

RAE - CEA - 9312

**RELATÓRIO DE ANÁLISE ESTATÍSTICA SOBRE O
PROJETO: "PROGRAMA DE CERTIFICAÇÃO DE
MATERIAIS ESTRATÉGICOS"**

**Lisbeth Kaiserlian Cordani
Erika Tiemi Fukunaga**

São Paulo, novembro de 1993.

CENTRO DE ESTATÍSTICA APLICADA - CEA
RELATÓRIO DE ANÁLISE ESTATÍSTICA - NÚMERO 12 \ 93
- CÓDIGO 93P13

TÍTULO: Relatório de análise estatística sobre o projeto : programa de certificação de materiais estratégicos.

PESQUISADOR: Jorge Eduardo de Souza Sarkis.

INSTITUIÇÃO: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

COLABORADORES: Elaine A. J. Martins, Emilio Carlos B. Hespanhol e Maurício H. Kakazu.

FINALIDADE: Desenvolvimento de programa institucional.

RESPONSÁVEIS PELA ANÁLISE : Profa. Lisbeth Kaiserlian Cordani e Erika Tiemi Fukunaga.

REFERÊNCIAS DESTE TRABALHO :

Cordani, L. K.; Fukunaga, E. T. **Relatório de análise estatística sobre o projeto: programa de certificação de materiais estratégicos.** São Paulo, IME - USP, 1993. 41p. (RAE-CEA-9312)

FICHA TÉCNICA:

BIBLIOGRAFIA:

BARNETT, V. D. and LEWIS, T. (1979). **Outliers in statistical data.** Chichester: John Wiley. 365p.

BEYRICH, W. ; GOLLY, W. ; PETER, N.; and SEIFERT, R. (1990). **The Dod method.** Karlsruhe: Kernforschungszentrum. 48p. (KFK 4721 / EUR 11398EN)

- BLOW, L. (1988). **Quattro: the professional spreadsheet made easy**. Berkeley : McGraw-Hill. 600p.
- BUSSAB, W. O. e MORETTIN, P. A. (1987). **Estatística Básica**. 4. ed. São Paulo: Atual. 321p.
- CORDANI, L. K. e YAMAMOTO, W. H. (1992). **Programa de certificação de materiais estratégicos**. São Paulo: IME - USP. 42p. (RAE - CEA - 9215).
- CORDANI, L. K. e FUKUNAGA, E. T. (1993). **Análise estatística de dados provenientes de programa de certificação química de compostos de urânio**. São Paulo: IPEN - SP. 21p. (Relatório - CNPq).
- DIXON, W. J. (1953). Processing data for outliers. **Biometrics**, **9**, 74 - 89.
- GRUBBS, F. E. (1950). Sample criteria for testing outlying observations. **Annals of Mathematical Statistics**, **21**, 27-58.
- GRUBBS, F. E. (1969). Procedures for detecting outlying observations in samples. **Technometrics**, **11**, 1 - 21.
- MICROSOFT WORD FOR WINDOWS - Reference Manual (1991). Redmond: Microsoft Corporation. 890p.
- NETER, J. ; WASSERMAN, W. and KUTNER, M. H. (1985). **Applied Linear Statistical Models**. 2. ed. Homewood: Richard D. Irwin. 547p.
- NORTON EDITOR - A programmer's full screen editor (1986). Version 1.3b. EUA: S. Relfel & Co.
- RYAN , T. A. ; JOINER, B. L. and RYAN, B. F. (1981). **Minitab Reference Manual**. University Park: Thomas A. Ryan, Jr. 154p.
- RYAN, T. A. ; JOINER, B. L. and RYAN, B. F. (1985). **MINITAB Student Handbook**. Boston: Duxbury. 374p.

VERDINGHT, V. ; LE DUIGOU, Y. and BICKEL, M. (1991). **Interlaboratory comparison exercise for the determination of uranium by potentiometric titration (first phase)**. In: Annual symposium on safeguards and nuclear material management, 13, Avignon, European safeguards research and development association, 195-201.

WINER, B. J. (1971). **Statistical principles in experimental design**. 2. ed. New York: McGraw - Hill. 907 p.

YOUNDEN, W. J. and STEINER, E. H. (1975). **Statistical manual of the Association of Official Analytical Chemists**. Washington: Association of Official Analytical Chemists. 88p.

PROGRAMAS DE COMPUTAÇÃO:

- MINITAB (versão 8.0)
- NORTON (versão 1.3b)
- QUATTRO.PRO (versão 3.01)
- WORD FOR WINDOWS (versão 2.0)

TÉCNICAS ESTATÍSTICAS UTILIZADAS:

[Entre parênteses encontra-se a classificação " Statistical Theory & Method Abstracts (ISI) "]

- Análise descritiva unidimensional (03:010)
- Análise de componentes de variância (08:020)
- Método da distribuição das diferenças - DoD (08:990)

ÁREA DE APLICAÇÃO:

- Química (14:990)

ÍNDICE

Ficha técnica.....	2
Resumo.....	6
1 - Introdução.....	7
2 - Descrição do experimento	7
3 - Descrição das variáveis.....	9
4 - Análise descritiva	9
5 - Testes preliminares	14
6 - Análise inferencial	16
6.1 - Análise de variância	17
6.2 - DoD	21
7 - Conclusão.....	22
Apêndice A - Dados originais	24
Apêndice B - Gráficos.....	27
Apêndice C - Medidas descritivas	35
Apêndice D - Intervalo de confiança	38

Resumo

Em análises químicas, materiais de alta pureza necessitam ter suas características comprovadas antes do seu efetivo uso. Esta comprovação normalmente é realizada através de programas de intercomparação analítica envolvendo diferentes laboratórios e técnicas. Este projeto tem como objetivo analisar um programa simulado de intercomparação no intuito de compreender os processos estatísticos utilizados, para aplicá-los futuramente em um programa real de certificação de materiais no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

1. Introdução

O Centro de Estatística Aplicada (CEA) vem desenvolvendo desde agosto de 1992 um programa de colaboração conjunta com o Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), no que corresponde à análise estatística de um conjunto de simulações de um programa de certificação de compostos de urânio de elevada pureza. Foram realizadas três simulações, sendo que as 2 primeiras já foram analisadas: a primeira pelo CEA (Cordani e Yamamoto, 1992) e a segunda com a colaboração do CEA (Cordani e Fukunaga, 1993).

A certificação química destes compostos é realizada por meio de análise de teor de impurezas, da estequiometria do composto, e de um grande número de determinações do teor do elemento em questão feitas em laboratórios de reconhecida competência, bem como de um rigoroso tratamento estatístico para avaliação dos dados feito pelo laboratório padrão que gerou o programa. Embora já exista no IPEN uma grande competência em análises químicas de compostos de urânio, até hoje não foi gerado um programa de certificação destes materiais .

Este projeto tem como objetivo analisar programas simulados de intercomparação para compreender seu funcionamento, visando futuramente à organização de um programa real de certificação de materiais.

2. Descrição do experimento

Nesta terceira simulação procurou-se reproduzir um exercício de intercomparação realizado em Geel na Bélgica, pelo Central Bureau for Nuclear Measurements (Verdinght et al., 1991). Esta simulação foi realizada no período de 16/04/93 a 23/08/93, e dela participaram 15 operadores, funcionários e estagiários do IPEN - SP, simulando os laboratórios.

Cada operador recebeu no início da simulação 12 ampolas, sendo que 6 eram da solução denominada " A " e 6 eram da solução " B ". As ampolas estavam lacradas e marcadas e os operadores tinham ciência de que as 2 soluções possuíam concentrações diferentes de urânio. O operador deveria analisar cada ampola com o objetivo de determinar a concentração de urânio na solução.

O experimento foi realizado conforme o seguinte esquema:

	SOLUÇÃO	TEMPO1	TEMPO2	TEMPO3
OPERADOR	A	2 ampolas	2 ampolas	2 ampolas
i	B	2 ampolas	2 ampolas	2 ampolas

onde $i = 1, \dots, 15$.

O intervalo de tempo entre as análises foi de um mês, ou seja, o experimento foi realizado nos tempos: " zero ", 30 dias e 60 dias. A técnica utilizada para a determinação da concentração de urânio foi a volumetria. A descrição desta técnica, assim como os cálculos necessários para a determinação do valor da concentração de urânio podem ser encontrados em Cordani e Yamamoto (1992). Os resultados obtidos pelos operadores para as análises realizadas podem ser encontrados no Apêndice A.

Os valores " teóricos ", que serão chamados de valores de referência para as concentrações de urânio das 2 soluções, foram fornecidos pelos coordenadores do projeto:

SOLUÇÃO A = 7.169 mg/g

SOLUÇÃO B = 7.441 mg/g

O objetivo da simulação é obter um valor certificado para a concentração de urânio e compará-lo com o valor de referência fornecido pelos coordenadores, procurando detectar possíveis problemas que podem aparecer em um programa de intercomparação real.

3. Descrição das variáveis

Neste estudo foram considerados três fatores: solução, tempo e operador.

Fator 1 : solução (diferentes concentrações de urânio)

2 níveis: solução A e solução B

Fator 2 : tempo

3 níveis: " zero ", 30 dias e 60 dias

código: 1 - zero, 2 - 30 dias e 3 - 60 dias

Fator 3 : operador

15 níveis: 15 operadores (funcionários e estagiários)

código: 1-15

Variável resposta:

- CONCENT : concentração de urânio (mg de urânio/g de solução)

Com relação às simulações anteriores houve neste exercício a introdução de 2 novos fatores: 2 soluções com concentrações de urânio diferentes e 3 tempos.

4. Análise descritiva

Para avaliar o comportamento da variável resposta (CONCENT), foram construídos inicialmente, os chamados "dotplots" (Ryan et al., 1985), onde cada ponto representa o resultado de uma análise realizada. Os " dotplots " foram feitos com todas as análises (ver Apêndice B): por operador, por solução e por tempo.

Observando o gráfico B.1 (por operador) pode-se notar que:

- É possível distinguir para a maioria dos operadores as análises referentes à solução A daquelas referentes à solução B (as soluções possuem concentrações de urânio distintas).

- Alguns operadores apresentaram resultados dispersos, entre eles encontram-se os operadores 6, 7, 10, 11, 12 e 15. Entre eles destaca-se o operador 7 pela alta variabilidade. O operador 10 apresentou 2 resultados à direita bem distantes dos demais que poderiam ser candidatos a " outliers " (pontos discrepantes).

- Em quatro operadores (5, 7, 10, 12) pontos referentes à solução A encontram-se na faixa de concentração da solução B, ou seja, estão confundidos com pontos referentes à solução B. No caso do operador 7, observa-se 2 pontos da solução B confundidos com pontos da solução A. Como estes pontos ocorreram no mesmo tempo (tempo " zero ") existe a suspeita de uma possível troca (de ampolas ou de resultados), dado que segundo os responsáveis pelo projeto não houve erro de digitação. Como não houve possibilidade de confirmar esta suspeita, os dados originais serão mantidos inicialmente e submetidos à análise com os demais.

Pode-se observar pelo gráfico B.2 (por solução) que:

- Da mesma forma que no gráfico anterior fica evidente a distinção entre as concentrações de urânio para as soluções A e B, ou seja, nota-se que a maioria das determinações da solução A encontram-se nas faixas mais baixas (em torno de 7.15) enquanto que a maioria das determinações da solução B encontram-se nas faixas mais altas (em torno de 7.40). Outro fato observado é que aparentemente os dados apresentam um comportamento aproximadamente simétrico, a menos de alguns pontos discrepantes.

