

REDE IPT DE PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS

Maria Luiza Otero D'Almeida, Vera Maria Lopes Ponçano, Ieda Kanashiro Makiya

Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, Av. Professor Almeida Prado, 532, CEP 05508-901, São Paulo, SP, Telefone (0XX11) 3767-4449/4540. E-mails: malu@ipt.br, vcponcano@ipt.br, iedakm@ipt.br.

1 INTRODUÇÃO

O Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S/A - IPT vem acumulando uma larga experiência no gerenciamento de Programas Interlaboratoriais, por meio de **programas permanentes**, que ocorrem com frequência determinada, e **programas não permanentes**, encomendados por clientes ou organizados para atender a demandas específicas.

Com o intuito de intensificar esta atividade, o IPT criou a *Rede IPT de Programas Interlaboratoriais*, sob a responsabilidade do seu Centro de Metrologia em Química - CMQ. A criação desta rede contou com o apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, por meio do projeto de implementação do Programa Brasileiro de Metrologia em Química - PBMQ - Fase II.

A Rede tem como foco principal programas que visam determinar e/ou monitorar o desempenho de laboratórios em ensaios ou medições específicas, vindo, assim, atender a uma demanda conseqüente de sistemas de qualidade que visam confiabilidade metrológica.

Atualmente, a demonstração da proficiência de um laboratório ou da compatibilidade de seus resultados ocorre por meio de programas interlaboratoriais, sendo, inclusive, a participação em tais programas requisito da norma *NBR ISO/IEC 17025:2001 - Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e de Calibração*^[1] (item 5.9). Outros benefícios que advêm desta participação ainda podem ser citados:

- melhoria da confiabilidade metrológica dos dados emitidos pelo laboratório;
- conhecimento da natureza dos desvios cometidos pelo laboratório (sistemáticos ou aleatórios);
- monitoramento de metodologias e da calibração/afiação dos equipamentos do laboratório;
- detecção de necessidades de treinamento;

- aprimoramento dos serviços prestados; e
- *benchmarking*.

A *Rede IPT de Programas Interlaboratoriais* atua em amplo espectro de materiais, matrizes e componentes, oferecendo programas para determinar a concentração de elementos ou substâncias específicas e propriedades de materiais, sendo que todos eles seguem as diretrizes recomendadas na norma *ABNT ISO/IEC: Guia 43 - Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais*^[2,3].

Diversos já foram os programas específicos, não permanentes, realizados pelo IPT, sendo que cada um deles recebe tratamento pontual para melhor atender à finalidade a que se destina. Quanto aos programas permanentes, oito estão incorporados à Rede IPT. Eles estão listados na **Tabela 1**.

Os **programas interlaboratoriais permanentes** da Rede IPT apresentam as seguintes características:

- ocorrem anualmente, contemplando duas a três rodadas;
- as amostras enviadas aos participantes são retiradas de produtos fabricados industrialmente, portanto não são padrões de referência, ou, em outras palavras, os valores verdadeiros para os parâmetros analisados não são conhecidos;
- em cada rodada é enviado um par de amostras ao participante.
- utilizam um diagrama que identifica os laboratórios com desvios sistemáticos e aleatórios, cuja construção é baseada no gráfico de Youden^[4], empregando como valor de referência a *média de consenso*.

Este trabalho tem como objetivo apresentar os **programas interlaboratoriais permanentes** da Rede IPT, cujas particularidades exigem condições especiais nas etapas de preparação de amostra e de tratamento dos dados recebidos dos participantes.

Tabela 1 - Programas permanentes da Rede IPT

PROGRAMA	ENSAIOS OFERECIDOS
Óleo cítrico	Densidade (digital e picnômetro), índice de refração, rotação ótica, índice de peróxido, resíduo de evaporação, limoneno, componentes carbonílicos, butirato de etila, valenceno.
Óleo lubrificante	Viscosidade cinemática, número de acidez total, ponto de fulgor, ponto de combustão, cor, densidade relativa, teor de água.
Aço	Carbono, silício, manganês, fósforo, enxofre, cromo, níquel, molibdênio, cobre, alumínio, titânio, vanádio.
Borracha	Densidade hidrostática, dureza tipo A, resistência ao rasgamento, resistência à abrasão, tensão na ruptura (antes e após envelhecimento), alongamento na ruptura (antes e após envelhecimento), módulo de elasticidade a 100%.
Papel	Umidade, gramatura, espessura, permeância ao ar (<i>Gurley e Bendtsen</i>) aspereza <i>Bendtsen</i> , absorção superficial de tinta K&N, resistência superficial com cera <i>Dennison</i> , alvura direcional, alvura difusa, opacidade direcional, opacidade difusa, brilho especular, resistência à tração, resistência ao rasgo, resistência ao esmagamento de anel, resistência à compressão (<i>Concora</i>), rigidez <i>Taber</i> , pH do extrato aquoso (a frio e a quente), cinza, capacidade de absorção de água <i>Cobb</i> , resistência à permeação de líquidos (<i>Hércules</i>).
Pasta celulósica	Sujeira, viscosidade (dinâmica e intrínseca), número Kappa, solúveis em diclorometano, avaliação da moagem <i>Jokro</i> , avaliação da moagem PFI, resistência à drenagem <i>Shopper Riegler</i> , drenabilidade CSF, avaliação do processo de formação de folhas.
Papelão ondulado	Gramatura, espessura, resistência ao esmagamento (<i>flat crush</i>), resistência à compressão (<i>edge crush</i>), capacidade de absorção de água <i>Cobb</i> .
Tinta anticorrosiva	Viscosidade <i>Stomer</i> , viscosidade do copo <i>Ford</i> , sólidos por massa, sólidos por volume, massa específica, grau de dispersão, poder de cobertura.

