualidade que permitem aos laboratórios avaliar seu desempenho na realização de ensaios, quando comparados a outros laboratórios que participam em todo o mundo do mesmo programa (ASTM, 2018). Dentre os métodos de ensaios ASTM para óleos lubrificantes de motor, os abordados neste trabalho são:

- ASTM D445 – *Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)*;
- ASTM D93 – *Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester*;
- ASTM D5185 - *Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)*.

2.1.7. IATF

A *Intenational Automotive Task Force* (IATF) é um grupo de fabricantes de automóveis e suas respectivas associações comerciais, formado para fornecer produtos de melhor qualidade para clientes automotivos em todo o mundo. Dentre seus membros estão os fabricantes de veículos como *BMW Group*, *FCA EUA LLC*, *Daimler AG*, *FCA Itália Spa*, *Ford Motor Company*, *General Motors*, *PSA Group*, *Renault*, *Volkswagen AG* e as respectivas associações de fabricantes de veículos - *AIAG* (EUA), *ANFIA* (Itália), *FIEV* (França), *SMMT* (Reino Unido) e *VDA QMC* (Alemanha).

A IATF foi estabelecida para tratar dos seguintes propósitos (IATF, 2018):

- Criar um consenso sobre os requisitos fundamentais do sistema de qualidade internacional, principalmente para os fornecedores diretos de materiais de produção, produtos ou peças de serviço ou serviços de acabamento;
- Desenvolver políticas e procedimentos para o programa comum de registro de terceiros da IATF para assegurar consistência em todo o mundo;
- Fornecer treinamento apropriado para apoiar os requisitos da IATF 16949 e o programa de registro da IATF.
- Estabelecer ligações formais com órgãos apropriados para apoiar os objetivos da IATF.

A IATF em conjunto com o comitê técnico de gestão de qualidade da ISO, o ISO / TC 176, desenvolveu em 1999, a primeira edição da ISO / TS 16949, uma especificação técnica para sistemas de gestão de qualidade do setor automotivo. Desde então, esta norma vem sendo amplamente utilizada na indústria automotiva com o objetivo de harmonizar os diferentes sistemas de avaliação e certificação na cadeia global de suprimentos automotivos. Outras revisões foram criadas (2ª edição em 2002 e 3ª edição em 2009) para atender às necessidades do setor automotivo ou revisões da norma ISO 9001. Em outubro de 2016, a IATF, sem a participação do comitê TC 176 da ISO, publicou a atual edição da norma, a IATF 16949:2016, a qual cancela a ISO / TS 16949:2009. A IATF 16949:2016 está alinhada e respeita totalmente a estrutura e os requisitos da ISO 9001: 2015.

A IATF 16949: 2016 representa um documento inovador com uma forte orientação para o cliente. O desenvolvimento da norma foi moldado pelo parecer e

observações de órgãos de certificação, auditores, fornecedores e fabricantes de equipamentos originais (OEMs) moldou o desenvolvimento desta Norma. Dessa forma, as OEMs fazem uso dessa norma para garantir que seus fornecedores de peças, de óleos lubrificantes e demais materiais atendam aos requisitos de qualidade pré-estabelecidos e, conseqüentemente, a qualidade de seus produtos finais esteja alinhada a esses mesmos requisitos de qualidade.

2.2.

Contexto nacional

2.2.1.

INMETRO

Em 1973, nasceu o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, o INMETRO, hoje chamado de Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia.

O INMETRO é uma autarquia federal, vinculada ao Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior, que atua como Secretária Executiva do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (CONMETRO), colegiado interministerial, que é órgão normativo do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO).

Objetivando integrar uma estrutura sistêmica articulada, o SINMETRO, o CONMETRO e o INMETRO foram criados pela Lei 5.966, de 11 de dezembro de 1973, cabendo a este último substituir o então Instituto Nacional de Pesos e Medidas (INPM) e ampliar significativamente o seu raio de atuação a serviço da sociedade brasileira. Assim, dentro de uma ampla missão institucional, o INMETRO objetiva fortalecer as empresas nacionais, aumentando a sua produtividade por meio da adoção de mecanismos destinados à melhoria da qualidade de produtos e serviços (INMETRO, 2018). Além de prover confiança à sociedade brasileira nas medições e nos produtos, através da metrologia e da avaliação da conformidade, promovendo a harmonização das relações de consumo, a inovação e a competitividade no país.

O INMETRO é um dos signatários do MRA CIPM, conferindo a aceitação internacional de seus padrões de medição e de seus certificados de medição e

calibração expedidos. As diretrizes do acordo de reconhecimento mútuo incluem a expansão de laboratórios acreditados. Dessa forma, o INMETRO, delegou à CGCRE (Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro) às atividades de acreditação. A CGCRE realiza a acreditação de laboratórios de calibração e ensaio com o objetivo de comprovar sua competência e capacidade de medição, atendendo os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025. A ABNT NBR ISO/IEC 17025, por sua vez, descreve em seus requisitos que a garantia da qualidade dos resultados de ensaio e calibração deve ser comprovada pelo uso regular de materiais de referência, comparações interlaboratoriais ou ensaio de proficiência, ensaios ou calibrações replicadas e análise de dados do controle da qualidade. Complementarmente, o INMETRO estabelece diretrizes relacionadas à participação em programas de EP para o atendimento a conformidade desse requisito por meio do documento NIT-DICLA-026, Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e calibração em atividades de ensaio de proficiência.

2.2.2. ABNT

A ABNT é o Foro Nacional de Normalização por reconhecimento da sociedade brasileira desde a sua fundação, em 28 de setembro de 1940, e confirmado pelo governo federal por meio de diversos instrumentos legais. A ABNT é membro fundador da *International Organization for Standardization* – ISO, da *Comisión Panamericana de Normas Técnicas* – COPANT e da *Asociación Mercosur de Normalización* – AMN e membro da *International Electrotechnical Commission* – IEC.

A ABNT tem a incumbência de elaborar e manter as Normas Brasileiras (ABNT NBR), preparadas por seus Comitês Brasileiros (ABNT/CB), Organismos de Normalização Setorial (ABNT/ONS) e Comissões de Estudo Especiais (ABNT/CEE). Dentre os comitês, os relevantes para o tema desse trabalho incluem:

- ABNT/CB-25 – Qualidade - Normalização no campo de gestão da qualidade;

- ABNT/CB-53 – Normalização em Metrologia – Normalização no campo da metrologia científica e industrial e suas áreas correlatas;
- ABNT/CEE-83 – Aplicação de Métodos Estatísticos – Normalização na aplicação de métodos estatísticos, incluindo estimação, planos de amostragem, análise, apresentação e interpretação de dados (espelho do ISO/TC 69).

2.2.3. ANP

A Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), implantada em 1998, anos pelo Decreto nº 2.455, é o órgão regulador das atividades que integram a indústria do petróleo e gás natural e a dos biocombustíveis no Brasil. A ANP é conduzida por uma diretoria colegiada, que emite portarias, resoluções e instruções normativas para as indústrias reguladas e podem resolver pendências entre agentes econômicos e entre esses agentes e os consumidores.

A ANP atua de forma diferente em diversas áreas, as quais incluem (ANP, 2018):

- Exploração e produção de petróleo e gás natural;
- Refino, processamento, transporte e armazenamento de petróleo, gás natural e derivados;
- Distribuição e comércio;
- Monitoramento da qualidade de combustíveis;
- Fiscalização do abastecimento nacional de combustíveis em mar e em terra;
- Pesquisa de preços;
- Promoção do desenvolvimento da indústria;
- Participação da pequena e média empresa;
- Capacitação profissional;
- Pesquisa e desenvolvimento;
- Incentivo às boas práticas da indústria;
- Segurança operacional;
- Meio ambiente;

- Biocombustíveis;
- Centro de relações com o consumidor

Nas áreas distribuição e revenda de combustíveis de petróleo, solventes, lubrificantes, asfaltos e GLP e biocombustíveis, a ANP elabora e publica resoluções técnicas e autorizações que pautam a atividade das empresas dos diferentes segmentos. Dentre essas resoluções destacam-se as utilizadas nesse trabalho:

- Resolução ANP nº 6, 2014: documento que trata dos requisitos para cadastramento de laboratórios instalados no país interessados em realizar ensaios de biodiesel destinado à comercialização em todo o território nacional;
- Resolução ANP nº 22, 2014: documento que tem por objetivo estabelecer os critérios de obtenção do registro de graxas e óleos lubrificantes destinados ao uso veicular e industrial e aditivos em frasco para óleos lubrificantes de motores automotivos, bem como as responsabilidades e obrigações dos detentores de registro, produtores e importadores.

3

Garantia da qualidade em laboratórios de ensaios

A qualidade dos resultados fornecidos por um laboratório influencia diretamente na tomada de decisão das partes interessadas. Dessa forma, todo laboratório, independente da especialidade ou classe de serviço, deve garantir a qualidade de suas medições (EURACHEM, 2016a). Tal objetivo pode ser alcançado por meio de uma gestão da qualidade adequada ao propósito do laboratório. Segundo o guia Eurachem para ensaios analíticos, o primeiro passo para a obtenção da qualidade do resultado é o uso de um método validado (adequado para uma determinada aplicação), pois ele permite avaliar as fontes de incerteza dos resultados. Dessa forma, um bom sistema de gestão da qualidade deve incluir ferramentas e procedimentos que busquem reduzir tais incertezas.

Laboratórios de ensaios responsáveis pelo controle da qualidade de produtos durante a sua produção devem implantar sistemas de gestão da qualidade para alcançar a excelência na qualidade dos produtos e a satisfação dos clientes (ASTM D6792, 2017). Normas e guias como a ISO 9001, ISO 15189, ISO/IEC 17025 e GLP (*Principles of Good Laboratory Practice*) fornecem diretrizes de gestão da qualidade, cada uma com suas particularidades (EURACHEM, 2016a). A adequação das atividades laboratoriais para um determinado sistema de gestão da qualidade, baseado em uma norma ou não deve estar suportada no propósito dos resultados emitidos pelo laboratório.

Laboratórios de controle da qualidade de óleos lubrificantes automotivos que emitem resultados para OEM'S, têm sua gestão da qualidade baseada nas normas ISO 9001 e IATF 16949. Laboratórios de ensaios que emitem resultados para a matriz biodiesel necessitam ser acreditados na NBR ISO/IEC 17025 (Resolução ANP nº 6, 2014). Laboratórios de ensaios e calibração do mundo inteiro atendem aos requisitos da norma ISO/IEC 17025 para monitorar e melhorar o desempenho de seus resultados. A ISO 9001 é a norma de sistema de gestão da qualidade mais conhecida no mundo, que pode ser utilizada por empresas de diferentes atividades, portes e nacionalidades, onde o objetivo é demonstrar a capacidade de fornecer produtos e serviços que atendem às necessidades de seus clientes e requisitos legais e regulatórios aplicáveis; i.e., garantir a previsibilidade de um processo. A IATF 16949 é uma norma de gestão

desenvolvida pela Força Tarefa Automotiva Internacional (IATF, do inglês *International Automotive Task Force*) complementar à ISO 9001, que especifica os requisitos do sistema da qualidade para a concepção, desenvolvimento, produção, instalação e manutenção de produtos automotivos. Essas normas diferem em suas estruturas, porém convergem em certos requisitos, especialmente aquele que é relacionado à garantia da qualidade dos resultados fornecidos aos clientes, entretanto com níveis de exigência diferentes.

Requisitos convergentes entre as normas citadas incluem a evidência de um sistema de gestão implantado, controle de informações documentadas, definição de responsabilidades, pessoal competente para a realização das atividades, infraestrutura adequada conforme o propósito do laboratório, plano de calibração de equipamentos, avaliação de fornecedores, auditorias internas para avaliar o sistema de gestão da qualidade, ações corretivas, satisfação do cliente e garantia da qualidade dos resultados (ISO 9001, 2015; ISO/IEC 17025, 2017; IATF 16949, 2016). O requisito da garantia da qualidade presente nessas normas determina o monitoramento da validade dos resultados por meio de análises de tendência. Esse monitoramento deve ser planejado para cada caso específico e as ferramentas mais utilizadas para atribuir conformidade ao requisito incluem:

- Uso de materiais de referência certificado ou materiais de referência secundários;
- Participação em programas de comparação interlaboratorial ou ensaio de proficiência;
- Controle estatístico de processo (CEP);
- Análise de sistema de medição (MSA);
- Uso de métodos normalizados ou validados.

Para a certificação na norma IATF 16949 é compulsório que o laboratório realize CEP para as características especiais do seu escopo e MSA (análise de sistema de medição) para todos os ensaios realizados nos produtos do escopo. Entretanto, o ensaio que segue uma metodologia padronizada e é avaliado por um programa de EP, não necessita de MSA (AIAG, 2010). Para a acreditação na norma NBR ISO/IEC 17025, a comprovação da participação mínima a cada quatro anos em programas de EP é compulsória para todos os ensaios do escopo do laboratório (NIT-DICLA-026, 2018).

3.1.

Ensaio realizado para o controle da qualidade de lubrificantes

A atividade laboratorial dentro de uma empresa de óleos lubrificantes inclui o controle da qualidade dos produtos fabricados, onde os resultados dos ensaios realizados são confrontados contra as especificações dos produtos. Óleos lubrificantes de motor atendem a especificações de desempenho com base nas normas API, ACEA, ILSAC e especificações de montadoras; enquanto que, óleos lubrificantes industriais atendem às especificações de desempenho da DIN (*Deutsches Institut für Normung*). Assim, as propriedades físico-químicas avaliadas no controle da qualidade dependerão da classificação de desempenho de cada produto (Carreteiro & Belmiro, 2006).

As propriedades geralmente avaliadas no controle da qualidade de óleos lubrificantes de motor em empresas do setor automotivo (Ipiranga & Chevron, 2016) são:

- Viscosidade cinemática a 40 °C e 100 °C;
- Ponto de Fulgor;
- Elementos aditivos: cálcio, zinco, fósforo, entre outros.
- TBN (*Total base number*);
- Densidade relativa;
- Ponto de fluidez;
- Teor de água;
- Espuma;
- Cor.

No controle da qualidade de óleos lubrificantes industriais, geralmente são avaliadas as propriedades (Ipiranga & Chevron, 2016) de:

- Viscosidade cinemática a 40 °C e 100 °C;
- Índice de viscosidade;
- Ponto de Fulgor;
- Índice de acidez (TAN);
- Elementos aditivos: zinco, fósforo, entre outros;
- Densidade relativa;
- Ponto de fluidez;
- Demulsibilidade;

- Espuma;
- Cor;
- *Four ball* (proteção a desgaste);
- *Four ball* (extrema pressão) e
- Corrosão ao cobre.

As metodologias aplicadas à realização desses ensaios são definidas pelas especificações do produto ou pela legislação vigente de cada país (Resolução ANP nº 22, 2014). Nesse sentido, a ASTM atua como o organismo normalizador mais empregado, oferecendo uma gama de metodologias padrão para todos os tipos de óleos lubrificantes, conforme Quadro 2 (ASTM, 2018).

Quadro 2 – Métodos ASTM para óleos lubrificantes novos de motor e industriais atualmente disponíveis no catálogo ASTM (ASTM, 2018).

Métodos ASTM	Propriedades
D664, D974	Índice de acidez
D4628, D4927, D4951, D5185, D6443, D6481	Elementos aditivantes
D482	Cinzas
D874	Cinzas sulfatadas
D2896, D4739	TBN
D1500, D6045	Cor
D1298, D4052	Densidade
D5800, D6375	Perda por evaporação
D92, D93	Ponto de fulgor
D5481	Viscosidade HTHS
D3228, D4629, D5291, D5762	Nitrogênio
D6749, D97, D5949, D5950, D7346	Ponto de fluidez
D94	Número de saponificação
D6278	Estabilidade ao cisalhamento
D129, D5453, D4294	Teor de enxofre
D445, D7042, D7279	Viscosidade cinemática
D4741	Viscosidade, plugue cônico
D4683	Viscosidade, rolamento cônico
D4684, D5133, D5293, D2983	Viscosidade, baixa temperatura
D6417	Volatilidade
D6304, D1744	Água
D3427	Desprendimento de ar
D130	Corrosão ao cobre
D2711	Demulsibilidade
D892	Espuma

D4172	<i>Four ball</i> (proteção a desgaste)
D2272	Estabilidade a oxidação
D665	Prevenção à ferrugem
D1401	Separabilidade da água
D287	Gravidade API
D893	Pentano, Tolueno
D2783	<i>Four ball</i> (extrema pressão)
D2782	Timken Extrema pressão

Dentre os métodos de ensaios apresentados no Quadro 2, destacam-se os métodos estudados neste trabalho:

- ASTM D445 – Viscosidade cinemática a 100 °C – A viscosidade cinemática, definida como a resistência ao escoamento que os fluidos apresentam sob ação da gravidade, é a propriedade física mais importante dos óleos lubrificantes (Caines & Haycock. 1996). A medição da viscosidade é realizada por um tubo viscosimétrico calibrado, contendo um volume fixo de amostra, colocado em um banho com temperatura especificada e rigorosamente controlada. O tempo necessário para que o volume da amostra escoe sob gravidade através do capilar do tubo é medido e a viscosidade cinemática é obtida pelo produto do tempo de escoamento pela constante de calibração do tubo viscosimétrico (ASTM D445, 2017a).
- ASTM D93 – Ponto de Fulgor, Pensky Martens vaso fechado, procedimento A – o Ponto de fulgor de um óleo é a menor temperatura na qual o vapor desprendido pelo mesmo, na presença de ar, inflama-se momentaneamente ao se aplicar uma chama, formando um lampejo (*flash*) (Carreteiro & Belmiro, 2006). O ponto de fulgor de um óleo lubrificante é uma propriedade utilizada para avaliar a segurança do produto, condições de armazenamento, bem como seu desempenho. Para a medição do ponto de fulgor uma amostra é aquecida de forma lenta e constante sob agitação contínua, no equipamento de vaso fechado (cuba). Uma fonte de ignição é direcionada ao interior da cuba, em intervalos regulares com a interrupção simultânea da agitação até o óleo inflamar, indicada por um lampejo (ASTM D93, 2016a).

