

**PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS
EM PASTA CELULÓSICA
CICLO 2022**

PROTOCOLO

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	PÚBLICO ALVO	2
3	ENSAIOS OFERECIDOS	2
4	INSCRIÇÃO NO PROGRAMA	3
5	ITENS DE ENSAIO	3
5.1	Preparação	3
5.2	Análise e envio de resultados	4
6	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS	4
6.1	Grupo I	4
6.1.1	Para ensaios com menos de 5 participantes	4
6.1.2	Para ensaios com número de participantes entre 5 e 9	4
6.1.3	Para ensaios com número de participantes acima de 10	5
6.1.3.1	Determinação da média de consenso	5
6.1.3.2	Construção do diagrama de Youden	6
6.2	Grupo II	7
6.2.1	Avaliação da refinação PFI	7
6.2.2	Avaliação do processo de formação de folhas	8
7	CONFIDENCIALIDADE	8
8	APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DO PROGRAMA	8
9	APELAÇÃO	9
10	CRONOGRAMA	9
10.1	De atividades	9
10.2	De cobrança	10
11	BIBLIOGRAFIA	11

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS EM PASTA CELULÓSICA - CICLO 2022

PROTOCOLO

1 INTRODUÇÃO

Os laboratórios constituem os principais ambientes de prática da metrologia e espera-se deles a emissão de resultados com qualidade assegurada. Para tal, necessitam de um sistema da qualidade que garanta a emissão de resultados metrologicamente confiáveis e de uma comprovação externa de sua proficiência.

A participação em Programas Interlaboratoriais (PIs) é indicado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 para a comprovação externa da proficiência de um laboratório. Esses PIs consistem na medição de um ou mais parâmetros, realizada de modo independente por um grupo de laboratórios, em amostras de um material. Sua aplicação requer um coordenador, também denominado provedor, e laboratórios participantes. Entre as funções do coordenador, estão: elaborar instruções, encaminhar as amostras (itens de ensaio) para análise e tratar os resultados obtidos pelos laboratórios participantes. A função principal do participante é seguir as instruções do coordenador.

As etapas principais de um PI são as apresentadas na Figura 1.

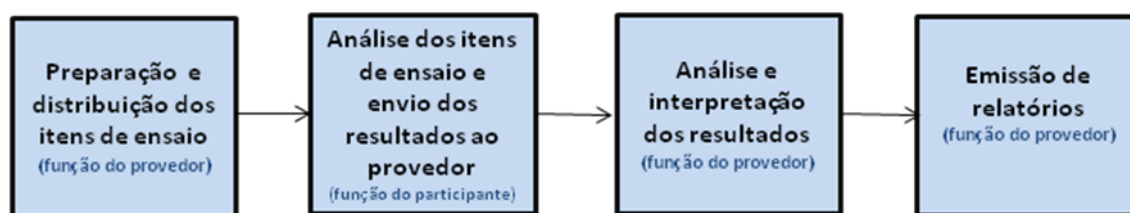


Figura 1 - Etapas principais de um PI.

O IPT detém uma larga experiência na coordenação de PIs, datando da década de 1980 o primeiro programa oferecido para ensaios em pasta celulósica.

O gerenciamento do PI para Ensaios em Pasta Celulósica está sob a responsabilidade da pesquisadora Patrícia Kaji Yasumura, do Laboratório de Celulose,

Papel e Embalagem, que juntamente com sua equipe oferece um programa que permite aos laboratórios participantes verificar seu desempenho em relação a um conjunto de laboratórios e identificar a natureza de eventuais desvios de seus resultados, assim como problemas com calibração de equipamentos e treinamento de seus técnicos.

Este PI tem como foco pasta celulósica de fibra curta, branqueada e não branqueada. Este PI é anual e consiste de três rodadas, exceto para dois dos ensaios que oferece, para quais são efetuadas duas rodadas (ver item 3).

2 PÚBLICO ALVO

Laboratórios que executam ensaios em pasta celulósica, sejam eles de indústria, de empresas privadas, de associações, de institutos de pesquisa ou de universidades.

