

CONFIABILIDADE METROLÓGICA EM LABORATÓRIOS DA ÁREA DE CELULOSE E PAPEL

D'Almeida, M.L.O., Yasumura, P.K., Koga, M.E.T, Takahashi, R.C.T.
Brasil. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT. Divisão de Produtos Florestais.
Agrupamento Celulose e Papel. Tel.: 05511-37674449. Fax: 05511-37674098. malu@ipt.br

Resumo

Este trabalho apresenta os meios para um laboratório na área de celulose e papel garantir uma boa confiabilidade metrológica. Aborda os pontos principais de um sistema de qualidade para laboratórios e discorre sobre a importância da participação em programas interlaboratoriais de ensaio, mostrando a experiência do Agrupamento Celulose e Papel do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo no gerenciamento destes tipos de programas.

Palavras chaves: confiabilidade metrológica, programa interlaboratorial, ensaios de proficiência.

1. Introdução

A Ciência e a Tecnologia apresentaram avanços importantes no século XX, influenciando de modo marcante os modelos sócio - econômicos. Nunca a sobrevivência dependeu tanto da Ciência e da Tecnologia como neste século.

O desenvolvimento da Ciência e Tecnologia apoia-se em elaborações teóricas e experimentações práticas, sendo que, a teoria necessita da prática para ser comprovada e a prática incita a lucubrações. Assim, existe uma relação de dependência entre teoria e prática.

Nesse aspecto, determinações laboratoriais, imprescindíveis para o desenvolvimento da Ciência e Tecnologia, passam a ter papel de destaque, assim como a preocupação por sua confiabilidade metrológica. Acrescenta-se a isto, o fato destas determinações não serem importantes apenas para o desenvolvimento da Ciência e Tecnologia, mas também indispensáveis para outros fins, como o de análises clínicas e forenses e o de controle de qualidade de produtos.

Ao longo do século XX, os laboratórios de ensaio e análises passaram também por modificações marcantes. O advento contínuo de novas tecnologias, técnicas e ferramentas fez com hoje estes sejam específicos e sofisticados, necessitando de maiores recursos tanto humanos como materiais.

O objetivo principal de laboratórios sempre foi e será emitir resultados confiáveis, porém, a partir de meados do século XX, surgiu uma abordagem mais refinada sobre o assunto, apoiada em complexa formulação matemática, que se desenvolveu culminando com o conceito de confiabilidade metrológica, que nada mais é do que o grau de confiança associado a um resultado de laboratório.

Para atingir um bom grau de confiança, o laboratório deve implantar um sistema de qualidade, que garanta o controle e a rastreabilidade de seus resultados. É desejável, também, que ele demonstre sua proficiência, o que pode fazer através da participação em programas interlaboratoriais de ensaios.

Neste trabalho, serão abordados os pontos primordiais de um sistema de qualidade para laboratórios e ressaltada a importância dos laboratórios da área de celulose e papel participarem de programas interlaboratoriais de ensaios, destacando neste sentido a experiência do Agrupamento Celulose e Papel do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT.

2. Sistema de Qualidade para Laboratórios

A implantação de um sistema de qualidade num laboratório deve considerar não só os aspectos intrínsecos a este, mas também os extrínsecos, como a atual necessidade de referências comuns, uma vez que as relações científicas ou comerciais, de âmbito nacional ou internacional, dependem da comprovação ou aceitação mútua de resultados obtidos em testes e análises.

Atualmente, para implantar um sistema de qualidade, os laboratórios podem se apoiar no ISO Guia 25- *Requisitos gerais para a capacitação de laboratórios de calibração e de ensaios* (1), que estabelece requisitos gerais segundo os quais um laboratório deve demonstrar que opera, caso pretenda ser reconhecido como capacitado para realizar calibrações e ensaios específicos. Este guia está atualmente em revisão, e passará, em breve a ser designado como ISO 17025, tendo a inclusão de todos os critérios relevantes da série ISO 9000.

O ISO Guia 25 serve a quase todos os tipos de laboratório, tendo como exceção os da área de toxicologia e ecotoxicologia, onde a preferência é pelo código da *Organization for Economic Co-operation and Development - OECD de Boa Prática de Laboratório* (2), da União Européia.

Os pontos principais que sustentam qualquer sistema de qualidade para laboratório se referem a (1 a 14) :

- **Organização do laboratório**

O laboratório deve ter um corpo gerencial definido e apresentar uma organização que permita desenvolver suas atividades de modo a cumprir os requisitos exigidos atualmente para alcançar uma boa confiabilidade metrológica.

O laboratório deve definir e documentar suas políticas, objetivos e seus compromissos e ter também todo seu sistema de qualidade documentado (procedimentos operacionais, procedimentos de ensaios, itens a serem aferidos/calibrados, treinamento de pessoal, etc.). Além disto, o laboratório deve manter um sistema de registro adequado às suas particularidades e garantir a rastreabilidade de seus resultados (registro de leituras, cálculos, observações originais, dados decorrentes de aferição/calibração, cópia de relatórios, etc.).

Ainda, caso o laboratório queira ser credenciado junto a algum órgão credenciador, os detalhes a serem controlados são tantos que freqüentemente é necessário destacar uma pessoa para se dedicar somente ao seu sistema de qualidade.

- **Pessoal**

O pessoal técnico deve ser devidamente treinado nas operações que executará e deve ter noções básicas de metrologia, tais como: conhecer expressões numéricas; ter claro o conceito de Algarismos significativos e saber fazer operações e aproximações numéricas; conhecer os

sistemas de unidades, principalmente o Sistema Internacional, e saber fazer conversões; saber utilizar gráficos e tabelas e fazer leituras de valores medidos; ter conhecimento da teoria de erros (exatidão, precisão, incerteza).