- ASTM D5185 – Elemento Zinco, por ICP - AES – A Espectroscopia de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP - AES) é a técnica analítica utilizada para garantir que o óleo lubrificante foi produzido com a quantidade correta do(s) elemento (s) aditivante (s) descrito na sua formulação. Os aditivos são adicionados ao (s) óleo (s) básico (s) para fornecer o desempenho desejado baseado em especificações de desempenho (Carreteiro & Belmiro, 2006). O dialquiditiofosfato de zinco (do inglês ZZDP), é um aditivo usado por mais de 50 anos na formulação de óleos de motores, atuando contra o desgaste das peças do motor (Carreteiro & Belmiro, 2006). O procedimento analítico para a determinação desse elemento envolve a construção de uma curva analítica utilizando materiais de referência certificados na faixa que se deseja quantificar o elemento. A amostra de óleo é introduzida em forma de aerossol em um plasma de argônio indutivamente acoplado e os teores dos elementos são determinados por comparação entre a emissão do elemento presente na solução da amostra e a emissão das soluções da curva em seu respectivo comprimento de onda (ASTM D5185, 2013e1).

3.2. Ensaio de proficiência (EP)

Como visto no item 3.1, o EP corresponde a uma das ferramentas utilizadas para garantia da qualidade de laboratórios, sendo previsto como compulsório para acreditação de laboratórios. Segundo o INMETRO (2018), os benefícios advindos da participação em EP para o laboratório incluem a avaliação externa regular dos resultados, a comparação de desempenho, as ações preventivas e a indicação de competência do laboratório.

Segundo a definição formal da ABNT NBR ISO/IEC 17043 (2011):

“Ensaio de proficiência é a avaliação do desempenho do participante contra critérios preestabelecidos por meio de comparações interlaboratoriais”.

Sua realização depende da escolha, pelo laboratório, de um provedor que organiza e realiza o EP. Após uma preparação elaborada de um ou mais itens (amostras que contêm o mensurando sob avaliação), o provedor envia ao laboratório tais itens, possibilitando a medição do mensurando pelo laboratório. Os resultados obtidos são enviados de volta ao provedor, que por meio de uma compilação dos dados e de uma análise estatística conveniente, emite ao laboratório um parecer analítico dos resultados reportados. Este relatório inclui uma análise estatística dos resultados e a determinação de seu desempenho, que frequentemente é feita por meio de escores, diretamente associados aos dados reportados pelos laboratórios.

A IUPAC, responsável pelo Protocolo Harmonizado (Thompson et al, 2006), ressalta que os EP's tiveram grande impulso ao longo da década de 1990, sendo esse maior desenvolvimento correlacionado ao próprio fomento da acreditação. O ILAC ressalta a participação em EP como fundamental para acreditação, para laboratórios de ensaio, calibração e inspeção. Tal participação garante ao laboratório que a acreditação seja um processo dinâmico (Sevigi, 2014).

3.3. Protocolo estatístico do EP ASTM

Conforme descrito no capítulo 2, a ASTM criou, em 1989, o subcomitê D02.92 para coordenar o seu programa de ensaio de proficiência para produtos de petróleo, o qual teve sua primeira edição em 1993 (Totten, 2004). Desde então, o programa de ensaio de proficiência da ASTM para lubrificantes é utilizado por laboratórios de ensaio do mundo inteiro, com o propósito de garantir sua credibilidade com clientes e conformidade com certificações e acreditações.

Diferente de muitos provedores, no programa de EP da ASTM, os ensaios realizados pelos participantes seguem somente normas padronizadas pelo próprio provedor, critério pré-definido pelo provedor para participantes determinados como confiáveis (ISO 13528, 2015).

Para avaliar o desempenho dos laboratórios de ensaios, o programa de EP da ASTM para lubrificantes utiliza o valor de consenso dos participantes no modelo estatístico aplicado, o qual se baseia na estatística clássica, detalhado a seguir.

3.3.1. Resumo estatístico

O relatório do programa de EP da ASTM fornece uma tabela resumo das estatísticas de desempenho dos métodos, contendo todos os ensaios avaliados para o item de EP, previamente à apresentação dos resultados de desempenho dos laboratórios participantes. A tabela resumo é distribuída de forma que cada coluna apresenta as informações listadas a seguir para cada ensaio e respectivo método ASTM do item de rodada:

- O número de resultados conformes (resultados dentro dos requisitos do programa);
- O número de resultados utilizados (após tratamento de *outliers*);
- O valor designado, associado à média amostral dos resultados dos participantes (considerando os resultados utilizados);
- O desvio padrão para a proficiência, associado ao desvio padrão amostral dos resultados dos participantes (considerando os resultados utilizados);
- A reprodutibilidade do método ASTM para respectivo ensaio;
- A reprodutibilidade dos resultados dos participantes;
- A classificação de desempenho de precisão – Classificado como melhor, consistente ou pior, com base nos critérios do teste F;
- O resultado da estatística de Anderson-Darling;
- A classificação de normalidade, segundo o teste de Anderson-Darling, classificado como normal, aceitavelmente normal, marginalmente normal ou não normal.

A tabela resumo apresenta antecipadamente os parâmetros que foram utilizados para o cálculo do desempenho dos participantes (valor designado e desvio padrão para a proficiência), assim como indica que um teste de normalidade foi aplicado e que foi realizado um tratamento de *outliers* (valores dispersos, suspeitos de não pertencer a distribuição dos dados), sinalizado pela coluna de resultados utilizados. Por meio da comparação da reprodutibilidade do método ASTM e da reprodutibilidade dos resultados experimentais dos participantes do EP pelo teste F, o programa ASTM sugere uma avaliação do desempenho de precisão dos métodos utilizados.

3.3.2.

Determinação do desempenho dos participantes

O protocolo estatístico aplicado pela ASTM na determinação do desempenho dos laboratórios de ensaio participantes em seu programa de EP para lubrificantes utiliza o critério escore-z, cujo escore é obtido conforme a equação 1:

$$escore - z_i = \frac{x_i - X}{\sigma_p} \quad (1)$$

Onde:

x_i – valor reportado pelo i-ésimo participante;

X – valor designado (VD, correspondente a média amostral);

σ_p – desvio padrão para a proficiência (DPP, correspondente ao desvio padrão amostral).

Os escores gerados para cada laboratório participante são apresentados juntamente com uma pontuação, indicada na legenda descrita no relatório dos programas de EP da ASTM, Quadro 3.

Quadro 3 – Legenda utilizada pelo programa de EP da ASTM com os critérios adotados para pontuar o Escore - z de cada participante (Committee D02 Proficiency Test Program Engine Oil Lubricants - Report Issue Date: May 11, 2017)

Nota	Interpretação
1	Resultado do escore do ensaio fora da faixa ± 3 desvios padrão da reprodutibilidade
2	Resultado do escore do ensaio fora da faixa ± 3 desvios padrão da reprodutibilidade do método ASTM
3	Resultado do escore do ensaio fora da faixa de -2 a 2
#	Escore Z > 90
\$	Escore Z não calculado
R	Rejeitado pelo método GESD

No que concerne aos resultados de desempenho dos participantes, o programa de EP da ASTM sinaliza os escores fora da faixa $[-2; 2]$, apresenta os *outliers* como “R” (ou seja, rejeitado pelo critério GESD, descrito a seguir) e não apresenta valores de escores para laboratórios com resultados maiores que noventa.

Como já citado, o protocolo de EP da ASTM realiza um tratamento de *outliers* e avalia a distribuição dos dados preliminarmente ao cálculo dos parâmetros do escore-z.

Para o tratamento de *outliers*, é utilizado o procedimento *GESD*, baseado na norma ASTM D7915-14 – *Standard Practice for Application of Generalized Extreme Studentized Deviate (GESD) Technique to Simultaneously Identify Multiple Outliers in a Data Set*. Esse procedimento identifica simultaneamente até um número predeterminado de *outliers* em um conjunto de dados, onde o número máximo de *outliers* recomendado é menor que 10 ou 20 % do conjunto de dados (iniciais). Assim, o método considera 10 o número máximo de outliers (r) e de observações do conjunto de dados (m). O procedimento inicia pelo cálculo da estatística T ao conjunto de dados inicial, equação 2:

$$T = \frac{|y - Y|}{S_p} \quad (2)$$

Onde:

y – o resultado de um participante;

Y – média amostral dos resultados de todos os participantes;

S_p – desvio padrão amostral dos resultados de todos os participantes.

O maior resultado obtido pelo cálculo da estatística T no conjunto de dados é chamado de T máximo ($T_{\text{máx.}}$). O $T_{\text{máx.}}$ define qual resultado do conjunto de dados não participará do cálculo da estatística T da próxima observação. O processo de cálculo da estatística T e a identificação do $T_{\text{máx.}}$, é realizado de modo iterativo até a décima observação ou de acordo com o número de outliers pré-definidos. Com as iterações calculadas, os $T_{\text{máx.}}$ de cada observação são comparados com um valor crítico ($\lambda_{\text{crítico}}$) disponibilizado em uma tabela (Anexo A) na norma referenciada. Essa comparação inicia pela última observação calculada e considera, onde o $T_{\text{máx.}}$ que exceder o valor de $\lambda_{\text{crítico}}$, o resultado do conjunto de dados correspondente a esse $T_{\text{máx.}}$ é um outlier, bem como os valores correspondentes aos $T_{\text{máx.}}$ que o antecedem.

Após o tratamento de *outliers*, é aplicado o teste de Anderson-Darling (AD) para verificar a distribuição dos dados. A estatística de AD é baseada na

abordagem descrita na norma ASTM D6299 – *Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*¹, a qual adota as etapas abaixo para o cálculo:

- a. Ordenação dos resultados sem *outliers* em ordem crescente;
- b. Obtenção da variação padronizada dos valores de cada participante (x_i) pela equação 3:

$$W_i = \frac{x_i - X}{S} \quad (3)$$

Onde:

x_i – o resultado de um participante;

X – média amostral dos resultados sem *outliers* dos participantes;

S – desvio padrão amostral dos resultados sem *outliers* dos participantes.

- c. Conversão dos valores de W_i em probabilidades cumulativas normais (p_i);
- d. Obtenção da estatística A^2 :

$$A^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (2_i - 1) [\ln(p_i) + \ln(1 - p_{i+1-i})]}{n} - n \quad (4)$$

Onde:

p_i - probabilidade ($Z < W_i$);

n – número de resultados sem *outliers* dos participantes

e – Obtenção da estatística A^{2*} :

$$A^{2*} = A^2 \left(1 + \frac{0,75}{n} + \frac{2,25}{n^2} \right) \quad (5)$$

- e. Conforme o relatório do programa de EP da ASTM para lubrificantes, a avaliação da estatística AD segue os critérios apresentados no Quadro 4:

Quadro 4 – Critérios utilizados pelo programa de EP da ASTM para classificar o resultado da estatística de Anderson-Darling (Committee D02 Proficiency Test Program Engine Oil Lubricants - Report Issue Date: May 11, 2017)

Normal	$AD < 0,75$
Marginalmente normal	$AD = 0,75 - 1,3$
No	$AD > 13$

4

Métodos estatísticos para definição dos parâmetros e análise comparativa

Conforme a ABNT NBR ISO/IEC 17043 (2017), quando os dados reportados pelos participantes do EP são de natureza quantitativa (oriundos de medições obtidas por instrumentos apropriados), o consenso entre os laboratórios participantes é o método que maximiza a incerteza do valor designado definido para o processo de avaliação do EP. Nesse caso, uma determinação consistente, fundamentada em análise estatística dos dados reportados pelos participantes, é crucial para o sucesso da aplicação do protocolo de avaliação de desempenho escolhido. Devido às consequências de sua aplicação, não há um modelo único por meio de consenso entre participantes para avaliação do desempenho dos laboratórios, o que sugere uma análise criteriosa das propriedades das estimativas de quaisquer parâmetros empregados por diferentes protocolos, bem como seu impacto na avaliação dos laboratórios participantes. Os parâmetros empregados, assim como os dados reportados, são de natureza aleatória, sujeitos a distribuições probabilísticas que nos permitem inferir as propriedades dos parâmetros associados. De forma geral, normas e diretrizes como a ISO 13528 (2015), o Protocolo Harmonizado da IUPAC (Thompson et al., 2006), além da literatura científica (AMC, 1989; Zhou et al., 2006) assumem que dados de natureza quantitativa são passíveis de serem modelados por uma distribuição normal (também dita Gaussiana). Esse pressuposto é vantajoso, devido às suas propriedades, como o Teorema Central do Limite (Bussab & Morettin, 2010), e as propriedades dos parâmetros a ela associada, conforme descrito a seguir.

4.1.

Base de dados utilizada

Os dados empregados, que geraram os resultados descritos no Capítulo 5, foram oriundos das respostas quantitativas reportadas por laboratórios participantes do programa de EP para lubrificantes, desenvolvido pelo provedor ASTM. Tais respostas corresponderam a dados de duas rodadas do EP organizado pelo provedor, realizadas em set/16 (3ª rodada de 2016) e em jan/17 (1ª rodada de 2017). As respostas corresponderam às medições obtidas para ensaios de

lubrificantes, realizados pelos participantes em uma amostra (item de EP) enviada pelo provedor, que reproduz a rotina do laboratório. Três ensaios foram escolhidos para aplicação dos protocolos alternativos, descritos nas próximas seções:

- Viscosidade Cinemática a 100 °C;
- Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A;
- Elemento Zinco, ICP - AES.

O número de laboratórios participantes variou conforme o ensaio e a rodada, sendo para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C, 200 laboratórios na 3ª rodada de 2016 e 177 na 1ª rodada de 2017; para o ensaio de Ponto de fulgor Penky Martens vaso fechado, procedimento A, 94 laboratórios na 3ª rodada de 2016 e 90 na 1ª rodada de 2017 e para o ensaio do elemento Zinco por ICP - AES, 102 laboratórios na 3ª rodada de 2016 e 88 na 1ª rodada de 2017.

Os resultados disponibilizados para os ensaios escolhidos foram acompanhados dos escores calculados por meio dos parâmetros definidos por meio do consenso entre participantes feito pela ASTM, para a avaliação dos laboratórios dentro do item da rodada, como descrito no capítulo 3. Esses escores foram comparados aos escores obtidos pelos protocolos alternativos propostos nesse trabalho, cujos parâmetros e métodos estatísticos de comparação são descritos nas próximas subseções.

4.2.

Análise exploratória dos dados reportados

Como mencionado na introdução, a suposição de normalidade aos dados empregados é vantajosa, devido às propriedades de sua distribuição:

- Simétrica em torno do eixo;
- Média, mediana e moda são coincidentes;

- Devido ao teorema central do limite (Bussab & Morettin, 2010), quaisquer variáveis aleatórias podem, se conhecidas a média e a variância, serem aproximadas de uma distribuição normal;
- A maioria dos testes estatísticos paramétricos (Teste t-Student, ANOVA, Qui-Quadrado para variância...) exigem que os dados sejam normalmente distribuídos.

A norma ISO 13528 (2015) sugere que dados quantitativos reportados por participantes de um EP, que não sejam aproximados de uma distribuição normal, sejam submetidos a uma transformação matemática que “aproxime” os dados dessa distribuição. Segundo o AMC (2001), a aplicação de métodos robustos (como o Algoritmo A da ISO 13528) supõe que a distribuição dos dados é normal (e, portanto, simétrica e unimodal), apenas sendo afetada pela presença de *outliers* e caudas pesadas. A ISO 13528 (2015), para contornar tais dificuldades, propõe substituir a verificação da normalidade (formalmente realizada através de teste estatístico conveniente) pela verificação mínima de simetria dos dados, além de constatação de sua unimodalidade.

Assim, foi estabelecido o seguinte protocolo para validação dos pressupostos dos dados, para o cálculo dos escores:

- Realizar-se um procedimento para tratamento de *outliers*;
- Verificar simetria e unimodalidade dos dados;
- Após a verificação, se os dados se apresentarem razoavelmente simétricos e unimodais, proceder-se com o cálculo das estatísticas robustas, necessárias para obtenção dos parâmetros para determinação dos escores de desempenho.

Como é ignorada “a priori” se a distribuição dos dados é normal, o método escolhido para se proceder com o tratamento de *outliers* foi o de aplicação do intervalo interquartil por cercas de Tukey (Zhou et al. (2006), eliminando-se os dados que extrapolem as ditas “primeiras cercas” que definem o gráfico de caixas (*BoxPlot*). Avaliou-se a simetria de forma variável, de acordo com o tamanho

amostral, tendo-se como referência a tabela para valores do coeficiente de assimetria proposta por Doane & Seward (2011). A unimodalidade foi avaliada visualmente, por meio da construção de histogramas.

4.3.

Determinação e análise dos escores de desempenho

4.3.1.

Protocolos alternativos e parâmetros

A ISO 13528 (2015) propõe o emprego de estatísticas robustas, resistentes à presença de *outliers*, que permitem que não haja descarte de informações. A vantagem da aplicação dos métodos robustos é a manutenção da integridade dos dados, cuja exclusão diminui o poder da análise, e pode comprometer a confiabilidade do resultado do EP face à abordagem utilizada. Considerando as propriedades já explanadas da distribuição normal, julgou-se razoável aplicar a mediana do conjunto de dados ($Med(X)$) em substituição a média para determinação do valor designado por consenso, ao passo que são propostas duas métricas (ISO 13528, 2015; Olivé, 2008) para estimação alternativa do desvio padrão amostral:

1º

$$nIQR = 0,7413 \times (Q_3 - Q_1) \quad (6)$$

Onde: Q_1 e Q_3 correspondem, respectivamente, ao 1º quartil e 3º quartil do conjunto de dados;

2º

$$MADe = 1,483 \times Med(|x_1 - Med(X)|, |x_2 - Med(X)|, \dots, |x_n - Med(X)|) \quad (7)$$

Onde: $Med(X)$ é a mediana do conjunto de dados analisado, associado às observações x_1, x_2, \dots, x_n .

Dessa forma, foram propostos dois protocolos, onde foram gerados dois diferentes modelos de escores de desempenho:

$$z_{nIQR} = \frac{x_i - Med(X)}{nIQR} \quad (8)$$

Onde x_i é o resultado do i -ésimo laboratório.

$$z_{MADe} = \frac{x_i - Med(X)}{MADe} \quad (9)$$

Onde x_i é o resultado do i -ésimo laboratório.

Os escores calculados por cada protocolo serão comparados aos escores obtidos pelo protocolo ASTM, por via dos testes apresentados a seguir.

4.3.2.

