

V CONGRESO IBEROAMERICANO DE INVESTIGACION EN CELULOSA Y PAPEL 2008
CIADICYP Octubre 2008, Guadalajara, Jalisco, México
Departamento de Madera, Celulosa y Papel, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías
Universidad de Guadalajara
Km. 15.5 Carretera Guadalajara-Nogales, C.P. (45200), Zapopan, Jalisco, México
Tel: (52)33 -3682-0110, Ext.118, e-mail: ciadicyp@red.cucei.udg.mx

MODELO DE PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA O ENSAIO DE PINTAS E ESTILHAS EM PLACAS DE PASTA CELULÓSICA

MODEL OF INTERLABORATORIAL PROGRAM FOR THE DIRT AND SHIEVES ESTIMATION IN CELLULOSE PULP

D'Almeida, Maria Luiza O. ¹; Yasumura, Patrícia K. ²; Koga, Mariza E.T. ³

(1,2,3)- Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S/A - IPT, Av. Prof. Almeida Prado, 532 - CEP 05508-901, telefone 55 11 3767-4449, fax 55 11 3767-4098, e-mail malu@ipt.br

RESUMO

A aplicação de um programa interlaboratorial para o ensaio de determinação de pintas e estilhas, empregando como item de ensaio placas de pasta celulósica industrial, deve considerar o fato de que estas *sujeiras* ocorrem de modo aleatório. Deste modo, não se pode simplesmente preparar os itens de ensaio a partir de uma amostra, encaminhá-los aos participantes e comparar seus resultados.

Este estudo apresenta um modelo de Programa Interlaboratorial, onde todos os itens de ensaio são previamente analisados por um laboratório de referência e as diferenças respectivas entre os resultados desse laboratório e os dos laboratórios participantes são a base para determinar a compatibilidade do conjunto de laboratórios. Foram efetuadas três rodadas com a metodologia sugerida e esta se mostrou aplicável.

Palavras-chave: pintas e estilhas; programa interlaboratorial; qualidade de pasta celulósica.

ABSTRACT

The application of an Interlaboratorial Program for the dirt and shives estimation, using pieces of industrial cellulose pulp as test items, must consider the fact that these kinds of *dirtyes* occur in a random way. Thus one cannot simply prepare the test items from one pulp sample, send them to the participant laboratories and compare their results.

This study presents a model of Interlaboratorial Program in which all the test items are previously analyzed by a reference laboratory and the differences between the results of this laboratory and the ones from the participants are the basis to determine the compatibility of the group. Three interlaboratorial rounds were performed with the suggested methodology that showed to be applicable.

Keywords: dirt and shives; interlaboratorial program; quality analysis of pulp.

1 INTRODUÇÃO

O teor de pintas e estilhas em pasta celulósica branqueada na forma de placas consiste em uma determinação importante, pois qualquer corpo estranho presente na pasta celulósica torna-se visível no papel e pode influir negativamente em seu uso, principalmente se este for destinado à impressão.

Entende-se como pinta qualquer sujeira não fibrosa e como estilha feixes de fibras não separadas completamente no processo de deslignificação.

As normas mais usuais para determinação de pintas e estilhas em pasta celulósica são: ISO 5350-2:2006 (emprega luz transmitida), ISO 5350-3:2007 (emprega luz refletida) e TAPPI T 213-0M-2001 (emprega luz refletida).

Todas estas normas têm o mesmo princípio: inspeção em corpos-de-prova, empregando luz transmitida ou luz refletida, e anotação, por meio de comparação com um diagrama padrão (Figura 1), da área de pintas e estilhas presentes, sendo o resultado final expresso como a área total de pintas e estilhas por metro quadrado.