O laboratório deve ter pessoal com conhecimento técnico profundo na área, uma vez que saber interpretar bem um resultado é tão importante quanto sua confiabilidade metrológica. Não se deve esquecer, também, que a integridade e responsabilidade das pessoas envolvidas no laboratório são imprescindíveis.

- ***Equipamentos e reagentes***

Deve-se garantir que as leituras efetuadas nos equipamentos do laboratório tenham o menor erro possível. Para tal é importante que estes tenham manutenção, sejam aferidos/calibrados e operados corretamente. Dos três fatores mencionados o mais crítico é a aferição/calibração,

A maior dificuldade que se apresenta em relação à aferição/calibração de equipamentos, não é o fazer, mas sim saber quando fazer. As datas de aferição/calibração são estipuladas pelos usuários dos equipamentos e nem sempre é fácil defini-las com clareza. Cada equipamento requer uma data de aferição/calibração, que é influenciada pela frequência de uso. Assim, cabe ao laboratório a árdua tarefa de definir meios para estipular essas datas.

Quanto aos reagentes, estes devem estar com etiquetas que tragam claramente sua identidade, informações sobre sua estabilidade, data de validade, instruções para sua estocagem e, quando pertinente, sua pureza/concentração.

- ***Procedimentos de ensaio***

Na execução de ensaios e análises deve-se ter conhecimento e controle de todas as etapas envolvidas, seguindo procedimentos que dêem resultados repetitivos para uma mesma amostra. Quando possível, deve-se optar por métodos já normalizados.

Norma é um procedimento estabelecido por consenso dos interessados, possibilitando a criação de uma linguagem comum, reduzindo a variedade de procedimentos e, o mais importante, possibilitando a repetição de resultados. Existem vários tipos de normas:

- **Padronização:** estabelecimento de um conjunto de condições a serem satisfeitas com o objetivo de uniformizar as características de elementos ou produtos.
- **Simbologia:** estabelece convenções gráficas e/ou literais para conceitos, grandezas, sistemas ou partes de sistemas.
- **Terminologia:** define e relaciona termos técnicos de um determinado setor de atividade, estabelecendo uma linguagem comum.
- **Classificação:** ordena, designa, distribui e ou subdivide conceitos, materiais e produtos segundo uma determinada sistemática.
- **Especificação:** fixa condições exigíveis para encomenda, fabricação e aceitação e/ou recebimento de matérias-primas e produtos.
- **Método de ensaio:** prescreve a maneira de verificar ou determinar características, condições ou requisitos de um material ou produto, ou de uma obra ou instalação.
- **Procedimentos:** fixa condições para execução de cálculos, projetos, obras, serviços, instalações e amostragem; emprego de materiais e produtos industriais; certos aspectos das transações comerciais; elaboração de documentos em geral; segurança na execução ou na utilização de uma obra, equipamento, instalação, etc.

As normas também têm alcances diferentes, podendo ser internacionais (por exemplo normas da International Organization for Standardization - ISO), regionais (por exemplo as do Comitê Europeu), sub-regionais (por exemplo normas MERCOSUL abrangendo Argentina, Brasil, Paraguai e Uruguai), nacional (referentes a um país), de grupos (por exemplo de Associações Técnicas) e institucional (de uma empresa).

A área de celulose e papel está bem servida no aspecto de normas técnicas, tendo profusão de tipos e alcances. O importante na escolha de um procedimento é não esquecer a finalidade de uso do resultado e, sempre que possível, optar por aqueles cuja aceitação tem maior abrangência.

- **Resultados emitidos**

Um laboratório deve expressar seus resultados de ensaios e análises de forma precisa, clara e objetiva, relatando os procedimentos e equipamentos utilizados para obtê-los e efetuando, quando pertinente, observações sobre detalhes que possam ter vindo a influenciá-los.

Deve ser lembrado que um resultado pode ser influenciado por vários fatores, como: metodologia, equipamento, operador, condições ambientais, etc. Assim, à cada resultado é inerente uma incerteza, sendo que o valor real ou correto situa-se dentro da faixa delimitada por ela. Um resultado deve ser expresso acompanhado de sua incerteza.

3. Programas Interlaboratoriais de ensaios

Os programas interlaboratoriais de ensaio (15 a 18) resumem-se na comparação de resultados de ensaios ou análises obtidos por dois ou mais laboratórios, tendo um dos seguintes objetivos:

- verificar o desempenho de um método, através da determinação de sua repetitividade e reprodutibilidade, seguindo instruções específicas que consideram todas as particularidades do método;
- atribuir um valor de referência a um material; neste caso os participantes são laboratórios de referência e altamente conceituados, sendo os procedimentos empregados minuciosos e feitos de modo a assegurar alto grau de confiança no valor obtido;
- verificar o desempenho de laboratórios, através da análise de materiais comuns e comparação dos resultados obtidos.

Este trabalho enfocará apenas o programa que verifica o desempenho de laboratórios. Ele normalmente é coordenado por uma única entidade, que fica responsável pela preparação das amostras e instruções a serem enviadas aos laboratórios participantes, e pelo tratamento dos dados obtidos. Este tipo de programa, além de permitir ao participante demonstrar sua proficiência, confere, também, outros benefícios, que levam a uma melhoria contínua do laboratório. Por exemplo:

- permite ao laboratório construir uma escala mais realista de manutenção e aferição/calibração de seus equipamentos;
- permite que o participante revise seus procedimentos;
- permite a verificação da qualidade do trabalho do pessoal técnico;
- permite alcançar melhorias comerciais, uma vez que o risco de um desentendimento com clientes, devido a erros em ensaios, é minimizado e a preocupação quanto à qualidade de resultados só tende a ganhar a confiança deles.