Testes estatísticos empregados para comparação dos escores por protocolo

Para investigar possíveis impactos no desempenho dos laboratórios, é necessário observar se os escores obtidos possuem diferenças segundo a média (o que permite verificar o deslocamento dos diferentes tipos de escores), e segundo a variância (o que permite verificar se há diferença impactante na dispersão dos diferentes tipos de escore). Para proceder com o desenvolvimento dessa investigação, é necessária a aplicação de testes estatísticos, que podem ser paramétricos (baseados nos parâmetros da distribuição dos dados) ou não paramétricos (baseados em informações de postos associados aos dados ordenados). Testes paramétricos e não paramétricos, de forma diferente, são influenciados por outliers. Dessa forma, para se testar as hipóteses acerca das diferenças de média e de variância, deve-se proceder com o tratamento de outliers. Como a análise de simetria e unimodalidade das respostas dos participantes foi precedida do tratamento de outliers por meio do cálculo das cercas de Tukey associadas ao intervalo interquartil, julgou-se coerente empregar os escores

associados aos dados tratados por esse método para se proceder com os testes estatísticos apresentados a seguir.

4.3.2.1. Anderson-Darling

Segundo (ASTM D6299, 2017; Razali, 2011), o teste de Anderson-Darling, já apresentado no item 3.3.2 (protocolo da ASTM), é um teste que analisa a distribuição cumulativa de resultados padronizados, para avaliar sua normalidade. Esse teste foi aplicado aos escores dos dados brutos, obtidos pelos diferentes protocolos testados. Em caso de o teste revelar que os escores obtidos não apresentam desvios significativos da distribuição normal ao nível de 5 %, testes paramétricos ou mais sensíveis à normalidade dos dados foram escolhidos para testar a diferença entre as médias dos escores, e entre as variâncias dos escores. Em caso de o teste revelar desvios significativos da normalidade em ao menos um tipo de escore obtido, foram empregados testes não paramétricos ou testes menos sensíveis ao efeito da distribuição.

4.3.2.2. ANOVA One-Way em Blocos

Quando os dados de três ou mais conjuntos não apresentam desvios da normalidade, uma alternativa para a comparação de diferentes médias entre os escores é o emprego de um ANOVA One-Way em Blocos (Montgomery, 2012). A ANOVA (Análise de Variância) corresponde a decomposição dos dados segundo o seguinte modelo:

$$y_{ij} = \mu + t_i + b_j + e_{ij} \quad (10)$$

Onde:

y_{ij} – é a observação referente ao tratamento i (tipo de escore por protocolo, $i=1,...,k$) no bloco j ($j=1,...,l$, l sendo o número de laboratórios);

μ – média geral (constante a todas as observações);

t_i – efeito do i -ésimo tratamento (tipo de escore por protocolo, $i=1,...,k$);

b_j – efeito do j -ésimo bloco (número de laboratórios, $j=1,...,l$);

e_{ij} – erro aleatório ($e_{ij} \sim \text{iid}$, de $N(0, \sigma^2)$);

O objetivo da ANOVA é testar se:

$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$ (médias dos diferentes tipos de escores);

$H_1: \exists \mu_{i1}, \mu_{j2} (i_1, i_2 = 1, \dots, k) / \mu_{i1} \neq \mu_{j2}$.

Conforme Montgomery (2012), rejeitaremos H_0 se:

$$F = \frac{MQT}{MQE} > f_{\alpha; k-1; (k-1)(l-1)}$$

Onde:

MQT – média quadrática dos tratamentos;

MQE – média quadrática dos resíduos (estimativa do erro aleatório e_{ij});

$f_{k-1; (k-1)(l-1); \alpha}$ – quantil de uma distribuição F de Snedecor, com $k-1$ e $(k-1)(l-1)$

1) graus de liberdade, ao nível α de significância.

E de forma onde MQT e MQE são desenvolvidos como abaixo:

$$MQT = \frac{l \sum_{i=1}^k (\bar{y}_{i.} - \bar{y}_{..})^2}{k-1} \quad (11)$$

$$MQE = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^l (y_{ij} - \bar{y}_{i.} - \bar{y}_{.j} + \bar{y}_{..})^2}{(k-1)(l-1)} \quad (12)$$

Onde:

$\bar{y}_{i.}$ - média amostral do i -ésimo tratamento;

$\bar{y}_{.j}$ - média amostral do j -ésimo bloco;

$\bar{y}_{..}$ - média amostral de todas as observações do conjunto de dados.

OBS: o p-valor associado aos casos em que a ANOVA foi empregada, no capítulo 5, resume SOMENTE a diferença entre tratamentos (tipos de escores), não a diferença entre blocos (laboratórios), que foi empregada apenas para reduzir o erro aleatório. Esse mesmo procedimento justifica a aplicação do teste de Friedman (para dados não normais).

4.3.2.3. Teste de Bartlett

Quando os dados não apresentam desvios da normalidade, uma alternativa para a comparação de diferentes variâncias é o teste de Bartlett (NIST, 2018), onde são testadas as seguintes hipóteses:

$$H_0: \sigma^2_1 = \dots = \sigma^2_k.$$

$$H_1: \exists \sigma^2_{i1}, \sigma^2_{i2} / \sigma^2_{i1} \neq \sigma^2_{i2}, i1, i2 = 1, \dots, k.$$

Seja dada a seguinte estatística:

$$B = \frac{(N - k) \ln s_p^2 - \sum_{i=1}^k (n_i - 1) \ln s_i^2}{1 + \frac{1}{3(k-1)} \left(\sum_{i=1}^k \frac{1}{n_i - 1} - \frac{1}{N - k} \right)} \quad (13)$$

Onde:

$$s_p^2 = \frac{1}{N - k} \sum_{i=1}^k (n_i - 1) s_i^2 \quad (14)$$

$$s_i^2 = \sum_{j=1}^{n_i} \frac{(y_{ij} - \bar{y}_{i.})^2}{n_i - 1} \quad (15)$$

Sob H_0 , B tem distribuição qui-quadrado com $k-1$ graus de liberdade, e rejeitaremos H_0 se:

$$B > Q_{1-\alpha; k-1},$$

Onde $Q_{1-\alpha; k-1}$ é o quantil de uma distribuição qui-quadrado com o nível de significância α , e k é o número de grupos (tipos de escore testados).

4.3.2.4.

Teste de Friedman

Quando os dados apresentam desvios da normalidade, uma alternativa para a comparação de diferentes médias entre os escores é o emprego do Teste de Friedman (Pontes, 2000). Como a ANOVA One-Way em Blocos, ele testa a diferença entre tratamentos (tipos de escores) segundo blocos (laboratórios), mas considerando a soma dos *ranks* (ordens das observações) em vez das observações no cálculo da estatística de teste.

Sejam as seguintes hipóteses:

$H_0: \mu_1 = \dots = \mu_k$ (médias dos diferentes tipos de escores);

$H_1: \exists \mu_{i1}, \mu_{i2} \ (i1, i2=1, \dots, k) / \mu_{i1} \neq \mu_{i2}$.

Seja $r(y_{ij})$ o *rank* da observação y_{ij} . Seja ainda a estatística:

$$R_j = \sum_{i=1}^k r(y_{ij}), \quad j = 1, \dots, k \quad (16)$$

A Estatística de Friedman pode então ser assim definida:

$$S = \left(\frac{12}{bk(k+1) \sum_{j=1}^k R_j^2} \right) - 3b(k+1) \quad (17)$$

Onde:

k – número de tratamentos (diferentes tipos de escores);

b – número de blocos (número de laboratórios).

Sob H_0 , S tem distribuição qui-quadrado com $k-1$ graus de liberdade, e rejeitaremos H_0 se:

$$S > Q_{1-\alpha; k-1},$$

Onde $Q_{1-\alpha; k-1}$ é o quantil de uma distribuição qui-quadrado com o nível de significância α e k é o número de grupos (tipos de escore testados).

4.3.2.5. Teste de Levene

Quando os dados apresentam desvios da normalidade, uma alternativa para a comparação de diferentes variâncias é o teste de Levene (Levene, 1960), onde são testadas as seguintes hipóteses:

$$H_{0v}: \sigma^2_1 = \sigma^2_2 = \dots = \sigma^2_k.$$

$$H_{1v}: \exists \sigma^2_i, \sigma^2_j / \sigma^2_i \neq \sigma^2_j, i, j = 1, \dots, k.$$

Seja a estatística W , tal que:

$$W = \frac{n-k}{k-1} \frac{\sum_{i=1}^k n_i (Z_{i.} - Z_{..})^2}{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} n_i (Z_{ij} - Z_{i.})^2} \quad (18)$$

Onde:

- k é o número de diferentes grupos (tipos de escore) sob teste;
- n_i é o número de casos no i -ésimo grupo;
- n é tamanho amostral total;
- Y_{ij} é o j -ésimo valor do i -ésimo grupo;
- $Z_{ij} = |Y_{ij} - \bar{Y}_{i.}|$, onde $\bar{Y}_{i.}$ é a média do i -ésimo grupo;
- $Z_{i.} = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} Z_{ij}$ é a média de Z_{ij} para o i -ésimo grupo;

- $Z_{..} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} Z_{ij}$ é a média de todos os Z_{ij} .

Sob H_0 , $W \sim F_{k-1, n-k}$ (distribuição F de Snedecor), e rejeitaremos H_0 com α % de significância se $W > F_\alpha$, onde $P(W > F_\alpha) = \alpha$.

5

Resultados e comparação das diferentes abordagens

Neste capítulo, são apresentados os resultados encontrados após o emprego da base de dados e as análises descritas no capítulo 4. Inicialmente, foi realizada a avaliação das condições de aplicação dos protocolos estatísticos alternativos, conforme a ISO 13528 (2015), aos dados dos ensaios do EP da ASTM para óleos lubrificantes. Confirmadas tais condições, procedeu-se o cálculo dos parâmetros para a determinação dos escores de desempenho dos participantes para o item de EP, conforme os protocolos propostos, descritos no item 4.3.1. A fim de comparar os resultados de desempenho dos participantes para cada rodada de realização do EP para lubrificantes da ASTM, foram realizadas análises dos escores produzidos pelo protocolo ASTM frente aos protocolos estatísticos alternativos propostos. Tal análise empregou, como mencionado, dados correspondentes a duas rodadas (3ª rodada de 2016 e 1ª rodada de 2017) do programa do EP para lubrificantes do provedor citado. Foram ao todo, analisados dados de três ensaios realizados pelos laboratórios participantes (Viscosidade Cinemática a 100 °C, Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A e Elemento Zinco, ICP - AES). Para cada item de rodada e ensaio, os escores foram comparados, considerando a distribuição observada e a estrutura de pareamento (dependência) dos dados. Assim, dependendo da distribuição e da estrutura, foi necessário selecionar testes diferentes para investigar a diferença entre escores. O nível de significância adotado nesse estudo foi de 5 %.

5.1.

Tratamento de *outliers*, verificação de simetria, unimodalidade e cálculo dos parâmetros estimados (VD e DPP)

Segundo os protocolos estatísticos propostos, foi realizado o tratamento de valores aberrantes (*outliers*) pela técnica do Intervalo Interquartilico por cercas de Tukey, como proposto por Zhou et al. (2006), previamente à verificação de simetria e unimodalidade. A partir disso, pode-se relacionar a quantidade de dados disponíveis (dados brutos iniciais) para cada ensaio por item de rodada e a quantidade de dados após o tratamento de *outliers* (dados brutos finais); bem como, a obtenção do coeficiente de assimetria, que nos permite avaliar a simetria

dos dados, não afetados pela presença dos valores aberrantes. Adicionalmente, foram elaborados, para confirmar a simetria e verificar a unimodalidade, *BoxPlots* e histogramas dos dados, sem a presença dos valores aberrantes.

As informações sobre a quantificação dos dados disponíveis para análise e do coeficiente de assimetria encontrado estão disponibilizadas na Tabela 1:

Tabela 1 – Resultados da quantificação dos dados utilizados e do coeficiente de assimetria para cada ensaio estudado.

Avaliação do tratamento de outliers e simetria	Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C		Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A		Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES	
	Rodada: 3ª/2016	Rodada: 1ª/2017	Rodada: 3ª/2016	Rodada: 1ª/2017	Rodada: 3ª/2016	Rodada: 1ª/2017
Dados brutos iniciais	200	177	94	90	102	88
Dados brutos finais	178	147	84	79	89	83
% Dados utilizados	89 %	83 %	89 %	88 %	87 %	94 %
Coeficiente de Assimetria	-0,08	-0,19	0,16	-0,44	0,16	-0,09

Conforme é possível observar, em todos os ensaios, independente das rodadas, não houve uma perda significativa dos dados após o tratamento de *outliers* pela técnica do Intervalo Interquartilico por cercas de Tukey, pois o percentual de dados utilizados foi sempre superior a 80 %. O coeficiente de assimetria não extrapolou o intervalo (-0,50; +0,50), o que indica, conforme já visto em Doane & Seward (2011), que os dados brutos possuem caráter fracamente assimétrico (portanto, aproximadamente simétricos) e, dessa forma, atendendo de forma razoável ao propósito da simetria exigido pela norma ISO 13528, 2015.

Visualmente, se pode confirmar o caráter de simetria aproximada, bem como da unimodalidade, Figuras 2 a 7:

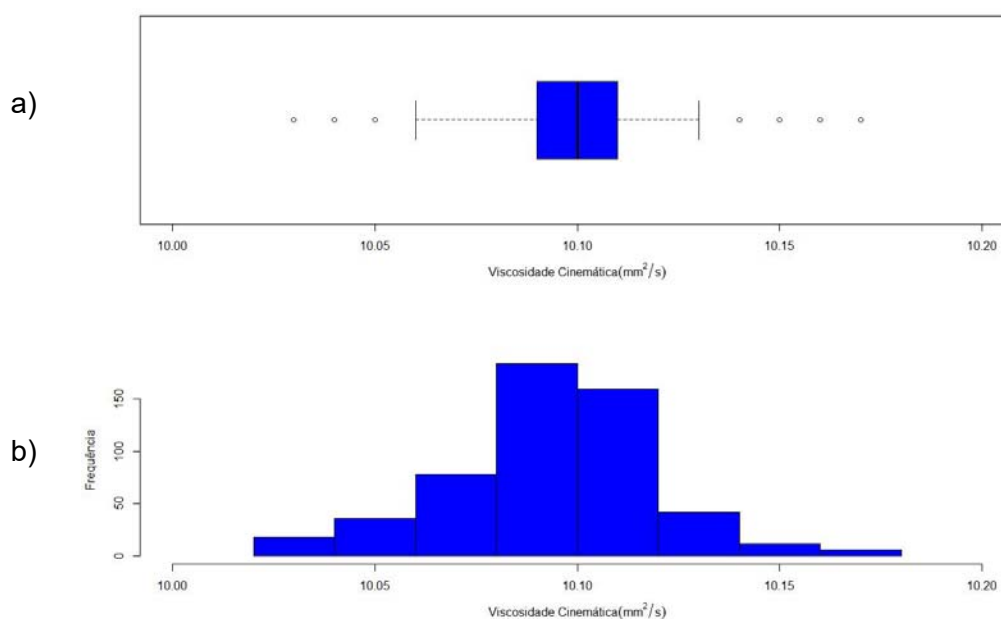


Figura 2 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de *outliers*.

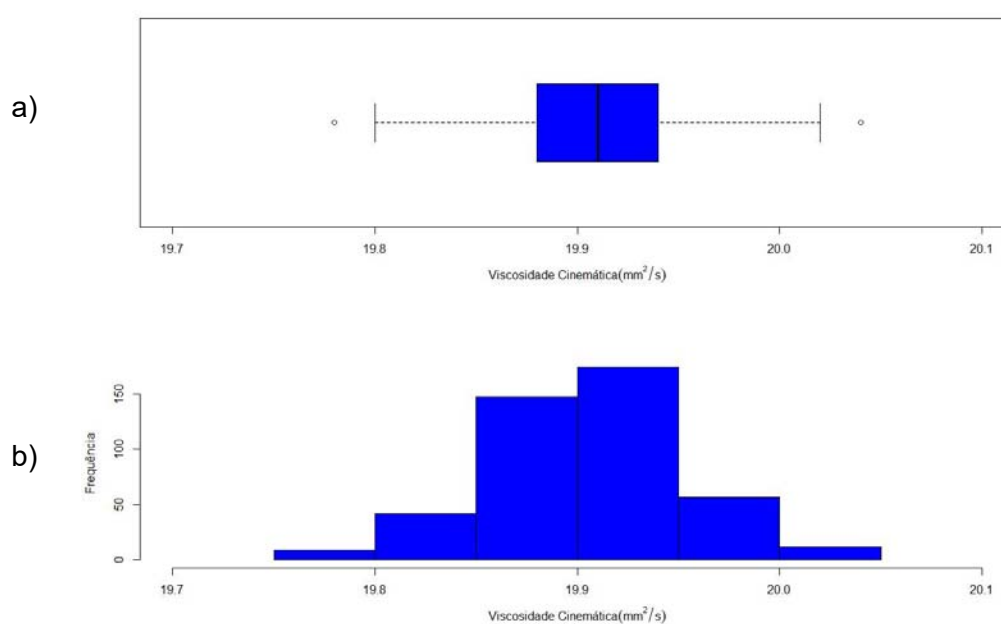


Figura 3 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de *outliers*.

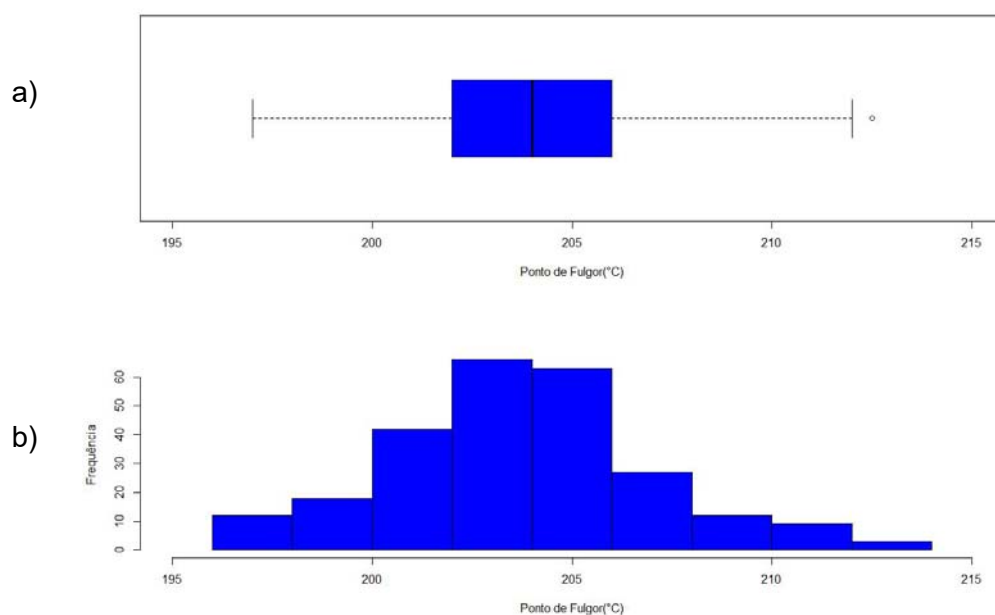


Figura 4 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio de Ponto de fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de outliers.

