

PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS - PARTE I PROFICIENCY TESTING SCHEMES - PART I

Importância no setor de celulose e papel *Importance in the pulp and paper sector*

Autores/Authors*: Maria Luiza Otero D'Almeida¹
Desirée Moraes Zouain²

Palavras-chave: celulose; papel; programas interlaboratoriais; qualidade

Keywords: paper; pulp; proficiency testing schemes; quality

RESUMO

Produtos com qualidade assegurada são exigidos no mercado atual. Isso demanda que os resultados laboratoriais que sustentam a informação dada a esses produtos tenham, também, sua qualidade comprovada. A cadeia produtiva do setor de celulose e papel é extensa e diversificada e a boa qualidade de dados gerados em laboratório, nas várias fases dessa cadeia, é imprescindível, pois apoiadas neles decisões de processo são tomadas, análises de conformidade elaboradas e transações efetuadas. Os Programas Interlaboratoriais (PIs), desenhados e operados para garantir o desempenho de laboratórios, são ferramentas usuais para assegurar a qualidade de dados laboratoriais. Este trabalho ressalta a importância desses PIs para o setor de celulose e papel, apresenta as operações e os aspectos relevantes envolvidos na sua aplicação, os principais provedores na área de celulose e papel e o crescimento dos PIs.

ABSTRACT

Products of assured quality are a requirement on today's market. This demands that the laboratory results sustaining the information given for these products also have their quality proven. The productive chain of the pulp and paper sector is long and diversified and good quality of laboratory generated data in the various phases of this chain is indispensable, as based on them process decisions are reached, conformity analyses conducted, and transactions made. The Proficiency Testing Schemes (PTS), designed and run to guarantee the laboratory performance, are usual tools to assure the quality of laboratory data. This work stresses the importance of these PTS for the pulp and paper sector, presents the operations and main aspects involved in their application, the main providers in the pulp and paper area, and the growth of PTS.

INTRODUÇÃO

A cadeia produtiva do setor de celulose e papel no Brasil pode ser resumida do modo apresentado na **Figura 1**.

De acordo com o BNDES, “*O Brasil apresenta vantagem competitiva inequívoca no crescimento de florestas, por causa do clima, do solo, da quantidade de luz solar e também graças ao desenvolvimento de biotecnologia florestal*”. (BNDES, 2010).

INTRODUCTION

*The productive chain of the pulp and paper sector in Brazil can be summarized in the way presented in **Figure 1**.*

According to BNDES (National Economic and Social Development Bank), “Brazil presents a clear competitive advantage in terms of forest growth, because of the climate, the soil, and the amount of sunlight, as well as due to the development of the forest biotechnology”. (BNDES, 2010).

*Referências dos autores / Authors' references:

1. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. – IPT. Av. Prof. Almeida Prado, 532. São Paulo, Brasil – E-mail: malu@ipt.br
*Institute of Technological Researches of the State of São Paulo – IPT.
Address: Av. Prof. Almeida Prado, 532, São Paulo, Brazil – E-mail: malu@ipt.br*
2. Núcleo de Política e Gestão Tecnológica da USP. Programa de Pós-Graduação IPEN-USP. Av. Prof. Luciano Gualberto, 908, sala B114, São Paulo, Brasil – E-mail: dzouain@ipen.br
*Center of Technological Policy and Management of the University of São Paulo (USP). IPEN-USP Postgraduate Program. Address:
Av. Prof. Luciano Gualberto, 908, sala B114, São Paulo, Brazil – E-mail: dzouain@ipen.br*

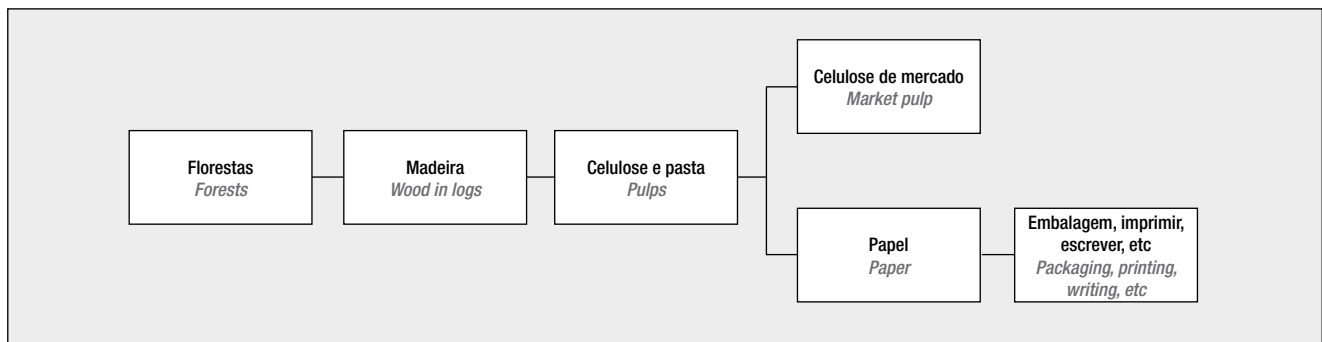


Figura 1. Cadeia produtiva de celulose e papel no Brasil (BNDES, 2010) / **Figure 1.** Productive pulp and paper chain in Brazil (BNDES, 2010)

Este fato reflete diretamente sobre o setor de celulose e papel. O próprio BNDES afirma: “a vantagem brasileira na atividade florestal se traduz diretamente na grande competitividade no segmento de celulose de mercado em que o Brasil tem participação relevante no mercado mundial”. (BNDES, 2010).

O Brasil é o quarto produtor mundial de celulose de todos os tipos (BRACELPA, 2010a). Sua produção em 2008 foi de 12,6 milhões de toneladas, sendo 56% desta destinada às vendas no mercado externo, 34% ao consumo próprio e 10% às vendas no mercado interno (BRACELPA, 2010b). O grande destaque do país é sua competitividade na produção da celulose de fibra curta de eucalipto, sendo tendência a expansão de fabricação de celulose de mercado, oferecendo uma celulose mais competitiva em relação às concorrentes internacionais (BNDES, 2010).

No caso de papel, o Brasil apresenta segmentos diferentes com características e tendências distintas. Papéis sanitários, papéis especiais e papelão ondulado são basicamente dependentes do crescimento da economia brasileira, e sua estrutura produtiva comporta um grande número de empresas médias e pequenas. Por outro lado, os segmentos de papel de imprimir e escrever e de embalagem (kraftliner e cartão) são abastecidos por grandes empresas e encontram nas exportações uma via de alavancagem de venda (BNDES, 2010).

O Brasil é o décimo primeiro produtor mundial de papel (BRACELPA, 2010a). Sua produção em 2008 foi de 9,2 milhões de toneladas, sendo 55% desta destinada às vendas no mercado doméstico, 19% destinadas à exportação e 26% destinadas ao consumo próprio (BRACELPA, 2010b).

O contexto para o setor de celulose e papel é de vendas nos mercados doméstico e externo, os quais são cada vez mais exigentes em relação à qualidade de produtos. Desse modo, para manter ou expandir mercado, a oferta de produtos com qualidade assegurada tornou-se uma necessidade. Isto

This fact is directly reflected in the pulp and paper sector. BNDES itself states that “the Brazilian advantage in the forest activity manifests itself directly in the intense competitiveness in the market pulp segment, in which Brazil has a relevant participation on the world market”. (BNDES, 2010)

Brazil is the fourth world producer of all kinds of pulp (BRACELPA [Brazilian Pulp and Paper Association], 2010a). Its production in 2008 amounted to 12.6 million tons, 56% of which destined for sales on the foreign market, 34% for own consumption, and 10% for sales on the domestic market (BRACELPA, 2010b). The country’s great highlight is its competitiveness in short fiber eucalyptus pulp production, and there is a tendency for the market pulp manufacturing to expand, so as to offer a more competitive pulp, as compared to its international competitors (BNDES, 2010).