Na área de celulose e papel, a participação dos laboratórios em programas interlaboratoriais de ensaios se torna ainda mais imprescindível pelas seguintes razões:

- muitas são as características e propriedades determinadas na pasta celulósica e no papel;
- não há padrões de pasta celulósica e de papel que possam ser repetidos, tendo características e propriedades de valores exatamente iguais. Isto acontece porque a celulose é um produto natural, que ocorre nos vegetais sob a forma de um arranjo fibroso complexo e de maneira não isolada, ou seja, juntamente com outros constituintes. Assim, as características e propriedades de pastas celulósicas dependem da matéria prima que a originou, do processo utilizado para sua obtenção e das condições empregadas neste. No caso do papel, junta-se além das variações inerentes à pasta celulósica, todas as outras associadas à sua formação.

Não havendo padrão, não há como verificar a exatidão dos resultados obtidos num laboratório. Entretanto, a participação em um programa interlaboratorial permite que um laboratório se localize em relação a uma média de consenso, obtida a partir dos resultados de todos os participantes do programa. A amostra que deu origem a esta média de consenso pode, eventualmente, ser utilizada como uma referência. Cabe lembrar, no entanto, que a média de consenso é bastante sensível à população considerada e a resultados extremos, e, que é muito difícil, quando não impossível, determinar sua incerteza.

Para ilustrar, a Tabela 1 mostra dois exemplos: um referente à propriedade de gramatura de um papel ofsete e o outro à determinação de resistência à drenagem, pelo aparelho Schopper Riegler, de uma pasta celulósica branqueada de eucalipto, obtida pelo processo sulfato. Ambas determinações foram efetuadas pelos laboratórios seguindo rigorosamente os procedimentos analíticos normalizados ISO 536:1995 (19) e ISO 5267-1:1998 (20), respectivamente. Os corpos de prova enviados aos laboratórios foram retirados das amostras devidamente homogeneizadas para tal (21,22).

Tabela 1 – Programa interlaboratorial para os ensaios de gramatura e resistência à drenagem pelo aparelho Shopper-Riegler (21, 22)

LABORATÓRIO	GRAMATURA		RESISTÊNCIA À DRENAGEM	
	RESULTADO, em g/m ²	VALOR COMPARATIVO DE DESEMPENHO	RESULTADO, em °SR	VALOR COMPARATIVO DE DESEMPENHO
1	91,5	0,00	27,5	0,06
2	91,5	0,00	28,5	0,39
3	90,8	-1,21	21,0	-2,03
4	91,0	-0,87	30,0	0,87
5	91,5	0,00	22,5	-1,55
6	92,5	1,73	26,5	-0,26
7	92,1	1,04	28,5	0,39
8	92,5	1,73	29,0	0,55
9	91,3	-0,35	24,5	-0,90
10	91,2	-0,52	29,5	0,71
11	91,4	-0,17	29,0	0,55
12	91,6	0,17	28,0	0,23
13	91,8	0,52	30,0	0,87
14	91,5	0,00	28,0	0,23
15	92,4	1,56	31,0	1,19
16	90,5	-1,73	29,0	0,55
17	90,5	-1,73	31,0	1,19
18	91,8	0,52	22,0	-1,71
19	91,3	-0,35	23,0	-1,39
20	91,3	-0,35	-	-
	Média = 91,5 Desvio padrão = 0,58 Coefficiente de variação = 0,63		Média = 27,3 Desvio Padrão = 3,1 Coefficiente de variação = 11,36	

A Tabela 1, além dos valores obtidos pelo laboratório, traz a média de consenso, o desvio padrão, o coeficiente de variação, e o valor comparativo de desempenho para cada participante, que é o quociente entre o desvio do laboratório da média geral e o desvio padrão entre laboratórios. O valor comparativo de desempenho é uma indicação de quanto o resultado de um determinado laboratório concorda com os demais, sendo que, quanto mais próximo de zero, mais consistente é o resultado do laboratório em relação ao valor de consenso obtido.

Observando-se os valores da Tabela 1, verifica-se que, no caso da gramatura há uma consistência maior entre os dados obtidos pelos laboratórios do que no caso da resistência à drenagem. Este fato é esperado, pela própria natureza de cada amostra e pela determinação da resistência à drenagem ser influenciada por variáveis que não são consideradas no método normalizado. No caso da gramatura, a amostra utilizada no ensaio pode tornar-se uma amostra de referência para esta propriedade, porém, não é aconselhável fazer o mesmo para a amostra utilizada na determinação de resistência à drenagem.

Uma amostra de referência pode ser muito útil. Por exemplo, um laboratório com suspeita de erro sistemático nas determinações de gramatura, ao ensaiar a amostra referida na Tabela 1 obteve o valor de 100g/m² (21), confirmando deste modo a existência do problema.

Deve ser ressaltado que nas fábricas do setor celulósico papelero é comum ter amostras de pasta celulósica e de papel erroneamente denominadas de *padrão*, mas que na realidade são apenas amostras de referência interna, procedentes geralmente de um lote de fabricação bem sucedida.