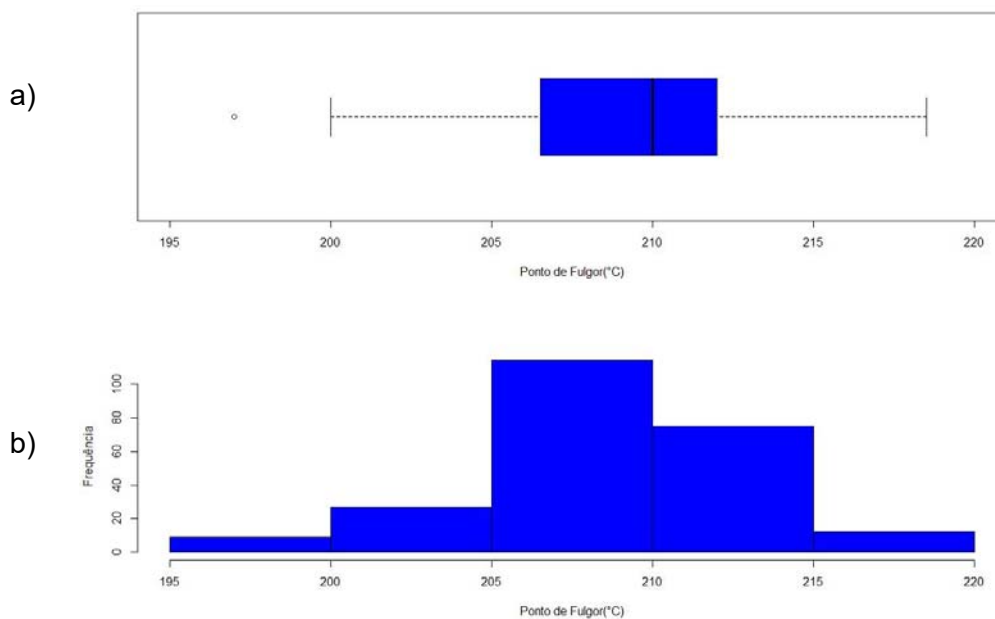


Figura 5 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio de Ponto de fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de outliers.

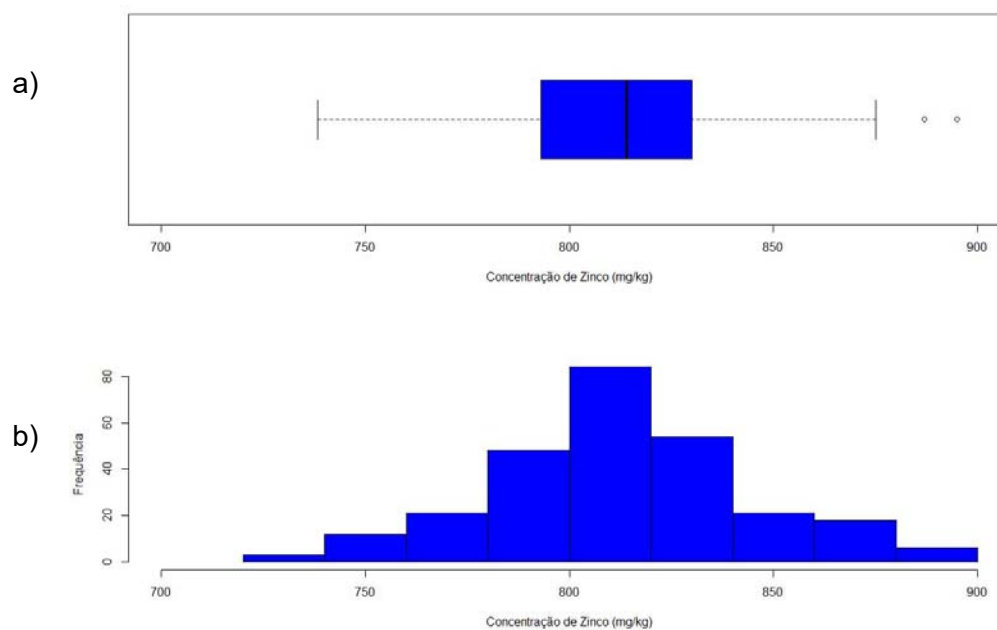


Figura 6 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio do elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016, após o tratamento de outliers.

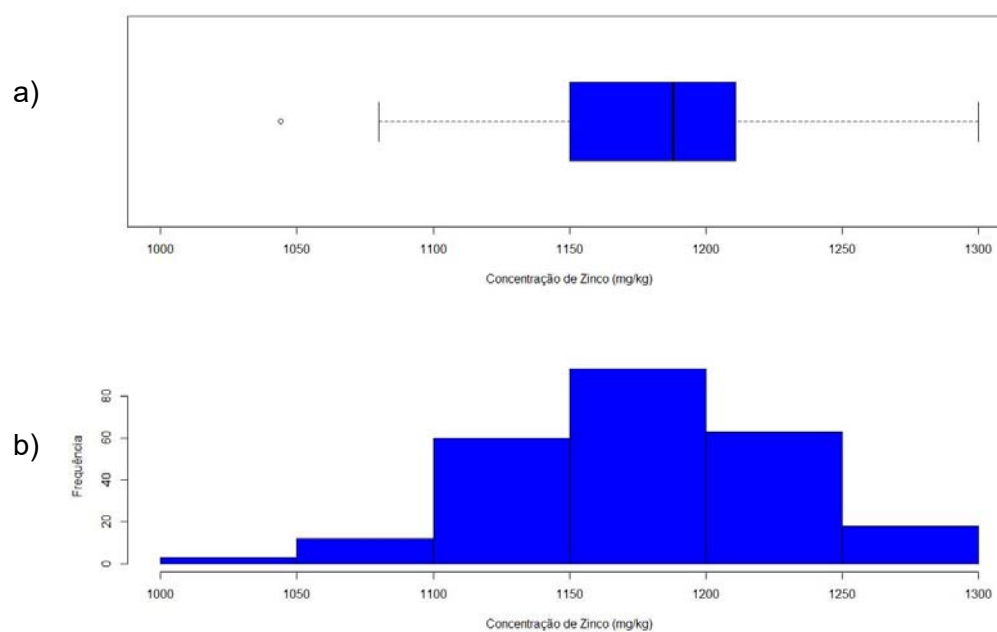


Figura 7 – *BoxPlot* (a) e histograma (b) dos dados brutos do ensaio do elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017, após o tratamento de outliers.

Em nenhum dos casos, por meio dos gráficos de *BoxPlot*, se observa um desvio relacionado à assimetria que justificasse um caráter fortemente assimétrico

dos dados, confirmando os coeficientes de assimetria obtidos. Além disso, os histogramas construídos indicam que os dados estão orientados para um único ponto de concentração, caracterizando um caráter aproximado de unimodalidade. Logo, os protocolos alternativos propostos para determinação de escores, baseados em parâmetros robustos recomendados pela ISO 13528 (2015), podem ser aplicados aos dados reportados pelos participantes do EP para lubrificantes da ASTM, sem necessitar de uma rígida validação de normalidade dos dados.

Os parâmetros definidos para cada ensaio, segundo a rodada de realização do EP, estão tabelados abaixo:

Tabela 2 – Resultados de VD e DPP dos protocolos ASTM, nIQR e MADe, segundo ensaios e rodadas.

Ensaio	Parâmetros	Rodada: 3ª/2016			Rodada: 1ª/2017		
		ASTM	nIQR	MADe	ASTM	nIQR	MADe
Viscosidade Cinemática a 100 °C	VD (mm²/s)	10,10	10,10		19,92	19,92	
	DPP (mm²/s)	0,03450	0,02780	0,02970	0,1270	0,05189	0,05930
	CV	0,34 %	0,28 %	0,29 %	0,64 %	0,26 %	0,30 %
Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A	VD (°C)	204,3	204,0		208,4	210,0	
	DPP (°C)	4,6	3,4	3,0	6,2	4,4	3,0
	CV	2,2 %	1,7 %	1,5 %	3,0 %	2,1 %	1,4 %
Elemento Zinco, ICP - AES	VD (mg/kg)	814	814		1177	1183	
	DPP (mg/kg)	52,7	31,7	31,9	62,6	50,0	49,4
	CV	6,5 %	3,9 %	3,9 %	5,3 %	4,2 %	4,2 %

Como os valores designados para os protocolos alternativos são oriundos do mesmo parâmetro (mediana), e como o valor designado pela ASTM (média, após tratamento de *outliers*) tem pequena diferença numérica frente aos valores designados pelos protocolos alternativos, é de se esperar que impactos nos escores obtidos pelos protocolos alternativos, nIQR e MADe, estejam mais diretamente associados às estimativas do DPP. Como é possível observar, em magnitudes diferentes, o DPP obtido pelos protocolos nIQR e MADe subestimam claramente o valor do DPP obtido pelo protocolo ASTM, e assim, a tendência é de que os escores para os novos protocolos sejam maiores em relação aos escores obtidos pelo protocolo ASTM, implicando em maior rigor na avaliação do participante do EP para lubrificantes.

O impacto desse rigor foi observado nas análises e testes estatísticos realizados a seguir.

5.2.

Análise dos escores obtidos pelos protocolos alternativos, e comparação com os escores obtidos pelo protocolo ASTM

Essa análise foi realizada por ensaio, a partir de cada rodada de realização. Em cada caso, foi apresentado, para fins exploratórios, os escores na forma de *BoxPlots*, que auxiliam na sugestão de que há diferença entre os escores obtidos, o que pode causar impacto na avaliação dos participantes. Para testar a veracidade dessas hipóteses, foram realizados os testes estatísticos descritos no capítulo 4; onde ao fim, concluiu-se pela diferença ou não entre os escores, no que se refere à medida de posição (média ou mediana) e à medida de dispersão (variância ou quartil). Para completar, foi realizada uma averiguação descritiva dos impactos de cada protocolo na classificação de desempenho dos participantes do programa de EP para lubrificantes. Como visto no capítulo 4; devido ao fato de os escores obtidos serem oriundos dos mesmos resultados dos participantes, eles constituem tratamentos com estrutura de pareamento (dependência), o que implicou na aplicação dos testes empregados a seguir.

5.2.1.

Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 8:

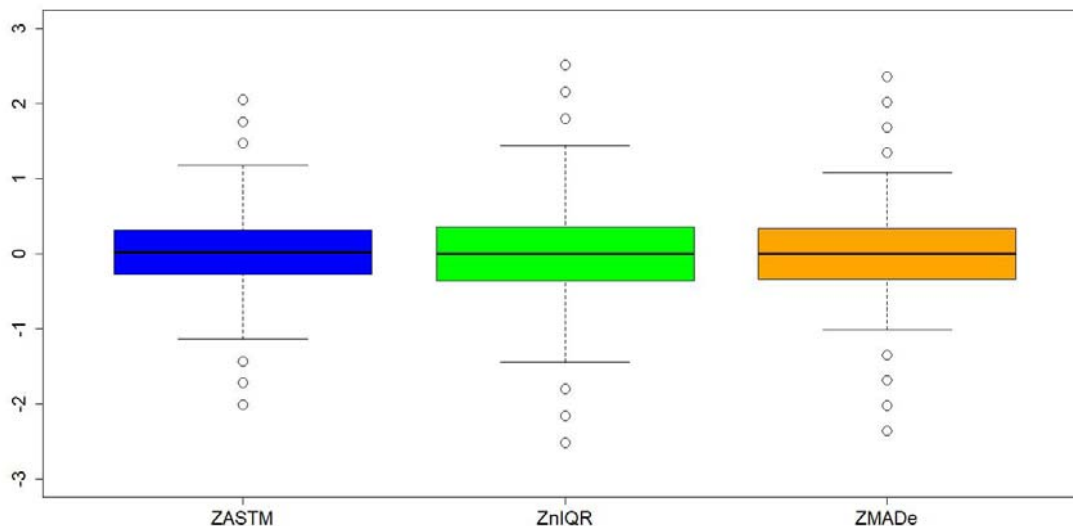


Figura 8 – *BoxPlot* dos escores obtidos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de *outliers*.

Como esperado pelo observado na Tabela 2, os escores obtidos pelos protocolos nIQR e MADe sobrestimam (denominadores nas equações 8 e 9) os escores obtidos pelo protocolo ASTM. A mediana dos escores ASTM mostra ser um pouco maior que a mediana dos escores nIQR e MADe, que por sua vez apresentam uma variação um pouco maior, com risco de classificação de desempenho diferente em alguns casos, notadamente ao comparar os escores ASTM com os escores nIQR.

Para definição dos testes, os quais foram empregados para averiguar a diferença entre as médias e as variâncias dos escores, foi necessário realizar o teste de normalidade de Anderson-Darling, uma vez que alguns testes para verificar essas diferenças têm como pressuposto básico que os dados sejam normalmente distribuídos, Tabela 3.

Tabela 3 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016.

Teste de Anderson – Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	1,8834	0,0001
Z_{nIQR}	1,8843	0,0001
Z_{MADe}	1,8843	0,0001

Pelo teste de Anderson-Darling, ao nível de 5 % de significância, os escores apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma, para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se o teste de Friedman, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Levene, Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados dos testes de Friedman (médias) e de Levene (variâncias) para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C.

Teste de Friedman		Teste de Levene	
Informação	Valor	Informação	Valor
Qui-quadrado	9,0220	Levene	2,6586
Graus de Liberdade	2	Graus de Liberdade	2
P-valor	0,0110	P-valor	0,0710

O teste de Friedman apresentou diferença significativa ao nível de 5 % entre as médias dos escores, enquanto o teste de Levene não detectou diferença entre as variâncias dos mesmos. Dessa forma, em conjunto com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, espera-se que o deslocamento dos escores (refletido na diferença de médias) acarrete mudanças na classificação do desempenho dos participantes do EP, apesar da amplitude dos escores (refletida na diferença de variâncias).

Um resumo dos impactos relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado é apresentado na Figura 9:

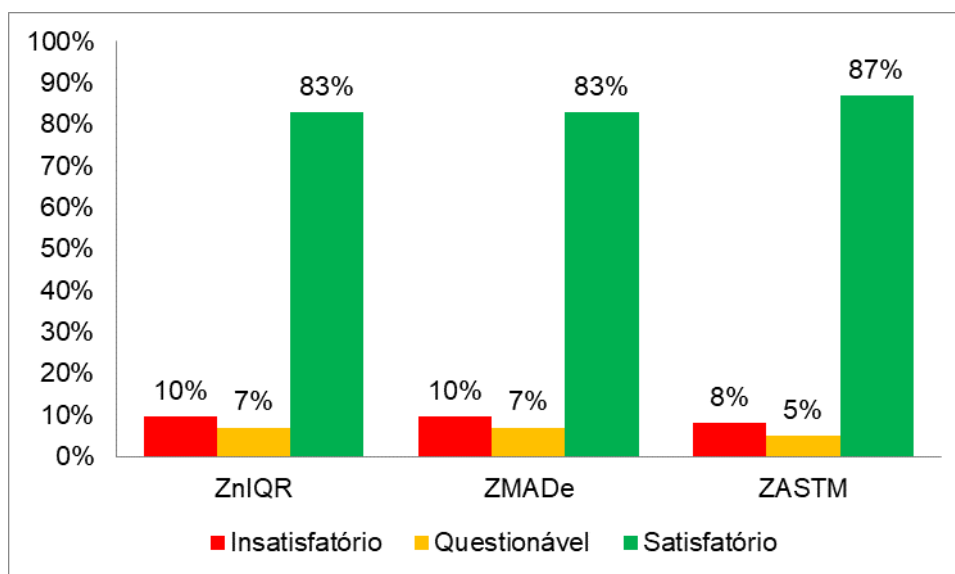


Figura 9 – Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice A) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação dos protocolos alternativos proporcionou um percentual menor de resultados satisfatórios em relação à aplicação do protocolo ASTM. Por outro lado, foi verificado um percentual maior de resultados questionáveis e insatisfatórios para os protocolos alternativos (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM), confirmando o maior rigor dos protocolos alternativos para item de EP neste ensaio frente ao protocolo ASTM, porém não havendo diferença no rigor entre eles.

5.2.2.

Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 10:

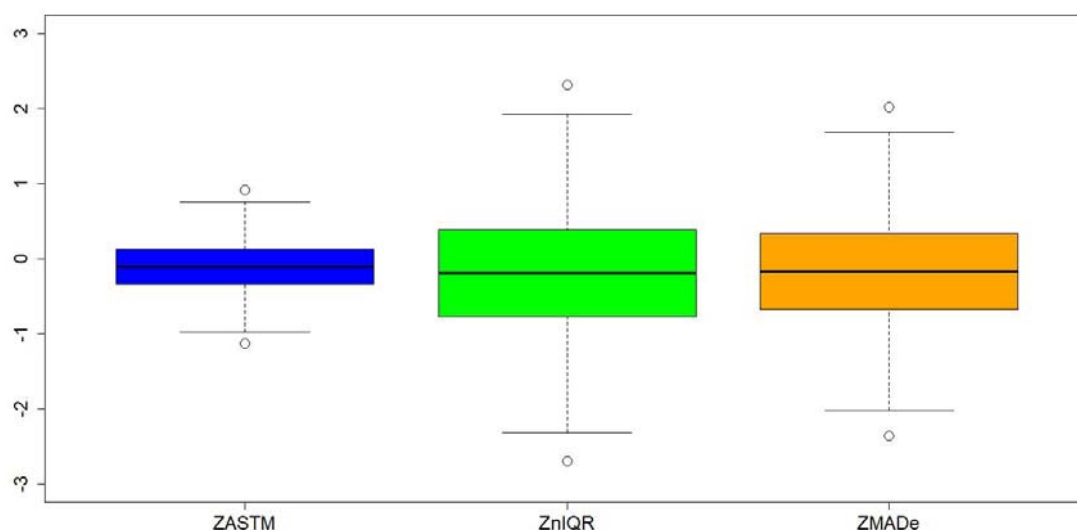


Figura 10 – *BoxPlot* dos escores obtidos do ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de *outliers*.