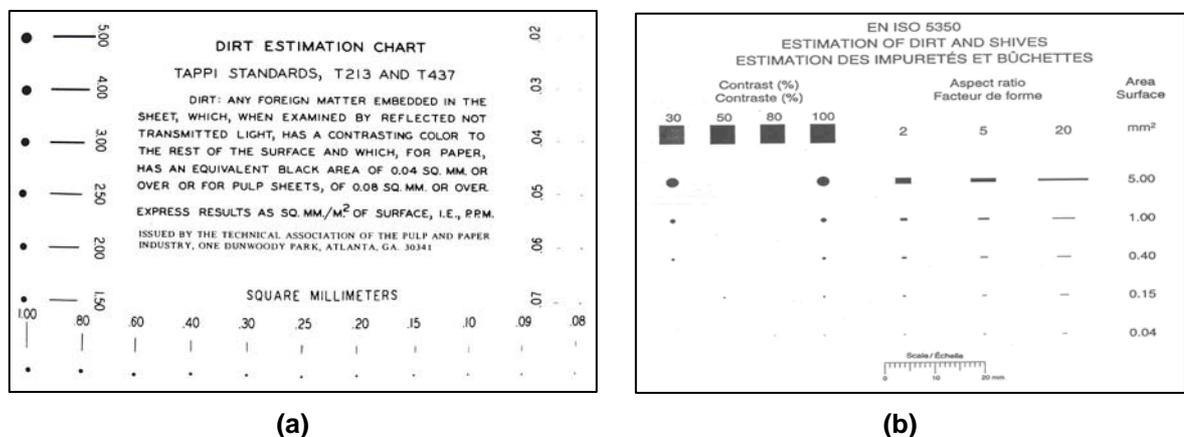


Figura 1 - Diagramas padrões: (a) TAPPI e (b) ISO

A aplicação de qualquer uma dessas normas envolve questões subjetivas, como acuidade visual do analista e a interpretação das áreas das pintas e estilhas, já que estas geralmente não têm forma definidas enquanto que as tabelas padrões apresentam formas definidas. Ainda, nos métodos com luz transmitida, fibras levantadas podem ser confundidas como pintas ou estilhas, pelo contraste que provoca com a luz

Na determinação de pintas e estilhas, é importante um laboratório provar que ele aplica a metodologia de forma adequada e, portanto, seus resultados são confiáveis. Isto pode ser realizado por meio de um Programa Interlaboratorial. Por outro lado, os aspectos subjetivos das normas mencionadas e o fato das pintas e estilhas serem ocorrências aleatórias dificultam a aplicação de tal Programa.

Este trabalho apresenta uma sugestão de Programa Interlaboratorial para a determinação de pintas e estilhas baseado nas diferenças obtidas entre os resultados dos laboratórios participantes e o de um laboratório de referência.

2 METOLOGIA

Foram efetuadas três rodadas do Programa Interlaboratorial sugerido.

Em cada rodada, foram preparadas, por participante, duas amostras de placas celulósicas, respectivamente A e B, cada constituída de 10 placas. Antes do envio dessas amostras, o teor de sujeira (pintas e estilhas) das placas foi determinado pelo Laboratório de Papel e Celulose do Instituto de Pesquisas

Tecnológicas do Estado de São Paulo –IPT. Esta determinação foi efetuada por três técnicos capacitados e gerou, respectivamente, para cada amostra, três valores independentes de teor de sujeira. A média dos valores obtidos pelos técnicos do IPT foi considerada como um valor de referência.

Para a determinação da sujeira, tanto os técnicos do IPT como os participantes seguiram o procedimento da norma ISO 5350-2:2006 com as seguintes modificações:

- as placas não foram umedecidas para realização da análise (a norma solicita umedecer).
- cada placa foi analisada dos dois lados (a norma solicita a análise de apenas um dos lados).
- os resultados foram expressos em mm²/m² (na norma o resultado é expresso em mm²/kg).

As modificações de procedimento foram efetuadas para que fossem foco de análise apenas a sujidade presente na superfície das placas.

Aos técnicos do IPT, capacitados e treinados para realizarem a determinação de pintas e estilhas, não foi dada qualquer tipo de orientação conjunta antes da realização do ensaio, para simular uma situação correlata ao programa aplicado.

Juntamente com as placas de pasta celulósica foi enviado um cartão padrão ISO 5350 (ver **Figura 1**), específico para a determinação de sujeira no material em questão.