4 O IPT E OS PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS

O Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. – IPT, tem uma longa tradição no gerenciamento de Programas Interlaboratoriais de Ensaio. Oferece atualmente nove Programas, todos indicados pelo Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - INMETRO, sendo um deles na área de celulose e papel, englobando ensaios relativos à pastas celulósicas, papel/cartão e chapas de papelão ondulado.

O Programa Interlaboratorial de ensaios na área de celulose e papel, foi um dos pioneiros do IPT, tendo sido iniciado em 1977, com a participação de dez laboratórios. Hoje, participam mais de 80 laboratórios. Este Programa é gerenciado pelo Agrupamento Celulose e Papel da Divisão de Produtos Florestais do IPT. Ele é anual e os participantes selecionam os ensaios de interesse dentro de uma listagem oferecida (ver Quadro 1). Cada laboratório recebe um código para que possa reconhecer os seus resultados, sem ser identificado pelos demais participantes.

O Programa se desenrola do seguinte modo:

- anualmente é elaborada uma lista de ensaios para pasta celulósica, papel e chapas de papelão e o participante seleciona aqueles nos quais deseja participar;
- para cada ensaio selecionado, o participante recebe duas amostras, normalmente nos meses de março, junho e setembro, perfazendo, assim, três rodadas do ensaio no ano. As amostras são denominadas respectivamente de A e B;
- o participante executa o ensaio nas amostras recebidas, de acordo com instruções estabelecidas, e envia os resultados obtidos ao IPT, para análise e interpretação;
- o participante recebe ao final de cada rodada um relatório dos resultados obtidos por todos os participantes do Programa, identificados por códigos, a fim de garantir o caráter confidencial dos resultados. O relatório apresenta para cada ensaio os devidos tratamentos matemáticos;
- o participante que apresentar um posicionamento significativamente afastado da média de consenso, para um determinado ensaio, tem a assistência do IPT para identificar as possíveis causas de erro.

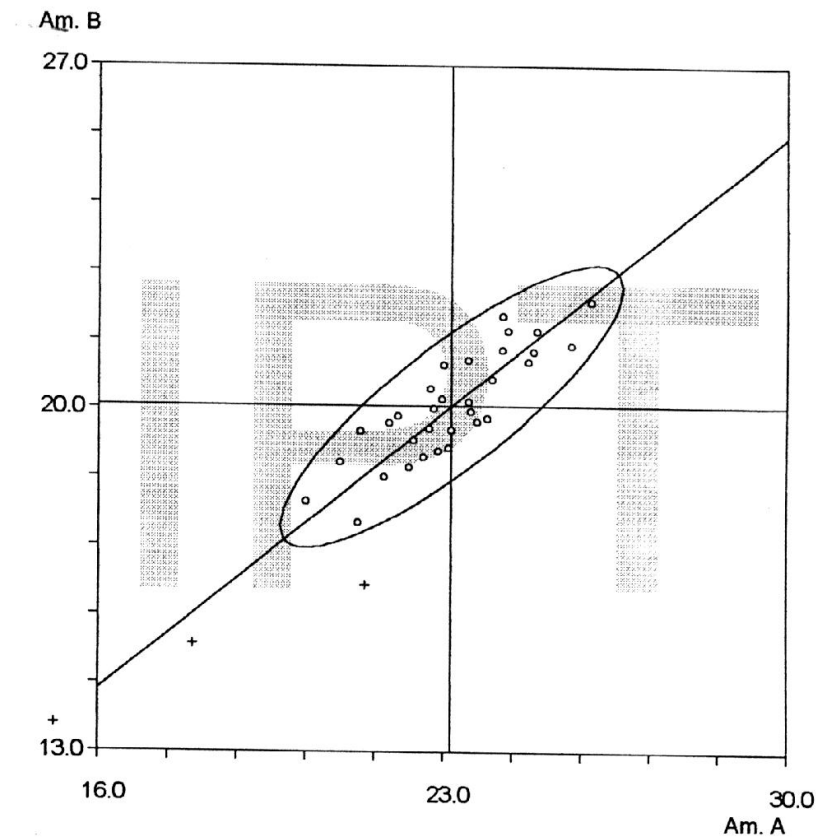
Quadro 1- Listagem básica dos ensaios oferecidos no Programa Interlaboratorial do IPT na área de celulose e papel

MATERIAL	ENSAIOS	
Pasta celulósica	<i>Sujeira</i> <i>Viscosidade dinâmica</i> <i>Viscosidade intrínseca,</i> <i>Solúveis em diclorometano</i> <i>Número Kappa</i> <i>Refinação- Jokro</i>	<i>Refinação- Valley</i> <i>Refinação- PFI</i> <i>Drenagem - Shopper-Riegler</i> <i>Drenabilidade - CSF</i> <i>Composição fibrosa</i> <i>Formação de folhas</i>
Papel para impressão	<i>Umidade</i> <i>Gramatura</i> <i>Espessura</i> <i>Permeância ao ar- Gurley</i> <i>Permeância ao ar- Bendtsen</i> <i>Aspereza- Bendtsen</i> <i>Absorção de tinta- K&N</i> <i>Resistência ao arrancamento superficial- cera Dennison</i> <i>Alvura difusa</i> <i>Alvura direcional</i> <i>Opacidade difusa</i>	<i>Opacidade direcional</i> <i>Brilho especular a 75°</i> <i>Resistência ao arrebitamento</i> <i>Resistência à tração</i> <i>Alongamento</i> <i>Energia absorvida na tração</i> <i>Resistência ao rasgo</i> <i>Rigidez - Taber</i> <i>PH do extrato aquoso</i> <i>Cinza</i>
Papel para embalagem	<i>Resistência ao arrebitamento</i> <i>Esmagamento de anel - barra de flexão</i> <i>Esmagamento de anel- prato rígido</i>	<i>Absorção de água - Cobb</i> <i>Compressão – Concora</i>
Chapa de papelão ondulado	<i>Gramatura</i> <i>Espessura</i> <i>Delaminação</i> <i>Arrebitamento</i>	<i>Esmagamento (Flat crush)</i> <i>Absorção de água- Cobb</i> <i>Compressão de coluna</i> <i>Resistência à perfuração</i>