2 ESQUEMA DOS PROGRAMAS PERMANENTES DA REDE IPT

Os *programas interlaboratoriais permanentes* da Rede IPT são, como já mencionado, anuais, abrangendo duas a três rodadas ao ano, e seguem o seguinte esquema:

- uma carta convite contendo a lista de ensaios oferecidos é encaminhada ao participante potencial, que pode se inscrever nos ensaios que desejar;
- a inscrição de um laboratório no programa permite participar em todas as rodadas oferecidas no ano;
- em cada rodada e para cada ensaio, o laboratório inscrito recebe um par de amostras. Estas amostras podem ser constituídas por vários corpos-de-prova. Por exemplo: no programa para papel, as amostras são constituídas, respectivamente, por dez corpos-de-prova;
- o laboratório realiza o ensaio nas amostras seguindo instruções contidas em um manual, enviado quando da realização da primeira rodada do programa, e encaminha os resultados ao IPT;
- os resultados recebidos são submetidos a um tratamento estatístico, sendo então elaborado um Relatório Técnico que é encaminhado aos participantes;
- neste Relatório Técnico o participante identifica sua posição. Esta identificação é feita por meio de código individual e confidencial, fornecido pelo IPT a cada um dos participantes;
- ao final de todas as rodadas, o participante recebe um resumo de sua posição nas rodadas do ano.

3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DOS PROGRAMAS PERMANENTES

Nos programas permanentes oferecidos pela Rede IPT, a preparação das amostras constitui-se em ponto determinante para o sucesso do programa. Como mencionado, as amostras encaminhadas aos participantes são extraídas de produtos fabricados industrialmente; portanto três pontos são essenciais:

- o material usado para gerar as amostras necessita ser o mais homogêneo possível, devendo-se conhecer o seu perfil de variação para cada ensaio oferecido no programa;
- as amostras encaminhadas aos participantes, em cada rodada, devem apresentar a mesma variabilidade para um dado ensaio, para que a diferença de resultados entre participantes não seja devido a variações na amostra; e
- a amostra deve ser estável durante o período de uso.

Para determinar o perfil de variação do material que gerará as amostras deve-se aplicar um processo estatístico adequado a cada produto. Por exemplo: no caso de papel, onde as amostras são retiradas de uma bobina, descartando-se as extremidades laterais, faz-se ao longo dela amostragens para determinar os valores dos parâmetros oferecidos no programa. Na determinação do perfil, como os ensaios são feitos por um único laboratório, utilizando os mesmos equipamentos, metodologia, e técnico para realização de cada determinação, considera-se que as variações encontradas sejam do material, o qual não apresenta, necessariamente, o mesmo perfil de variação para todos os ensaios, como exemplificado na **Tabela 2**.

Tabela 2 - Perfil de variação de alguns ensaios do PI para Papel

Ensaio	Coefficiente de variação (papel ofsete, ano 2003)
Gramatura	0 a 3%
Alvura difusa	0 a 3%
Resistência ao rasgo	3 a 6%
Aspereza	3 a 6%

Nota: Coeficiente de variação é o quociente entre o desvio padrão e a média multiplicado por 100.

No caso do papel, as diferenças entre os coeficientes de variação dos ensaios apresentados na **Tabela 2** se deve ao fato de haver propriedades mais difíceis de serem controladas na fabricação, como a de aspereza superficial e de rasgo. É essencial que, em cada rodada, os participantes recebam amostras exatamente com o mesmo coeficiente de variação para um dado ensaio.

No caso do Programa Interlaboratorial para Papel, o mesmo coeficiente de variação é garantido por embaralhamento. Neste programa, em cada rodada, o participante recebe um par de amostras, tendo cada, respectivamente, dez corpos-de-prova. O processo usual de *embaralhamento* consiste em:

- considerar o número de participantes, o qual denominaremos de n ;
- separar para cada amostra do par $10n$ corpos-de-prova;
- formar $n/2$ montes, colocando em cada monte um corpo-de-prova e assim consecutivamente até finalizar todos os corpos-de-prova;
- juntar os montes em ordem definida por sorteio;
- repetir a operação novamente, desta vez formando n montes;
- repetir as operações c , d e e por três vezes;
- finalmente têm-se as amostras preparadas para serem enviadas.

No caso dos programas que utilizam amostras líquidas, o processo para garantir que as amostras enviadas tenham mesmo coeficiente de variação para um dado ensaio é bem mais simples. Resume-se em retirar alíquotas idênticas de uma solução ou dispersão que deve estar completamente homogênea.