3 ENSAIOS OFERECIDOS

Ensaio	Pasta celulósica	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata	Nº de Rodadas
GRUPO I				
Viscosidade dinâmica	Branqueada e não refinada	TAPPI T 230 om-13	ABNT NBR 7730:1998 versão corrigida: 2003	3
Viscosidade intrínseca	Branqueada e não refinada	ISO 5351:2010	ABNT NBR ISO 5351:2012	3
Número Kappa	Não branqueada	ISO 302:2015	ABNT NBR ISO 302:2018	3
Valor de retenção de água (WRV)	Branqueada e refinada	ISO 23714:2014	ABNT NBR ISO 23714:2008	3
Resistência à drenagem, <i>Schopper-Riegler</i>	Branqueada e refinada	ISO 5267-1:1999	ABNT NBR 14031:2004	3
GRUPO II				
Avaliação da refinação PFI	Branqueada e não refinada	ISO 5264-2:2011	ABNT NBR ISO 5264-2:2012	2
Avaliação do processo de formação de folhas	Branqueada e refinada	ISO 5269-1:2005	ABNT NBR ISO 5269-1:2006	2

ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas.

ISO = International Organization for Standardization.

NBR = Norma Brasileira.

TAPPI = Technical Association of Pulp and Paper Industry.

4 INSCRIÇÃO NO PROGRAMA

O laboratório interessado em participar do Programa Interlaboratorial deve preencher a ficha de inscrição que acompanha a *Carta Convite*, também disponível em (www.ipt.br/solucoes/58.htm).

5 ITENS DE ENSAIO

5.1 Preparação

Em cada rodada, o laboratório recebe, para cada ensaio em que está inscrito, um par de amostras denominadas **Amostra A** e **Amostra B**.

O IPT garante que todas as amostras recebidas pelos participantes têm a mesma variabilidade, pois elas são encaminhadas apenas após verificação da homogeneidade. Os parâmetros estipulados para a verificação de homogeneidade são os indicados a seguir:

- pasta celulósica branqueada:
 - Refinada: resistência à drenagem, *Schopper-Riegler*;
 - Não refinada: viscosidade dinâmica;
- pasta celulósica não branqueada: número Kappa.

Para a determinação da homogeneidade, é extraído um número definido de espécimes para ensaio de cada lote de amostras (A e B), considerando os tipos de pasta (branqueada e não branqueada) e sua condição (refinada e não refinada). Os valores obtidos são tratados por Análise de Variância (ANOVA), cujo resultado indica se o lote é ou não homogêneo.

5.2 Análise e envio de resultados

Os participantes analisam as amostras recebidas seguindo orientações descritas em um *Manual de Instruções* enviado pelo IPT. Neste manual também está indicado como os participantes devem encaminhar seus resultados ao IPT.

A veracidade dos resultados dos ensaios é de responsabilidade do participante.

6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

6.1 Grupo I

6.1.1 Para ensaios com menos de 5 participantes

Neste caso, os resultados recebidos são apresentados em tabelas ou gráficos, uma vez que tratamentos estatísticos com poucos dados apresentam baixa confiabilidade. Também são apresentados em tabelas ou gráficos os resultados dos ensaios para os quais não cabe tratamento estatístico.

6.1.2 Para ensaios com número de participantes entre 5 e 9

Para cada laboratório e em cada ensaio é calculado o *z-score* robusto. A partir dos resultados obtidos por ele para as Amostras A e B, são calculadas a soma padronizada (S), utilizada no cálculo do *z-score* entre laboratórios ($ZB = z\text{-score externo}$), e a diferença padronizada (D), utilizada no cálculo do *z-score* dentro do laboratório ($ZW = z\text{-score interno}$).

A partir dos valores da soma padronizada de cada laboratório calcula-se a mediana (md) e o intervalo interquartil normalizado (IQN) de todas as S's, ou seja, md(S), IQN(S). Do mesmo modo, a partir dos valores da diferença padronizada de cada laboratório, obtém-se md(D) e IQN(D). O IQN é o intervalo interquartil multiplicado por uma constante.

A partir dos valores de S, md(S) e IQN(S), calcula-se o *z-score* entre laboratórios (ZB), que permite ao laboratório verificar a sua situação em relação ao conjunto de laboratórios participantes.

A partir dos valores de D , $md(D)$ e $IQN(D)$, calcula-se o *z-score* dentro do laboratório (ZW), que permite a ele verificar a sua situação interna.