Durante a determinação do teor de sujeira pelos técnicos do IPT, um filme transparente foi colocado sobre as placas, uma vez que estas mesmas placas seguiriam, respectivamente, para os participantes, portanto, não poderiam ter qualquer tipo de sujeira além daquela presente originalmente.

Cada participante encaminhou para o IPT os resultados do teor de sujeira das duas amostras que recebeu, A e B respectivamente, que foram tratados estatisticamente segundo o método apresentado no item 2.1. Como já mencionado, a média dos valores obtidos pelos técnicos do IPT, para cada amostra, foi considerada como o valor de referência.

2.1 Tratamento dos dados

O tratamento estatístico baseou-se nas diferenças entre os valores encontrados pelos participantes e na média dos três valores encontrados pelos técnicos do IPT. A partir destes valores determinou-se o z-escore do laboratório participante. Assim, para cada laboratório calculou-se:

$$z = \frac{x - \mu}{\sigma}$$

Onde:

x é o valor obtido pelo laboratório

μ é o valor de referência

σ é o desvio padrão do valor de referência

O valor de z-escore mostra a distância entre a média do laboratório e o valor de referência em termos do número de desvios padrões. Quanto mais consistente for o resultado em comparação ao valor de referência, mais próximo de zero será o z-escore. Tem-se:

- $|z| \leq 2$ - desempenho satisfatório
- $2 < |z| < 3$ - desempenho questionável
- $|z| \geq 3$ - desempenho não satisfatório

3 RESULTADOS E COMENTÁRIOS

3.1 Primeira rodada

Os resultados obtidos pelos laboratórios e os valores de referência são mostrados na **Tabela 1**. Nesta tabela pode-se observar que os resultados de pintas e estilhas apresentam grande variação e isto está relacionado a cada laboratório ter recebido placas específicas e a aleatoriedade de ocorrência de pintas e estilhas. Nota-se também uma grande variação nos valores de desvio padrão, alguns se apresentando relativamente altos. Este fato está relacionado à subjetividade envolvida no ensaio e, possivelmente, a formatos variados das pintas.

Um desvio padrão alto do valor de referência indica uma amostra mais difícil de ser analisada e, provavelmente, um fator maior de subjetividade. Entretanto, este fato é, de certo modo, contemplado na análise de desempenho do laboratório, uma vez que nela é considerado o desvio padrão.

Tabela 1 - Resultados do ensaio de sujeira (mm^2/m^2)

| Código do Laboratório | Amostra A | | | Amostra B | | |
|-----------------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| | Resultado do participante | Média de referência (IPT) | Desvio padrão da referência | Resultado do participante | Média de referência (IPT) | Desvio padrão da referência |
| 107 | 5,75 | 4,08 | 0,68 | 3,23 | 1,34 | 0,05 |
| 114 | 4,84 | 3,92 | 0,82 | 3,60 | 1,45 | 0,46 |
| 129 | 4,59 | 3,35 | 0,64 | 1,01 | 0,71 | 0,24 |
| 132 | 6,20 | 3,66 | 1,07 | 5,00 | 2,31 | 0,73 |
| 145 | 1,67 | 4,18 | 0,84 | 0,71 | 0,53 | 0,09 |
| 159 | 2,27 | 1,55 | 0,36 | 1,44 | 1,63 | 0,88 |

A partir dos valores de referência é possível então calcular o z-escore para cada laboratório. O resultado é apresentado numericamente na **Tabela 2** e na forma de gráfico na **Figura 1**.

Tabela 2 - Resultados de z-score para cada laboratório participante

| Código do Laboratório | Amostra A | Amostra B |
|-----------------------|-----------|-----------|
| LPC107 | 2,46 | 37,80 |
| LPC 114 | 1,12 | 4,72 |
| LPC 129 | 1,94 | 1,28 |
| LPC 132 | 2,40 | 3,68 |
| LPC 145 | -3,00 | 2,00 |
| LPC 159 | 2,02 | -0,22 |

Analisando os dados da **Tabela 2** observa-se que:

- para a amostra A, apenas o laboratório LPC 145 apresentou resultados não satisfatórios, considerando a metodologia estatística aplicada;
- para a amostra B, os laboratórios LPC 107, LPC 114 e LPC 132 apresentaram resultados não satisfatórios, considerando a metodologia estatística aplicada.