As far as paper is concerned, Brazil presents different segments with distinct characteristics and tendencies. Sanitary papers, special papers, and corrugated board are basically dependent on the growth of the Brazilian economy, and their productive structure encompasses a large number of middle-sized and small companies. On the other hand, the segments of writing and printing and packaging (kraftliner and board) papers are supplied by large companies which find in export a way of sale leverage (BNDES, 2010).

Brazil is the eleventh world producer of paper (BRACELPA, 2010a). Its production in 2008 amounted to 9.2 million tons, 55% of which destined for sales on the domestic market, 19% for export, and 26% for own consumption (BRACELPA, 2010b).

The context for the pulp and paper sector is that of sales on the domestic and foreign markets, which become more and more demanding with regard to product quality. Thus, to keep or expand the market, the offer of products with assured quality has become a necessity.

requer controle de matérias-primas e processos envolvidos na fabricação desses produtos.

Ao longo de toda a cadeia de celulose e papel estão presentes laboratórios que geram resultados analíticos empregados para caracterizar matérias-primas e produtos, para controlar processos e, também, em tomadas de decisão. A informação sustentada por esses resultados deve ter qualidade assegurada. Assim, esses laboratórios necessitam de um sistema da qualidade que garanta a emissão de resultados metrologicamente confiáveis, além de uma comprovação externa de sua proficiência.

Quanto ao sistema da qualidade, duas referências são aceitas internacionalmente no que diz respeito a itens que um laboratório deve apresentar para gerar dados metrologicamente confiáveis. São elas:

- o guia *Principles of good laboratory practices* (OECD, 2009) da *Organization for Economic Cooperation and Development - OECD* -, voltado para laboratórios não clínicos que trabalham com itens cujo propósito de análise é obter dados sobre suas propriedades e/ou segurança em relação à saúde humana e/ou ao meio ambiente;

- a norma *ISO/IEC 17025 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*, cuja correlata brasileira é a ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Essa norma é destinada a qualquer laboratório que efetue ensaios ou calibração, independente do número de pessoas presentes neste ou da extensão de suas atividades.

Quanto à comprovação externa da qualidade dos resultados de um laboratório, há dois modos de efetuar-la: participação em programas interlaboratoriais (PIs) e inspeção física do laboratório por uma terceira parte, para assegurar que os procedimentos de seu sistema da qualidade atendam a padrões estabelecidos e reconhecidos (Eurachem, 2000). O primeiro modo é o indicado na norma *ISO/IEC 17025 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*.

Os PIs destinados a averiguar a proficiência de laboratórios individuais para ensaios ou medições específicas trazem vários benefícios para o laboratório participante, entre eles a possibilidade de monitorar de forma contínua o desempenho do laboratório, de identificar e corrigir eventuais problemas e de se situar perante o conjunto de participantes, (D'ALMEIDA *et al.*, 2000). Esses PIs também são usados por órgãos acreditadores e autoridades regulatórias para determinar a aceitabilidade dos resultados de um laboratório.

A European Cooperation for Accreditation (EA, 2001)

This requires control of raw materials and processes involved in manufacturing these products.

Laboratories producing analytical results employed in characterizing raw materials and products, in controlling processes, and also in decision-making, are present along the whole pulp and paper chain. The information sustained by these results must have assured quality. Thus, these laboratories need a quality system guaranteeing that metrologically reliable results are generated, in addition to an external evidence of their proficiency.

As to the quality system, two references are internationally accepted with regard to items that a laboratory should present to generate metrologically reliable data. They are:

- the guide Principles of good laboratory practices (OECD, 2009), from the Organization for Economic Cooperation and Development – OECD –, destined for non-clinical laboratories dealing with items analyzed to obtain data about their properties and/or safety with regard to the human health and/or the environment;

- the ISO/IEC 17025 standard - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, the Brazilian correlate of which is ABNT NBR ISO/IEC 17025 – “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração”. This standard is destined for any laboratory conducting testing or calibration, irrespective of the number of persons present in it, or of the extent of its activities.

As to the external evidence of the quality of the results obtained by a laboratory, there are two ways of providing it: participation in proficiency testing schemes (PTS) and the physical inspection of the laboratory by a third party, to ensure that the procedures of its quality system comply with established and acknowledged standards (Eurachem, 2000). The first way is that indicated in ISO/IEC 17025 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

*The PTS destined for ascertaining the proficiency of individual laboratories dealing with specific testing or measurements bring several benefits to the participating laboratory, among which the possibility of continuously monitoring the laboratory performance, of identifying and correcting eventual problems, and of positioning oneself before the set of participants (D'ALMEIDA *et al.*, 2000). These PTS are also used by accrediting organs and regulatory authorities to determine the acceptability of the results of a laboratory.*

The European Cooperation for Accreditation (EA,

e o *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC, 2005) apresentam procedimentos sobre o uso de PIs como uma ferramenta para acreditação de laboratórios. Há, também, guias que estabelecem princípios para a seleção de PIs para uso em acreditação de laboratórios. Entre esses, o mais conhecido e referenciado é o ISO/IEC Guide 43-2:1997 - *Selection and use of proficiency schemes by laboratory accreditation bodies* (correlato brasileiro ABNT ISO/IEC Guia 43-2:1999). Em 2010 a série ISO 43 foi substituída pela ISO/IEC 17043:2010 - *Conformity assessment - General requirements for proficiency testing*.

METODOLOGIA

Este trabalho tem como objetivo proporcionar uma visão geral acerca de PIs destinados a assegurar o bom desempenho de laboratórios e a qualidade de seus resultados, ressaltando os pontos principais a serem considerados no seu desenho e operação. Além disso, apresenta os principais provedores de PI para o setor de celulose e papel e a tendência em relação a esses PIs.

Para o desenvolvimento deste trabalho foi efetuada uma pesquisa que envolveu levantamento bibliográfico e documental, sendo as principais fontes revistas científicas, normas técnicas, sítios de associações voltadas à metrologia e de órgãos reguladores e/ou acreditadores e relatórios técnicos emitidos pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo SA - IPT.

FORMATO DE UM PI

Embora haja vários formatos de PIs destinados a verificar o desempenho de laboratórios [(ISO/IEC 43-1, 1997); ABNT NBR ISO/IEC 43-1, 1999)], o mais usual é aquele em que o *organizador* do programa, também denominado *provedor* ou *coordenador*, envia as amostras (*itens de ensaio*) aos *laboratórios participantes* que realizam os ensaios e encaminham seus resultados ao organizador. Este, por sua vez, efetua análise estatística do conjunto de dados recebidos e notifica os laboratórios participantes de seus desempenhos, além de orientar aqueles que apresentam desempenho ruim (IUPAC, 2006).

Para o organizador verificar o desempenho dos laboratórios participantes no Programa Interlaboratorial, deve haver um *valor de referência* ou *valor designado* para cada parâmetro medido pelos participantes no material distribuído. A *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC, 2006) apresenta os procedimentos para o estabelecimento dos valores de referência, indicando vantagens e desvantagens. Estes são descritos na **Tabela 1** e são os mesmos indicados no ISO Guia 43-1 (ABNT, Anexo A, 1999).