Pode-se observar pelo gráfico B.3 (por tempo) que:

- Novamente é possível distinguir as 2 soluções caracterizadas pelos 2 grupos observados para cada tempo. Existe uma diferença visível de comportamento entre os tempos, onde no tempo " zero " os dados parecem " mais comportados ".

Outra técnica descritiva utilizada foi a construção de " boxplots " (Bussab e Morettin, 1987), onde é possível avaliar a simetria dos dados e detectar a possível presença de " outliers ". Considerou-se os dados por solução, ou seja, para esta técnica foram considerados em separado os dados das 2 soluções. Foram construídos os "boxplot" por operador e por tempo (ver Apêndice B).

Pelo gráfico B.4 (solução A) pode-se observar que:

- Observa-se um comportamento diferente entre os operadores quanto à variabilidade, destacando-se o operador 7, que apresentou a mais alta delas.
- Foi detectado um *provável* " outlier " no operador 5.

Pelo gráfico B.5 (solução B) pode-se observar que:

- Ao contrário da solução A, na solução B a maioria dos operadores apresentou valores menos dispersos com exceção dos operadores 7 e 10. Para este último operador há 2 observações discrepantes que não foram detectadas como tal pelo " boxplot ", pois uma encobre o efeito da outra.

Pelo gráfico B.6 (solução A) pode-se observar que:

- Foi detectada a presença de 4 *possíveis* " outliers " e 3 *prováveis* " outliers ", sendo que os 3 *prováveis* " outliers " ocorreram no tempo inicial (" zero "), indicando talvez algum problema de ajuste inicial do experimento.

Pelo gráfico B.7 (solução B) pode-se observar que:

- Foram detectados 2 *possíveis* " outliers " e 3 *prováveis* " outliers ", sendo que 2 entre os 3 *prováveis* " outliers " detectados ocorreram no tempo 3 (60 dias) e referem-se ao operador 10, onde existe forte evidência de um erro sistemático conforme comentários anteriores.

- Ocorre um ligeiro deslocamento à direita para a mediana com o decorrer do tempo.

Foram calculadas as seguintes medidas descritivas para cada uma das soluções (ver Apêndice C): média, mediana, desvio-padrão(D.P.), coeficiente de variação (C.V. = D.P./ média), mínimo e máximo. Essas medidas foram feitas por operador e por tempo para cada solução.

Analisando os resultados das 2 soluções por operador (Tabelas C.1 e C.3) temos que para a solução A os operadores que obtiveram resultado médio próximo ao valor de referência (7.169) foram os operadores 1 (7.167) e 14 (7.171). Para a solução B o operador que mais se aproximou do valor de referência (7.441) foi o operador 2 (7.444). Com relação à variabilidade (avaliada aqui pelo desvio-padrão) percebe-se que na solução A os operadores 5, 6, 7, 10 e 12 apresentaram alta variabilidade em relação aos demais operadores. Na solução B foram os operadores 7, 10 e 15 que apresentaram variabilidade elevada.

Para o coeficiente de variação (C.V.) os resultados por operador seriam considerados satisfatórios (pelos coordenadores) quando este coeficiente não excedesse 0,3% ; no entanto, considerando este critério, na solução A apenas o operador 2 obteve resultado considerado satisfatório, e para a solução B o número de operadores com resultados satisfatórios aumentou para 4 , que foram os operadores 1, 2, 9 e 13.

Analisando os resultados das 2 soluções por tempo (Tabelas C.2 e C.4), observa-se que na solução A a maior variabilidade é detectada no tempo 1 ("zero"); tal fato provavelmente ocorre pela presença de *prováveis* "outliers" detectados pelo "boxplot" (ver gráfico B.6). Na solução B a maior variabilidade ocorre no tempo 3 (60 dias), fato que pode estar sendo influenciado pela presença de 2 *prováveis* "outliers", detectados no "boxplot" (ver gráfico B.7). Observando-se as medianas percebe-se que em ambas as soluções as medianas do tempo 1 e 2 são bem próximas, e para o tempo 3 parece existir um pequeno aumento na concentração.

Para ilustrar o que ocorre com (média \pm desvio-padrão) foram construídos 2 tipos de gráficos (ver Apêndice B): um por ordem de operador (gráficos B.8 e B.9) e outro por ordem crescente de média (gráficos B.10 e B.11).

Pelos gráficos por ordem de operador pode-se observar que:

- A maioria dos operadores possui valores médios distintos para a solução A e B e os operadores foram mais precisos nas determinações da solução B. Quanto à variabilidade destacam-se o operador 7 na solução A e o operador 10 na solução B por apresentarem os maiores valores.

Pelos gráficos por ordem crescente de média pode-se observar que:

- A maioria dos operadores apresenta valores médios abaixo do valor de referência tanto na solução A quanto na solução B, ou seja, a simulação está subestimando o valor " teórico " ou este está sendo determinado por excesso. Este fato já foi detectado nas simulações anteriores.

- As 2 soluções apresentaram faixas de valores médios distintas.

Outra técnica descritiva que é utilizada em programas de intercomparação é o diagrama de Youden (Youden and Steiner, 1975). Este diagrama é um gráfico de dispersão onde na abcissa encontram-se as concentrações médias para a solução A e na ordenada encontram-se as concentrações médias para a solução B, e que tem por finalidade detectar possíveis erros sistemáticos cometidos pelos operadores. O desejado seria que os pontos do diagrama formassem uma elipse centrada na intersecção das medianas de cada solução e inclinada de acordo com a reta (bissetriz) que corta o primeiro e o terceiro quadrantes determinados pelas medianas (obs: fez-se uma adaptação do diagrama de Youden original, ao colocar-se a mediana ao invés da média). Foram construídos 3 diagramas, um para cada tempo (ver Apêndice B).

Pelo gráfico B.12 (tempo 1) pode-se observar que:

- O operador 7 encontra-se nitidamente afastado do conjunto de operadores, indicando algum tipo de erro nas determinações deste operador (lembrando a possibilidade de troca entre a solução A e B). Para o operador 6 nota-se a possibilidade de um erro sistemático, pois ambas as concentrações obtidas neste tempo parecem subestimadas quando comparadas com as determinações feitas pelos demais operadores.

Pelo gráfico B.13 (tempo 2) pode-se observar que:

- Neste tempo houve entre os operadores uma dispersão maior, caracterizada por um maior espalhamento dos pontos no diagrama. Tal fato pode estar indicando algum tipo de problema com relação a este período.

Pelo gráfico B.14 (tempo 3) pode-se observar que:

- Para este tempo o operador 10 encontra-se nitidamente afastado do conjunto de pontos, sendo evidenciado um possível erro sistemático.

5. Testes preliminares

A utilização de técnicas estatísticas tradicionais, como análise de variância, requer algumas suposições básicas a respeito dos dados, como normalidade e homocedasticidade (Neter et al., 1985). No entanto, a presença de "outliers" compromete estas suposições, e a literatura apresenta inúmeras técnicas para detecção e eliminação de "outliers" (ver Barnett and Lewis, 1979). É importante ressaltar que qualquer técnica utiliza critérios arbitrários e portanto seus resultados devem ser vistos sempre com cuidado na hora da eliminação.

Em programas de intercomparação é comum a utilização do teste de Dixon (Dixon, 1953) para detecção e eliminação de "outliers". Neste trabalho, optou-se pela utilização dos testes de Dixon e de Grubbs (Grubbs, 1950 e 1969), onde estes testes serão apresentados para 1 e 2 pontos. A finalidade de se fazer o teste com 2 pontos reside no fato de que a presença de 1 "outlier" pode mascarar a presença de outro (este teste será realizado somente quando houver a suspeita - levantada através dos "dotplots" - de que tal fato esteja ocorrendo).

Além destes testes para a detecção e eliminação de " outliers " será realizado o teste de Cochran (Winer,1971) para verificação da suposição de homocedasticidade. A finalidade deste teste é eliminar os operadores que apresentam alta variabilidade, ou seja, baixa precisão.

O procedimento nesta análise preliminar será o seguinte: através do teste de Dixon e Grubbs serão eliminadas as observações por operador que forem detectadas como discrepantes (" outliers ") em pelo menos um dos testes. Após essa análise realiza-se o teste de Cochran e elimina-se os operadores rejeitados pelo teste, isto é, os que apresentarem alta variabilidade (baixa precisão). Em todos os testes utilizou-se o nível de significância de 1 % . Os resultados dos testes realizados para as 2 soluções encontram-se nas Tabelas 5.1 e 5.2 :

Tabela 5.1 - Observações excluídas da análise para a solução A

OPERADORES	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
DIXON OU GRUBBS					1	2								2	
COCHRAN (GRUPO)				X			X			X		X			

Tabela 5.2 - Observações excluídas da análise para a solução B

OPERADORES	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
DIXON OU GRUBBS										2					
COCHRAN (GRUPO)							X								X

Com relação aos resultados obtidos nas Tabelas 5.1 e 5.2, pode-se observar o seguinte:

- Para a solução A o número de observações eliminadas, tanto na detecção de " outliers " quanto na eliminação do operador (por alta variabilidade), foi maior do que para a solução B. Uma possível explicação para tal fato é que ao realizar o experimento os operadores de forma geral realizaram as análises primeiro para a solução A e depois para a solução B; portanto as análises realizadas para a solução A podem estar funcionando como uma possível calibração (treino) dos operadores, daí sua maior variabilidade.

- Em todos os casos em que houve detecção de " outliers " para 2 pontos eles ocorreram para análises realizadas no mesmo período. Este fato pode estar indicando uma possível tendenciosidade do operador (operador 14) ou algum erro sistemático ocasionado por alguma condição de anormalidade do laboratório (operadores 6 e 10).

- No caso do operador 7 onde havia a suspeita de troca de resultados (ou análises) para o tempo 1 , não houve eliminação de pontos " outliers ", mas o operador acabou sendo eliminado pela alta variabilidade, provocada pelas observações suspeitas.

6. Análise inferencial

A proposta para o valor certificado de concentração de urânio é a utilização da média de todas as observações. É necessário associar uma medida de variabilidade a este valor, e uma possível maneira de estimá-la é através de um modelo de análise de variância (Neter et al., 1985). Pelos testes preliminares eliminou-se os possíveis "outliers" e os operadores com alta variabilidade, a fim de se garantir as suposições básicas para a utilização da análise de variância. Portanto, toda a análise feita a partir de agora será realizada com este novo conjunto de dados.

Obs: Como qualquer eliminação é discutível, existe a possibilidade da utilização de métodos robustos, como o DoD (" Distribution of Differences ") desenvolvido por Beyrich et al.(1990) e descrito em Cordani e Yamamoto (1992), que estima a variabilidade sem descartar nenhuma observação (ver seção 6.2).

6.1 Análise de variância

Para este estudo foi proposto um modelo de análise de variância (ANOVA) com 2 fatores aleatórios (operador e tempo), onde um dos fatores é hierárquico (tempo é hierárquico em operador) (Neter et al., 1985). O modelo associado supondo um experimento balanceado é dado por:

$$Y_{ijk} = \mu + O_i + T_{j(i)} + e_{ijk}$$

onde

Y_{ijk} : k - ésima concentração de urânio obtida no j - ésimo tempo dentro do i - ésimo operador ;

μ : média geral (valor de referência) ;

O_i : efeito do i - ésimo operador ;

$T_{j(i)}$: efeito do j - ésimo tempo dentro do i - ésimo operador ;

e_{ijk} : erro aleatório;

$i = 1, \dots, a$ $j = 1, \dots, b$ $k = 1, \dots, r$.