Qualquer que seja o programa da Rede IPT, a operação de preparação de amostras é constantemente revisada, considerando o número de participantes e o perfil da amostra.

Para verificar se a amostra apresenta estabilidade, deve-se fazer análises laboratoriais ao longo de um período, o qual deve ser superior ao de realização do programa.

4 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS PROGRAMAS PERMANENTES

No caso de programas interlaboratoriais com foco no desempenho de laboratórios, o tratamento estatístico deve detectar os laboratórios com comportamento discrepante dos

demais e identificar fontes de variabilidade que possam explicar as eventuais diferenças.

Os programas interlaboratoriais da Rede IPT utilizam um modelo estatístico que envolve a aplicação de uma Análise de Variância (ANOVA) com dois fatores, média de cada amostra do par fornecida pelo laboratório. Com esta análise, pode-se estimar a variabilidade total, associada ao programa, além de avaliar a existência de desvios sistemáticos.

Para cada ensaio, a partir do conjunto de dados disponíveis, obtêm-se as médias de consenso para cada amostra que compõem o par de amostras e constrói-se um diagrama identificando os laboratórios com desvios sistemáticos ou aleatórios. Este diagrama de resultados permite ao participante visualizar sua situação perante a média de consenso e ao conjunto de laboratórios. A construção do diagrama é baseada, como já mencionado, no gráfico de Youden^[4].

Para programas interlaboratoriais referentes a materiais, é comum o uso de amostras industriais e não de padrões de referência. Nestes casos, as *médias de consenso*, obtidas a partir do conjunto de resultados dos participantes, após eliminação daqueles considerados discrepantes, passam a ser os valores de referência.

Em programas que utilizam como valor de referência a média de consenso, é muito importante a eliminação dos valores extremos e, ainda, que esta eliminação seja feita de modo objetivo, pois a média de consenso é determinada com os resultados que não são eliminados.

A forma de eliminação de resultados extremos deve ser adequada a cada programa. Tomando como exemplo o Programa Interlaboratorial para Papel, a forma escolhida foi a de gráficos do tipo “*box-plot*” (Bussab e Morettin)^[5] onde valores com distâncias ao primeiro ou terceiro quartis maiores que x vezes o intervalo interquartil são eliminados. Usualmente, para x é recomendado o valor de 1,5, mas este número pode ser variado conforme o caso.

Os quartis podem ser calculados a partir de:

$$Q_p = [1 - \text{frac}(W)] \cdot X_{\text{int}(W)} + \text{frac}(W) \cdot X_{\text{int}(W)+1}$$

em que:

X_i = seqüência ordenada dos resultados da amostra (A ou B) cujos quartis serão calculados;

$W = n.p + 0,5$, onde n é o número de laboratórios e p assume os valores de 0,25 para o primeiro quartil e 0,75 para o terceiro quartil;

$\text{int}(W)$ = parte inteira de W ;

$\text{frac}(W)$ = parte fracionária de W .

Para o Programa Interlaboratorial para Papel, foi adotado para x o valor de 1, pois para parâmetros que apresentavam grande dispersão de resultados, este valor se mostrou mais eficaz.

A desvantagem do uso de média de consenso é que esta não pode ser assumida como sendo o valor verdadeiro do parâmetro determinado, pois depende dos resultados obtidos para a amostra considerada. Mesmo assim, os dados podem ser utilizados para avaliar diferenças entre as medidas realizadas pelos laboratórios e sugerir possíveis razões para sua ocorrência.

5 CONCLUSÃO

O gerenciamento de Programas Interlaboratoriais requer muito mais do que a simples aplicação de métodos estatísticos. É necessário ter conhecimento da natureza dos materiais que darão origem as amostras, para que estes sejam adequadamente selecionados e usados e ter domínio dos procedimentos analíticos sugeridos, para que as amostras sejam preparadas de modo apropriado e que as instruções elaboradas para os participantes sejam claras. Além disto, os modelos estatísticos selecionados devem ser

adequados à situação e fornecer informações que realmente representem um ganho para o participante do programa.

A Rede IPT de Programas Interlaboratoriais, que incorpora tanto programas permanentes como não permanentes, tem como preocupação constante a evolução de seus programas, quer por meio da modificação dos tratamentos estatísticos empregados, quer pela elaboração de aplicativos (*softwares*) ou pela introdução de elementos que venham enriquecer ou facilitar a interpretação dos resultados apresentados.

6 REFERÊNCIAS

1. NBR ISO/IEC 17025:2001. Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
2. ABNT ISO/IEC Guia 43-1. Ensaio de Proficiência por comparações interlaboratoriais Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência.
3. ABNT ISO/IEC Guia 43-2. Ensaio de Proficiência por comparações interlaboratoriais Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios.
4. YOUNG, W.J. Graphical diagnosis of interlaboratory test results. *Industrial Quality Control*, v.15, n.1, p.1-5, 1959.
5. BUSSAB, W.O.; MORETTIN, P.A. *Estatística básica*. 3.ed. São Paulo : Saraiva.