2001) and the *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC, 2005) present procedures for the use of PTS's as a tool for laboratory accreditation. There are also guides establishing principles for selecting PTS to be used for laboratory accreditation. Among them, the one which is best-known and most referred to is ISO/IEC Guide 43-2:1997- *Selection and use of proficiency schemes by laboratory accreditation bodies*, which in 2010 has become ISO/IEC 17043:2010 - *Conformity assessment - General requirements for proficiency testing*, the Brazilian correlate of which is ABNT ISO/IEC Guide 43-2:1999.

METHODOLOGY

The purpose of this work is to provide a general view about PTS destined to assure the good laboratory performance, as well as the quality of their results, highlighting the main points to be considered in their design and operation. In addition, it presents the main providers of PTS for the pulp and paper sector and the tendency with regard to these PTS.

A research involving bibliographical and documental survey was conducted for developing this work, the main sources of which have been scientific magazines, technical standards, sites of associations dedicated to metrology, as well as of regulating and/or accrediting organs, and technical reports issued by IPT (Institute for Technological Research of the State of São Paulo).

FORMAT OF A PTS

Although there are several formats of PTS destined to check the proficiency of laboratories [(ISO/IEC 43-1, 1997); (ABNT NBR ISO/IEC 43-1, 1999)], the most usual one is that in which the testing scheme organizer, also called provider or coordinator, sends the samples (test items) to the participating laboratories, which do the tests and forward their results to the organizer, who, in turn, carries out a statistical analysis of the set of data received and notifies the participating laboratories of their performances, besides orienting those presenting poor performance (IUPAC, 2006).

For the organizer to be able to check the performance of the laboratories participating in the Proficiency Testing Scheme, there must be a reference value or assigned value for each parameter measured by the participants in the distributed material. The *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC, 2006) presents the procedures for establishing the reference values, indicating advantages and disadvantages, which are described in **Table 1**. These procedures are the same indicated in ISO Guide 43-1 (ABNT, Annex A, 1999).

Tabela 1. Procedimentos para o estabelecimento de *valor de referência* ou *valor designado* (IUPAC, 2006)

Table 1. Procedures for establishing a reference value or assigned value (IUPAC, 2006)

Procedimento / Procedure	Vantagem do procedimento <i>Advantage of the procedure</i>	Desvantagem do procedimento <i>Disadvantage of the procedure</i>
<p>1) O material distribuído aos participantes consiste de um <i>material de referência certificado</i> (MRC), ou seja, o valor da propriedade é conhecido e rastreado a unidades do Sistema Internacional.</p> <p><i>1) The material distributed to the participants consists of a certified reference material (MRC), that is, the value of the property is known and traced to units of the International System.</i></p>	<p>É rápido e simples de implementar. Além disso, a rastreabilidade do material é automaticamente fornecida.</p> <p><i>It is quick and simple to implement. In addition, the traceability of the material is automatically provided.</i></p>	<p>Matrizes naturais de MRC não estão normalmente disponíveis em quantidades suficientes ou a custos razoáveis para serem usadas regularmente em PIs.</p> <p><i>Natural matrixes of MRC normally are not available in sufficient amounts or at reasonable costs to be regularly used in PTS.</i></p>
<p>2) O valor designado para o material distribuído é obtido por comparação direta com um <i>material de referência certificado</i>. Neste método, o material a ser testado é analisado, de forma aleatória, diversas vezes, paralelamente a materiais de referência adequados, sob as mesmas condições de ensaio.</p> <p><i>2) The assigned value for the distributed material is obtained by direct comparison with a certified reference material. In this method the material to be tested is analyzed at random several times, in parallel with suitable reference materials, under the same testing conditions.</i></p>		<p>Na prática, é difícil determinar se um material de referência certificado é suficientemente similar, em todos os aspectos, ao material que será testado. Se ele não for similar, deve ser incluída uma incerteza devido a este fato no valor designado. Nem sempre é fácil determinar a magnitude dessa incerteza.</p> <p><i>In practice, it is difficult to determine whether a certified reference material is similar enough, in all aspects, to the material that will be tested. If it is not similar, an uncertainty due to this fact should be included in the assigned value. Not always it is easy to determine the magnitude of that uncertainty.</i></p>
<p>3) O valor designado para o material distribuído provém de medida efetuada por um laboratório de referência, capacitado a fornecer um resultado suficientemente confiável para o propósito do programa por meio de aplicação de uma metodologia validada e de baixa incerteza.</p> <p><i>3) The assigned value for the distributed material comes from a measure taken by a reference laboratory, qualified to supply a sufficiently reliable result for the purpose of the scheme by applying a validated methodology of low uncertainty.</i></p>	<p>Para propósitos práticos, é equivalente a usar um material de referência certificado e permite empregar itens de ensaio exatamente talhados para o projeto do programa.</p> <p><i>For practical purposes, it is equivalent to using a certified reference material and allows employing testing items exactly tailored to the project of the scheme.</i></p>	<p>Pode requerer esforços desproporcionais e custo alto para validar a metodologia empregada para análise do material ou para eliminar a possibilidade de interferências significativas.</p> <p><i>It may require disproportionate efforts and high cost to validate the methodology adopted for the analysis of the material, or to exclude the possibility of significant interferences.</i></p>
<p>4) O valor designado para o material distribuído é fornecido por consenso de laboratórios com <i>expertise</i> reconhecida, que analisam o material empregando procedimentos de referência reconhecidos. Este método é particularmente interessante para programas que têm como foco parâmetros operacionais ou quando resultados de rotina de laboratórios devem ser consistentes com resultados de laboratórios indicados por lei para arbitragem ou regulamentação.</p> <p><i>4) The value assigned for the distributed material is provided by consensus of laboratories with acknowledged expertise, which analyze the material employing acknowledged reference procedures. This method is particularly interesting for schemes focusing on operational parameters, or when laboratories routine results should be consistent with results from laboratories indicated by law for arbitration or regulation.</i></p>	<p>Permite a comparação entre os resultados dos laboratórios com <i>expertise</i> reconhecida.</p> <p><i>It allows a comparison between the results obtained by the laboratories with acknowledged expertise.</i></p>	<p>O número de laboratórios com <i>expertise</i> reconhecida é pequeno e o esforço despendido para obter o valor designado com a menor incerteza possível pode ser equivalente à requerida para certificar um material de referência. Ainda, no caso dos laboratórios com <i>expertise</i> reconhecida empregarem um procedimento de rotina para analisar o material a ser distribuído, geralmente seus resultados não são melhores do que a média dos resultados.</p> <p><i>The number of laboratories with acknowledged expertise is small and the effort made to obtain the assigned value at the least possible uncertainty may be equivalent to that required to certify a reference material. Furthermore, in case the laboratories of acknowledged expertise adopt a routine procedure to analyze the material to be distributed, in general their results are not better than the average of the results.</i></p>

Continua... / Continues...