Entretanto, os valores de z-escore dentro da faixa de -3 a +3 ou no limiar de |3| podem, no caso, serem considerados como aceitáveis, devido ao procedimento de determinação de sujidade envolver análise sensorial (visão), que adiciona subjetividade na realização do ensaio e por se ter um valor de referência resultante da média de apenas 3 valores. Neste caso, os laboratórios LPC 107, LPC 114 e LPC 132 apresentaram resultados não satisfatórios para a amostra B. e dentre eles apenas o LPC107 é o crítico.

A **Figura 1** mostra a representação gráfica do z-escore.

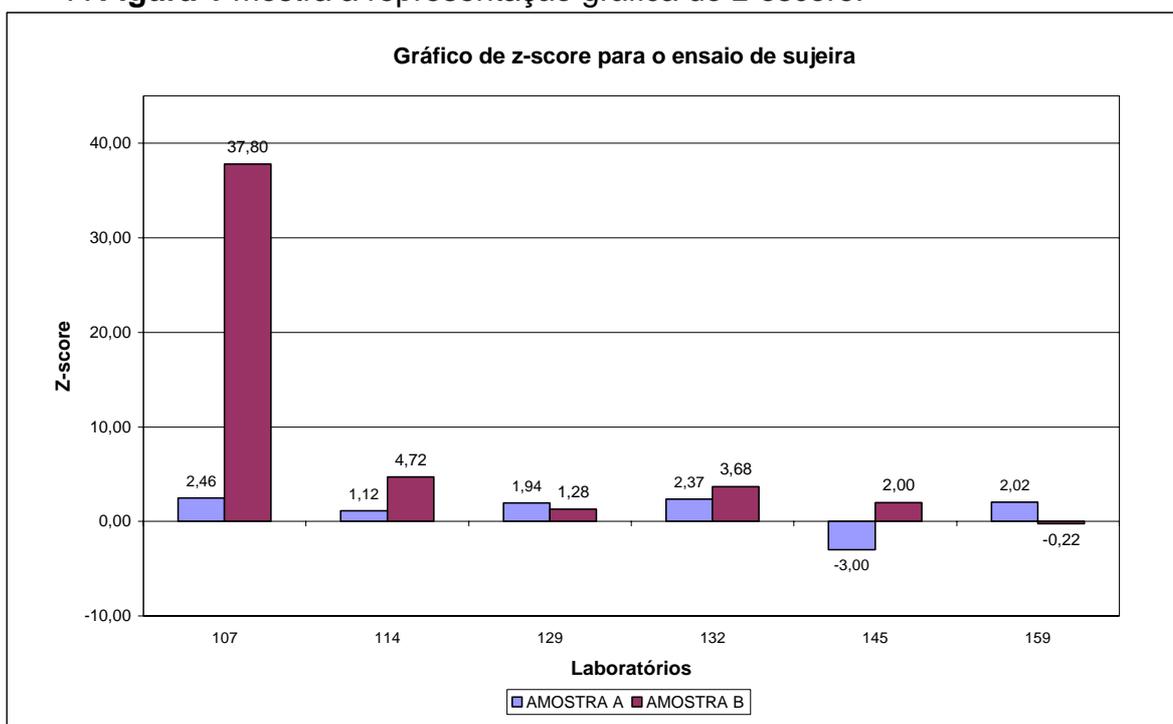


Figura 1 - Gráfico de z-escore para o ensaio de sujeira – primeira rodada

O método de determinação de pintas e estilhas, embora envolva subjetividade, é aplicável porque dos seis laboratórios participantes apenas um apresentou valor crítico e, ainda, somente para uma das amostras enviadas. Por sua vez, o Programa Interlaboratorial mostrou-se aplicável por permitir que cada laboratório compare seu valor com um de referência e por dar para cada um deles uma visão em relação a outros laboratórios.