Suposições:

- O_i , $T_{j(i)}$ e e_{ijk} são variáveis aleatórias independentes e identicamente distribuídas, com distribuições $N(0, \sigma_o^2)$, $N(0, \sigma_T^2)$ e $N(0, \sigma^2)$, respectivamente.

- O_i , $T_{j(i)}$ e e_{ijk} são mutuamente independentes.

A Tabela 6.1.1 apresenta um resumo da análise de variância (ANOVA), cujas expressões para as somas de quadrados podem ser encontradas em Neter et al. (1985):

Tabela 6.1.1 - ANOVA

FONTE DE VARIAÇÃO	GRAUS DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MÉDIO (Q.M.)	ESPERANÇA Q.M.
OPERADOR (Op)	a - 1	SQOp	QMOp	$br\sigma_o^2 + r\sigma_T^2 + \sigma^2$
TEMPO (T(Op))	a (b - 1)	SQT(Op)	QMT(Op)	$r\sigma_T^2 + \sigma^2$
RESÍDUO (R)	a b (r - 1)	SQR	QMR	σ^2

Intervalo de Confiança:

Seja \bar{Y} a média de todas as observações. Então, pelo modelo pode-se mostrar que (ver Apêndice D):

$$Var(\bar{Y}) = (br\sigma_o^2 + r\sigma_T^2 + \sigma^2) / abr.$$

Um possível estimador para esta variância é dado por :

$$\hat{Var}(\bar{Y}) = \frac{QMOp}{abr}$$

onde, QMOp é obtido como na Tabela 6.1.1.

Portanto, o intervalo de confiança para o valor teórico de referência com um coeficiente de confiança γ é dado por :

$$\bar{Y} \pm t_{g,\gamma} \sqrt{\frac{QMOp}{abr}}$$

onde

g : graus de liberdade associados a QMOp.

t : quantil $\left(1 - \frac{1-\gamma}{2}\right)$ da distribuição t - Student com g graus de liberdade.

OBS: Como um subproduto desta análise (que foi realizada para produzir uma estimativa para a variância do valor de referência) pode-se testar se existe efeito de tempo dentro de cada operador.

RESULTADOS:

Algumas observações foram eliminadas pelos testes preliminares (Tabelas 5.1 e 5.2), diminuindo o número de níveis do fator tempo e desbalanceando o experimento. Para a utilização do modelo para experimentos balanceados, seria necessário descartar os dados incompletos, e isto representaria uma perda de dados, que seria muito grande principalmente para a solução A (dados referentes a 3 operadores (5,6,14) teriam que ser descartados). A notação apresentada até o momento utilizou experimentos balanceados, mas é possível mostrar que a $Var(\bar{Y})$ é estimada da mesma forma para experimentos não balanceados, isto é, através de QMOp.

Neste estudo, optou-se por realizar ambas as análises (balanceado e não balanceado), onde por não balanceado entendemos os dados originais com as exclusões feitas na seção 5. Verificou-se em ambos os casos que existem evidências de efeito de tempo dentro de cada operador, tanto para a solução A quanto para a solução B ($p < 0.0001$). Com base na análise de variância foram construídos os intervalos de confiança para o valor teórico de referência, com coeficiente de confiança $\gamma = 0,95$, e cujos resultados estão descritos nas Tabelas 6.1.2 e 6.1.3 :

Tabela 6.1.2 - Intervalos de Confiança para o valor de referência (solução A)

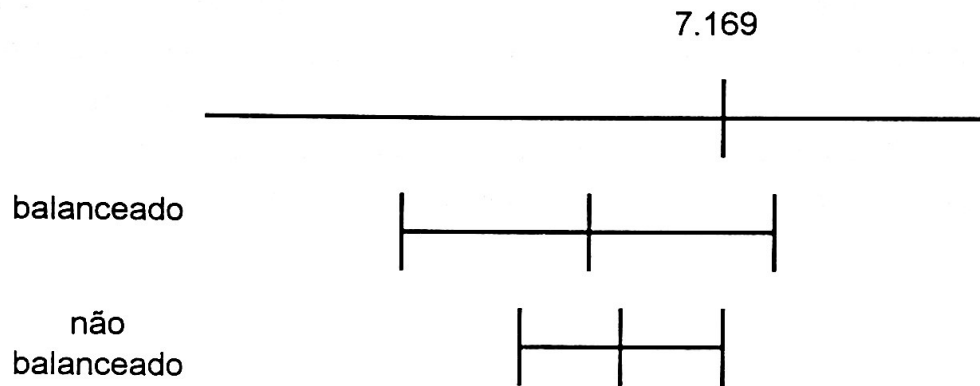
TIPO DE EXPERIMENTO	MÉDIA	QMOp	GRAUS DE LIBERDADE	INTERVALO DE CONFIANÇA
BALANCEADO	7.146	0.0052	6	[7.118 ; 7.173]
NÃO BALANCEADO	7.148	0.0051	10	[7.127 ; 7.169]

Tabela 6.1.3 - Intervalos de Confiança para o valor de referência (solução B)

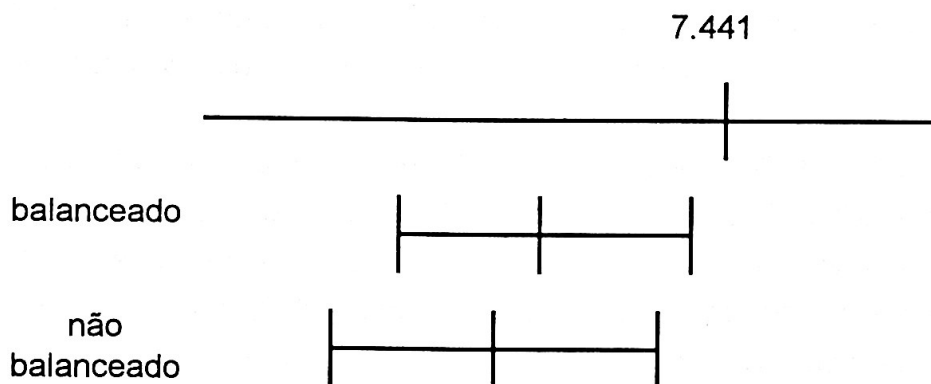
TIPO DE EXPERIMENTO	MÉDIA	QMOp	GRAUS DE LIBERDADE	INTERVALO DE CONFIANÇA
BALANCEADO	7.420	0.0061	11	[7.400 ; 7.440]
NÃO BALANCEADO	7.415	0.0080	12	[7.393 ; 7.437]

Para ilustrar o que ocorre com os intervalos de confiança, mostramos abaixo um esquema dos intervalos em relação ao valor " teórico " (fornecido pelos pesquisadores) :

SOLUÇÃO A



SOLUÇÃO B



Observando-se o esquema acima pode-se perceber que:

- Para a solução A o experimento balanceado apresentou maior variabilidade (indicada pelo tamanho do intervalo); tal fato provavelmente ocorre pelo número de observações que foram descartadas (17), o que aumenta o erro-padrão associado a \bar{Y} .

- Para a solução B o experimento balanceado apresentou menor variabilidade e possui um valor certificado (média) muito mais próximo do valor de referência (7.441) do que o experimento não balanceado. Isto é explicado por dois motivos: na solução B apenas 4 observações (operador 10) foram eliminadas, ou seja, a redução no número de observações não foi tão grande como na solução A; o outro motivo é que entre as observações eliminadas 2 apresentaram valores (7.29323 e 7.31232) relativamente baixos quando comparados ao valor " teórico " de referência (7.441) para esta solução.

6.2 DoD

Como comentado anteriormente qualquer critério de eliminação de " outliers " é arbitrário e o ideal seria adotar uma técnica robusta na qual essa eliminação não fosse necessária. Esta é a proposta do método DoD (" Distribution of Differences ", Beyrich et al. (1990)): trata-se de uma técnica robusta para a estimação do desvio-padrão que será apresentada como uma possível análise alternativa.

Existem 3 variações deste método denominadas: DODU, DODA, e DODM. Para este estudo serão consideradas as 2 últimas variações. Em Cordani e Yamamoto (1992) acham-se descritas essas três abordagens e foi desenvolvido um programa (em Pascal - disponível no CEA) para calcular as correspondentes estimativas. Foram obtidos os resultados descritos na Tabela 6.2.1 para o desvio-padrão (D.P.) estimado por esta técnica:

Tabela 6.2.1 - Resultados do método DoD

variação da técnica	SOLUÇÃO A D. P.	SOLUÇÃO B D. P.
DODA	0.0727	0.0631
DODM	0.0700	0.0629

Pode-se observar que os resultados obtidos pelas 2 variações do método DoD são bem próximos, tanto para a solução A quanto para a solução B.

7. Conclusão

Um dos fatos que deve ser ressaltado para este experimento é que a solução A apresentou maior variabilidade do que a solução B: tal fato provavelmente ocorreu devido à ordem em que o experimento foi realizado. Uma sugestão para um próximo experimento seria sortear a ordem de realização do experimento.

Outro fato observado, e que também ocorreu nas duas simulações anteriores, foi a subestimação do valor " teórico " de referência, ou seja, o valor certificado para as duas soluções ficou abaixo do valor " teórico " de referência. Novamente, coloca-se a questão: o valor " teórico " está sendo superestimado ou a técnica utilizada (volumetria) subestima o valor " teórico " ?

As tabelas 7.1 e 7.2 resumem as principais informações obtidas neste trabalho:

Tabela 7.1 - Resumo das análises para a solução A

conjunto de dados	VALOR CERTIFICADO MÉDIO	MEDIANO*	DODA (C.V.)	DODM (C.V.)	ANOVA (C.V.)
COMPLETO (ORIGINAL - 88)	7.160	7.147	0.0077 (0.11)	0.0075 (0.10)	0.0113 ** (0.16)
NÃO BALANCEADO (S/ OUTLIERS - 59)	7.148	7.142	---	---	0.0093 (0.13)
BALANCEADO (S/ OUTLIERS - 42)	7.146	7.141	---	---	0.0111 (0.16)

Tabela 7.2 - Resumo das análises para a solução B

conjunto de dados	VALOR CERTIFICADO MÉDIO	MEDIANO*	DODA (C.V.)	DODM (C.V.)	ANOVA (C.V.)
COMPLETO (ORIGINAL - 88)	7.418	7.413	0.0067 (0.09)	0.0067 (0.09)	0.0114 ** (0.15)
NÃO BALANCEADO (S/ OUTLIERS - 76)	7.415	7.413	---	---	0.0103 (0.14)
BALANCEADO (S/ OUTLIERS - 72)	7.420	7.416	---	---	0.0111 (0.12)

onde

C. V. : coeficiente de variação = desvio-padrão / média

* : uma proposta alternativa para o valor certificado é dada pela mediana (estimativa robusta)

** : a análise de variância neste caso foi realizada apenas em caráter exploratório, visto que as suposições para esta técnica não estão satisfeitas no conjunto original de dados.

Com relação à solução A os estimadores da variabilidade que apresentaram menores coeficientes de variação foram o DoD (2 versões) e a Anova (não balanceada). Já para a solução B os menores coeficientes de variação foram apresentados pelo DoD (2 versões) e pela Anova (balanceada). Um problema que deve ser observado é que o DoD é um estimador robusto para o desvio-padrão enquanto que a média (proposta para o valor certificado) não é e possivelmente está sendo afetada pelos " outliers ", portanto o coeficiente de variação também pode estar sendo afetado. No caso do DoD, a mediana (estimativa robusta) talvez se aplique melhor como uma proposta para o valor certificado do material.