Novamente, os escores obtidos por ambos os protocolos alternativos (niQR e MADe) sobrestimam em variância os escores obtidos pelo Protocolo ASTM, apresentando assim maior amplitude. Observa-se que os escores ASTM estão quase totalmente dentro do intervalo $[-1,1]$, enquanto que os escores niQR e MADe apresentam aproximadamente o dobro de amplitude, Figura 10. Por outro lado, os escores ASTM, em mediana, são nitidamente maiores que os escores dos protocolos alternativos, de forma que há possibilidade de mudança de

classificação de desempenho, tanto pela diferença entre médias quanto pela diferença entre variâncias dos escores observados.

Para definir os testes, os quais foram empregados para verificar a diferença entre as médias e entre as variâncias dos escores, aplicou-se novamente o teste de normalidade de Anderson-Darling, a fim de averiguar se os escores podem ser considerados normalmente distribuídos, Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017.

Teste de Anderson – Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	0,6494	0,0884
Z_{nIQR}	0,6354	0,0958
Z_{MADe}	0,6354	0,0958

Pelo teste de Anderson-Darling, ao nível de 5 % de significância, os escores não apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma, para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se uma ANOVA em Blocos, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Bartlett, Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados da ANOVA (médias) e do Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017.

ANOVA		Teste de Bartlett	
Informação	Valor	Informação	Valor
Quadrado Médio	0,2840	Bartlett	106,7908
Estat. F	3,5432	Graus de Liberdade	2
P-valor	0,0302	P-valor	0,0000

Em ambos os testes, foi notada diferença significativa ao nível de 5 %, e dessa forma, há diferença entre as médias e as variâncias dos escores produzidos pelos diferentes protocolos. Em conjunto com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, tanto pelo deslocamento dos escores (contemplado pelas médias), quanto pelas extremidades de cada conjunto de observações (contemplado pelas variâncias), foi possível identificar que os laboratórios poderão ser penalizados ou beneficiados conforme a escolha do protocolo de interesse.

Um resumo dos impactos relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado é apresentado na Figura 11:

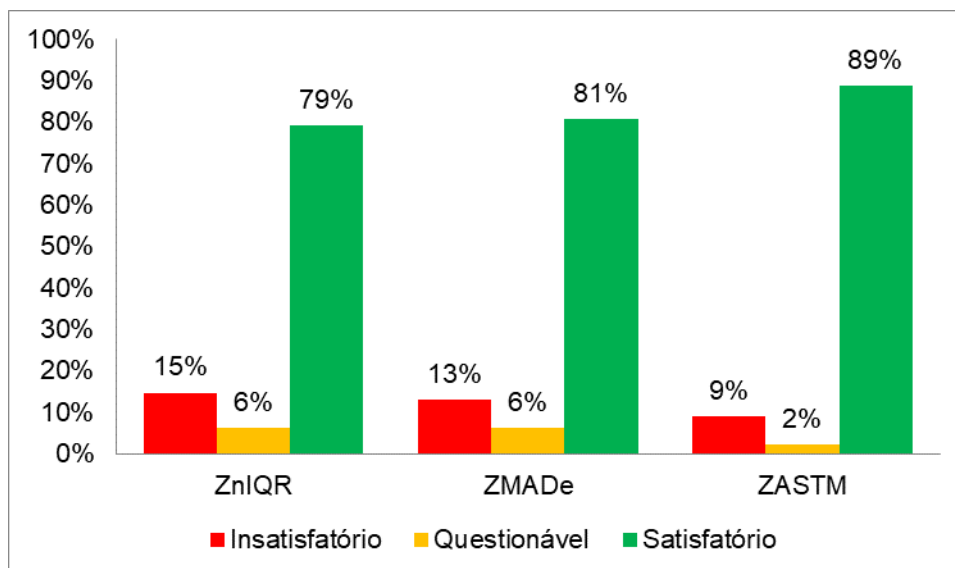


Figura 11 – Ensaio: Viscosidade Cinemática a 100 °C; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice B) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação do protocolo nIQR proporcionou um percentual menor de resultados satisfatórios, seguido dos protocolos MADe e ASTM. Para os resultados questionáveis, os protocolos alternativos apresentaram um percentual maior em relação ao protocolo ASTM, porém iguais entre si. Observando os resultados insatisfatórios, o maior percentual foi do protocolo nIQR, seguido dos protocolos MADe e ASTM (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM). Contudo, pode-se afirmar o maior rigor do protocolo alternativo nIQR para item de EP para este ensaio em relação aos outros protocolos.

5.2.3.

Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 12:

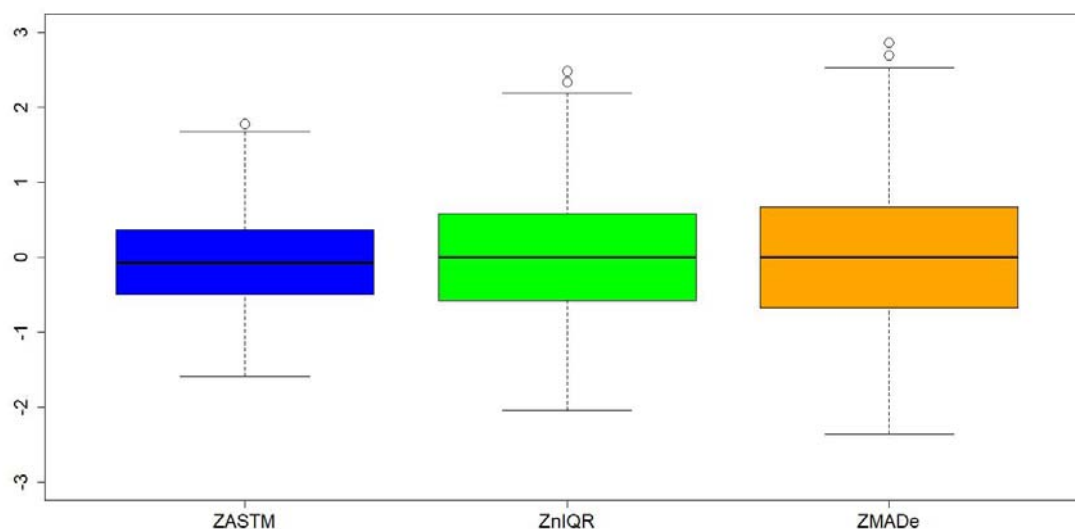


Figura 12 – *BoxPlot* dos escores obtidos do ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de *outliers*.

Os escores obtidos pelos protocolos alternativos sobrestimam em variância os escores obtidos pelo Protocolo ASTM, produzindo maior amplitude. Além disso, em mediana, os escores obtidos pelos protocolos alternativos são maiores que os obtidos pelo ASTM. Dessa forma, em ambos os protocolos alternativos, há possibilidade de mudança de classificação do desempenho dos participantes, notadamente em participantes que receberam escores maiores nos protocolos alternativos.

Para definir os testes, os quais foram empregados na verificação da diferença entre médias e variâncias dos escores, aplicou-se novamente o teste de normalidade de Anderson-Darling, a fim de investigar se os escores podem ser considerados normalmente distribuídos, Tabela 7.

Tabela 7 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Ponto de Fulgor fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016.

Teste de Anderson - Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	0,5075	0,1947
Z_{nlQR}	0,5080	0,1942
Z_{MADe}	0,5080	0,1942

Pelo teste de Anderson-Darling, ao nível de 5 % de significância, os escores não apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma,

para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se uma ANOVA em Blocos, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Bartlett, Tabela 8.

Tabela 8 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016.

ANOVA		Teste de Bartlett	
Informação	Valor	Informação	Valor
Quadrado Médio	0,2530	Bartlett	15,4208
Estat. F	6,4933	Graus de Liberdade	2
P-valor	0,0019	P-valor	0,0004

Foi notada diferença significativa ao nível de 5 % entre as médias dos escores obtidos segundo a ANOVA, e entre as variâncias dos mesmos escores segundo o teste de Bartlett. Em conjunto com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, foi possível identificar que os laboratórios poderão ser penalizados ou beneficiados conforme a escolha do protocolo de interesse, seja pela diferença entre as médias seja pela diferença entre as variâncias dos escores obtidos e analisados.

Um resumo dos impactos relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado é apresentado na Figura 13:

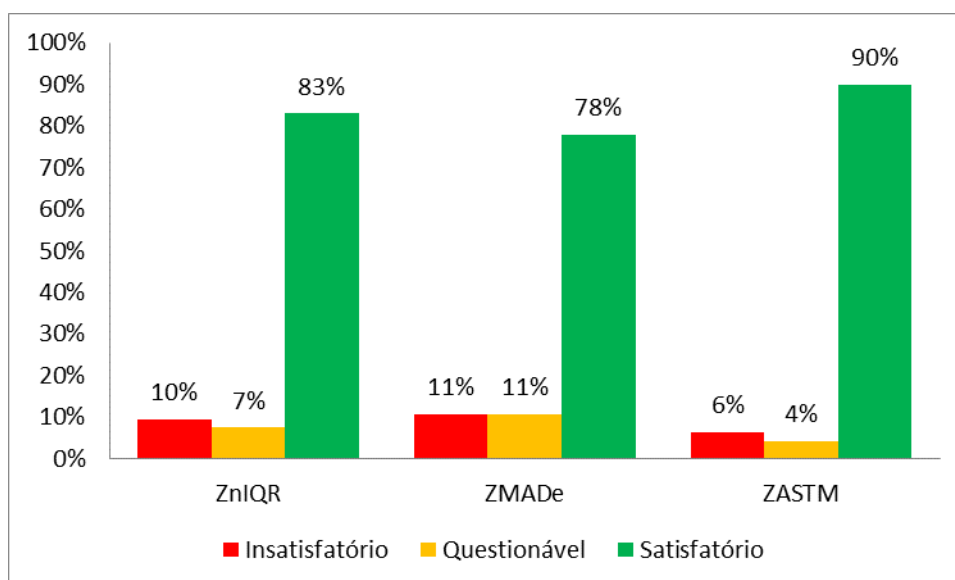


Figura 13 – Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice C) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação do protocolo MADe proporcionou um

percentual menor de resultados satisfatórios, seguido do protocolo nIQR e ASTM. Nessa mesma ordem, foi verificado um percentual maior de resultados questionáveis e insatisfatórios (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM). Assim, ratifica-se o maior rigor do protocolo alternativo MAdE para item de EP para este ensaio em relação aos outros protocolos.

5.2.4.

Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 14:

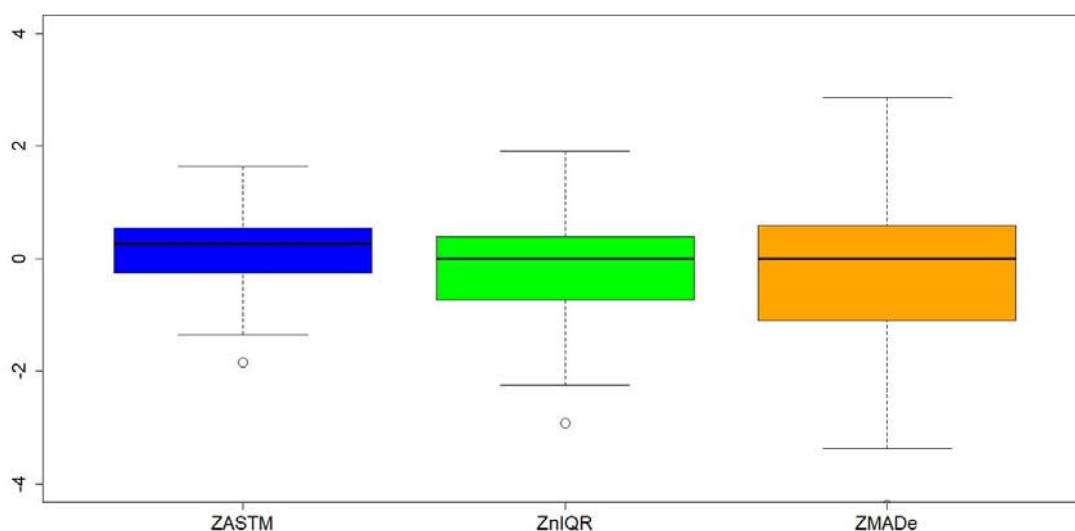


Figura 14 – *BoxPlot* dos escores obtidos do ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de *outliers*.

Os escores obtidos pelos protocolos alternativos apresentam uma distribuição de dados mais ampla (dispersa), quando comparados aos escores ASTM. Tais escores refletem novamente a subestimação do DPP e, tendem a causar maior rigor na avaliação dos participantes mais extremos. Por outro lado, os escores ASTM tendem a ter resultados medianamente maiores que os dos escores dos protocolos alternativos. Há evidências de que os participantes são avaliados de forma distinta pelos diferentes protocolos, seja pela amplitude dos escores em cada protocolo, seja pelo deslocamento dos mesmos.

Para definição dos testes, os quais foram empregados para averiguar a diferença entre as médias e entre as variâncias dos escores, novamente aplicou-se

o teste de normalidade de Anderson-Darling, a fim de verificar se os escores podem ser considerados normalmente distribuídos, Tabela 9.

Tabela 9 – Resultados do teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017.

Teste de Anderson – Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	1,0399	0,0093
Z_{nlQR}	1,0544	0,0085
Z_{MADe}	1,0544	0,0085

Pelo teste de Anderson-Darling, ao nível de 5 % de significância, os escores apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma, para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se o teste de Friedman, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Levene, Tabela 10.

Tabela 10 – Resultados dos Testes de Friedman (médias) e de Levene (variâncias) para o ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017.

Teste de Friedman		Teste de Levene	
Informação	Valor	Informação	Valor
Qui-quadrado	56,1325	Levene	10,2008
Graus de Liberdade	2	Graus de Liberdade	2
P-valor	0,0000	P-valor	0,0001

Em ambos os testes, foi notada diferença significativa ao nível de 5 %, e dessa forma, há diferença entre as médias e as variâncias dos escores produzidos pelos diferentes protocolos. Juntamente com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, tanto pelo deslocamento dos escores (refletido pela diferença entre as médias), quanto pelas amplitudes (refletida pela diferença entre variâncias), foi possível identificar que os laboratórios poderão ser penalizados ou beneficiados conforme a escolha do protocolo de interesse.

Um resumo dos impactos relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado é apresentado na Figura 15:

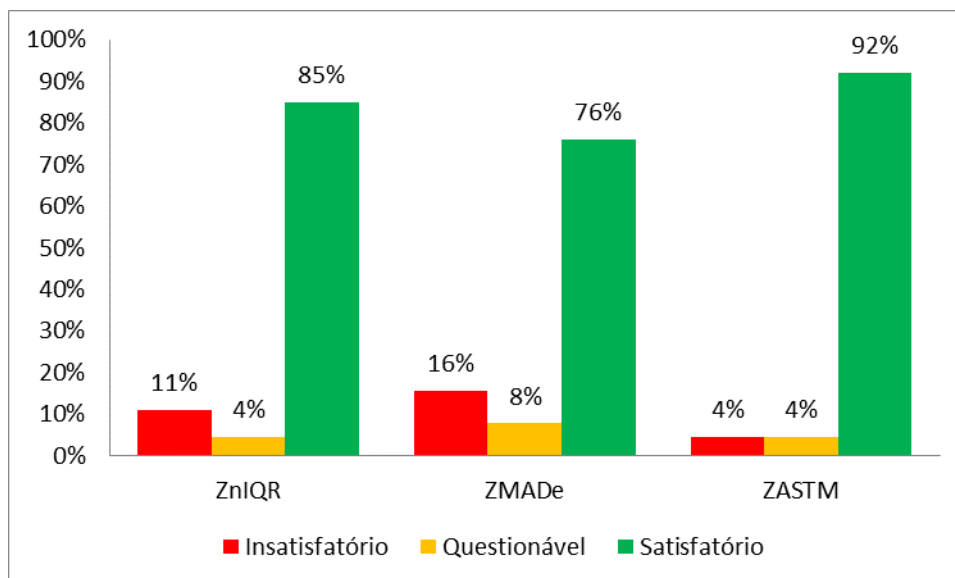


Figura 15 – Ensaio: Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice D) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação do protocolo MADe proporcionou um percentual menor de resultados satisfatórios, seguido dos protocolos nIQR e ASTM. Por outro lado, para os resultados questionáveis, o protocolo MADe apresentou um percentual maior, em relação aos protocolos nIQR e ASTM, os quais indicaram percentuais iguais. Observando os resultados insatisfatórios, o maior percentual foi do protocolo MADe, seguido dos protocolos nIQR e ASTM (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM). Contudo, pode-se afirmar o maior rigor do protocolo alternativo MADe para item de EP para este ensaio em relação aos outros protocolos.

5.2.5.

Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 16:

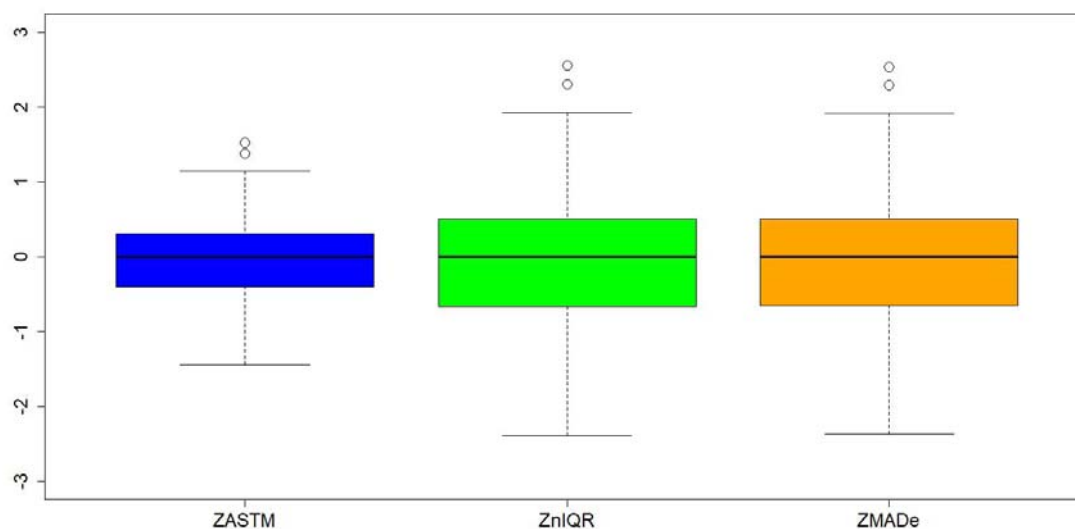


Figura 16 – BoxPlot dos escores obtidos do ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016, após tratamento de outliers.