Procedimento / Procedure	Vantagem do procedimento Advantage of the procedure	Desvantagem do procedimento Disadvantage of the procedure
<p>5) O valor designado do analito para o material distribuído é obtido por formulação. Nesse caso, é adicionada uma quantidade ou concentração conhecida do analito, ou material contendo o analito.</p> <p><i>5) The assigned value of the analyte for the distributed material is obtained by formulation. In this case, a known amount or concentration of the analyte, or material containing the analyte, is added.</i></p>		<p>Aplicações muito restritas. Deve ser garantido que o material base é livre do analito e que sua recuperação é total ou exatamente conhecida na matriz onde está sendo adicionado. Além disso, pode haver dificuldade na homogeneização das amostras, principalmente se a amostra for sólida.</p> <p><i>Very restricted applications. It should be guaranteed that the basic material is free from the analyte and that its recovery is total or exactly known in the matrix where it is being added to. In addition, it may be difficult to homogenize the samples, especially if the sample is solid.</i></p>
<p>6) O valor designado é resultante de um consenso dos resultados dos laboratórios participantes.</p> <p><i>6) The assigned value results from a consensus on the results of the participating laboratories.</i></p>	<p>Tem custo baixo, pois o cálculo do valor é direto e não requer esforços analíticos adicionais.</p> <p><i>Its cost is low, as the calculation of the value is direct and does not require any additional analytical efforts.</i></p>	<p>É dependente dos resultados dos participantes, diferentemente de todos os valores obtidos pelos outros métodos mencionados. Ainda, a distância desse valor do exato pode ser grande, principalmente se o número de laboratórios participantes do programa for pequeno.</p> <p><i>It is dependent on the participants' results, differently from all values obtained by the other methods mentioned. Also, the distance of this value from the exact one may be great, especially if the number of laboratories participating in the scheme is small.</i></p>

Os PIs que utilizam os procedimentos de 1 a 5, apresentados na Tabela 1, têm como característica principal o fato de que o valor de referência ou valor designado independe dos resultados dos laboratórios participantes. Estes PIs são especialmente importantes nas áreas de saúde e ambiental, onde variações interlaboratoriais vêm recebendo muita atenção [(MESLEY e POCKLINGTON, 1991)(THOLEN, 2002), (REJ, 2002), (HASSEMER, 2006), (GLUSCHKE, 2006), (MORRIS e MACEY, 2006)], porque pequenas diferenças podem ser muito significativas e resultar em consequências indesejáveis. Segundo BONNE (2004), mais de 80% das informações empregadas em decisões médicas importantes provêm de resultados de testes laboratoriais.

Para os PIs que utilizam o procedimento 6, apresentado na Tabela 1, o valor de referência ou valor designado depende dos resultados dos laboratórios participantes. Este PIs são aplicados (IUPAC, 2006):

- quando é mais importante para um laboratório situar-se em relação ao conjunto formado pelos seus pares do que em relação a um material de referência;
- quando não é possível ter um material de referência certificado ou rastreado a este;
- quando, por questões econômicas, não se pode dispor de materiais de referência e, tecnicamente, a aplicação de programas de compatibilização supre de alguma forma a necessidade existente; e
- quando pode haver uma tolerância em relação ao afastamento do valor real, já que o valor de referência é uma média de consenso dos resultados dos participantes, após eliminação de valores discrepantes.

The main characteristic of the PTS adopting procedures 1 to 5, as presented in Table 1, is the fact that the reference value or assigned value does not depend on the results of the participating laboratories. These PTS are particularly important in the health and environmental areas, where interlaboratory variations are receiving much attention [(MESLEY and POCKLINGTON, 1991); (THOLEN, 2002); (REJ, 2002); (HASSEMER, 2006), (GLUSCHKE, 2006); (MORRIS and MACEY, 2006)], because small differences may be very significant and result in undesirable consequences. According to BONNE (2004), over 80% of the information used in important medical decisions come from laboratory test results.

For the PTS employing procedure 6, as presented in Table 1, the reference value or assigned value depends on the results of the participating laboratories. These PTS are applied (IUPAC, 2006):

- *when it is more important for a laboratory to position itself with regard to the whole formed by its pairs than with regard to a reference material;*
- *when it is not possible to have a reference material certified or traced to the latter;*
- *when, for economic reasons, it is not possible to have reference materials available, and technically the application of matching programs satisfies anyhow the existing need; and*
- *when there may be a tolerance with regard to the deviation from the exact value, since the reference value is a consensus value obtained from the participants' results, after eliminating discrepant values.*

No caso do setor de celulose e papel, o procedimento 6 é o mais aplicável, principalmente pela dificuldade de se ter materiais de referência certificados (MRC), uma vez que a rastreabilidade a valores verdadeiros fica comprometida por não haver uma teoria completa, que possa ser expressa em termos matemáticos, para relacionar a composição de materiais celulósicos à maioria de suas propriedades. O mesmo ocorre com a borracha sintética (MESLEY e POCKLINGTON, 1991).

Qualquer que seja o procedimento empregado para estabelecer o valor de referência ou valor designado, o PI deve permitir ao laboratório participante comparar seu resultado com esse valor e verificar se seu desempenho foi satisfatório (IUPAC, 2006).

Um PI destinado a averiguar o desempenho de laboratórios deve ser aplicado de forma contínua. Cada aplicação é denominada de rodada. A existência de várias rodadas permite que o laboratório compare seu desempenho ao longo do tempo (IUPAC, 2006).

ASPECTOS RELEVANTES EM PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS

As etapas principais de um PI, considerando o formato usual mencionado no item 3, estão ilustradas na **Figura 2**.

Os aspectos relevantes em cada etapa podem ser resumidos nos seguintes:

Preparação e distribuição dos itens de ensaio (tarefa realizada pelo provedor do PI)

Os itens de ensaio devem apresentar entre si a maior homogeneidade possível, de modo a garantir que o resultado obtido não seja influenciado por variações da amostra. Algumas técnicas estatísticas empregadas para determinar essa variação são apresentadas no documento *The international harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories* (IUPAC, 2006). Os métodos empregados trabalham normalmente com um valor crítico de variação, acima do qual os itens de ensaio não são considerados homogêneos e, portanto, não podem ser encaminhados aos participantes do programa.

A estabilidade dos itens de ensaio também deve ser

As far as the pulp and paper sector is concerned, procedure 6 is the most applicable one, especially considering the difficulty of having certified reference materials (MRC), since the traceability to true values is jeopardized due to the fact that there is no complete theory that can be expressed in mathematical terms, to bring the composition of cellulosic materials into relationship with most of their properties. The same thing occurs with synthetic rubber (MESLEY and POCKLINGTON, 1991).

Whichever procedure is used to establish the reference value or assigned value, the PTS must allow the participating laboratory to compare its result to that value and check whether its performance was satisfactory (IUPAC, 2006).

A PTS destined to ascertain the laboratory performance must be applied continuously. Each application is called round. The existence of several rounds allows the laboratory to compare its performance over the course of time (IUPAC, 2006).

RELEVANT ASPECTS IN PROFICIENCY TESTING SCHEMES

*The main steps of a PTS, considering the usual format mentioned under item 3, are illustrated in **Figure 2**.*

The relevant aspects in each step can be summarized in the following ones:

Preparation and distribution of test items (task carried out by the PTS provider)

*The test items should present the greatest possible homogeneity among themselves, in order to guarantee that the result obtained will not be influenced by variations of the sample. Some statistical techniques employed to determine this variation are presented in the document entitled *The international harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories* (IUPAC, 2006). The methods employed usually work with a critical variation value, above which the testing items are not considered to be homogeneous and therefore cannot be forwarded to the participants in the scheme.*