APÊNDICE A

(DADOS ORIGINAIS)

RESULTADOS DAS ANÁLISES QUÍMICAS

CONCENTRAÇÃO DE URÂNIO EM mg/g

SOLUÇÃO A

OP	TEMPO					
	" ZERO "		30 DIAS		60 DIAS	
1	7.16650	7.15245	7.20556	7.19314	7.13174	7.15282
2	7.18367	7.18123	7.19802	7.19119	7.21566	7.22262
3	7.13661	7.14531	7.19065	7.13811	7.10424	7.09972
4	7.17605	7.15817	7.02596	6.98896	7.15462	7.20280
5	7.48131	7.20172	7.17860	7.16558	7.13723	7.11381
6	6.93278	7.07956	7.19990	7.19546	7.23837	7.19221
7	7.58515	7.25436	6.94839	6.97128	7.05611	7.03104
8	7.10480	7.06558	7.11673	7.14876	7.11916	7.14202
9	7.13930	7.12804	7.12484	7.11561	7.20161	7.20605
10	7.07692	7.15162	7.14170	7.12790	7.37098	7.40913
11	7.09816	7.08250	7.20801	7.19210	7.04140	7.12699
12	7.29445	7.48681	7.11623	7.30959	7.18862	7.15860
13	7.10526	7.12354	7.10288	7.07790	7.18336	7.15146
14	7.13477	7.14174	7.24473	7.23295	7.14552	7.12658
15	7.12873	7.19165	7.05599	7.07311	*	*

OP: OPERADOR

*: O operador 15 não realizou a terceira etapa da simulação

RESULTADOS DAS ANÁLISES QUÍMICAS

CONCENTRAÇÃO DE URÂNIO EM mg/g

SOLUÇÃO B

OP	TEMPO					
	" ZERO "		30 DIAS		60 DIAS	
1	7.40237	7.42210	7.37609	7.37609	7.41013	7.37473
2	7.44574	7.44152	7.41577	7.43335	7.47297	7.45145
3	7.42937	7.44468	7.43022	7.34904	7.37711	7.40699
4	7.36531	7.37245	7.36605	7.38042	7.41029	7.42312
5	7.35290	7.39095	7.41860	7.42706	7.38218	7.41229
6	7.29222	7.27817	7.41682	7.40246	7.43922	7.46228
7	7.11948	7.22988	7.31404	7.33141	7.44225	7.48046
8	7.38270	7.38270	7.46941	7.44651	7.43192	7.39340
9	7.40647	7.41259	7.38259	7.38683	7.43334	7.43883
10	7.37820	7.34848	7.31232	7.29323	7.83885	7.79308
11	7.41354	7.40536	7.43998	7.40640	7.51512	7.55269
12	7.35234	7.36916	7.53074	7.54646	7.42008	7.40427
13	7.42169	7.39892	7.43321	7.40445	7.41629	7.44062
14	7.46232	7.47183	7.50160	7.50160	7.51179	7.49248
15	7.52253	7.51795	7.29970	7.32069	*	*

OP: OPERADOR

*: O operador 15 não realizou a terceira etapa da simulação

APÊNDICE B

(GRÁFICOS)

GRÁFICO B.1 - DOTPLOT POR OPERADOR

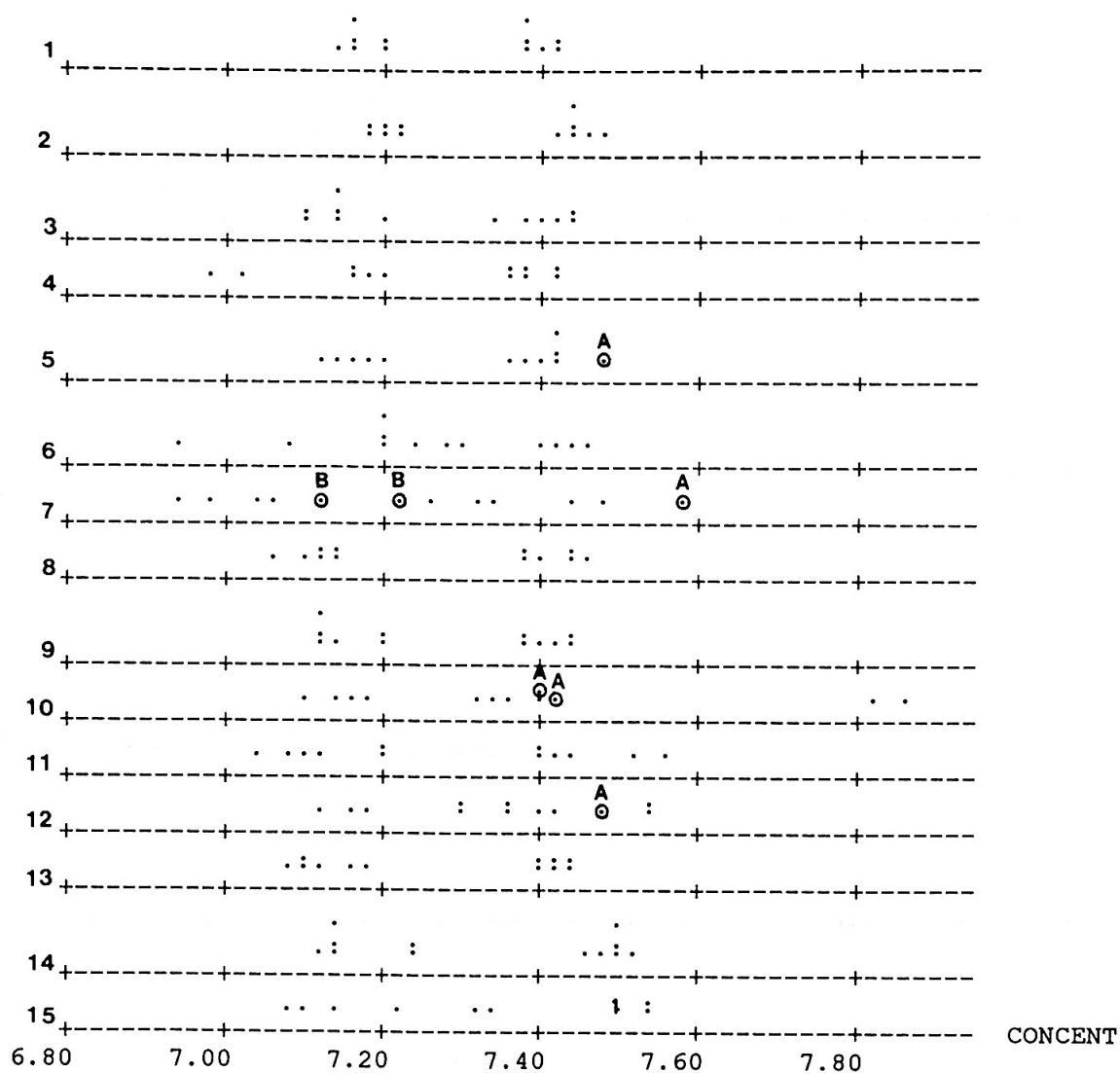


GRÁFICO B.2 - DOTPLOT POR SOLUÇÃO

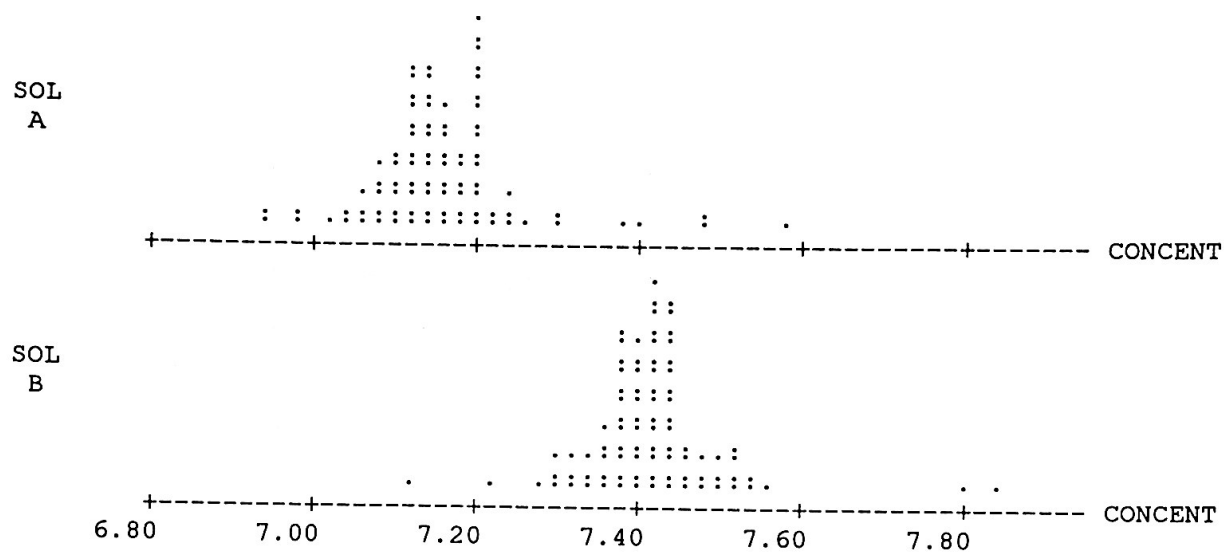


GRÁFICO B.3 - DOTPLOT POR TEMPO

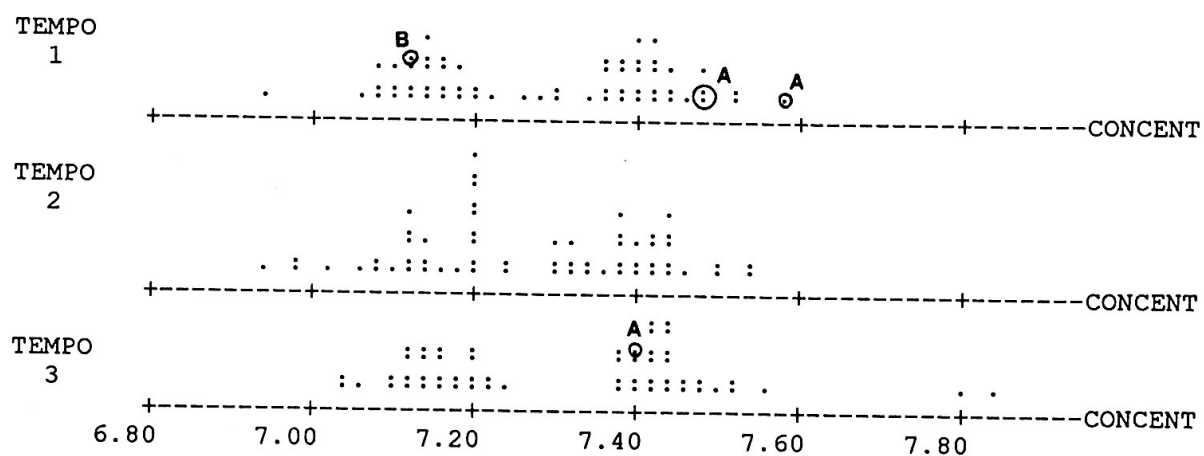


GRÁFICO B.4 - BOXPLOT POR OPERADOR (SOLUÇÃO A)