Embora existam vários modos de processar os dados obtidos em programas interlaboratoriais de ensaio, o modo escolhido pelo Agrupamento Celulose e Papel é o da representação gráfica baseada no método de Youden(23), que trabalha com um par de amostras semelhantes e de Mandel(24), que relaciona a posição do ponto a incertezas sistemáticas e/ou aleatórias. É elaborado um diagrama de dispersão dos resultados, associado a uma região (elipse) de confiança. Esta técnica permite que a interpretação dos resultados seja feita através de uma simples visualização, em substituição ao estudo estatístico, que exigiria dos responsáveis pelos laboratórios um conhecimento mais profundo do assunto (25,26).

A Figura 1 mostra para o ensaio de permeância ao ar, Gurley, a construção, a partir dos resultados obtidos pelos participantes para o par de amostras A e B, de um diagrama de dispersão em um

sistema de eixos cartesianos, onde no eixo X são colocados os valores referentes à amostra A e no eixo Y os referentes à amostra B.



Amostra A

Média de consenso: 23,2 s/100mL
Desvio padrão: 1,3 s/100mL

Amostra B

Média de consenso: 20,1 s/100mL
Desvio padrão: 1,1 s/100mL

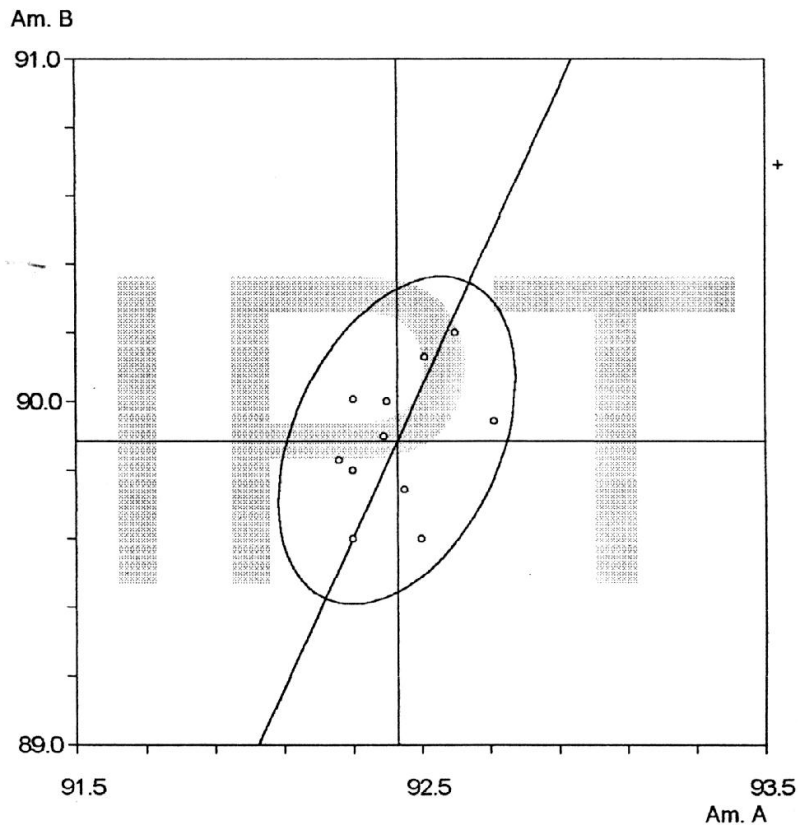
Número de laboratórios: 35
○ Pontos dentro da elipse: 32
+ Pontos fora da elipse: 3

Figura 1 – Elipse de confiança para o ensaio de permeância ao ar, Gurley, seguindo a norma ISO 5636-5 (27), para o par de amostra A e B de papéis ofsetes(21).

Na Figura 1, o par de valores correspondente a um determinado laboratório define sua posição, assim cada ponto no gráfico define um participante. As retas que passam pelas médias de consenso, \bar{x} e \bar{y} , obtidas a partir das médias dos laboratórios participantes, dividem o gráfico em quadrantes. A interpretação dos resultados é feita através da análise dos erros aleatórios e sistemáticos, associados aos eixos da elipse de confiança e a inclinação do seu eixo maior com relação ao eixo das abcissas. A dispersão ao longo do eixo maior da elipse representa essencialmente erros sistemáticos, enquanto a dispersão ao longo do eixo menor erros aleatórios.

Na situação ideal, quando somente ocorrem erros aleatórios a níveis não significativos, os pontos devem-se encontrar igualmente distribuídos pelos quatro quadrante e a elipse se aproxima de um círculo. Entretanto, normalmente, os pontos se concentram nos quadrantes superior direito e inferior esquerdo, ou seja dentro de uma elipse cujo eixo maior faz um ângulo de aproximadamente 45° com o eixo X , significando que os laboratórios tendem a obter valores altos ou baixos em ambas as amostras do par, o que evidencia a ocorrência de erros sistemáticos. Este é o caso do exemplo mostrado na Figura 1, onde os erros aleatórios foram muito pequenos em relação aos erros sistemáticos, tanto para a amostra A como para a B.