3.2 Segunda e terceira rodadas

Os gráficos de z-escore obtidos para o ensaio de sujeira nas segunda e terceira rodadas são apresentados nas **Figuras 2 e 3**, respectivamente.

Os comentários efetuados no item 3.1, para a primeira rodada, são válidos no caso da segunda e terceira rodada. O Laboratório LPC114 não participou dessas rodadas.

Na segunda e terceira rodada não ocorreram valores de z-escore muito superiores a |3|.

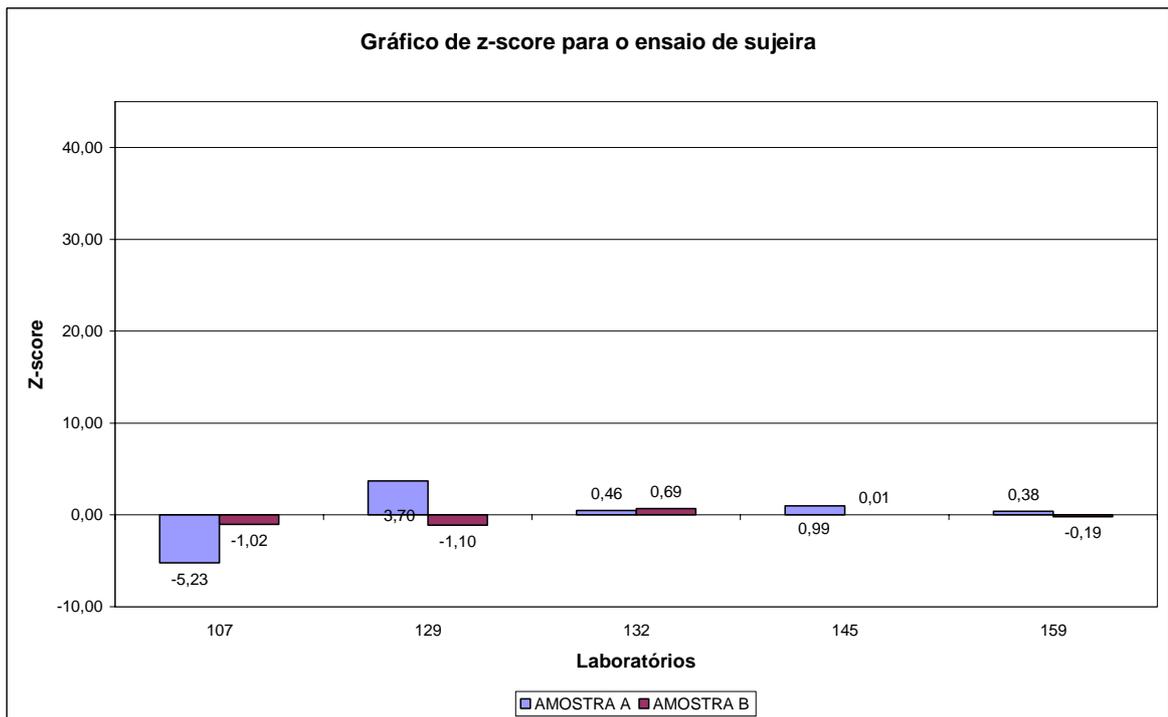


Figura 2 - Gráfico de z-escore para o ensaio de sujeira – segunda rodada

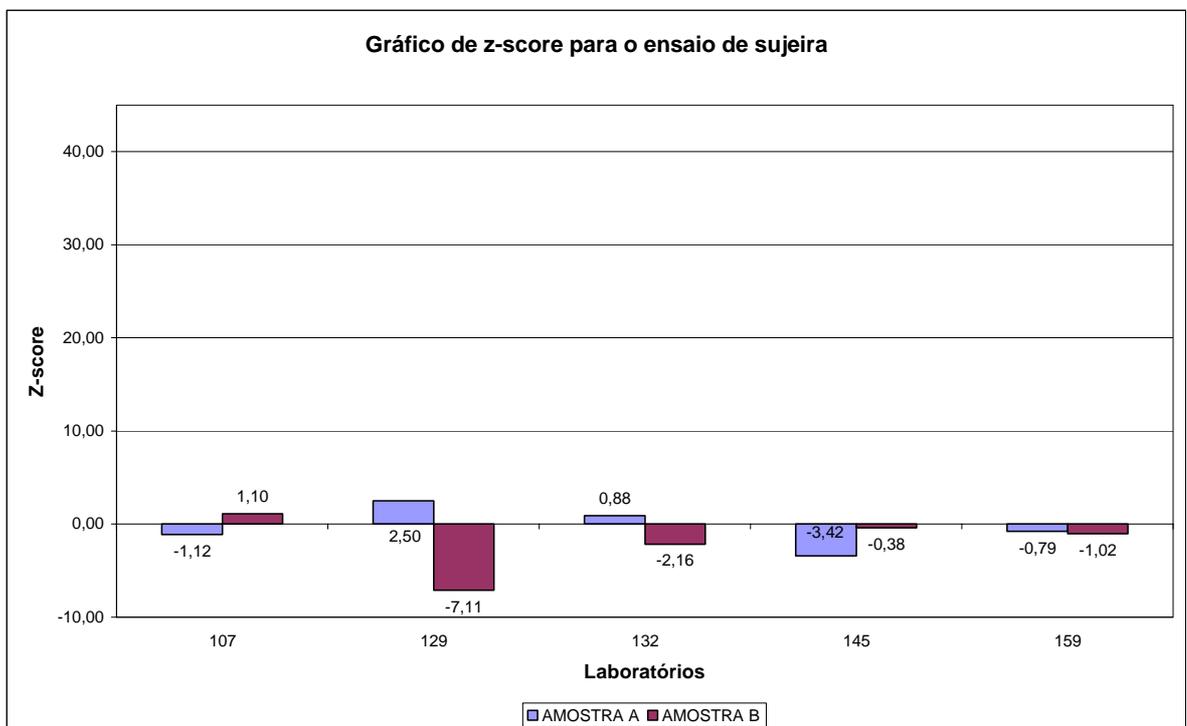


Figura 3 - Gráfico de z-escore para o ensaio de sujeira – terceira rodada

4 CONCLUSÃO

O Programa Interlaboratorial desenvolvido mostrou-se aplicável. Permite que cada laboratório compare seu valor com um de referência e, também, que tenha uma visão em relação a outros laboratórios participantes.

5 BIBLIOGRAFIA

1. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. *NBR ISO/IEC 17025:2001*: Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
2. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. *NBR ISO/IEC Guia 43-1*: Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. *NBR 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. EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACCREDITATION. *EA 2/9:2000-EA*: Policy on the accreditation of providers of proficiency testing schemes.
5. INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION - ILAC. *ILAC-G13:2000*: Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency test schemes.
6. INTERNATIONAL UNION FOR PURE AND APPLIED CHEMISTRY – IUPAC. The International harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories. *Pure Appl. Chem. Technical Report*, v.78, n.1, p.145-196, 2006.
7. ISO 5350-2:2006 – Pulps – Estimation of dirt and shives – Part 2: Inspection of mill sheeted pulp by transmitted light
8. ISO 5350-3:2007 – Pulps – Estimation of dirt and shives – Part 3: Visual inspection by reflected light using Equivalent Black Area (EBA) method
9. NATIONAL ASSOCIATION OF TESTING AUTHORITIES – NATA. *Guide to NATA Proficiency Testing – Version 1*. Australia, 2004.
10. TAPPI T 213-0M-2001 – Dirt in pulp
11. VIM – *Vocabulário internacional de termos Fundamentais e gerais de metrologia*. INMETRO – Instituto de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, 2ª edição, Brasília, 2000.
12. WONG, S.K. Evaluation of the use of consensus values in proficiency testing programmes. *Accred. Qual. Assur.*, v.10, p.409-414, 2005. (Published on line: 23 November 2005).