OPERADOR

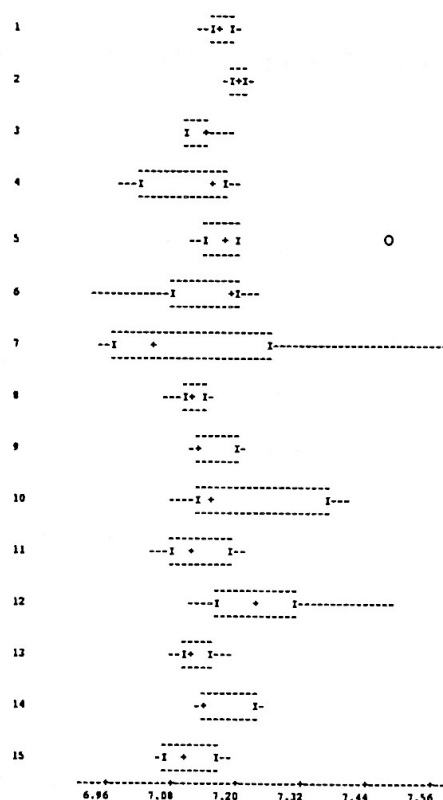


GRÁFICO B.5 - BOXPLOT POR OPERADOR (SOLUÇÃO B)

OPERADOR

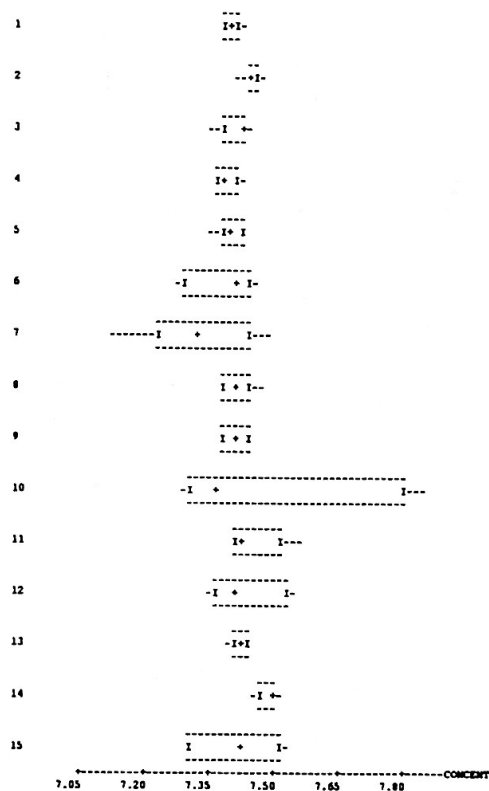


GRÁFICO B.6 - BOXPLOT POR TEMPO (SOLUÇÃO A)

TEMPO

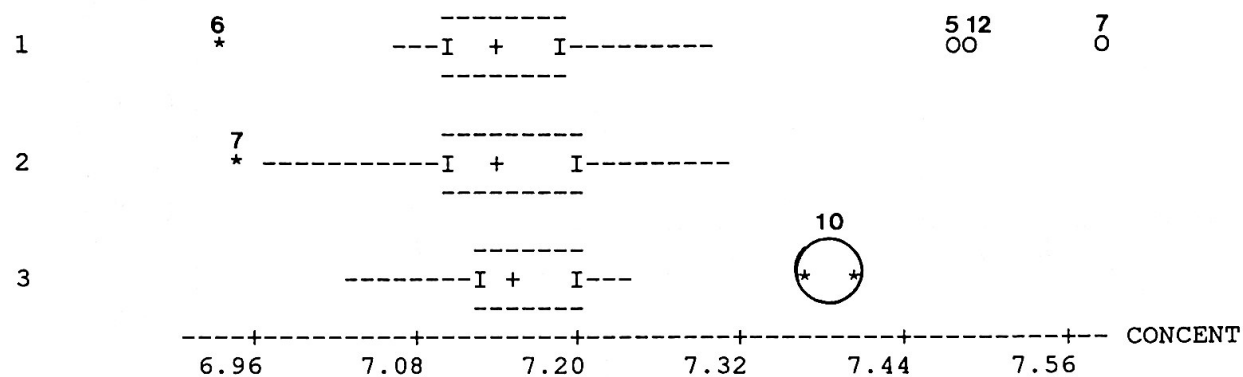


GRÁFICO B.7 - BOXPLOT POR TEMPO (SOLUÇÃO B)

TEMPO

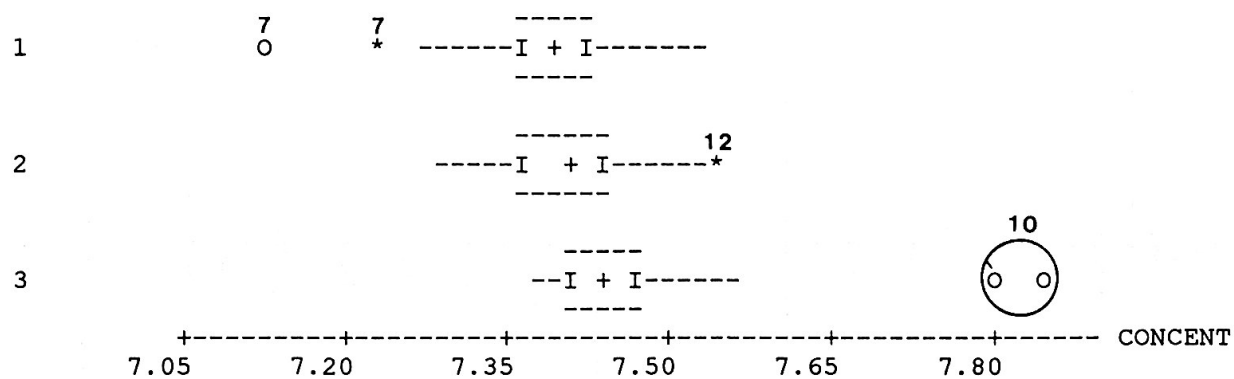


GRÁFICO B.8 - MÉDIAS E DESVIOS-PADRÃO POR ORDEM DE OPERADOR (SOLUÇÃO A)

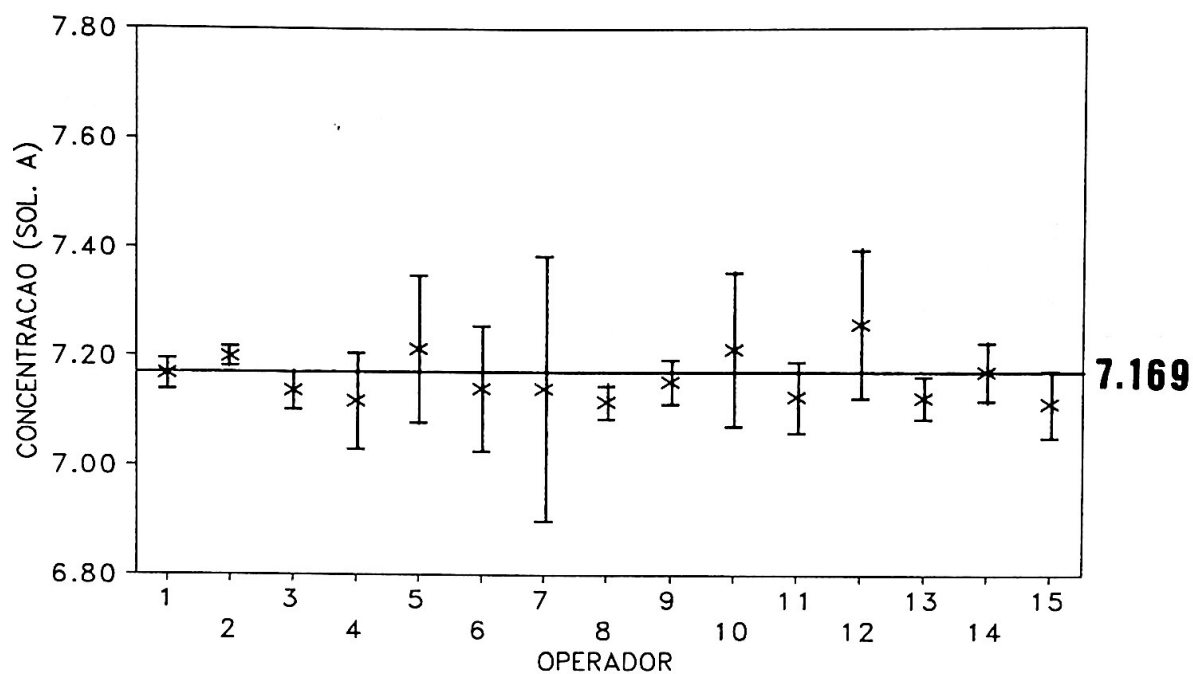


GRÁFICO B.9 - MÉDIAS E DESVIOS - PADRÃO POR ORDEM DE OPERADOR (SOLUÇÃO B)

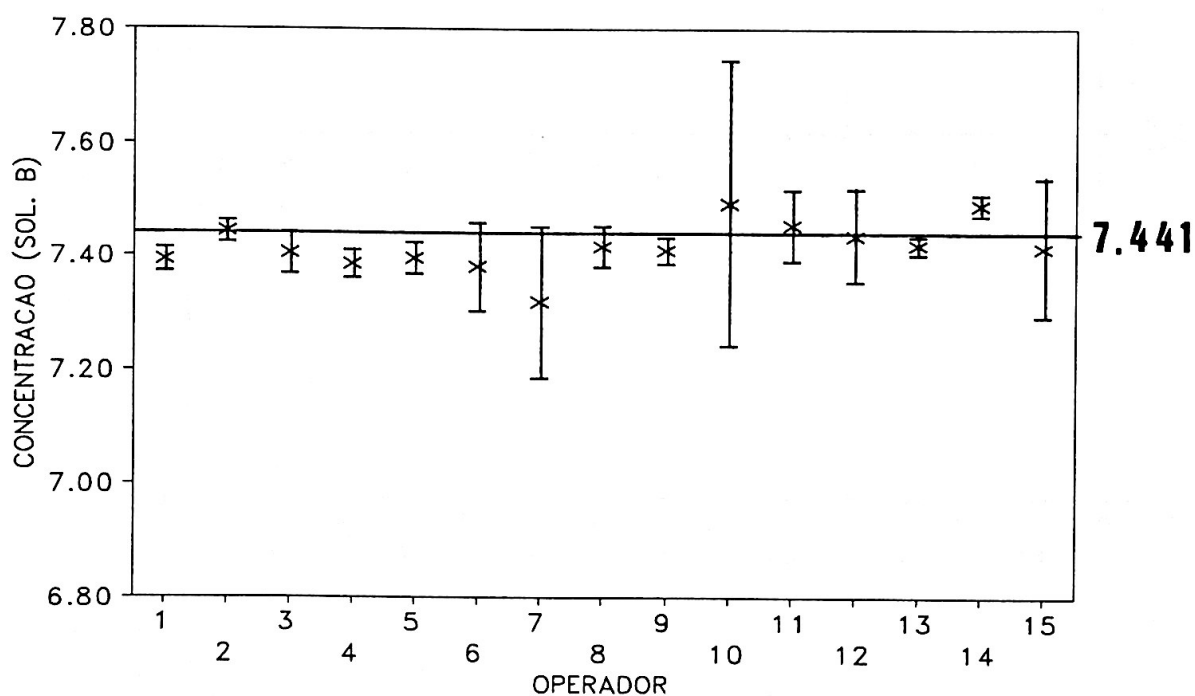


GRÁFICO B.10 - MÉDIAS E DESVIOS-PADRÃO EM ORDEM CRESCENTE DE MÉDIA (SOLUÇÃO A)