The stability of the testing items must be also guaran-

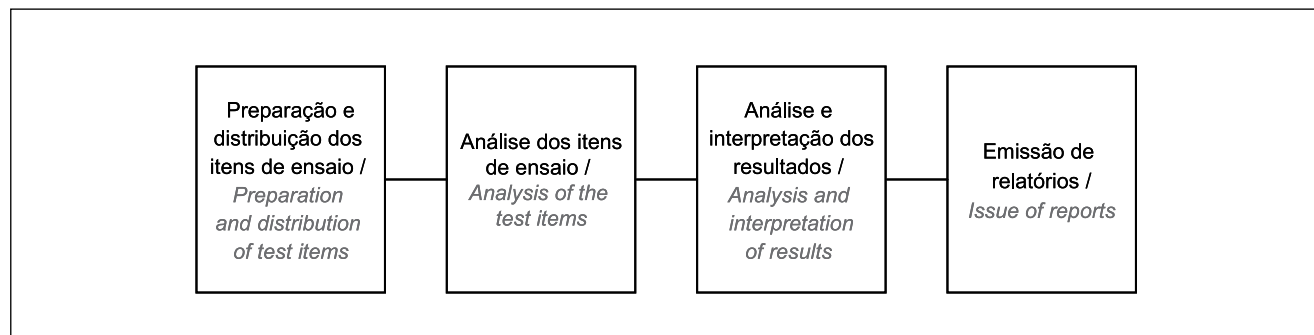


Figura 2. Etapas principais de um PI / **Figure 2.** Main steps of a PTS

garantida durante o período que compreende seu envio pelo provedor e uso pelo participante do programa. Os procedimentos para determinar a estabilidade não estão tão discutidos como os para determinar a homogeneidade. O procedimento usual é amostrar um número pequeno de itens de ensaio no final do período de teste, determinar em cada um deles o parâmetro analisado e comparar a média obtida com a média resultante da determinação da homogeneidade dos itens de ensaio (ILAC, 2007).

A aquisição/preparação, manuseio e estocagem dos itens de ensaio devem ser apropriados para cada caso específico (ILAC, 2007, item 3.3.2). Assim também como o seu transporte até o participante (ISO, 1997).

Análise dos itens de ensaio (tarefa realizada pelo participante do PI)

Os itens de ensaio devem ser analisados seguindo instruções e procedimentos indicados pelo provedor. Em alguns PIs, o participante tem a liberdade de empregar o método de sua escolha, que normalmente é seu procedimento de rotina. Isto ocorre em PIs onde o valor de referência não é influenciado pelos resultados dos laboratórios participantes (casos 1 a 5 da Tabela 1). Quando o valor de referência é influenciado pelos resultados dos laboratórios participantes (caso 6 da Tabela 1) o provedor costuma indicar o método a ser seguido, que consiste, geralmente, de norma aceita nacional ou internacionalmente ou de procedimento validado (ISO/IEC Guide 43-1:1997).

Os participantes devem encaminhar seus resultados ao provedor, do modo e no prazo indicado por este, assim como todas as informações solicitadas. Por outro lado, o provedor deve ter fornecido aos participantes instruções para o registro e relato dos resultados de ensaio, como unidade de expressão, algarismos significativos, etc. (ISO/IEC Guide 43-1: 1997).

Análise e interpretação dos resultados (tarefa realizada pelo provedor do programa)

Os resultados dos participantes devem ser tratados por técnica estatística adequada. Há várias técnicas, sendo as usuais apresentadas na norma ISO 13528:2005 - *Statistical method for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons* e no documento *The International harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories* (IUPAC, 2006).

Há, também, uma infinidade de estudos que focam modelos de tratamento estatístico. Entre os mais recentes merecem ser citados os estudos de KACHER (2004) e ROSÁRIO *et al.* (2008). O primeiro compara os métodos estatísticos de Cochran, Paule-Mandel, e DerSimonian-Laird. O segundo compara quatro técnicas: (1) determinação da média geral e desvio padrão da reprodutibilidade, com detecção de dados discrepantes; (2) determinação

teed during the period of time comprising their dispatch by the provider and their utilization by the participant in the scheme. The procedures to determine the stability are not so much discussed as those to determine the homogeneity. The usual procedure is to sample a small number of testing items at the end of the testing period, to determine the analyzed parameter in each of them, and to compare the average obtained to the average resulting from the determination of the homogeneity of the testing items (ILAC, 2007).

The acquisition/preparation, handling, and storage of the testing items should be appropriate for each specific case (ILAC, 2007, item 3.3.2). The same applies to their transportation to the participant (ISO/IEC Guide 43-1, 1997).

Analysis of the test items (task carried out by the PTS participant)

The testing items must be analyzed according to instructions and procedures indicated by the provider. At some PTS the participants are free to adopt the method of their choice, which is usually their routine procedure. This occurs with PTS where the reference value is not influenced by the results of the participating laboratories (cases 1 to 5 of Table 1). When the reference value is influenced by the results of the participating laboratories (case 6 of Table 1) the provider uses to indicate the method to be followed, which in general consists either of a nationally or internationally accepted standard or of a validated procedure (ISO/IEC Guide 43-1, 1997).

The participants must forward their results to the provider, in the way and within the term indicated by the latter, as well as all requested information. On the other hand, the provider must have supplied the participants with instructions for recording and reporting the testing results, such as expression unit, significant numerals, etc. (ISO/IEC Guide 43-1, 1997).

Analysis and interpretation of results (task carried out by the provider of the scheme)

The participants' results must be treated by a suitable statistical technique. There are several techniques, the usual ones presented in ISO 13528:2005 - Statistical method for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, as well as in the document entitled The International harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories (IUPAC, 2006).

*There is also an infinity of studies focusing on statistical treatment models. Among the most recent ones, KACHER's study (2004) and that of ROSÁRIO *et al.* (2008) deserve to be mentioned. The first one compares Cochran's, Paule-Mandel's and DerSimonian-Laird's statistical methods. The second one compares four techniques: (1) determination of the general average and standard deviation from reproducibility, with detection of discrepant data; (2) determination*

da mediana e intervalo interquartilizado; (3) determinação da média e desvio padrão robustos; (4) determinação da média robusta e reprodutibilidade do desvio padrão fixado com base nos resultados de rodadas anteriores do programa.

Emissão de relatórios (tarefa realizada pelo provedor)

Os relatórios técnicos devem incluir dados de todos os laboratórios participantes do PI com indicação do desempenho individual de cada um. (ISO/IEC – Guide 43-1:1997). Para garantir a confidencialidade sobre a identidade dos participantes, estes devem ser indicados por meio de códigos, conhecidos somente pelo provedor e pelo respectivo participante.

OFERTA DE PROGRAMAS NA ÁREA DE PAPEL E CELULOSE

Na área de celulose e papel, as principais instituições que oferecem programas interlaboratoriais são: no Brasil, o Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT - e, no exterior, o *Collaborative Testing Services* - CTS (Estados Unidos da América - EUA), o *Pulp and Paper Research Institute of Canada* - PAPRICAN (Canadá) e a *INNVENTIA AB* (Finlândia).

O IPT, por meio de seu Laboratório de Papel e Celulose (IPT, 2009), oferece três programas distintos: para ensaios em pasta celulósica de fibra curta branqueada e não branqueada; para ensaios em papel para impressão e embalagem; para ensaios em chapas de papelão ondulado. Esses programas ocorrem anualmente e consistem de três rodadas. No total, são 46 ensaios oferecidos e cerca de 80 participantes, entre nacionais e internacionais. O IPT tem uma larga experiência na aplicação de Programas Interlaboratoriais, sendo que o programa para ensaios em papel ocorre desde 1977.

O *Collaborative Testing Services* (CTS, 2009) atua na área de Programas Interlaboratoriais desde 1971, com oferta para diversos setores. No de celulose e papel, o programa oferecido é apenas para papel e abrange características gerais, ópticas e de resistência desse material.