A Figura 2, já ilustra um caso onde os erros aleatórios crescem em relação aos sistemáticos, e o eixo maior da elipse tende para a posição vertical.



Amostra A	Amostra B
Média de consenso: 92,4 %	Média de consenso: 89,9 %
Desvio padrão: 0,1 %	Desvio padrão: 0,2 %

Número de laboratórios: 13
 ○ Pontos dentro da elipse: 11
 + Pontos fora da elipse: 2

Figura 2 – Elipse de confiança para o ensaio de opacidade , seguindo a norma ISO 2471 (28), para o par de amostras, A e B de papéis ofsetes (21).

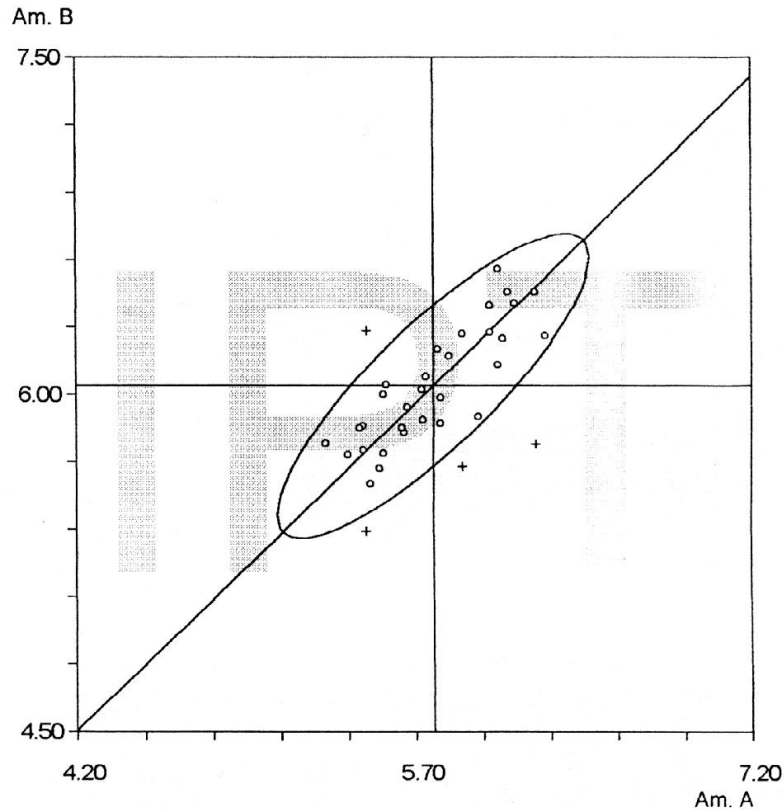
O ponto principal dos programas interlaboratoriais aplicados pelo Agurpamento Celulose e Papel é o conhecimento dos tipos de erros ocorridos, permitindo aos laboratórios a realização de ações corretivas. O laboratório que fica fora da elipse de confiança é orientado sobre o tipo de ação corretiva que deve realizar. A título de exemplo, a Tabela 2 apresenta as médias obtidas por trinta e cinco laboratórios participantes do ensaio de resistência à tração, seguindo o procedimento analítico descrito na norma ISO1924-2:1995 (29), e a Figura 3 a elipse de confiança elaborada com estes valores.

Na Figura 3, os pontos fora da elipse, referem-se aos laboratórios de número 4, 7, 13 e 34, que devem realizar ações corretivas com base no tipo de erro ocorrido, que são:

- laboratórios 7, 13 e 34 – erros aleatórios; verificar analista/operador, procedimentos, manuseio das amostras, troca de amostras.
- Laboratório 4 – erro sistemático; verificar aferição/calibração dos equipamentos, verificar introdução de erro sistemático na metodologia pelo analista/operador, verificar interferência por variação instrumental.

Tabela 2 – Programa Interlaboratorial para o ensaio de resistência à tração, em kN/m (30)

Laboratório	Amostra		Laboratório	Amostra		Laboratório	Amostra	
	A	B		A	B		A	B
1	5,65	5,83	13	5,91	5,68	25	5,47	5,75
2	5,47	5,86	14	5,85	6,17	26	5,75	6,08
3	5,45	5,85	15	5,50	5,60	27	6,23	6,46
4	5,48	5,39	16	5,54	5,67	28	5,66	5,94
5	5,91	6,27	17	5,57	6,04	29	6,03	6,28
6	6,07	6,56	18	6,28	6,26	30	5,73	5,89
7	5,49	6,28	19	5,64	5,85	31	6,03	6,40
8	5,81	5,98	20	5,81	5,87	32	5,56	6,00
9	5,80	6,20	21	6,09	6,25	33	5,40	5,73
10	6,11	6,46	22	6,07	6,13	34	6,24	5,78
11	6,14	6,41	23	5,98	5,90	35	5,73	6,02
12	5,56	5,73	24	5,30	5,78	-	-	-
Média:			amostra A = 5,78			amostra B = 6,04		
Desvio padrão:			amostra A = 0,27			amostra B = 0,26		
Coeficiente de variação:			amostra A = 4,67			amostra B = 4,30		



Amostra A **Amostra B**
 Média de consenso: 5,78 kN/m Média de consenso: 6,04 kN/m
 Desvio padrão: 0,27 kN/m Desvio padrão: 0,27 kN/m

Número de laboratórios: 35
 ○ Pontos dentro da elipse: 31
 + Pontos fora da elipse: 4

Figura 3- Elipse de confiança para o ensaio de resistência à tração, seguindo a norma ISO 2471 (29), para o par de amostras A e B de papéis ofsetes (30).