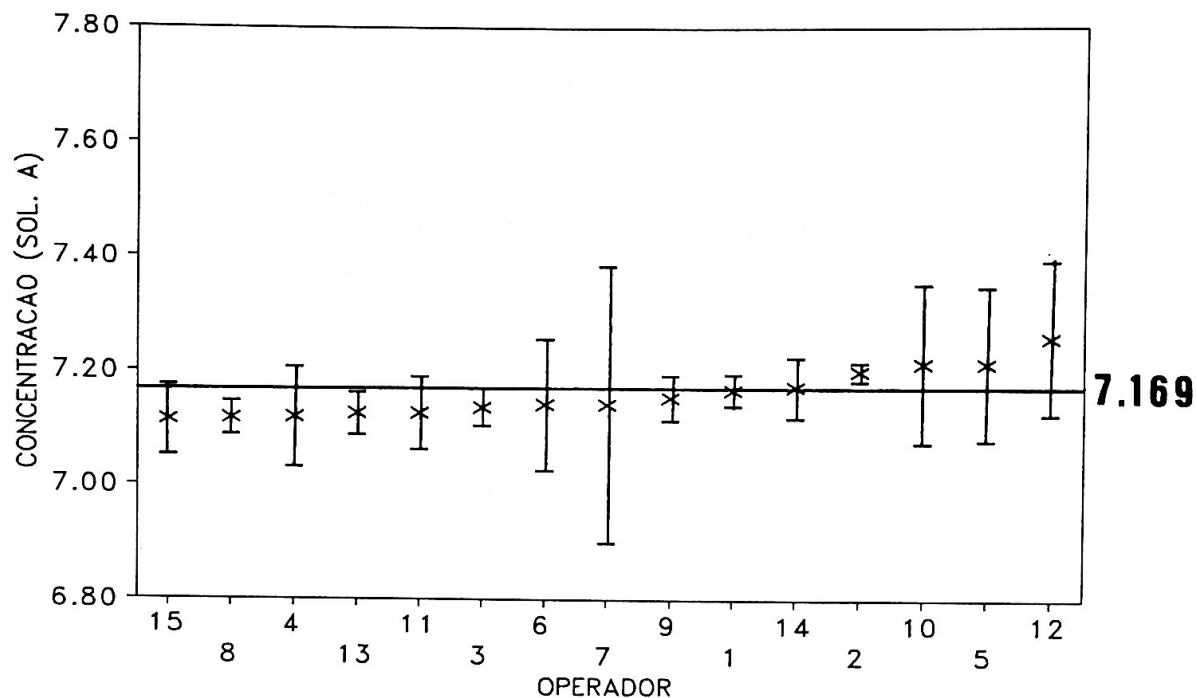


GRÁFICO B.11 - MÉDIAS E DESVIOS-PADRÃO EM ORDEM CRESCENTE DE MÉDIA (SOLUÇÃO B)

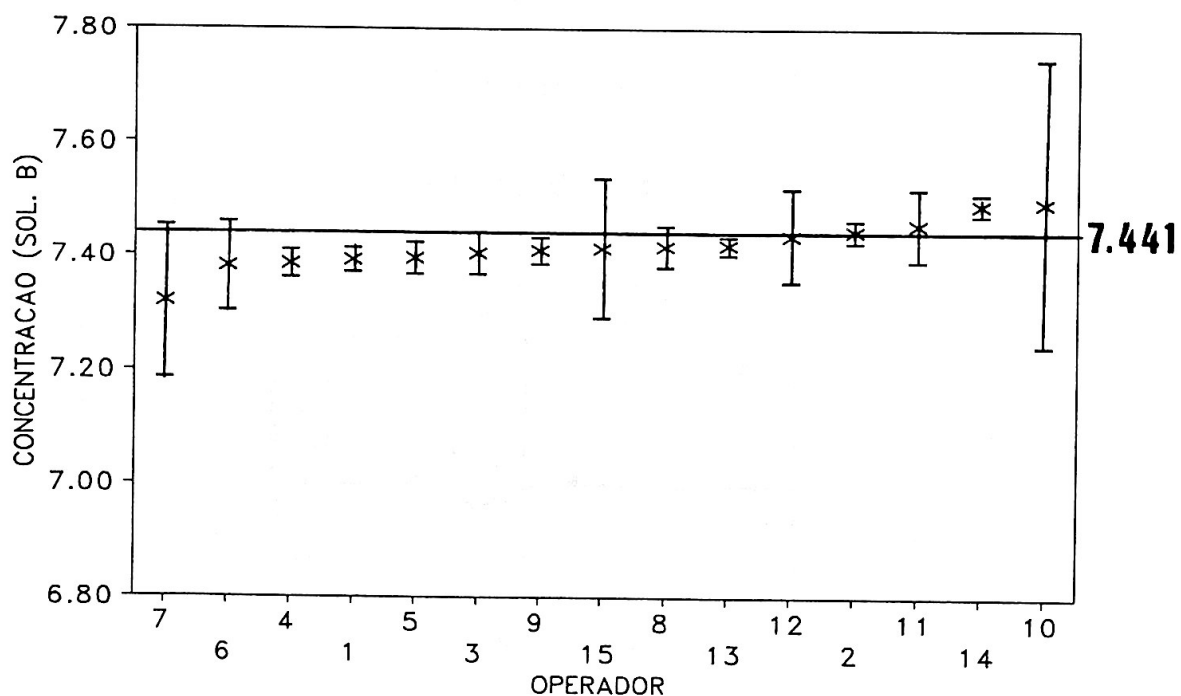
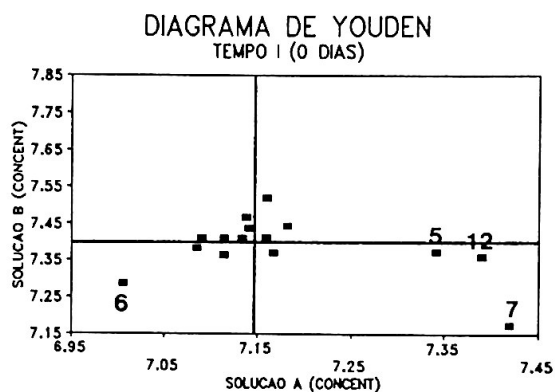
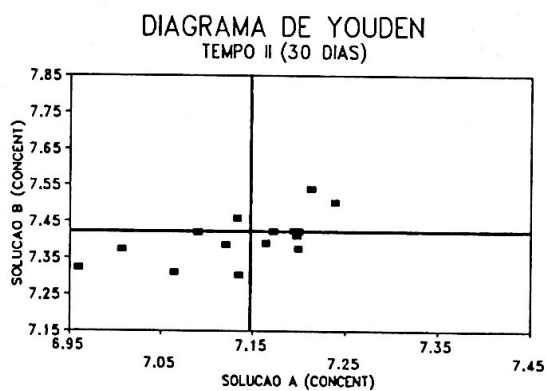
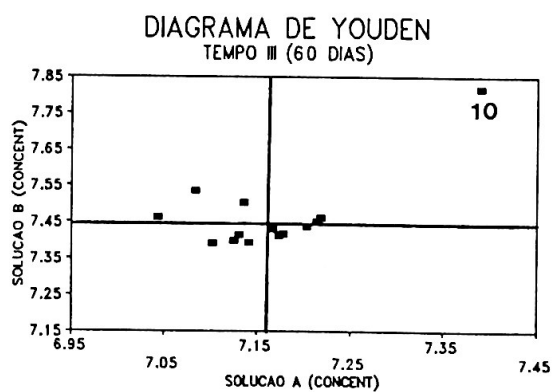


GRÁFICO B.12**GRÁFICO B.13****GRÁFICO B.14**

APÊNDICE C

(MEDIDAS DESCRITIVAS)

TABELA C.1 - Medidas descritivas por operador (SOLUÇÃO A)

OP	MÉDIA	D.P.	C.V.(%)	MEDIANA	MÍNIMO	MÁXIMO
1	7.1670	0.0277	0.39	7.1597	7.1317	7.2056
2	7.1987	0.0170	0.24	7.1946	7.1812	7.2226
3	7.1358	0.0329	0.46	7.1374	7.0997	7.1906
4	7.1178	0.0879	1.23	7.1564	6.9890	7.2028
5	7.2130	0.1350	1.87	7.1721	7.1138	7.4813
6	7.1397	0.1146	1.61	7.1938	6.9328	7.2384
7	7.1411	0.2430	3.40	7.0436	6.9484	7.5851
8	7.1162	0.0298	0.42	7.1179	7.0656	7.1488
9	7.1526	0.0404	0.56	7.1337	7.1156	7.2060
10	7.2130	0.1400	1.94	7.1467	7.0769	7.4091
11	7.1249	0.0647	0.91	7.1126	7.0414	7.2080
12	7.2590	0.1350	1.86	7.2415	7.1162	7.4868
13	7.1241	0.0379	0.53	7.1144	7.0779	7.1834
14	7.1710	0.0530	0.74	7.1436	7.1266	7.2447
15	7.1124	0.0613	0.86	7.1009	7.0560	7.1916

TABELA C.2 - Medidas descritivas por tempo (SOLUÇÃO A)

TEMPO	MÉDIA	D.P.	C.V.(%)	MEDIANA	MÍNIMO	MÁXIMO
ZERO	7.1763	0.1325	1.85	7.1435	6.9328	7.5851
30	7.1393	0.0831	1.16	7.1452	6.9484	7.3096
60	7.1652	0.0824	1.15	7.1521	7.0310	7.4091

D.P.: DESVIO - PADRÃO

C.V.: COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (C.V. = D.P. / MÉDIA)

TABELA C.3 - Medidas descritivas por operador (SOLUÇÃO B)

OP	MÉDIA	D.P.	C.V.(%)	MEDIANA	MÍNIMO	MÁXIMO
1	7.3936	0.0206	0.28	7.3892	7.3747	7.4221
2	7.4435	0.0190	0.26	7.4436	7.4158	7.4730
3	7.4062	0.0366	0.49	7.4182	7.3490	7.4447
4	7.3863	0.0245	0.33	7.3764	7.3653	7.4231
5	7.3973	0.0276	0.37	7.4016	7.3529	7.4271
6	7.3819	0.0777	1.05	7.4096	7.2782	7.4623
7	7.3196	0.1336	1.83	7.3227	7.1195	7.4805
8	7.4178	0.0367	0.49	7.4127	7.3827	7.4694
9	7.4101	0.0232	0.31	7.4095	7.3826	7.4388
10	7.4940	0.2520	3.36	7.3630	7.2930	7.8390
11	7.4555	0.0631	0.85	7.4268	7.4054	7.5527
12	7.4372	0.0823	1.11	7.4122	7.3523	7.5465
13	7.4172	0.0161	0.22	7.4190	7.3989	7.4406
14	7.4903	0.0192	0.26	7.4970	7.4623	7.5118
15	7.4152	0.1216	1.64	7.4193	7.2997	7.5225

TABELA C.4 - Medidas descritivas por tempo (SOLUÇÃO B)

TEMPO	MÉDIA	DP	CV(%)	MEDIANA	MÍNIMO	MÁXIMO
ZERO	7.3878	0.0803	1.09	7.4006	7.1195	7.5225
30	7.4038	0.0658	0.89	7.4054	7.2932	7.5465
60	7.4653	0.1081	1.45	7.4361	7.3747	7.8389

D.P. : DESVIO - PADRÃO

C.V. : COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (C. V. = D. P. / MÉDIA)

APÊNDICE D

(INTERVALO DE CONFIANÇA)

1. Introdução

Em geral a análise de variância é uma técnica utilizada como uma forma de verificar possíveis efeitos de fatores no valor médio de uma variável resposta : neste caso seria a influência dos fatores operador e tempo na variável resposta concentração de urânio. No entanto, para este estudo ela será utilizada no sentido de estimar a variabilidade associada a \bar{Y} (proposta para o valor certificado) e construir a partir desta variabilidade um intervalo de confiança para o valor de referência do material.