O *Pulp and Paper Research Institute of Canada* (PAPRICAN, 2009) oferece programas para pastas celulósicas, abrangendo, neste caso, ensaios em pasta mecânica e pasta química branqueada, para papel e para cartão.

O *INNVENTIA AB* (2009), nome que passou desde abril de 2009 a denominar o *STFI-Packforsk*, oferece Programas Interlaboratoriais para ensaios em polpa celulósica, papel e cartão.

Outros provedores de Programas Interlaboratoriais podem ser encontrados por meio do EPTIS (*European Information System on Proficiency Testing Schemes*), que é uma base de dados estabelecida em 2000, na Europa, reunindo inicialmente provedores de ensaios de proficiência de dezesseis países da região. Desde então, os Coordenadores do EPTIS (2009b) têm procurado ampliar seu campo de

of the median and normalized interquartile range; (3) determination of the robust average and standard deviation; (4) determination of the robust average and reproducibility of the standard deviation established on the basis of the results of previous rounds of the scheme.

Issuing of reports (task performed by the provider)

The technical reports must include data from all laboratories participating in the PTS, with indication of the individual performance of each of them (ISO/IEC Guide 43-1, 1997). To guarantee confidentiality regarding the participants' identity, the latter should be indicated by means of codes, only known by the provider and by the respective participant.

OFFER OF SCHEMES IN THE PULP AND PAPER AREA

The main institutions offering proficiency testing schemes in the pulp and paper area are: in Brazil, the Institute for Technological Research of the State of São Paulo – IPT – and, abroad, the Collaborative Testing Services- CTS (United States of America - USA), the Pulp and Paper Research Institute of Canada - PAPRICAN (Canada), and INNVENTIA AB (Finland).

IPT, through its Pulp and Paper Laboratory (IPT, 2009), offers three distinct schemes: for testing bleached and unbleached short fiber cellulosic pulp; for testing printing and packaging paper; for testing corrugated board plates. These schemes take place yearly and consist of three rounds. It is a total of 46 tests offered and about 80 participants, encompassing national and international ones. IPT has a large experience in applying Proficiency Testing Schemes, the paper testing scheme taking place since 1977.

The Collaborative Testing Services (CTS, 2009) acts in the area of Proficiency Testing Schemes since 1971, with offer for several sectors. In the pulp and paper one, the scheme is only offered for paper, encompassing general, optical, and strength characteristics of this material.

The Pulp and Paper Research Institute of Canada (PAPRICAN, 2009) offers schemes for cellulosic pulps, comprising, in this case, mechanical pulp and bleached chemical pulp, for paper, and for board.

INNVENTIA AB (2009), name given to STFI-Packforsk since April 2009, offers Proficiency Testing Schemes for testing cellulosic pulp, paper, and board.

Other providers of Proficiency Testing Schemes can be found by means of EPTIS (European Information System on Proficiency Testing Schemes), which is a database established in Europe in 2000, initially gathering providers of proficiency tests from sixteen countries of that region. Since then, the Coordinators of EPTIS (2009b) have endeavoured to enlarge their field of action to other countries and regions and have had the support from

atuação para outros países e regiões e têm contado com o apoio da *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC, 2009) e de outras cooperações para acreditação.

Atualmente, o EPTIS é uma cooperação de 38 organizações parceiras das Américas, Austrália e Europa. A maioria delas são institutos metrológicos, institutos de ensaio ou organismos de acreditação. O parceiro Alemão (BAM) opera a base de dados, o site e coordena as atividades gerais (EPTIS, 2009b). No Brasil, o INMETRO é o representante nacional, além de ser o coordenador regional (INMETRO, 2010a).

O EPTIS é aberto a qualquer provedor de ensaio de proficiência, porém é desejável que o provedor esteja baseado em um país que participa da rede EPTIS. A inscrição na rede exige o preenchimento de questionários, nos quais são abordadas questões gerenciais e técnicas do programa que está sendo submetido à inscrição (EPTIS, 2009a).

Os provedores de PIs também devem demonstrar que têm capacidade técnica e administrativa para ministrar seus programas e que estes são eficazes. Este fato levou à instauração de processos de acreditação de provedores.

De um modo geral, um provedor que deseja obter acreditação para seu programa deve atender aos critérios apresentados nos documentos *ILAC G13:2007 - Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency testing schemes* e *ISO/IEC 17043:2010 - Conformity Assessment-General Requirements for Proficiency Testing*.

O Guia ILAC G13:2007 é um documento bem completo, pois na sua elaboração foram considerados os elementos técnicos do ISO Guide 43-1:1997; os elementos importantes da norma ISO/IEC-17025 (ISO, 2005) e os requisitos da norma ISO 15189:2007.

SCHMIDT *et al.* (2006) realizaram uma pesquisa junto a provedores de programas interlaboratoriais europeus. Das 110 respostas recebidas, procedentes de 15 países da Europa, verificou-se que 17% dos provedores eram acreditados e muitos tinham a intenção de obter acreditação. Também foi verificada uma forte tendência em relação à acreditação - em 2001/2002 havia na Europa cerca de 10 Programas acreditados; já em 2004 este número era de 60.

No estudo, SCHMIDT *et al.* (2006) verificaram que a tendência em acreditar um programa não depende apenas do setor a que pertence, mas também da região de que procede e se o provedor é nacional ou internacional. Observaram, também, que não existiam programas acreditados na América do Sul e Central, na ocasião do estudo, 2004. Pouca mudança deve ter ocorrido em relação a isso desde então. No Brasil, em meados de 2009, o INMETRO lançou um “Projeto Piloto para Acreditação de Provedores de Ensaio de Proficiência segundo requisitos do ILAC G:13/2007” e norma NIT-DICLA-048 - *Acreditação de provedores de Ensaio e Proficiência em Fase Piloto* (INMETRO, 2010b). O projeto visa selecionar alguns PIs para servir de piloto no

the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC, 2009) and other organisms of accreditation cooperation.

At present, EPTIS is a cooperation comprising 38 partners among American, Australian, and European organizations. Most of them are metrological institutes, testing institutes, or accreditation organisms. The German partner (BAM) runs the database, the site, and coordinates the general activities (EPTIS, 2009b). In Brazil, INMETRO is the national representative, and the regional coordinator as well (INMETRO, 2010a).

EPTIS is open to any proficiency testing provider, but it is desirable for the provider to be established in a country participating in the EPTIS network. The enrolment in the network requires filling in questionnaires, which address managerial and technical questions of the scheme which is the object of the enrolment (EPTIS, 2009a).

Providers of PTS must also demonstrate that they have technical and administrative capability to minister their schemes and that these latter are effective. This fact led to the institution of accreditation processes for providers.

Generally speaking, a provider wishing to obtain an accreditation for their scheme must comply with the criteria presented in documents ILAC G13:2007 - Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency testing schemes and ISO Guide 43-1:1997- Development and operation of proficiency testing schemes, the latter with the Brazilian correlate ISO/IEC 17043:2010 - Conformity Assessment-General Requirements for Proficiency Testing.

The Guide ILAC G13:2007 is quite a complete document, as the following was considered when working it out: the technical elements of ISO Guide 43-1:1997; the important elements of standard ISO/IEC-17025 (ISO, 2005) and the requisites of standard ISO 15189:2007.

SCHMIDT et al. (2006) conducted a research with European providers of proficiency testing schemes. From the 110 answers received, coming from 15 European countries, it turned out that 17% of the providers were accredited and many of them had the intention of obtaining accreditation. An increasing tendency towards accreditation was also found out, as in 2001/2002 there were in Europe about 10 accredited schemes, whereas in 2004 this number had already increased to 60.