Os escores obtidos pelos protocolos alternativos subestimam em variância os escores obtidos pelo protocolo ASTM, de forma que estes apresentam maiores amplitudes. Não há indícios de que haja diferença mediana entre os escores dos três diferentes protocolos. Dessa forma, é possível verificar que participantes extremados avaliados por protocolos alternativos (dada a diferença entre as variâncias desses escores) sejam classificados como “questionáveis”, onde antes seriam classificados como “adequados” pelo protocolo ASTM.

Para definição dos testes, os quais foram empregados para verificar a diferença entre as médias e entre as variâncias dos escores, mais uma vez, aplicou-se o teste de normalidade de Anderson-Darling, a fim de verificar se os escores podem ser considerados normalmente distribuídos, Tabela 11.

Tabela 11 – Resultados do Teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016.

Teste de Anderson – Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	0,4301	0,3017
Z_{nIQR}	0,4365	0,2911
Z_{MADe}	0,4365	0,2911

Pelo teste de Anderson-Darling, ao nível de 5 % de significância, os escores não apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma, para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se

uma ANOVA em Blocos, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Bartlett, Tabela 12.

Tabela 12 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016.

ANOVA		Teste de Bartlett	
Informação	Valor	Informação	Valor
Quadrado Médio	0,0000	Bartlett	26,0890
Estat. F	0,0000	Graus de Liberdade	2
P-valor	1,0000	P-valor	0,0000

Não foi identificada diferença significativa ao nível de 5 % entre as médias segundo a ANOVA, mas foi identificada tal diferença entre as variâncias dos escores produzidos pelos diferentes protocolos. Juntamente com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, pelas extremidades de cada conjunto de observações, foi possível identificar que os laboratórios poderão ser penalizados ou beneficiados conforme a escolha do protocolo de interesse, devido à diferença entre as variâncias dos escores, mais amplos nos protocolos alternativos.

Um resumo dos impactos relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado é apresentado na Figura 17:

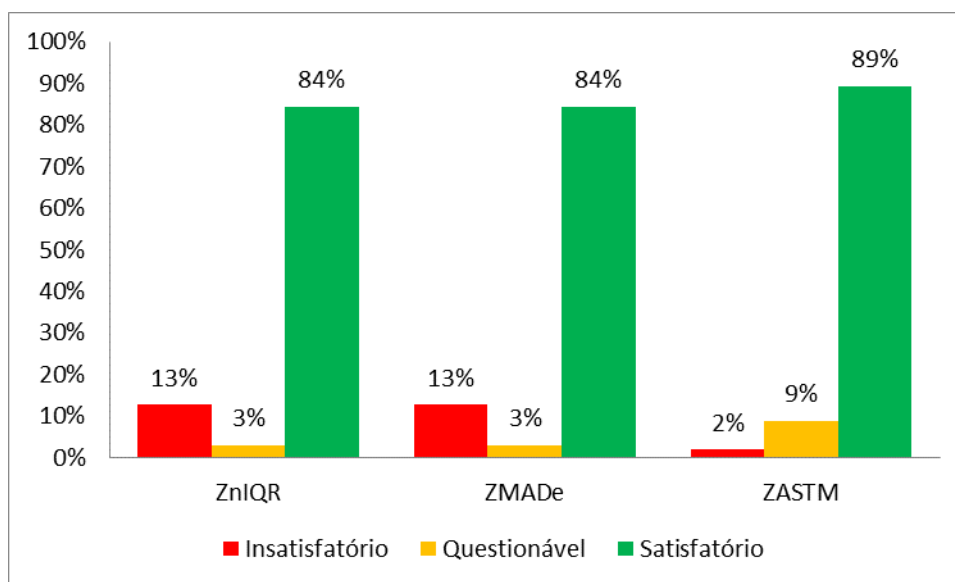


Figura 17 – Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 3ª/2016. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice E) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação dos protocolos alternativos proporcionou um percentual menor de resultados satisfatórios em relação à aplicação do

protocolo ASTM. Por outro lado, foi verificado um percentual menor de resultados questionáveis para os protocolos alternativos em relação ao protocolo ASTM. Observando os resultados insatisfatórios, os protocolos alternativos apresentaram maior percentual frente ao protocolo ASTM (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM). Contudo, pode-se afirmar o maior rigor dos protocolos alternativos para item de EP para este ensaio em relação ao protocolo ASTM.

5.2.6.

Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017

O *Boxplot* para os escores nesse caso está apresentado na Figura 18:

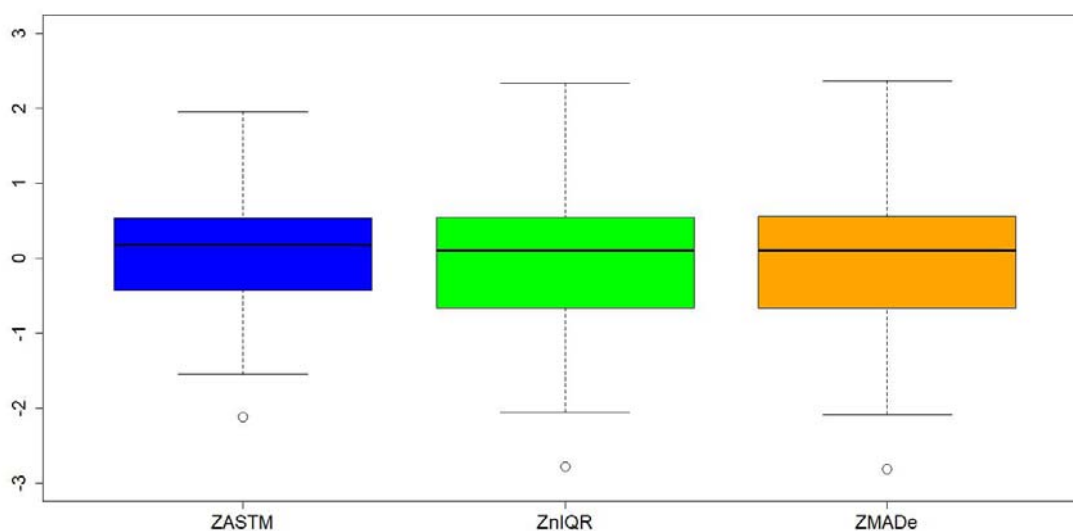


Figura 18 – *BoxPlot* dos escores obtidos do ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017, após tratamento de *outliers*.

Os escores dos protocolos alternativos são menores em mediana que os escores obtidos pelo protocolo ASTM. Além disso, os escores dos protocolos alternativos apresentam maior amplitude, o que indica possuírem maior variância (dispersão). Assim, há evidências de que os participantes são avaliados de forma distinta pelos diferentes protocolos, seja pela amplitude dos escores em cada protocolo em vista da diferença entre variâncias, seja pelo deslocamento dos mesmos, em vista da diferença de médias.

Para definição dos testes, os quais foram empregados para investigar a diferença entre as médias e entre as variâncias dos escores, outra vez, aplicou-se o

teste de normalidade de Anderson-Darling, a fim de verificar se os escores podem ser considerados normalmente distribuídos, Tabela 13.

Tabela 13 – Resultados do Teste de normalidade de Anderson-Darling para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017.

Teste de Anderson – Darling		
Tipo de Escore	Estatísticas	P-valores
Z_{ASTM}	0,1934	0,8912
Z_{nIQR}	0,1903	0,8961
Z_{MADe}	0,1903	0,8961

O teste de Anderson-Darling indica ao nível de 5 %, que os escores não apresentaram desvios que violam a suposição de normalidade. Dessa forma, para testar a diferença entre as médias dos diferentes tipos de escore, aplicou-se uma ANOVA em Blocos, e para testar a diferença entre as variâncias, foi aplicado o teste de Bartlett, Tabela 14.

Tabela 14 – Resultados da ANOVA em Blocos (médias) e Teste de Bartlett (variâncias) para o ensaio do Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017.

ANOVA		Teste de Bartlett	
Informação	Valor	Informação	Valor
Quadrado Médio	0,2915	Bartlett	5,5002
Estat. F	20,0873	Graus de Liberdade	2
P-valor	0,0000	P-valor	0,0639

Houve diferença significativa entre as médias dos escores ao nível de 5 %, mas não entre as variâncias observadas. Juntamente com a apresentação gráfica dos *BoxPlots*, o deslocamento dos escores (refletido pela diferença entre as médias) pode gerar mudança na classificação do desempenho, e mudanças na classificação devido a amplitude serão mais aleatórias, dado não haver diferença entre as variâncias. Em ambos os casos, apesar de tudo, é possível identificar que os laboratórios poderão ser penalizados ou beneficiados conforme a escolha do protocolo de interesse, Figura 19.

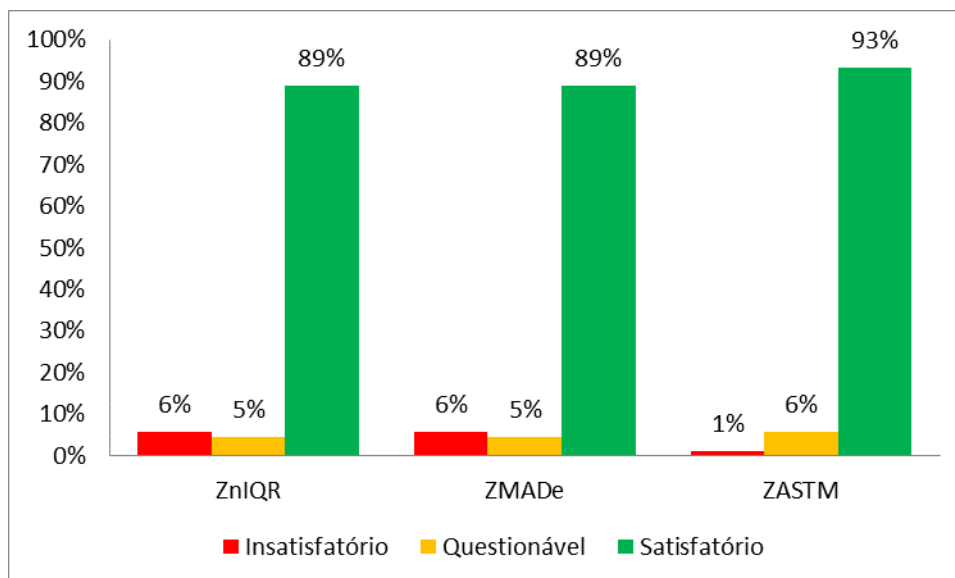


Figura 19 – Ensaio: Elemento Zinco, ICP - AES; Rodada: 1ª/2017. Impactos da aplicação dos diferentes protocolos na avaliação dos laboratórios participantes do EP.

Considerando o estudo dos impactos pontuais (Apêndice F) dos escores gerados, foi verificado que a aplicação dos protocolos alternativos proporcionou, novamente, um percentual menor de resultados satisfatórios em relação à aplicação do protocolo ASTM. Por outro lado, foi verificado um percentual menor de resultados questionáveis para os protocolos alternativos em relação ao protocolo ASTM. Observando os resultados insatisfatórios, os protocolos alternativos apresentaram maior percentual frente ao protocolo ASTM (considerando os *outliers* como resultados insatisfatórios para o protocolo ASTM). Contudo, pode-se afirmar o maior rigor dos protocolos alternativos para item de EP para este ensaio em relação ao protocolo ASTM.

5.3. Comparação das diferentes abordagens

O presente estudo comparou os escores obtidos por diferentes protocolos alternativos para avaliação do EP para lubrificantes, com os escores gerados pelo protocolo ASTM. Os parâmetros para avaliação de EP desses protocolos alternativos são discutidos por Olivé (2008), e propostos pela ISO 13528 (2015). Os protocolos alternativos dispensaram o tratamento de *outliers*, que se realizado, pode resultar em erro de avaliação da imprecisão de um método analítico (Analytical Methods Committee, 1989). Além disso, testes de exclusão, baseados em suposição de distribuições estatísticas, estão sujeitos às probabilidades de erro

do Tipo I e II, que quando não dimensionadas, impactam no cálculo da incerteza do valor designado, quando este é obtido por consenso (Thompson et al., 2006). Os parâmetros robustos são mais resistentes à presença de *outliers*, permitindo incorporar toda a informação do conjunto de dados para o seu cálculo, além de serem facilmente implementáveis.

Conforme a norma ISO 13528, quando o consenso é empregado para definição do valor designado, a normalidade dos dados é pressuposto importante para a obtenção dos parâmetros do EP e cálculo dos escores, mas cuja a necessidade de realização de teste estatístico pode ser minimizada, desde que se comprove simetria e unimodalidade dos dados. A diferença relativa entre o valor designado empregado pelos protocolos alternativos (mediana) frente ao valor designado do protocolo ASTM foi, em quaisquer ensaios analisados sempre menor que 1 %, indicando não haver impactos para o cálculo dos escores por meio dos valores designados por consenso, Tabela 15.

Tabela 15 – Diferença relativa entre os valores designados empregados pelos protocolos alternativos e o valor designado aplicado pelo protocolo ASTM.

<i>Ensaios</i>	<i>Rodada: 3ª/2016</i>	<i>Rodada: 1ª/2017</i>
<i>Viscosidade Cinemática a 100 °C</i>	0,01 %	-0,02 %
<i>Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A</i>	-0,2 %	0,8 %
<i>Elemento Zinco, ICP - AES</i>	-0,03 %	0,5 %

Por outro lado, foram contempladas diferenças sensíveis entre os DPP, obtidos pelos diferentes protocolos. De forma geral, os DPP produzidos pelos protocolos alternativos (nIQR e MADe) subestimaram o DPP obtido pelo protocolo ASTM. Tais diferenças produziram escores de variâncias em geral diferentes, como detalhado pelos resultados dos testes para diferença de variâncias e pelos gráficos, apresentados no item 5.2. Notar ainda que como não houve necessidade de tratamento de *outliers* para a determinação do DPP por quaisquer dos protocolos alternativos, os tamanhos amostrais empregados para os cálculos sempre foram maiores que os empregados pelo protocolo ASTM.

Conforme cálculo proposto pela norma ISO 13528 (2015), foram calculadas as incertezas padrão do tipo A associadas ao valor designado, sendo que demais

fontes de incerteza foram consideradas desprezíveis. Nesse caso, tal incerteza determinará a incerteza-padrão combinada, que multiplicada por um fator de abrangência ($k=2$), permite determinar a incerteza expandida. Como o método de determinação dos VD's e respectivas incertezas expandidas emprega o consenso entre participantes das rodadas do EP, há clara subestimação das incertezas expandidas dos VD's obtidos pelos protocolos alternativos frente a incerteza expandida do VD obtido pelo protocolo ASTM, Tabela 16. As Tais incertezas indicam a dispersão em torno dos resultados dos ensaios para lubrificantes, por item de rodada (VIM, 2012; GUM 2008).

Tabela 16 – Incertezas expandidas dos valores designados, obtidos pelos diferentes protocolos, segundo ensaios por item de rodada.

$U_X=2*((1.25*DPP)/\sqrt{n})$						
Ensaio	Rodada: 3ª/2016			Rodada: 1ª/2017		
	ASTM	nIQR	MADe	ASTM	nIQR	MADe
Viscosidade Cinemática a 100 °C (mm²/s)	0,0063	0,0049	0,0053	0,025	0,0098	0,011
Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A (°C)	1,2	0,88	0,76	1,7	1,2	0,78
Elemento Zinco, ICP - AES (mg/kg)	13	7,8	7,9	17	13	13

Considerando o tratamento de *outliers* por intervalo interquartilico, realizada previamente à avaliação de simetria dos dados nos protocolos alternativos, concluiu-se (conforme Tabela 17) que quatro dos seis conjuntos de dados foram considerados normais pelo teste de Anderson Darling, diferente do que foi observado no protocolo ASTM (onde apenas um dos seis conjuntos de dados foi considerado normal), o qual empregou o método GESD para o tratamento de *outliers*. Avaliando, de modo mais amplo o protocolo da ASTM, foi observado no ensaio de Água por Karl Fischer (KF), para as duas rodadas analisadas nesse estudo para outros ensaios do EP da ASTM para Lubrificantes, uma dispersão relativa alta (nas duas rodadas estudadas, CV's de 75 % e 99 %), sem que o método GESD conseguisse detectar *outliers* a serem excluídos. Dessa forma, quando o provedor decidir por tratar *outliers*, o mesmo deve considerar a aplicação de diferentes técnicas para uma análise consistente dos dados, conforme

os objetivos do programa. Porém, quando decidir empregar todo o conjunto de dados, deve ser considerada a aplicação de métodos robustos, como os descritos ao longo desse trabalho.

Tabela 17 – Resultados do teste de Anderson Darling, após aplicação do intervalo interquartilico e comparação das decisões sobre normalidade segundo os critérios aplicados pelos protocolos alternativos e protocolo ASTM.

<i>Testes de Normalidade de Anderson-Darling</i>				<i>Normalidade?</i>	
<i>Ensaio</i>	<i>Rodada</i>	<i>Estatísticas</i>	<i>P-valores</i>	<i>Protocolo ASTM (GESD)</i>	<i>Protocolos alternativos (IQR)</i>
Viscosidade Cinemática a 100 °C	3ª/2016	1,8843	0,0001	Não Normal	Não Normal
	1ª/2017	0,6354	0,0958	Não Normal	Normal
Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Proc. A	3ª/2016	0,5080	0,1942	Não Normal	Normal
	1ª/2017	1,0544	0,0085	Não Normal	Não Normal
Elemento Zinco, ICP - AES	3ª/2016	0,4365	0,2911	Não Normal	Normal
	1ª/2017	0,1903	0,8961	Normal	Normal

Segundo Bievre (2016), métodos e critérios independentes devem ser utilizados para a avaliação de laboratórios participantes de um EP. Tais métodos e critérios podem incluir a cadeia de rastreabilidade metrológica ao valor designado com sua incerteza associada, e o emprego de métodos de referência do mais alto padrão (Pessoa, 2016). Entretanto, os protocolos que empregam o consenso de participantes para determinação dos parâmetros, apesar da clareza acerca das suas limitações relacionadas à confiabilidade metrológica, apresentam condição vantajosa quando se trata de praticidade e custos ou ainda, quando não existe um material de referência para a matriz, a qual se propõe a avaliação. Assim, considerando a extensa aplicação de protocolos de EP que utilizam análise por consenso, este estudo demonstrou que métodos robustos são úteis para a determinação dos parâmetros para cálculo dos escores de desempenho dos participantes, sem tratamento de *outliers*.