As informações trazidas por um programa interlaboratorial, como o gerenciado pelo Agrupamento Celulose e Papel, permitem, também, um conhecimento mais profundo dos ensaios de caracterização de pastas celulósicas e de papel. Por exemplo, no caso da determinação da resistência ao arrebentamento, efetuada pelo procedimento descrito na norma ISO-2759 (31), onde os participantes utilizam equipamentos procedentes de dois fabricantes diferentes, verifica-se que, o equipamento de um dos fabricantes tende a dar valores sempre mais altos que o do outro. O fato é exemplificado na Figura 4, que apresenta os resultados obtidos para o par de amostras A e B, em uma das rodadas do Programa.

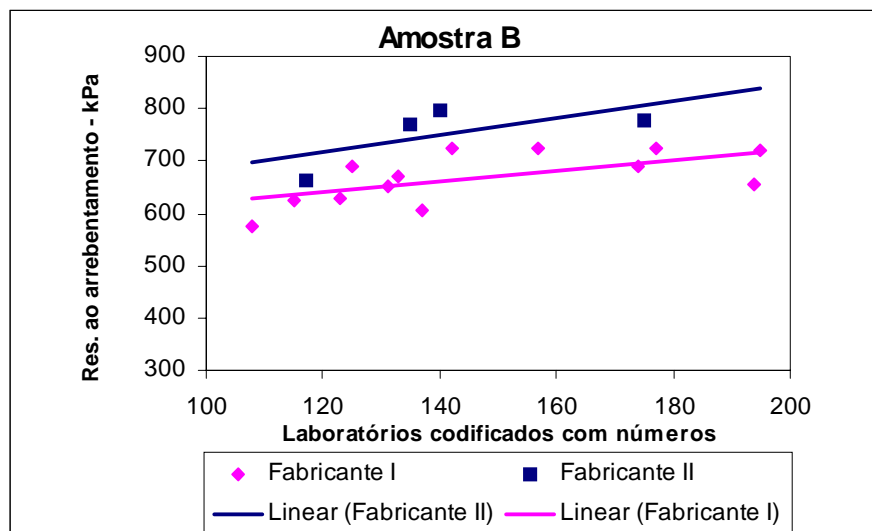
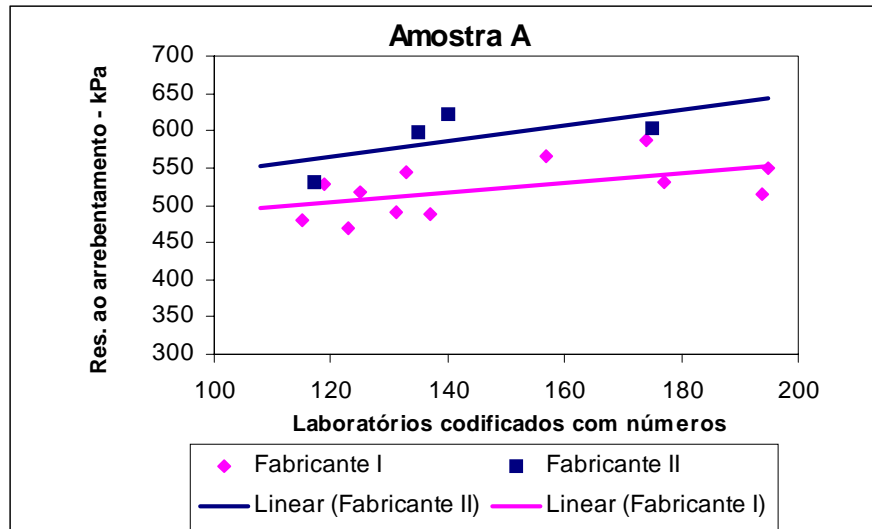


Figura 4 - Resistência ao arrebentamento, seguindo a norma ISO2759 (31), para papéis ofsetes (21).

Os programas interlaboratoriais do Agrupamento Celulose e Papel para ensaios em pasta celulósica, papel/cartão e chapas de papelão ondulado, não fugindo à regra de programas deste tipo, apresenta para cada ensaio uma média de consenso, ou seja obtida a partir de todos os resultados dos participantes, logicamente após o devido tratamento matemático para eliminar valores extremos. Esta média é considerada como sendo o valor real da amostra para um dado ensaio efetuado sob condições definidas. Entretanto, deve ser ressaltado novamente que, a desvantagem em assumir um valor de consenso como real é que ele é bastante sensível à população considerada e a resultados extremos Além disto, é muito difícil, quando não impossível, determinar sua incerteza.

5. Considerações Finais

Atualmente ter um laboratório operando dentro dos padrões de confiabilidade metrológica exige muito investimento tanto em recursos materiais como humanos. Esta exigência frequentemente entra em choque com outra: a de redução de gastos.

Na área de celulose e papel, em particular, a diversidade de propriedades que são medidas exige uma grande variedade de equipamentos. Junta-se a isto a velocidade atual dos desenvolvimentos tecnológicos, criando a necessidade de repor estes equipamento em um espaço menor de tempo.

Os Programas Interlaboratoriais de Ensaio, têm-se apresentado como uma ferramenta importante na busca da confiabilidade de resultados e tendem a ter cada vez mais adeptos. O Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – INMETRO, do Brasil, possui um banco de dados com cerca de 400 entidades, entre mundiais e nacionais, que oferecem programas destinados a averiguar a proficiência de laboratórios em ensaios específicos (32). Estes programas contemplam as mais diversas áreas (alimentos, agricultura, farmacêutica, biomédicas construção civil, forense, etc.) e materiais (água, asbestos, ar, tintas, papel, celulose, plástico, borracha, etc.).