2. Cálculo da variância

Pelo modelo descrito na seção 6.1, temos que:

$$Y_{ijk} = \mu + O_i + T_{j(i)} + e_{ijk}$$

Tomando-se a média de todos os elementos, de acordo com o modelo dado acima temos que :

$$\frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r Y_{ijk}}{a b r} = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r (\mu + O_i + T_{j(i)} + e_{ijk})}{a b r}$$

$$\bar{Y} = \frac{a b r \mu}{a b r} + \frac{b r \sum_{i=1}^a O_i}{a b r} + \frac{a \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T_{j(i)}}{a b r} + \frac{a \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r e_{ijk}}{a b r}$$

$$\bar{Y} = \mu + \frac{\sum_{i=1}^a O_i}{a} + \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T_{j(i)}}{a b} + \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r e_{ijk}}{a b r}$$

Portanto, a variância da média de todas as observações de acordo com o modelo é dada por:

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \text{Var}(\mu) + \text{Var}\left(\frac{\sum_{i=1}^a O_i}{a}\right) + \text{Var}\left(\frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T_j(i)}{ab}\right) + \text{Var}\left(\frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{r=1}^r e_{ijk}}{abr}\right)$$

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \frac{\sum_{i=1}^a \text{Var}(O_i)}{a^2} + \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \text{Var}(T_j(i))}{(ab)^2} + \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r \text{Var}(e_{ijk})}{(abr)^2}$$

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \frac{a\sigma_o^2}{a^2} + \frac{ab\sigma_r^2}{(ab)^2} + \frac{abr\sigma^2}{(abr)^2}$$

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \frac{\sigma_o^2}{a} + \frac{\sigma_r^2}{ab} + \frac{\sigma^2}{abr}$$

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \frac{br\sigma_o^2 + r\sigma_r^2 + \sigma^2}{abr}$$

Variância

$$\text{Var}(\bar{Y}) = \frac{br\sigma_o^2 + r\sigma_r^2 + \sigma^2}{abr}$$

onde QMOp é um possível estimador (ver ANOVA, pg.18) para o numerador da variância.

Toda a dedução é válida para experimentos balanceados. No entanto, utilizando-se raciocínio análogo, pode-se mostrar que a variância para experimentos não balanceados também pode ser estimada através do QMOp, e neste caso terá a seguinte expressão:

Variância

$$\text{Var}\left(\bar{Y}\right) = \frac{1}{n} \left(\frac{n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^a n_i^2}{a-1} \sigma_o^2 + \frac{\sum_{i=1}^a \left(\frac{1}{n_i} - \frac{1}{n} \right) \sum_{j=1}^{b_i} n_{ij}^2}{a-1} \sigma_r^2 + \sigma^2 \right)$$

onde

n : número total de análises químicas.

n_i : número total de análises químicas feitas pelo operador i .

n_{ij} : número total de análises químicas feitas pelo operador i no tempo j .

**RELATÓRIOS DE ANÁLISE ESTATÍSTICA DO
CENTRO DE ESTATÍSTICA APLICADA - CEA**

- 9001-CORDANI, L.K.; RIBEIRO JR., R. da S. **Identificação das características de qualidade do óleo de oliva.** São Paulo, IME-USP, 1990. 50p. (RAE-SEA-9001)
- 9002-SINGER, J. da M.; CORDANI, L.K.; LATIF, S.A. **Estudo da relação entre doenças cardiovasculares ateroscleróticas, dislipidemias, hipertensão, obesidade e diabetes melito com fatores de risco.** São Paulo, IME-USP, 1990. 74p. (RAE-SEA-9002)
- 9003-BOTTER, D.A.; COUTO JR., E. de B. **Avaliação da função renal na nefrotoxiose induzida por uma micotoxina (citrinina).** São Paulo, IME-USP, 1990. 102p. (RAE-SEA-9003)
- 9004-RODRIGUES, F.W.; SHIMAMURA, A. **Comparação de três critérios de avaliação da FUVEST.** São Paulo, IME-USP, 1990. 51p. (RAE-SEA-9004)
- 9005-BUSSAB, W. de O.; KIRA, E.; HASEBE, A.H.; SALZANO, M. **Ecologia da Bacia do Rio Jacaré Pepira: autodepuração do Córrego do Agrião (Dourado, SP).** São Paulo, IME-USP, 1990. 99p. (RAE-SEA-9005)
- 9006-SINGER, J. da M.; HERDEIRO, R.F.C. **Verificação da habilidade de uso do fio dental em crianças de 54 a 12 anos.** São Paulo, IME-USP, 1990. 32p. (RAE-SEA-9006)
- 9007-PEREIRA, C.A. de B.; CUNHA, D.M.S. **Contribuição para o estudo do padrão secretório circorário das gonadotropinas hipofisárias em pacientes portadoras de espaniomenorréia.** São Paulo, IME-USP, 1990. 126p. (RAE-SEA-9007)
- 9008-ANDRÉ, C.D.S. de; NEVES, M.M. da C.; TSENG, T.H. **Estudo comparativo entre os diferentes métodos de detecção de indivíduos com alto risco de cárie.** São Paulo, IME-USP, 1990. 46p. (RAE-SEA-9008)
- 9009-PAULA, G.A.; LEVITES, H. **Efeito das ligações proteína-proteína na texturização do pulmão bovino e da proteína de soja por extrusão.** São Paulo, IME-USP, 1990. 85p. (RAE-SEA-9009)
- 9010-ANDRÉ, C.D.S. de; et. al. **Efeito do cálcio na biodisponibilidade do flúor presente na pasta de Krill Antártico.** São Paulo, IME-USP, 1990. 81p. (RAE-SEA-9010)
- 9011-CORDANI, L.K.; SHIMAMURA, A. **Efeito da ingestão de glicose pré-exercício em indivíduos normais e diabéticos.** São Paulo, IME-USP, 1990. 69p. (RAE-SEA-9011)

- 9012-ANDRÉ, C.D.S. de; COUTO JR., E. de B. **Fatores de risco relacionados à septicemia neonatal de origem hospitalar.** São Paulo, IME-USP, 1990. 90p. (RAE-SEA-9012)
- 9013-PAULA, G.A.; CUNHA, D.M.S. **Análise probabilística de pressões em silos.** São Paulo, IME-USP, 1990. 60p. (RAE-SEA-9013)
- 9014-SANTANA, P.R.; TSENG, T.H. **Um estudo naturalístico de comportamentos empáticos em pré-escolares.** São Paulo, IME-USP, 1990. 63p. (RAE-SEA-9014)
- 9015-ARTES, R.; LATIF, S.A. **Estudo comparativo da decomposição serrapilheira de florestas tropicais entre áreas preservadas e áreas sujeitas à poluição atmosférica.** São Paulo, IME-USP, 1990. 46p. (RAE-SEA-9015)
- 9016-BUSSAB, W. de O.; HERDEIRO, R.F.C. **Demanda de energia elétrica em habitações de interesse social.** São Paulo, IME-USP, 1990. 24p. (RAE-SEA-9016)
- 9017-ANDRÉ, C.D.S. de; SALZANO, M. **Transferências de lípedes entre lipoproteínas plasmáticas.** São Paulo, IME-USP, 1990. 53p. (RAE-SEA-9017)
- 9018-SINGER, J. da M.; HASEBE, A.H. **Comparação de frequência, intensidade de crises e função pulmonar entre crianças asmáticas.** São Paulo, IME-USP, 1990. 50p. (RAE-SEA-9018)
- 9019-PEREIRA, C. A. de B.; HERDEIRO, R.F.C. **Suplementação de zinco em dieta regional de São Paulo: efeito na biodisponibilidade de zinco.** São Paulo, IME-USP, 1990. 54p. (RAE-SEA-9019)
- 9020-TOLOI, C.M. de C.; LEVITES, H. **Mortalidade e causa mortis em São Paulo.** São Paulo, IME-USP, 1990. 65p. (RAE-SEA-9020)
- 9101-PERES, C. de A.; SANTOS, P. A. B. **Modelo cineantropométrico do desenvolvimento da aptidão física de escolares brasileiros (7 a 17 anos).** São Paulo, IMEUSP, 1991. 79p. (RAE-SEA-9101)
- 9102-SANTANA, P. R.; KURAUTI, D. A. **Caracterização comportamental e sócio-econômica dos clientes infantis de uma clínica-escola de São Paulo.** São Paulo, IMEUSP, 1991. 52p. (RAE-SEA-9102)
- 9103-PAULA, G. A.; OHTOSHI, C. **Análise dos parâmetros de sobrevivência, crescimento e desovas de caramujos do gênero *Biomphalaria* submetidos a dessecação.** São Paulo, IME-USP, 1991. 42p. (RAE-SEA-9103)
- 9104-ANDRÉ, C. D. S. de; INOUE, L. Y. T. **Caracterização do consumo alimentar de estudantes universitários do Instituto Adventista de Ensino de São Paulo.** São Paulo, IME-USP, 1991. 203p. (RAE-SEA-9104)

- 9105-PERES, C. de A.; NEVES, M. M. da C.; IKEURA, H. Experimentos de simulação do efeito advectivo dos vórtices sobre a biomassa e produtividade primária do fitoplâncton, na Região Costeira de Ubatuba - São Paulo. São Paulo, IME-USP, 1991. 85p. (RAE-SEA-9105)
- 9106-PEREIRA, C. A. de B.; RISCAL, J. R. Estudo da piora clínica inicial em pacientes com síndrome do pânico tratados com clomipramina. São Paulo, IME-USP, 1991. 61p. (RAE-SEA-9106.)
- 9107-CORDANI, L.K.; NAKANE, E.H. Estudo comparativo entre os diferentes métodos de detecção de indivíduos com alto risco de cárie. São Paulo, IME-USP, 1991. 59p. (RAE-SEA-9107.)
- 9108-CORDANI, L.K.; ORGLMEISTER, G.O. Caracterização de duas estações fixas na Região Costeira de Ubatuba, SP. São Paulo, IME-USP, 1991. 130p. (RAE-SEA-9108.)
- 9109-BUSSAB, W. de O.; BRITO, L. de O. C. de. Comportamento evolutivo das bases adenina, citosina, guanina e uracil e de seus agrupamentos homooligoméricos em RNA's ribossômicos 5s. São Paulo, IME-USP, 1991. 106p. (RAE-SEA-9109.)
- 9110-SINGER, J. da M.; NOMIZO, F.K. Análise de fatores de risco na morbidade e letalidade de pacientes com pneumonia hospitalar adquirida na Unidade de Terapia Intensiva do Hospital São Paulo. São Paulo, IME-USP, 1991. 58p. (RAE-SEA-9110.)
- 9111-MAGALHÃES, M.N.; DJIBRIL, K. Estudo do perfil sintomatológico de pacientes com transtorno de pânico e agorafobia com ataques de pânico. São Paulo, IME-USP, 1991. 69p. (RAE-SEA-9111.)
- 9112-BUSSAB, W. de O.; OHTOSHI, C. Plano amostral para levantamento da soroprevalência de algumas doenças que causam abortamento em vacas, na cidade de Avaré. São Paulo, IME-USP, 1991. 79p. (RAE-SEA-9112.)
- 9113-PAULA, G. A.; DJIBRIL, K. Perspectivas do emprego de ALLIUM SATIVUM (ALHO) em estudos epidemiológicos de patologias cardiovasculares. São Paulo, IME-USP, 1991. 43p. (RAE-SEA-9113.)
- 9114-BARROSO, L. P.; ARTES, R.; KURAUTI, D. A. Contribuição ao estudo de cultura organizacional e eficácia organizacional. São Paulo, IME-USP, 1991. 38p. (RAE-SEA-9114.)
- 9115-SINGER, J. da M.; NAKANE, E. H. Atitude dos trabalhadores de indústrias têxteis quanto à prática da atividade física no tempo livre. São Paulo, IME-USP, 1991. 45p. (RAE-SEA-9115.)
- 9116-TOLOI, C.M.C.; BOTTER, D. A.; NOMIZO, F. K. Estudo da variabilidade de arritmias ventriculares em portadores de Cardiopatia Chagásica. São Paulo, IME-USP, 1991. 85p. (RAE-SEA-9116.)