6

Conclusão e trabalhos futuros

6.1.

Conclusões

O presente trabalho propôs a aplicação de protocolos estatísticos alternativos para a avaliação da qualidade de laboratórios analíticos na área de lubrificantes, por meio de EP, no período entre os anos de 2016 e 2017. Para avaliar os protocolos propostos, estes foram comparados ao protocolo estatístico atualmente em vigor pela ASTM. Os protocolos propostos são fundamentados em métricas descritas na norma ISO (ISO 13528, 2015). Tais protocolos, para realização dessa análise comparativa, empregaram os resultados reportados pelos participantes do programa de EP para lubrificantes do provedor ASTM.

Na avaliação dos critérios vigentes apresentados nos protocolos propostos, conforme desenvolvido por Doane & Seward (2011), os dados correspondentes aos ensaios analisados, após tratamento de *outliers*, apresentaram em todos os casos poucos desvios de um caráter simétrico e uma concentração única de dados em único valor, caracterizando que estes são aproximadamente simétricos e unimodais (ISO 13528, 2015). Assim, tais dados atendem ao requisito de aplicação dos parâmetros robustos para determinação dos parâmetros para avaliação no EP por consenso de participantes, a se saber, o valor designado e o desvio padrão para a proficiência. Tais parâmetros, propostos pela ISO (ISO 13528, 2015) dispensam o tratamento de *outliers*, e foram empregados para determinar o desempenho dos participantes, por meio de escores obtidos pelos seus resultados.

Os escores de desempenho obtidos foram comparados por meio de ferramentas estatísticas que testaram a diferença entre as medidas de posição e as medidas de dispersão desses escores, de forma a saber se tais escores apresentam deslocamento ou dispersão suficientes para uma mudança na tomada de decisão acerca do desempenho do laboratório.

Os novos protocolos resultaram, conforme a medida de dispersão associada, em escores que apresentaram deslocamento (diferença de médias) e amplitude

(diferença de variâncias) para os ensaios estudados, fato que pode acarretar em maior rigor na avaliação do laboratório. A aplicação de estatística robusta permite contemplar o caráter dos dados sob a presença de outliers, onde um tratamento indevido pode não refletir a qualidade dos dados disponíveis (AMC, 2001; Olivé, 2008), interferindo no poder decisório dos escores obtidos, como visto no capítulo 5, em que foram notadas divergências na tomada de decisão da normalidade dos dados. Assim, métodos robustos tendem a ser preferenciais, devendo ser considerados para o processo de EP para lubrificantes. No presente estudo, foi conferido maior poder à análise, com o benefício adicional de minimizar a incerteza do valor por consenso, que é dependente do tamanho amostral associado.

Dessa forma, o protocolo proposto MADe, composto de métricas descritas pela ISO (ISO 13528, 2015) apresentou vantagens em comparação ao protocolo ASTM: não necessitou de tratamento de outliers, não precisou de suposições rigorosas (testes estatísticos) para averiguar a normalidade dos dados, obteve maior rigor na avaliação dos laboratórios com desvio observado pelo Z_{MADe} e, ao obter menor estimativa do DPP e não precisar tratar outliers, apresentou menor incerteza expandida do valor designado por consenso entre participantes.

6.2.

Trabalhos futuros

Realização de um EP na matriz de óleos lubrificantes de motor promovido por um grupo de interesse, do qual participariam empresas produtoras de óleos lubrificantes para motor (Ipiranga, Chevron), provedores de EP (INMETRO, Rede Metrológica do Rio Grande do Sul) e organismos produtores de materiais de referência (INMETRO) para investigar:

- A aplicação de valores designados por meio de consenso entre participantes (considerando um MRC o item de EP), comparando os protocolos aqui discutidos (ASTM, nIQR e MADe) e observando o que mais se aproxima do valor do certificado, ou ainda;
- A aplicação de valores designados por meio de referência independente contra valores designados por meio de consenso entre participantes, comparando os protocolos aqui discutidos bem como outros protocolos

mais apropriados (E_n e Escore-zeta) quando o valor designado fornece a incerteza associada;

- Avaliação temporal do erro sistemático dos participantes do EP, para determinar se a participação em EP auxilia na redução do erro sistemático laboratorial;
- Propor modelos de séries temporais para análise do comportamento dos escores, segundo os diferentes protocolos.

7

Referências bibliográficas

ABNT NBR ISO/IEC 17025 – **Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração**, 2017;

ABNT NBR ISO/IEC 17043 – **Avaliação da conformidade - Requisitos gerais para ensaios de proficiência**. 1ª Ed., 2011; Versão corrigida 2017;

ABNT NBR ISO 9001 – **Sistemas de gestão da qualidade – Requisitos**. 3ª Ed., 2015;

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS. **Resolução nº 22**, Seção I, 11 de abril de 2014;

_____. **Resolução nº 6**, Seção XI, 5 de fevereiro de 2014;

_____. **Atuação**. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br>>. Acesso em: 25 maio 2018;

ALVES, N. P.; MORAES, D. N. **Metrologia Química e a Utilização de Materiais de Referência em Medições Químicas**. QUIMLAB, Universidade do Vale do Paraíba, 2002.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API 1509 - Engine Oil Licensing and Certification System**. 17ª Ed., Addendum 1, 2014; Errata, 2015;

ANALYTICAL METHODS COMMITTEE. **Robust Statistic Part I & II**. Analyst 114, 1693-1702 (1989);

_____. **Robust statistics: a method of coping with outliers**. Technical Briefs nº 6. Royal Society of Chemistry, 2001;

ASTM – **Annual Books of ASTM Standards**. Disponível em: <<https://www.astm.org/BOOKSTORE/BOS>> Acesso em 20 abr. 2018;

ASTM D6792 – **Standard Practice for Quality Management Systems in Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants Testing Laboratories**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.03.

ASTM D7915-14 - **Standard Practice for Application of Generalized Extreme Studentized Deviate (GESD) Technique to Simultaneously Identify Multiple Outliers in a Data Set**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.05;

ASTM D6299 – **Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.03;

ASTM D445 - **Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.01;

ASTM D93 - **Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.01;

ASTM D5185 - **Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)**. Annual Book of ASTM Standards, 2018, volume 05.02;

AUTOMOTIVE INDUSTRY ACTION GROUP. **Measurement Systems Analysis**. Version 4, Junho 2010;

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES. **Consultative Committee for Amount of Substance: Metrology in Chemistry and Biology (Mission)**. Disponível em:
<<http://www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm>>. Acesso em: 20 abr. 2018a;

_____. **The BIPM key comparison database**. Disponível em:
<<http://kcdb.bipm.org>>. Acesso em: 20 abr. 2018b;

BUSSAB, W. O.; MORETTIN, P. A. **Estatística Básica**. 6ª Ed. São Paulo: Saraiva, 2010;

CAINES, A.; HAYCOCK, R. **Automotive Lubricants Reference Book**. Society of Automotive Engineers, Inc, 1996, p 1-3; 99-126;

CARRETEIRO, R. P.; BELMIRO, P. N. A. **Lubrificantes e Lubrificação Industrial**. Editora Interciência, 2006, p. 32-68; 77;

CERRIOTTI, F. **The role of External Quality Assessment Schemes in Monitoring and Improving the Standardization Process**. Clinica Chimica Acta v. 432, p. 77–81, 2014;

DE BIÉVRE, P. **Measurement results in a Proficiency Testing programme need to be evaluated against independent criteria**. Accred Qual Assur, 21:167-169, 2016;

DEMING, W. E. **Quality, productivity, and competitive position**. Cambridge, MA: MIT Press, 1982;

DOANE, D. P; SEWARD, L.E. **Measuring Skewness: A Forgotten Statistic?** Journal of Statistics Education, Vol. 19, Number 2 (2011). Disponível em: <www.amstat.org/publications/jse/v19n2/doane.pdf>. Acesso em: 20 abr. 18;

EURACHEM. **Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation**. 3ª Ed. Vicki Barwick, 2016a;

EUROPEAN AUTOMOBILE MANUFACTURES ASSOCIATION. **ACEA European oil Sequences**; 2016;

HUBBER, L. **Validation and Qualification in Analytical Laboratories**. Interpharm Press. 1999;

INTERNATIONAL AUTOMOTIVE TASK FORCE. **IATF 16949 – Requisitos de sistema de gestão da qualidade para as organizações de produção automotiva e de peças de reposição**. 1ª Ed., 1º de Outubro de 2016;

_____. **About IATF**. Disponível em: <<http://www.iatfglobaloversight.org/about-iatf/>>. Acesso em: 25 maio 2018;

INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION. **About ILAC**. Disponível em: <<http://ilac.org/about-ilac/>>. Acesso em: 20 abr. 18;

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **Technical Committees**. Disponível em: <<https://www.iso.org/technical-committees.html>>. Acesso em: 20 Abr 2018a;

_____. **Standards**. Disponível em <<https://www.iso.org/standards.html>>. Acesso em: 20 Abr 2018b;

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF LEGAL METROLOGY. **What is legal metrology?**. Disponível em: <<https://www.oiml.org/en/about/legal-metrology>>. Acesso em: 20 abril 2018;

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados (VIM 2012)**. 2013, 1ª Ed. Brasileira. Rio de Janeiro: Inmetro, 92 p;

_____. **Avaliação de dados de medição – Guia para a expressão da incerteza de medição.** JCGM 100:2008. Duque de Caxias/RJ, CICMA/SEPIN, 201;

_____. NIT-DICLA-026 - **Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e calibração em atividades de ensaio de proficiência.** Rev.11, março 2018;

_____. **Informações sobre Ensaio de Proficiência.** Disponível em: <<http://inmetro.gov.br/credenciamento/ensaioProf.asp>>. Acesso em 20 abr. 2018;

IPIRANGA; CHEVRON. **Workshop Técnico Aplicado a Lubrificantes,** Rio de Janeiro, 2016;

ISHIKAWA, K. **What is Total Quality Control? The Japanese Way.** Prentice Hall, 1985;

ISO/IEC Guide 98-3 - **Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995).** 1ª Ed., 2008, cor: 2011;

ISO/IEC Guide 98-3 - **Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995).** 1ª Ed., Supl.2: 2011;

ISO/IEC Guide 99 - **International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms (VIM).** 1ª Ed., 2007, cor: 2010;

ISO 13528 – **Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.** 2ª Ed., 2015;

ISO 5725-2 – **Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 2: Basic method for the Determination of Repeatability and Reproducibility of a Standard Measurement Method.** 1ª Ed., 1994, cor: 2002;

ISO 5725-3 - **Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method.** 1ª Ed., 1994, cor: 2001;

ISO 5725-4 – **Accuracy (trueness and precision) of Measurement Methods and Results - Part 4: Basic Methods for the Determination of the Trueness of a Standard Measurement Method.** 1ª Ed., 1994;

ISO 5725-5 - **Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 5: Alternative methods for the**

determination of the precision of a standard measurement method. 1^a Ed., 1998; cor 1: 2005;

ISO 5725-6 - **Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 6: Use in practice of accuracy values.** 1^a Ed., 1994, cor: 2001;

JAPANESE AUTOMOTIVE STANDARDS ORGANIZATION. **Two Cycle Gasoline Engine Oil Performance Classification – JASO M345 – Implementation Manual**, 1994, rev. 2004;

LEVENE, H. **Robust tests for equality of variances.** In Ingram Olkin; Harold Hotelling; et al. Contributions to Probability and Statistics: Essays in Honor of Harold Hotelling. Stanford University Press. pp. 278–292, 1960;

MONTGOMERY, D.C. **Design and Analysis of Experiments.** 8th Edition. Wiley, NY, Apr 2012. 752 p;

NIST – Engineering Statistics Handbook. **Bartlett's Test.** Disponível em: <<https://www.itl.nist.gov/div898/handbook/eda/section3/eda357.htm>>. Acesso em: 20 abr. 18;

OLIVE, David J. **Applied Robust Statistics.** Department of Mathematics, Southern Illinois University, 23 June 2008;

PESSOA, M.C.F.; FERREIRA JR., O.C. **Metrological traceability in clinical laboratory.** J Bras Patol Med Lab, v. 52, nº 3, p. 157-164, jun. 2016;

PONTES, A. C. F. **Obtenção dos níveis de significância para os testes de Kruskal-Wallis, Friedman e comparações múltiplas não-paramétricas.** Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - USP. Piracicaba, 2000;

RAZALI, N. M.; WAH, Y. B. **Power comparisons of Shapiro-Wilk, Kolmogorov-Smirnov, Lilliefors and Anderson-Darling tests.** Journal of Statistical Modeling and Analytics. vol.2 No.1, p. 21-33, 2011;

SEVGI, L. **Accreditation: Crucial in World Trade, Public Safety, and Human Rights.** IEEE Antennas and Propagation Magazine, V. 56, 2014;

THOMPSON, M. et al. **The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories.** IUPAC Technical Report., Pure Appl. Chem., V. 78, nº 1, 2006;

TOTTEN, G. E. **A timeline of highlights from the histories of ASTM Committee D02 and the Petroleum Industry.** Disponível em: <http://www.astm.org/COMMIT/D02/1980_2004.html>. Acesso em 20 abr. 2018;

ZHOU, Q. et. al. **Detection of outliers and establishment of targets in external quality assessment programs.** Clinica Chimica Acta v.372, p 94–97, 2006;

Anexos

Anexo A – Tabela para aplicação do método ATM D7915 - GESD



D7915 – 14

TABLE A1.1 $\lambda_{critical}$ for Various Data Set Sizes (0.01 significant)

r	N	m=0 $\lambda_{critical}$	m=1 $\lambda_{critical}$	m=2 $\lambda_{critical}$	m=3 $\lambda_{critical}$	m=4 $\lambda_{critical}$	m=5 $\lambda_{critical}$	m=6 $\lambda_{critical}$	m=7 $\lambda_{critical}$	m=8 $\lambda_{critical}$	m=9 $\lambda_{critical}$	m=10 $\lambda_{critical}$
2	6	1.97	1.76	1.50								
2	7	2.14	1.97	1.76								
2	8	2.27	2.14	1.97								
2	9	2.39	2.27	2.14								
2	10	2.48	2.39	2.27								
2	11	2.56	2.48	2.39								
2	12	2.64	2.56	2.48								
3	13	2.70	2.64	2.56	2.48							
3	14	2.76	2.70	2.64	2.56							
3	15	2.81	2.76	2.70	2.64							
3	16	2.85	2.81	2.76	2.70							
3	17	2.89	2.85	2.81	2.76							
4	18	2.93	2.89	2.85	2.81	2.76						
4	19	2.97	2.93	2.89	2.85	2.81						
4	20	3.00	2.97	2.93	2.89	2.85						
4	21	3.03	3.00	2.97	2.93	2.89						
4	22	3.06	3.03	3.00	2.97	2.93						
5	23	3.09	3.06	3.03	3.00	2.97	2.93					
5	24	3.11	3.09	3.06	3.03	3.00	2.97					
5	25	3.14	3.11	3.09	3.06	3.03	3.00					
5	26	3.16	3.14	3.11	3.09	3.06	3.03					
6	27	3.18	3.16	3.14	3.11	3.09	3.06					
6	28	3.20	3.18	3.16	3.14	3.11	3.09	3.06				
6	29	3.22	3.20	3.18	3.16	3.14	3.11	3.09				
6	30	3.24	3.22	3.20	3.18	3.16	3.14	3.11				
6	31	3.25	3.24	3.22	3.20	3.18	3.16	3.14				
6	32	3.27	3.25	3.24	3.22	3.20	3.18	3.16				
7	33	3.29	3.27	3.25	3.24	3.22	3.20	3.18	3.16			
7	34	3.30	3.29	3.27	3.25	3.24	3.22	3.20	3.18			
7	35	3.32	3.30	3.29	3.27	3.25	3.24	3.22	3.20			
7	36	3.33	3.32	3.30	3.29	3.27	3.25	3.24	3.22			
7	37	3.34	3.33	3.32	3.30	3.29	3.27	3.25	3.24			
8	38	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30	3.29	3.27	3.25	3.24		
8	39	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30	3.29	3.27	3.25		
8	40	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30	3.29	3.27		
8	41	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30	3.29		
8	42	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30		
9	43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	3.30	
9	44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	3.32	
9	45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	3.33	
9	46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	3.34	
9	47	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36	
10	48	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37	3.36
10	49	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38	3.37
10	50	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39	3.38
10	51	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40	3.39
10	52	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41	3.40
10	53	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43	3.41
10	54	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.43
10	55	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44
10	56	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45
10	57	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46
10	58	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47	3.46
10	59	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48	3.47
10	60	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49	3.48
10	61	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50	3.49
10	62	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51	3.50
10	63	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52	3.51
10	64	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52	3.52
10	65	3.59	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53	3.52
10	66	3.60	3.59	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54	3.53
10	67	3.60	3.60	3.59	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55	3.54
10	68	3.61	3.60	3.60	3.59	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56	3.55	3.55
10	69	3.62	3.61	3.60	3.60	3.59	3.58	3.57	3.57	3.57	3.56	3.55
10	70	3.62	3.62	3.61	3.60	3.60	3.59	3.58	3.57	3.57	3.57	3.56
10	71	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59	3.58	3.57	3.57	3.57	3.56
10	72	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59	3.58	3.57	3.57	3.56
10	73	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59	3.58	3.57	3.56
10	74	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59	3.58	3.57
10	75	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59	3.58
10	76	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60	3.59
10	77	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61	3.60
10	78	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62	3.61
10	79	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62	3.62