Nem sempre a geração de dados laboratoriais recebe o devido destaque nas organizações, exceto na área de saúde onde a sua importância é eminente. Porém, deve ser ressaltado que neles se apoiam conclusões e decisões importantes.

A sofisticação das técnicas laboratoriais, encarecendo suas implantações, e a necessidade de investimentos contínuos, tanto em recursos materiais como humanos, para manutenção da confiabilidade metrológica dos dados emitidos por um laboratório, faz com que haja uma tendência a criação de laboratórios especializados em assuntos específicos dentro de uma determinada área. Este fato é bom, porque permite um conhecimento mais profundo de um assunto, mas, por outro lado, leva a uma visão mais fragmentada, que pode influenciar negativamente a interpretação de resultados.

Bibliografia

1. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. General requirements for the competence of calibration and testing laboratories. Guide ISO 25 - 1990. Genebra.
2. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL - INMETRO *Critério Específicos para o Credenciamento de Laboratórios de Ensaio em Agrotóxicos segundo os códigos das Boas Práticas de Laboratório*. NIE-DINQP – 093/Rev. 00-98. Rio de Janeiro.
3. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL - INMETRO. *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia*. 52pg, 1995. Rio de Janeiro.
4. WAENY, J. C. C. *Confiabilidade Metrológica : Conceitos Básicos Para Sistema de Medições*. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Publicação IPT – ACM-39. 1982, São Paulo.
5. WAENY, J. C. C. *Noções básicas de confiabilidade metrológica*. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Publicação IPT – ACM-23. 1983. São Paulo.
6. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Statistics: Vocabulary and Symbols*. ISO 3534- 1993. Genebra, Suíça.

7. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 1: Routine Analysis of quantitative data*; – BS 2846 –1: 1991. Londres.
8. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 2: Estimation of the mean - confidence interval*. – BS 2846: 1991. Londres.
9. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 3: Determination of a statistical tolerance interval*. BS 2846: 1991. Londres.
10. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 4: Techniques of estimation and tests relating to mean and variance*. BS 2846: 1991. Londres.
11. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 5: Power of tests relating to means and variances*. BS2846: 1991. Londres.
12. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 6: Comparison of two means in the case of paired observation*. BS2846: 1991. Londres.
13. BRITISH STANDARD INSTITUTION – BSI. *Statistical Interpretation of data. Part 7: Test for departure from normality*. BS2846: 1991. Londres.
14. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL - INMETRO. *Expressão da incerteza de medição na calibração. Primeira Edição Brasileira da EA-4/02*. Janeiro de 1999. Rio de Janeiro.
15. WHEELER J. D. *Modern Extensions of Interlaboratory Testing. Joint Statistical Meeting*, Agosto 14-17, 1994. Toronto, Ontario, Canada.
16. APOSTILA. *Ensaio de proficiência por Comparações Interlaboratoriais*. Curso ministrado pela Interamerican Accreditation Cooperation – IAC. São Paulo, 05-06 de agosto de 1999.
17. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes*. ISO Guide 43-1- 1997. Genebra.
18. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Proficiency testing by interlaboratory comparisons. Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies*. ISO Guide 43-2- 1997. Genebra.
19. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Paper and Board – Determination of grammage*. ISO 536- 1995. Genebra.
20. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Pulps – Determination of drainability using shopper riegler apparatus*. ISO 5267 – 1:1979. Genebra.
21. INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO – IPT. *Programa Interlaboratorial para Ensaio de Papel, Ciclo 2000 – Primeira rodada*. Relatório Técnico N°45 454. Maio 2000. São Paulo.
22. INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO – IPT. *Programa Interlaboratorial para Ensaio de Pasta Celulósica, Ciclo 2000 – Primeira rodada*. Relatório Técnico N°45 454. Junho 2000. São Paulo.
23. YOUNDEN, W.J. *Graphical diagnosis of interlaboratory test results*. *Industrial Quality Control*. v. 15, n.1, p1-5. Maio 1959.

24. MANDEL, J. *The statistical analysis of experimental data* . Interscience publishers. 1964.
- 25 OLIVIERI, J.C. *Método gráfico para a interpretação de resultados em programa interlaboratorial-Elipse de Confiança* – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT. Série Técnica e Métodos –1759. 19p. 1988. São Paulo.
26. WAENY,J.C.C. *Programas Interlaboratoriais- Introdução à Metodologia e Análise de Resultados* . Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT. Série Técnica e Métodos –7. 24p. 1980. São Paulo.
27. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Paper and Board – Air permeance of paper and board. Part 5: Method for determination of air permeance using the Gurley apparatus*. ISO 5636-5-1986. Genebra.
28. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Paper and Board – Determination of opacity (paper backing) Diffuse reflectance method*. ISO 2471-1977. Genebra.
29. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Paper and Board – Determination of tensile properties* . ISO 1924 – 2:1985. Genebra.
30. INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO – IPT. *Programa Interlaboratorial para Ensaio de Papel, Ciclo 1999 – Terceira rodada*. Relatório Técnico N°45 454. Novembro 1999. São Paulo.
31. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. *Paper – Determination of bursting strength* . ISO 2758:1983. Genebra
32. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL - INMETRO. *Ensaio de proficiência: Requisitos para provedores e banco de dados*. Editora Interciência Ltda. 2000. Rio de Janeiro, Brasil.