O desempenho de cada laboratório em relação ao conjunto de participantes, em um dado ensaio, é dado pelo valor de ZB e o seu desempenho interno é dado pelo ZW .

A interpretação dos valores de *z-score* robusto, tanto entre laboratórios como dentro do laboratório é:

$ z \leq 2$	→ desempenho satisfatório;
$2 < z < 3$	→ desempenho questionável;
$ z \geq 3$	→ desempenho insatisfatório.

6.1.3 Para ensaios com número de participantes acima de 10

No caso de dez ou mais participantes, verifica-se a presença de valores absurdamente discrepantes no conjunto de resultados, por meio da construção de gráficos de quartis. São considerados absurdamente discrepantes do conjunto os valores cujas distâncias ao primeiro e ao terceiro quartis são maiores do que 2,96 vezes o intervalo interquartilício.

Retirados os valores absurdamente discrepantes eventualmente presentes, aplica-se Teste de Lilliefors para verificar se o conjunto de resultados consiste em uma distribuição normal. Caso a distribuição não seja normal ou o número de valores remanescentes seja menor que dez, a ferramenta estatística deve ser o *z-score* robusto (item 6.1.2). Caso contrário, o procedimento a ser seguido está descrito nos itens 6.1.3.1 e 6.1.3.2.

6.1.3.1 Determinação da média de consenso

Para cada ensaio, a partir do conjunto de dados disponíveis é construído um Gráfico de Quartis para eliminação dos valores discrepantes, ou seja, aqueles cujas distâncias ao primeiro e ao terceiro quartis são maiores do que uma vez o intervalo interquartilício. A partir dos dados remanescentes, obtêm-se as médias de consenso para as amostras A e B.

6.1.3.2 Construção do Diagrama de Youden

A construção do diagrama é feita a partir do gráfico de Youden, que para cada ensaio é obtido usando como parâmetro as médias de consenso das amostras **A** e **B**. Esse gráfico consiste em um círculo, cujo raio é calculado a partir da variabilidade total da medição, dada pelo valor do desvio-padrão (σ_T).

Utilizando a notação X_i e Y_i para os valores associados a cada par de amostras **A** e **B**, respectivamente, e n para o total de laboratórios, os passos do cálculo de σ_T são apresentados a seguir.

$$\text{Soma de quadrados 1} = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i)^2}{2} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\text{Soma de quadrados 2} = \frac{\left[\sum_{i=1}^n X_i \right]^2 + \left[\sum_{i=1}^n Y_i \right]^2}{n} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\text{Soma de quadrados 3} = \sum_{i=1}^n (X_i)^2 + \sum_{i=1}^n (Y_i)^2 - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\sigma_T = \sqrt{\frac{\text{Soma de quadrados 3} - \text{Soma de quadrados 1} - \text{Soma de quadrados 2}}{n-1}}$$

O raio do círculo de Youden é obtido por meio da seguinte expressão:

$$\text{Raio Youden} = k \cdot \sigma_T$$

em que k é uma constante de valor 2,448 para um grau de confiança de 95%. O centro do círculo de Youden é ditado pelos valores da *média de consenso*.

A partir do círculo de Youden, são definidas regiões correspondentes a desvios aleatórios e sistemáticos, permitindo, deste modo, a construção do diagrama.

As escalas dos eixos X e Y correspondem às faixas de resultados referentes à amostra **A** e amostra **B**, respectivamente. O par de valores associado a um determinado laboratório define a sua posição no diagrama. Desta forma, cada ponto localizado no diagrama é representativo de um laboratório participante.

No relatório, os desvios dos laboratórios serão identificados pela região em que se encontram no diagrama, regiões estas que estão associadas à ocorrência de desvios aleatórios e/ou sistemáticos.

O diagrama é personalizado e permite a cada participante visualizar de imediato sua situação.

6.2 Grupo II

6.2.1 Avaliação da refinação PFI

Para cada amostra que forma o par recebido pelo laboratório, será construída uma curva de refinação com quatro pontos, sendo que o primeiro ponto não requer refinação e, para os três pontos restantes, aumenta-se gradativamente o número de revoluções. Para os quatro pontos, determina-se a resistência à drenagem *Schopper-Riegler* e formam-se sete folhas que são enviadas ao IPT juntamente com os dados de refinação (número de revoluções e resistência à drenagem). O IPT determina os índices de tração e de rasgo nas folhas enviadas.