D7915 – 14

TABLE A1.1 Continued

<i>r</i>	<i>N</i>	<i>m</i> =0 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =1 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =2 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =3 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =4 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =5 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =6 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =7 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =8 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =9 $\lambda_{critical}$	<i>m</i> =10 $\lambda_{critical}$
10	80	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63	3.62
10	81	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63	3.63
10	82	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64	3.63
10	83	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64	3.64
10	84	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65	3.64
10	85	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65	3.65
10	86	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66	3.65
10	87	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66	3.66
10	88	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67	3.66
10	89	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67	3.67
10	90	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68	3.67
10	91	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68	3.68
10	92	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69	3.68
10	93	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69	3.69
10	94	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70	3.69
10	95	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70	3.70
10	96	3.74	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70	3.70
10	97	3.74	3.74	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71	3.70
10	98	3.75	3.74	3.74	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71	3.71
10	99	3.75	3.75	3.74	3.74	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72	3.71
10	100	3.75	3.75	3.75	3.74	3.74	3.74	3.73	3.73	3.72	3.72	3.72

r = maximum number of outliers to be identified

m = number of observations removed from initial data set DTS₀

BIBLIOGRAPHY

- (1) The ASQC Basic References in Quality Control: Statistical Techniques, Volume 16: "How to Detect and Handle Outliers," Boris Iglewicz and David C. Hoaglin
- (2) Rosner, Bernard, "Percentage Points for a Generalized ESD Many-Outlier Procedure," Technometrics 25: 165-172

RELATED MATERIAL

ASTM Research Report D2-1481—Tutorial for Generalized Extreme Studentized Deviate Many Outlier Procedure

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; http://www.copyright.com/

Apêndice A – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C, Rodada: 3ª/2016.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos	
Critério de Ecore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)
	Questionável ($2 < z < 3$)
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)

Z _{nlQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{nlQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)	Critério Z _{ASTM}
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,16	-2,02	-1,72	Questionável pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
2,88	2,70	2,34	Questionável pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-3,60	-3,37	-2,88	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-4,32	-4,05	-3,46	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	1,3
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
2,84	2,66	2,31	Questionável pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
10,79	10,12	8,71	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
2,88	2,70	2,34	Questionável pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
11,39	10,67	9,19	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
2,16	2,02	1,76	Questionável pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-6,51	-6,10	-5,22	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD

-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-5,58	-5,23	-4,47	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1776,70	1665,65	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,24	0,22	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,16	-2,02	-1,72	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1780,66	1669,36	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
6,12	5,73	4,94	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,32	0,30	0,28	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
7,19	6,74	5,81	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
42,81	40,13	34,49	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
9,67	9,07	7,8	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,52	2,36	2,05	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,52	-2,36	-2,01	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,40	0,37	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,16	2,02	1,76	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,52	-2,36	-2,01	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,52	2,36	2,05	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
4,32	4,05	3,49	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,3
-0,22	-0,20	-0,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,80	1,69	1,47	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1781,38	1670,04	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
3,60	3,37	2,92	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,16	-2,02	-1,72	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,15	1,08	0,95	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,16	2,02	1,76	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,18	0,17	0,16	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,60	3,37	2,92	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,16	-2,02	-1,72	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-5,32	-4,99	-4,27	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,3
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,44	1,35	1,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-17,48	-16,39	-14,06	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,80	-1,69	-1,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,08	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1774,18	1663,29	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,6	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,08	-1,01	-0,85	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,36	0,34	0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,72	-0,67	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,67	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,36	-0,34	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,35	-1,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

Apêndice B – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Viscosidade Cinemática a 100 °C, Rodada: 1ª/2017.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos					
Critério de Escore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)				
	Questionável ($2 < z < 3$)				
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)				

Z _{niQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{niQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)	Critério Z _{ASTM}
-2,70	-2,36	-1,13	Questionável pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
3183,21	2785,31	#	Insatisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
-0,96	-0,84	-0,42	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,73	1,52	0,68	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,96	0,84	0,37	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,02	-0,02	-0,04	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,89	-2,53	-1,21	Questionável pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,12	-1,85	-0,90	Questionável pelo Z _{niQR} e Satisfatório pelo Z _{MADe}	Aceito
-1,73	-1,52	-0,74	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,31	-2,02	-0,98	Questionável pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
2,70	2,36	1,08	Questionável pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
3190,92	2792,05	#	Insatisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
-1,54	-1,35	-0,66	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
3181,28	2783,62	#	Insatisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
5,40	4,72	2,18	Insatisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	3
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
3190,92	2792,05	#	Insatisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Rejeitado por GESD
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,18	-1,91	-0,92	Questionável pelo Z _{niQR} e Satisfatório pelo Z _{MADe}	Aceito
1,54	1,35	0,60	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z _{niQR} e Z _{MADe}	Aceito

-2,89	-2,53	-1,21	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
15,42	13,49	6,29	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,2,3
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,16	1,01	0,45	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,35	-1,18	-0,58	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-173,25	-151,59	-71,01	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-2,70	-2,36	-1,13	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,16	1,01	0,45	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,54	-1,35	-0,66	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,31	2,02	0,92	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
15,42	13,49	6,29	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,2,3
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3188,99	2790,37	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-5,78	-5,06	-2,40	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,35	-1,18	-0,58	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-41,82	-36,59	-17,16	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,85	-3,37	-1,61	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3187,07	2788,68	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-1,73	-1,52	-0,74	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,54	-1,35	-0,66	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,08	2,70	1,24	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,35	-1,18	-0,58	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-4,67	-4,08	-1,94	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,96	0,84	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,54	-1,35	-0,66	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,35	-1,18	-0,58	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3199,59	2799,64	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,96	0,84	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,96	-0,84	-0,42	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-15,80	-13,83	-6,50	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,16	1,01	0,45	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
5,97	5,23	2,42	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-2,12	-1,85	-0,90	Questionável pelo Z_{nIQR} e Satisfatório pelo Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,96	-0,84	-0,42	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,96	-0,84	-0,42	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,96	-0,84	-0,42	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,26	2,85	1,31	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,77	0,67	0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,70	1,48	0,67	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,70	2,36	1,08	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3189,57	2790,87	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
8,48	7,42	3,45	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,2,3
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,69	-0,61	-0,31	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3187,07	2788,68	#	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,93	1,69	0,76	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,39	0,34	0,13	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,16	1,01	0,45	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,94	-0,83	-0,41	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,96	0,84	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-8,29	-7,25	-3,42	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,2,3
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,39	-0,34	-0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,51	-0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,17	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
5,01	4,38	2,02	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,35	1,18	0,52	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,96	0,84	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,93	-1,69	-0,82	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,16	1,01	0,45	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,28	-2,87	-1,37	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,17	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,51	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,66	3,20	1,47	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,77	-0,67	-0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,16	-1,01	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

Apêndice C – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Poc. A, Rodada: 3ª/2016.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos					
Critério de Escore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)				
	Questionável ($2 < z < 3$)				
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)				

Z _{nIQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{nIQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)	Critério Z _{ASTM}
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,04	-2,36	-1,59	Questionável pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,17	-1,35	-0,94	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,75	-2,02	-1,38	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Questionável pelo Z _{MADe}	Aceito
-0,44	-0,51	-0,40	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-2,04	-2,36	-1,59	Questionável pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,29	-0,34	-0,29	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,15	-0,17	-0,18	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,15	-0,17	-0,18	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,15	0,17	0,04	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,88	-1,01	-0,72	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,15	0,17	0,04	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,31	1,52	0,91	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,17	-1,35	-0,94	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,75	-2,02	-1,38	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Questionável pelo Z _{MADe}	Aceito
1,02	1,18	0,69	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
2,04	2,36	1,46	Questionável pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,46	-1,69	-1,16	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito

-0,15	-0,17	-0,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,02	-1,18	-0,83	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,02	1,18	0,69	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,19	2,53	1,56	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,73	0,84	0,48	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,48	2,87	1,78	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,21	3,71	2,33	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,17	1,35	0,80	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,75	2,02	1,24	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-0,29	-0,34	-0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,92	-3,37	-2,25	Questionável pelo Z_{nIQR} e Insatisfatório pelo Z_{MADe}	3
-0,29	-0,34	-0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
4,08	4,72	2,98	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-3,21	-3,71	-2,47	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-0,44	-0,51	-0,40	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
4,67	5,40	3,42	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,3
-1,02	-1,18	-0,83	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,31	-1,52	-1,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,88	1,01	0,58	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,17	-1,35	-0,94	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,75	2,02	1,24	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-0,88	-1,01	-0,72	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,17	-1,35	-0,94	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
8,17	9,44	6,03	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
1,02	1,18	0,69	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,17	1,35	0,80	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,73	-0,84	-0,61	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
5,83	6,74	4,29	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,29	-0,34	-0,29	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,02	1,18	0,69	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,29	0,34	0,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-4,08	-4,72	-3,12	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,3
7,58	8,77	5,60	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,31	1,52	0,91	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	-0,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,02	1,18	0,69	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
7,00	8,09	5,16	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
2,33	2,70	1,67	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,58	-0,67	-0,50	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,58	0,67	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

Apêndice D – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Ponto de Fulgor, PM vaso fechado, Poc. A, Rodada: 1ª/2017.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos					
Critério de Escore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)				
	Questionável ($2 < z < 3$)				
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)				
Z _{nIQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{nIQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)		Critério Z _{ASTM}
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-1,24	-1,85	-0,63	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-0,22	-0,34	0,10	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-0,11	-0,17	0,18	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,79	1,18	0,83	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-2,25	-3,37	-1,35	Questionável pelo Z _{nIQR} e Insatisfatório pelo Z _{MADe}		Aceito
-0,45	-0,67	-0,06	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-1,35	-2,02	-0,71	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Questionável pelo Z _{MADe}		Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
6,74	10,12	5,11	Insatisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Rejeitado por GESD
0,90	1,35	0,91	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,22	0,34	0,42	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,11	0,17	0,34	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-0,45	-0,67	-0,06	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-0,67	-1,01	-0,22	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
2,92	4,38	2,36	Questionável pelo Z _{nIQR} e Insatisfatório pelo Z _{MADe}		3
-4,50	-6,74	-2,97	Insatisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		3
3,15	4,72	2,53	Insatisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		3
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-4,50	-6,74	-2,97	Insatisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		3
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
-1,12	-1,69	-0,55	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
1,24	1,85	1,15	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}		Aceito

-1,24	-1,85	-0,63	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,11	0,17	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,35	2,02	1,23	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,45	-0,67	-0,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,11	-0,17	0,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,45	-0,67	-0,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,34	0,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,34	-0,51	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,34	0,51	0,51	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,11	0,17	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,80	-2,70	-1,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-3,15	-4,72	-2,00	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,01	-1,52	-0,46	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,79	-1,18	-0,30	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,90	1,35	0,91	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{IQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,80	2,70	1,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,34	0,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,25	-3,37	-1,35	Questionável pelo Z_{nIQR} e Insatisfatório pelo Z_{MADe}	Aceito
1,12	1,69	1,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,92	-4,38	-1,84	Questionável pelo Z_{nIQR} e Insatisfatório pelo Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-5,17	-7,76	-3,46	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,23
0,90	1,35	0,91	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,34	-0,51	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,34	0,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,34	0,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,24	-1,85	-0,63	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,15	-4,72	-2,00	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,11	0,17	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,91	-2,87	-1,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
-6,52	-9,78	-4,43	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
1,12	1,69	1,07	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,45	0,67	0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,90	-1,35	-0,38	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,34	-0,51	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,04	-4,55	-1,92	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,12	-1,69	-0,55	Satisfatório pelo Z_{IQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,67	-1,01	-0,22	Satisfatório pelo Z_{IQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,22	0,34	0,42	Satisfatório pelo Z_{IQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,22	0,34	0,42	Satisfatório pelo Z_{IQR} e Z_{MADe}	Aceito
8,21	12,31	6,16	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,11	0,17	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,35	-2,02	-0,71	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito
1,91	2,87	1,64	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Questionável pelo Z_{MADe}	Aceito

Apêndice E – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Elemento Zinco, ICP - AES, Rodada: 3ª/2016.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos	
Critério de Escore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)
	Questionável ($2 < z < 3$)
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)

Z _{nlQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{nlQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)	Critério Z _{ASTM}
-1,48	-1,47	-0,90	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,54	-0,53	-0,33	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
3,25	3,23	1,95	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
4,10	4,08	2,46	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
0,92	0,91	0,55	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,96	-1,95	-1,18	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,00	0,99	0,60	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,53	-0,52	-0,32	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,57	0,56	0,34	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,95	-0,94	-0,57	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,07	-0,07	-0,05	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,25	-0,25	-0,16	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,68	1,67	1,00	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,73	-0,72	-0,44	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,66	0,66	0,39	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-3,69	-3,67	-2,22	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
-1,29	-1,29	-0,78	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,06	-0,06	-0,04	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,58	1,57	0,94	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-4,80	-4,77	-2,89	Insatisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	3
0,25	0,25	0,15	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,95	-0,94	-0,57	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,33	-1,32	-0,80	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,22	-0,22	-0,14	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,03	-0,03	-0,02	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,28	0,28	0,17	Satisfatório pelo Z _{nlQR} e Z _{MADe}	Aceito

-1,17	-1,17	-0,71	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,29	1,29	0,77	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,19	0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,92	1,91	1,15	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,91	3,89	2,35	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,79	-0,78	-0,48	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,50	0,50	0,30	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,00	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,32	0,31	0,19	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,57	0,56	0,34	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,22	-0,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,79	0,78	0,47	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,41	-0,41	-0,25	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,33	-1,32	-0,80	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,83	-1,82	-1,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-25,68	-25,53	-15,44	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
-3,66	-3,64	-2,20	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,86	1,85	1,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,88	-3,86	-2,34	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,19	0,19	0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,85	0,85	0,51	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,66	-0,66	-0,40	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,88	-0,88	-0,53	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,01	1,00	0,60	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,58	-1,57	-0,95	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,39	-2,38	-1,44	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,57	-0,56	-0,35	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,69	-0,69	-0,42	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,00	0,00	0,00	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,06	-0,06	-0,04	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,64	1,63	0,98	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
4,89	4,86	2,93	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-0,25	-0,25	-0,16	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,28	0,28	0,17	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,16	0,16	0,09	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,73	0,72	0,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,22	-0,22	-0,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,38	0,38	0,22	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,83	0,82	0,49	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,44	0,44	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,50	0,50	0,30	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,66	-3,64	-2,20	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3

-0,19	-0,19	-0,12	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,09	-0,09	-0,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,56	2,54	1,53	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,76	-0,75	-0,46	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
5,02	4,99	3,01	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	1,2,3
0,03	0,03	0,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,06	-0,06	-0,04	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,77	1,76	1,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,41	0,41	0,24	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,04	-1,04	-0,63	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,30	2,29	1,38	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,13	-0,13	-0,08	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,70	-1,69	-1,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,19	-0,19	-0,12	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,92	-0,91	-0,55	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,50	3,48	2,10	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,44	0,44	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,54	-0,53	-0,33	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,41	0,41	0,24	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,33	1,32	0,79	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,28	-3,26	-1,98	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,54	0,53	0,32	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,70	-1,69	-1,03	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,60	-0,60	-0,36	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,63	0,63	0,38	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,20	-1,19	-0,72	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,66	-0,66	-0,40	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,19	0,19	0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

Apêndice F – Resultado do estudo dos impactos pontuais relacionados às avaliações de desempenho segundo cada protocolo aplicado para o Ensaio de Elemento Zinco, ICP - AES, Rodada: 1ª/2017.

Comparação Protocolo ASTM x Novos Protocolos				
Critério de Escore-z pela ISO 13528	Satisfatório ($ z \leq 2$)			
	Questionável ($2 < z < 3$)			
	Insatisfatório ($ z \geq 3$)			

Z _{nIQR}	Z _{MADe}	Z _{ASTM}	Critério Z _{nIQR} e Z _{MADe} (ISO 13528)	Critério Z _{ASTM}
0,54	0,55	0,53	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,86	0,87	0,78	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,00	1,01	0,89	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,16	-1,17	-0,83	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,54	0,55	0,53	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,06	1,07	0,94	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,66	-0,67	-0,43	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,94	0,95	0,85	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,40	-1,42	-1,02	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,52	0,53	0,51	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,14	0,14	0,21	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,28	0,28	0,32	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,66	-0,67	-0,43	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,60	-1,62	-1,18	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,67	0,68	0,63	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,82	-1,84	-1,36	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,76	-0,77	-0,51	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,54	1,56	1,32	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,24	0,24	0,29	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,46	-0,47	-0,27	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,24	0,24	0,29	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
1,98	2,00	1,68	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,44	-0,45	-0,26	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
0,22	0,22	0,27	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,22	-1,23	-0,88	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,66	-0,67	-0,43	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,26	-0,26	-0,11	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-1,06	-1,07	-0,75	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito
-0,26	-0,26	-0,11	Satisfatório pelo Z _{nIQR} e Z _{MADe}	Aceito

-1,66	-1,68	-1,23	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,56	0,57	0,54	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,80	-0,81	-0,54	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,24	-1,25	-0,89	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,34	0,34	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,80	-3,84	-2,94	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,58	0,59	0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,68	-3,72	-2,84	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,82	1,84	1,55	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,10	-0,10	0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,16	0,16	0,22	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,12	-0,12	0,00	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,10	0,10	0,18	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,18	1,19	1,04	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-3,72	-3,76	-2,87	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
-1,42	-1,44	-1,04	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,78	-2,81	-2,12	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
0,70	0,71	0,65	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,14	1,15	1,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-21,44	-21,71	-17,03	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Rejeitado por GESD
0,34	0,34	0,37	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,24	-0,24	-0,10	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,66	-0,67	-0,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-2,06	-2,08	-1,55	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,46	-0,47	-0,27	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,06	-0,06	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,34	2,37	1,96	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
2,10	2,12	1,77	Questionável pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
3,42	3,46	2,83	Insatisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	3
1,34	1,36	1,16	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,26	-0,26	-0,11	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,66	-0,67	-0,43	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,14	-0,14	-0,02	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,78	-0,79	-0,53	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,16	0,16	0,22	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,11	-1,13	-0,79	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,96	-1,98	-1,47	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,48	0,49	0,48	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,14	0,14	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,88	0,89	0,80	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,80	-0,81	-0,54	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-1,44	-1,46	-1,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,14	0,14	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,20	-0,20	-0,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,06	0,06	0,14	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,21	0,21	0,26	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito

0,14	0,14	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,38	0,38	0,40	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,86	-0,87	-0,59	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,14	1,15	1,01	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,82	-0,83	-0,56	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,46	0,47	0,46	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,72	0,73	0,67	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,48	1,50	1,28	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,62	-0,63	-0,40	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,20	-0,20	-0,06	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
1,34	1,36	1,16	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
0,14	0,14	0,21	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito
-0,06	-0,06	0,05	Satisfatório pelo Z_{nIQR} e Z_{MADe}	Aceito