- 9117-ANDRÉ, C. D. S.; ORGLMEISTER, G. O. **Transferência de habitação do comportamento exploratório entre as condições olfação-visão unilateral e olfação-visão bilateral.** São Paulo, IME-USP, 1991. 38p. (RAE-SEA-9117.)
- 9118-PEREIRA, C. A. de B.; BRITO, L. de O. C. de. **Análise histométrica e quantitativa das células secretoras do epitélio branquial do Guaru (*Poecilia vivipara*): comparação entre peixes de estuário e de água doce.** São Paulo, IME-USP, 1991.
- 9119-PAULA, G. A.; INOUE, L. Y. T. **Alterações psiquiátricas no pós-operatório de revascularização do miocárdio.** São Paulo, IME-USP, 1991. 75p. (RAE-SEA-9119.)
- 9120-SINGER, J. da M.; SANTOS, P. A. B. **Estudo dos parâmetros do nistagmo e da vertigem pela eletronistagmografia em sujeitos normais.** São Paulo, IME-USP, 1991. 53p. (RAE-SEA-9120.)
- 9121-CORDANI, L. K.; RISCAL, J. R. **Autoecologia da *Micrasterias arcuata*.** São Paulo, IME-USP, 1991. 73p. (RAE-SEA-9121.)
- 9201-CORDANI, L. K.; XAVIER, V. P. **Variabilidade individual do Peak Flow pré e pós broncodilatador de pacientes com asma brônquica.** São Paulo, IME-USP, 1992. 60p. (RAE-CEA-9201)
- 9202-PEREIRA, C. A. de B.; OLIVEIRA, R. L. M. de. **Tolerância e dependência a doses terapêuticas de diazepam em usuários crônicos.** São Paulo, IME-USP, 1992. 76p. (RAE-CEA-9202)
- 9203-BUSSAB, W. de O.; SILVA, J. A. P. da. **Estudo do aproveitamento dos alunos ingressantes no Instituto de Matemática e Estatística da Universidade de São Paulo no ano de 1991.** São Paulo, IME-USP, 1992. 55p. (RAE-CEA-9203)
- 9204-BARROSO, L. P.; SANDOVAL, M. C.; MALAGUTTI, S. R. **Biodisponibilidade de ferro em extrusado proteico de pulmão bovino.** São Paulo, IME-USP, 1992. 44p. (RAE-CEA-9204)
- 9205-ANDRADE, D. F.; YAMAMOTO, W. H. **Efeitos do petróleo e do jateamento em comunidades do costão rochoso.** São Paulo, IME-USP, 1992. 73p. (RAE-CEA-9205)
- 9206-PAULA, G. A.; TAVARES, H. R. **Ôcaros associados ao esterco bovino. Subsídios para controle biológico da mosca do chifre (*Haematobia irritans*).** São Paulo, IME-USP, 1992. 36p. (RAE-CEA-9206)
- 9207-CORDANI, L. K. ; GORI, M. E. G. **Agrupamento de pacientes alcoolistas, em fase inicial de evolução, a partir de exames clínicos e laboratoriais.** São Paulo, IME-USP, 1992. 65p. (RAE-CEA-9207)

- 9208-SINGER, J. da M.; HOSOKAWA, C. S. **Critérios estatísticos para o planejamento e operação de redes pluviométricas - o caso do estado de São Paulo.** São Paulo, IME-USP, 1992. 77p. (RAE-CEA-9208)
- 9209-TOLOI, C. M. de C.; NEVES, M. M. da C.; ARIZONO, N. **Desertificação em ambiente tropical.** São Paulo, IME-USP, 1992. 88p. (RAE-CEA-9209)
- 9210-ARTES, R.; AZEVEDO JR., U. L. **Transplantes de tecido neural e recuperação de funções cognitivas.** São Paulo, IME-USP, 1992. 85p. (RAE-CEA-9210)
- 9211-ANDRÉ, C. D. S. de; et al. **Estudos bionômicos da Abelha Augochloropsis Iris (Himenoptera: Halictidae).** São Paulo, IME-USP, 1992. 48p. (RAE-CEA-9211)
- 9212-SINGER, J. da M.; OLIVEIRA, R. L. M. **Erupção dos dentes decíduos em crianças prematuras.** São Paulo, IME-USP, 1992. 19p. (RAE-CEA-9212)
- 9213-SINGER, J. da M.; TOLOI, C. M. de C.; XAVIER, V. P. **Associação entre poluição atmosférica e mortalidade infantil por doenças respiratórias na Região de São Paulo.** São Paulo; IME-USP, 1992. 84p. (RAE-CEA-9213)
- 9214-PEREIRA, C. A. de B.; TAVARES, H. R. **Estudo experimental da resolução Modus Ponens Generalizado aplicado ao senso comum.** São Paulo, IME-USP, 1992. 66p. (RAE-CEA-9214)
- 9215-CORDANI, L. K.; YAMAMOTO, W. H. **Programa de certificação de materiais estratégicos.** São Paulo, IME-USP, 1992. 42p. (RAE-CEA-9215)
- 9216-ARTES, R. e GORI, M. E. G. **Desempenho psicomotor e de memória em usuários crônicos de benzodiazepínicos antes e após retirada do diazepam.** São Paulo, IME-USP, 1992. 48p. (RAE-CEA-9216)
- 9217-BOTTER, D. A.; FERRARI, S. L. de P.; AZEVEDO JR., U. L. **Perfil dos antioxidantes plasmáticos e enzimas antioxidantes em células fagocíticas em pacientes hiperlipidêmicos.** São Paulo, IME-USP, 1992. 40p. (RAE-CEA-9217)
- 9218-ANDRADE, D. F.; IKEURA, H. **Caracterização da resposta inflamatória induzida por corpo estranho em serpentes Bothrops jararaca.** São Paulo, IME-USP, 1992. 32p. (RAE-CEA-9218)

- 9219-AUBIN, E.C.Q.; ELIAN, S.N.; SILVA, J. A. P. Efeito da lesão do *Locus Coeruleus* sobre a liberação pulsátil de LH em ratas ovariectomizadas. São Paulo, IME-USP, 1992. 31p. (RAE-CEA-9219)
- 9220-BOTTER, D.A.; FERRARI, S. L. P.; HOSOKAWA, C. S. Caracterização das sub-frações de LDL - Estudo em pacientes dislipidêmicos. São Paulo, IME-USP, 1992. 79p. (RAE-CEA-9220)
- 9221-BARROSO, L. P.; SANDOVAL, M. C.; ARIZONO, N. Incidência parasitária em algumas espécies de peixes antárticos. São Paulo, IME-USP, 1992. 74p. (RAE-CEA-9221)
- 9222-BUSSAB, W. O.; MALAGUTTI, S. R. Influência do petróleo no consumo de oxigênio de *Callinectes danae* (Smith, 1869) (CRUSTACEA-DECAPODA-PORTUNIDAE), em diferentes salinidades. São Paulo, ME-USP, 1992. 44p. (RAE-CEA-9222)
- 9301-SINGER, J. M.; PAES, A. T. Efeito de soluções mineralizantes, na forma de enxagatórios bucais sobre o pH e composição inorgânica da placa bacteriana. São Paulo, IME-USP, 1993. 40p. (RAE-CEA-9301)
- 9302-SINGER, J. M.; BARROSO, L. P.; TACIRO JR., A. C. Avaliação da qualidade de água e sedimentos do canal de São Sebastião através de testes de toxicidade com *Lytechinus variegatus*. São Paulo, IME-USP, 1993. 91p. (RAE-CEA-9302)
- 9303-ARTES, R.; FERREIRA, M. T. S. C. Manifestações psíquicas na neurocisticercose. São Paulo, IME-USP, 1993. 63p. (RAE-CEA-9303)
- 9304-ANDRADE, F. D.; LOU, A. Estratégias reprodutivas em *Biomphalaria glabrata*. São Paulo, IME-USP, 1993. 36p. (RAE-CEA-9304)
- 9305-ARTES, R.; NERY, D.; FUKUNAGA, E. T. Controle de qualidade de água. São Paulo, IME-USP, 1993. 71p. (RAE-CEA-9305)
- 9306-BOTTER, D. A.; SANDOVAL, M. C.; VIANA, P. E. Comparação entre os efeitos do nitrogênio com os de uma dose aguda de álcool. São Paulo, IME-USP, 1993. 76p. (RAE-CEA-9306)
- 9307-ZUAZOLA, P. L. I.; BRANCO, M. D. ; STREIT, M. L. S. A. Estudos qualitativo e quantitativo do fitoplâncton do Lago das Garças, Instituto de Botânica, São Paulo, SP. São Paulo, IME-USP, 1993. 44p. (RAE-CEA-9307)
- 9308-CORDANI, L. K. ; RIBEIRO, R. O. Validade do teste escalonado em pista para avaliação de "endurance" no atletismo. São Paulo, IME-USP, 1993. 44p. (CEA-RAE-9308)

9309-SANTANA, P. R.; SHALOM, O. **Estudo sobre a incidência de cáries em crianças de 11 a 13 anos.** São Paulo, IME-USP, 1993. 41p. (CEA-RAE-9309)

9310-PEREIRA, C.A.B. e SUZUKI, S.S. **Adequação de metodologia para testes de toxicidade com sedimento marinho contaminado utilizando o anfípodo escavador *Tiburonella viscana*.** São Paulo, IME-USP, 1993. 53p. (RAE-CEA-9310)

9311-ANDRÉ, C.D.S. de e PAES, A.T. **Relatório de análise estatística sobre o projeto: efeitos de benzodiazepínicos sobre o humor, memória e desempenho psicomotor em voluntários normais.** São Paulo, IME-USP, 1993. 75p. (RAE-CEA-9311)

RELATÓRIOS DE ANÁLISE ESTATÍSTICA publicados a partir de 1990. A lista completa desses relatórios (1980 a 1993) poderá ser obtida no:

CENTRO DE ESTATÍSTICA APLICADA - CEA

IME- USP

Caixa Postal 20570

01452-990 - São Paulo, SP