

**PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS
EM PAPEL
CICLO 2022**

PROTOCOLO

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 PÚBLICO ALVO	2
3 ENSAIOS OFERECIDOS	2
4 INSCRIÇÃO NO PROGRAMA	3
5 ITENS DE ENSAIO	4
5.1 Preparação	4
5.2 Análise e envio dos resultados	5
6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS	5
6.1 Para ensaios com menos de 5 participantes	5
6.2 Para ensaios com número de participantes entre 5 e 9	5
6.3 Para ensaios com número de participantes acima de 10	6
6.3.1 Determinação da média de consenso	6
6.3.2 Construção do diagrama de Youden	7
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	9
11 BIBLIOGRAFIA	10

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS EM PAPEL - 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.

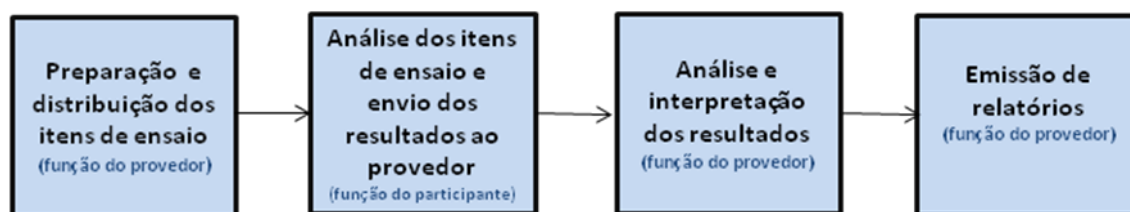


Figura 1 - Etapas principais de um PI.

O IPT detém uma larga experiência na coordenação de PIs, datando de 1977 o primeiro programa oferecido referente a ensaios em papel.

O gerenciamento do PI para Ensaios em Papel 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 consiste de três rodadas e engloba papel para imprimir ofsete e papel para embalagem.

2 PÚBLICO ALVO

Laboratórios que executam ensaios em papel, sejam eles de indústrias, de empresas privadas, de associações, de institutos de pesquisa ou de universidades.

3 ENSAIOS OFERECIDOS

Ensaio	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata
PAPEL PARA IMPRIMIR		
<i>OFSETE</i>		
○ Umidade	TAPPI T 412 om-16	-
○ Gramatura	ISO 536:2012	ABNT NBR NM ISO 536:2000 versão corrigida 2002
○ Espessura	ISO 534:2011	ABNT NBR NM ISO 534:2006
○ Permeância ao ar, <i>Gurley</i>	ISO 5636-5:2013	ABNT NBR NM ISO 5636-5:2006
○ Aspereza, <i>Bendtsen</i>	ISO 8791-2:2013	ABNT NBR NM ISO 8791-2:2001
○ Resistência superficial - cera <i>Dennison</i>	TAPPI T 459 om-13	ABNT NBR NM 255:2001
○ Alvura ISO	ISO 2470-1:2016	ABNT NBR NM ISO 2470:2001
○ Opacidade difusa	ISO 2471:2008	ABNT NBR NM ISO 2471:2001
○ Resistência ao arrebentamento (papel para impressão)	ISO 2758:2014	ABNT NBR NM ISO 2758:2007

continua...

... continuação

Ensaio	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata
○ Resistência à tração, alongamento e energia absorvida na tração – método da velocidade constante de alongamento (20 mm/min)	ISO 1924-2:2008	ABNT NBR NM ISO 1924-2:2012
○ Resistência ao rasgo, <i>Elmendorf</i>	ISO 1974:2012	ABNT NBR NM ISO 1974:2001
○ pH do extrato aquoso obtido a frio	ISO 6588-1:2012	ABNT NBR NM ISO 6588-1:2007
○ Teor de cinza a 525°C	ISO 1762:2015	ABNT NBR 13999:2017
PAPEL PARA EMBALAGEM		
○ Resistência ao arrebentamento (papel para embalagem)	ISO 2759:2014	ABNT NBR NM ISO 2759:2007
○ Resistência à compressão (esmagamento do anel)	ISO 12192:2011	ABNT NBR ISO 12192:2012
○ Resistência ao esmagamento após ser ondulado em laboratório (Concora)	ISO 7263:2011	ABNT NBR ISO 7263:2012
○ Capacidade de absorção de água, <i>Cobb</i>	ISO 535:2014	ABNT NBR NM ISO 535:1999 versão corrigida 2011

ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas.
 ISO = International Organization for Standardization.
 NBR = Norma Brasileira.
 NM = Norma Mercosul.
 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

Para aplicação do Programa Interlaboratorial para Ensaio em Papel são adquiridos, de fabricantes conhecidos no mercado, lotes distintos de bobinas de papel, ou folhas cortadas, dependendo do tipo de papel. É contratada uma gráfica para o corte das folhas de papel em espécimes. Este corte é efetuado com o acompanhamento de assistentes do programa.

A partir desses lotes são confeccionados espécimes que irão compor as amostras a serem analisadas pelos participantes do Programa.

Em cada rodada, o laboratório recebe, para cada ensaio em que está inscrito, um par de amostras denominadas **Amostra A** e **Amostra B**. Cada amostra é constituída por um número definido de itens de ensaio, sendo que todos eles devem ser analisados pelo laboratório.

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:

- papel para imprimir: ofsete: resistência ao arrebentamento e gramatura;
- papel para embalagem: resistência à compressão (esmagamento do anel);

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 papel (para imprimir e para embalagem). Os resultados obtidos são tratados por Análise de Variância (ANOVA), cujo resultado indica se o lote é ou não homogêneo.

O teste de estabilidade das amostras não é necessário, porque elas são estáveis no período que contempla seu envio e recebimento dos resultados (em torno de trinta dias).

5.2 Análise e envio dos 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 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.

6.2 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-score* externo), e a diferença padronizada (D), utilizada no cálculo do *z-score* dentro do laboratório (ZW = *z-score* interno).

A partir dos valores da soma padronizada de cada laboratório calcula-se a mediana (md) e o intervalo interquartilico 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 interquartilico 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.

6.3 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 6.2). Caso contrário, o procedimento a ser seguido está descrito nos itens 6.3.1 e 6.3.2.

6.3.1 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.

6.3.2 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.

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 atividade

PRIMEIRA RODADA

ETAPA	MARÇO	ABRIL	MAIO
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			

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			
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.