Os resultados do número de revoluções recebidos e os obtidos para os índices de tração e rasgo são colocados em gráficos em relação à resistência à drenagem e os valores dessas propriedades são interpolados para 38 SR usando a equação de regressão correspondente a cada gráfico. Esses valores interpolados de cada laboratório são tabulados para os índices de tração e de rasgo.

6.2.2 Avaliação do processo de formação de folhas

Do par de amostras recebido por cada participante são formadas 14 (catorze) folhas. Destas, sete ficam com o laboratório participante e sete são enviadas ao IPT, sendo que ambos realizam nelas os seguintes ensaios: gramatura, espessura, permeância ao ar, *Gurley*, opacidade difusa, resistência ao arrebentamento, à tração e ao rasgo. O conjunto de resultados obtidos pelo IPT para cada ensaio recebe o tratamento estatístico descrito no item 6.1 para o Grupo I e o conjunto de resultados obtidos pelos laboratórios para cada ensaio é apenas tabulado.

7 CONFIDENCIALIDADE

É garantido sigilo absoluto ao participante, que é identificado por um código conhecido apenas por ele e pelo IPT. Nos documentos emitidos pelo IPT constam somente os códigos dos laboratórios e não há informações que possam identificar a origem desses laboratórios.

NOTA Os participantes podem optar por renunciar à confidencialidade dentro do programa de ensaio de proficiência para efeitos de discussão e assistência mútua, por exemplo, melhorar o desempenho. A confidencialidade pode também ser renunciada pelos participantes para fins de regulamentação ou reconhecimento. Na maioria dos casos, os resultados do ensaio de proficiência podem ser fornecidos à autoridade competente pelos próprios participantes.

Quando uma parte interessada requer que os resultados do ensaio de proficiência sejam diretamente fornecidos pelo provedor do ensaio de proficiência, o mesmo só será possível após aprovação do participante.

8 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DO PROGRAMA

Ao final de cada rodada, o participante recebe um relatório personalizado, onde pode visualizar seu posicionamento em relação ao conjunto de laboratórios participantes. O relatório traz informações e comentários para o entendimento dos resultados obtidos e orientações no caso de desempenhos não satisfatórios.

Ao final da última rodada, o participante recebe um documento que resume seu desempenho no PI.

9 APELAÇÃO

Para apelação contra a avaliação de desempenho no programa, entrar em contato pelo e-mail interlab@ipt.br.

10 CRONOGRAMA

10.1 De atividades

PRIMEIRA RODADA

ETAPA	MARÇO	ABRIL	MAIO
Envio das amostras			
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT			
Realização de ensaios nas folhas formadas dos participantes pelo IPT			
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes			

SEGUNDA RODADA

ETAPA	JUNHO	JULHO	AGOSTO
Envio das amostras			
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT			
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes			

TERCEIRA RODADA

ETAPA	SETEMBRO	OUTUBRO	NOVEMBRO
Envio das amostras			
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT			
Realização de ensaios nas folhas formadas dos participantes pelo IPT			
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes			
Envio do resumo de desempenho e da declaração de participação			

10.2 De cobrança

Cobrança	Meses								
	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov
Primeira parcela ou parcela única									
Segunda parcela									
Terceira parcela									

Nota: A cobrança será efetuada por meio de boleto bancário para pagamento 30 ddl.

11 BIBLIOGRAFIA

- 1) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT NBR ISO/IEC 17025* Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.
- 2) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT NBR ISO/IEC 17043* Avaliação de conformidade: Requisitos gerais para ensaios de proficiência. Rio de Janeiro: ABNT, 2011.
- 3) EURACHEM. *Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories - 2000. Eurachem proficiency testing group.* United Kingdom, Eurachem, 2000. Ed 01.
- 4) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *ISO 13528* Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneva, Suíça: ISO, 2015.
- 5) D'ALMEIDA, M.L.O., KAWAUCHE, T.M.; NEVES, J.M.; LIMA, A.C.P.; SINGER, J.M. *Software* para programas interlaboratoriais. In: ENQUALAB 2003 - CONGRESSO E FEIRA DA QUALIDADE EM METROLOGIA - REDE METROLÓGICA DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2003, São Paulo. Anais... São Paulo: REMESP, 2003. p.256-260.