In their study, SCHMIDT et al. (2006) found out that the tendency towards accrediting a scheme does not only depend on the sector it belongs to, but also on the region it comes from and the whether the provider is national or international. They observed as well that at the time of carrying out the study – 2004 – there were no accredited schemes in South and Central America. Since then, little change should have occurred in this respect. In Brazil, INMETRO launched in mid-2009 a “Pilot Project for Accreditation of Proficiency Testing Providers according to requisites of ILAC G:13:2007” and standard NIT-DICLA-048 – Accreditation of providers of Proficiency

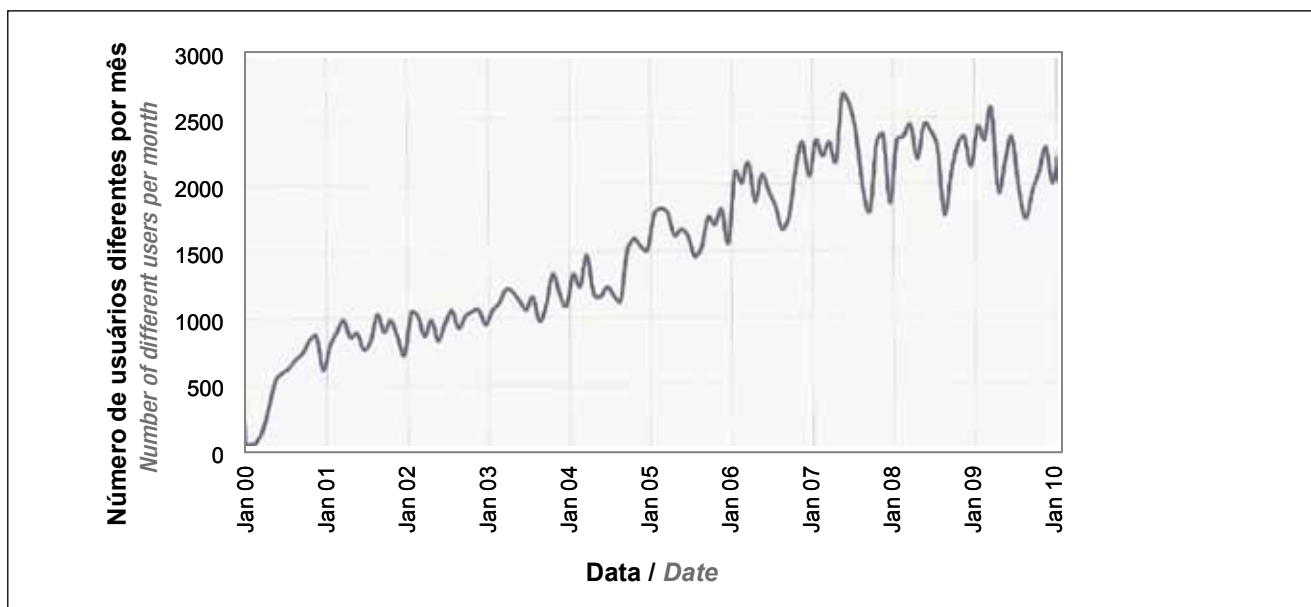


Figura 3. Número de usuários do EPTIS, de 1/01/2000 a 1/01/2010 (EPTIS, 2010)

Figure 3. Number of users of EPTIS, from 1/01/2000 to 1/01/2010 (EPTIS, 2010)

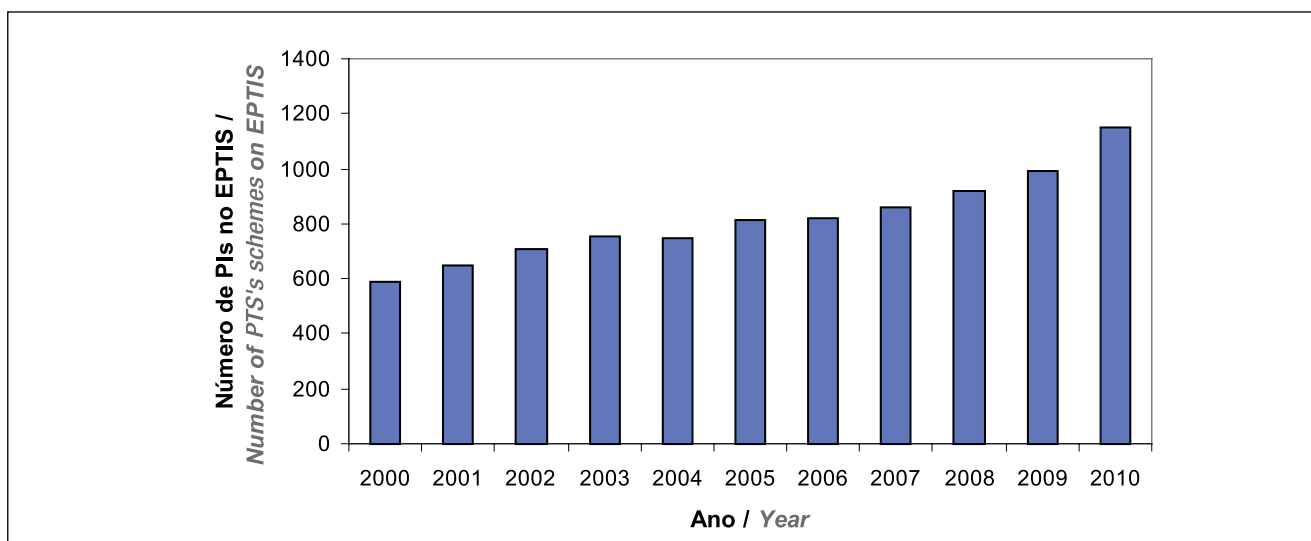


Figura 4. Número de PIs no EPTIS de 1/2000 a 1/2010 (e-mail de 3.02.2010 da Secretaria do EPTIS – eptis@bam.de)

Figure 4. Number of PTS's at EPTIS, from 1/2000 to 1/2010 (information from EPTIS General Office - eptis@bam.de, 3.02.2010)

desenvolvimento de processo de acreditação.

RUSSEL *et al.* (2006) apontam vantagens em se ter um programa interlaboratorial acreditado, como o aumento da confiança dos participantes no programa, melhoria dos aspectos técnicos do programa e reconhecimento, nacional e internacional, do provedor.

A demanda por programas interlaboratoriais vem apresentando crescimento. A prova disto é o aumento do número de usuários do EPTIS (*European Information System on Proficiency Testing Schemes*) mostrado na **Figura 3** e do número de PIs registrados em sua base, como apresentado na **Figura 4**.

Testing in Pilot Phase (*INMETRO, 2010b*). The project aims to select some PTS to serve as a pilot in the development of an accreditation process.

RUSSEL et al. (2006) point to advantages in having an accredited proficiency testing scheme, like the increase in confidence on the part of the participants in the scheme, the improvement to the technical aspects of the scheme, and the acknowledgement of the provider, both national and international.

The demand for proficiency testing schemes is presenting a growth, evidence of which is the increase in the number of users of EPTIS (*European Information System on Proficiency Testing Schemes*), as shown in **Figure 3**,

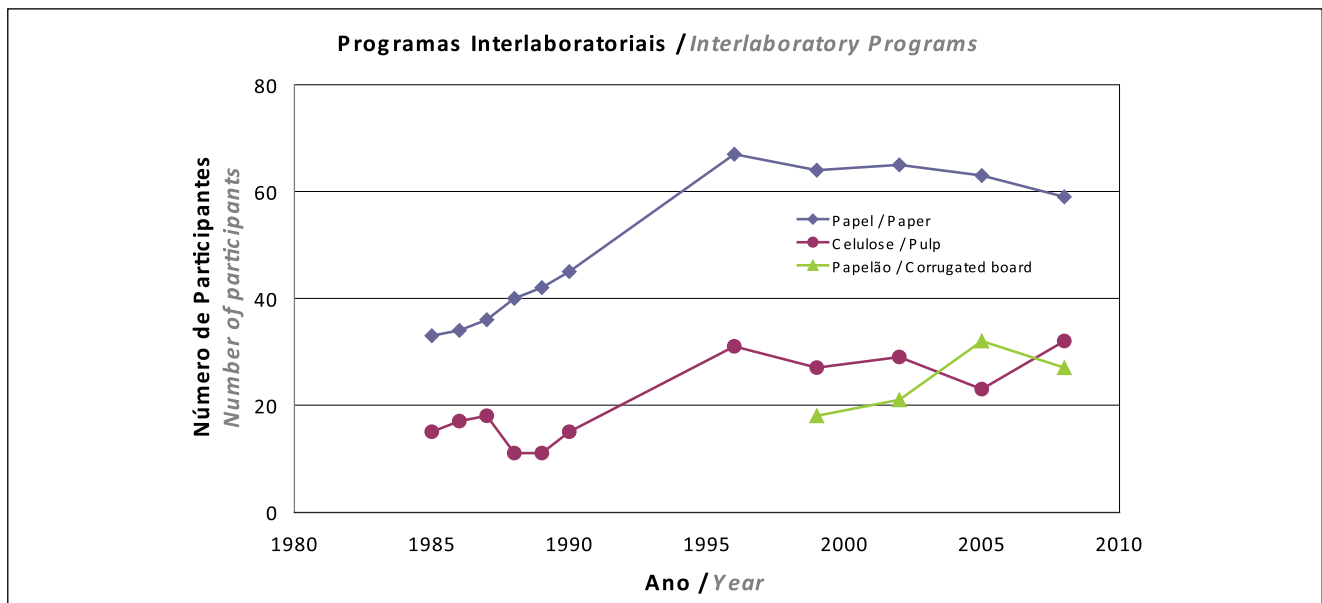


Figura 5. Evolução do número de participantes nos PIs do IPT para o setor de celulose e papel / **Figure 5.** Evolution of the number of participants in the PTS's of IPT for the pulp and paper sector

Esta demanda também vem ocorrendo no setor de celulose e papel. No caso específico do Brasil, o gráfico apresentado na **Figura 5** mostra a evolução verificada nos PIs oferecidos pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo – IPT para o setor. Com o tempo, além do aumento do número de participantes, ocorreu também aumento na oferta de ensaios, para atender à demanda do setor. Considerando todos os PIs (papel, pasta celulósica e chapas de papelão ondulado), em 1985 a oferta era de 19 ensaios e atualmente é de 46.

No gráfico apresentado na Figura 5, a queda observada no número de participantes para os programas de papel e pasta celulósica, no ano de 2008, deveu-se à fusão de empresas e no ano de 2009 à crise econômica, por conta da qual algumas empresas cancelaram sua participação. Em 2010 prevê-se, com base nas pré-inscrições já realizadas, que o número de participantes retorne ao patamar de 2008 para esses dois programas. O PI para ensaios de chapas de papelão ondulado mantém, basicamente, o mesmo patamar de participantes desde 2005. Praticamente, todas as empresas, universidades e institutos brasileiros, com laboratórios na área de celulose e papel, participam atualmente dos PIs oferecidos pelo IPT.

CONCLUSÃO

A cadeia produtiva do setor de celulose e papel é abrangente, indo desde a produção de madeira até a de artefatos de papel, além de ser também diversificada. Análises laboratoriais são necessárias em todos os pontos dessa cadeia, quer para controlar processos, quer para caracterizar produtos.

Garantir a qualidade dos dados gerados nos laboratórios dessa cadeia é imprescindível, uma vez que baseados neles

as well as in the number of PTS registered at its base, as presented in **Figure 4**.

This demand is also occurring in the pulp and paper sector. In the specific case of Brazil, the graph presented in **Figure 5** shows the evolution found out in the PTS offered by Institute for Technological Research of the State of Paulo - IPT to the sector. As time went by, in addition to the increase in the number of participants, there was also an increase in the offer of tests, in order to meet the demand of the sector. Considering all PTS (paper, cellulosic pulp, and corrugated board plates), in 1985 the offer corresponded to 19 tests, while at present it amounts to 46.

In the graph presented in Figure 5, the drop observed in the number of participants in the paper and cellulosic pulp schemes in 2008 was due to a merger of companies, whereas in 2009 it was a result of the economic crisis, on account of which some companies cancelled their participation. In 2010, based on the pre-enrolments already taken place, it is foreseen that the number of participants will return to the level of 2008 for these two schemes. The PTS for corrugated board plates basically maintains the same level of participants since 2005. At present, practically all Brazilian companies, universities and institutes with laboratories in the pulp and paper area participate in the PTS offered by IPT.

CONCLUSION

The productive chain of the pulp and paper sector ranges from wood production to that of paper goods, and is diversified. Laboratory analyses are required at all points of this chain, whether to control processes or to characterize products.

It is indispensable to guarantee the quality of data

decisões são tomadas, controles efetuados, conformidades de produtos verificadas e transações realizadas.

Atualmente, não basta um laboratório demonstrar que tem um controle interno da qualidade por meio de instalações adequadas, equipamentos calibrados, pessoal treinado, procedimentos analíticos normalizados ou validados e da rastreabilidade de seus dados e padrões. Ele deve, também, apresentar uma verificação externa da qualidade de seus resultados, efetuada, normalmente, por meio de sua participação em Programas Interlaboratoriais. ▲

generated at the laboratories serving this chain, since it is based on them that decisions are reached, controls done, conformity of products checked, and transactions made.

Nowadays it is not enough for a laboratory to demonstrate that it has an internal quality control by means of suitable facilities, calibrated equipment, trained personnel, normalized or validated analytical procedures, and the traceability of its data and standards. It must also present an external check on the quality of its results, which is usually carried out by means of its participation in Proficiency Testing Schemes. ▲

REFERÊNCIAS / REFERENCES

1. ABNT NBR ISO/IEC 17025 (2005). **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas : Rio de Janeiro. 31p.
2. ABNT NBR ISO/IEC Guia 43-1 (1999). **Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais - Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência**. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas : Rio de Janeiro. 31p.
3. ABNT NBR ISO/IEC Guia 43-2 (1999). **Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais - Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios**. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas : Rio de Janeiro. 4p.
4. BNDES (2010). Banco Nacional para o Desenvolvimento Setorial. **Panorama Setorial; Setor de florestal, Celulose e Papel**. Disponível em: <http://www.bndes.gov.br/SiteBNDES/export/sites/default/bndes_pt/Galerias/Arquivos/conhecimento/liv_perspectivas/04.pdf>. Acesso em: 28/01/2010.
5. BONNE, D.J. (2004). Is it safe to have a laboratory test? *Accred. Qual. Assur.*, 2004, 10, 5-9.
6. BRACELPA (2010a). Associação Brasileira de Celulose e Papel. **Relatório Anual 2008-2009**. Bracelpa: São Paulo, 2010. Disponível em: <<http://www.bracelpa.org.br/bra/publicacoes/index.html>>. Acesso em 28/01/2010.
7. BRACELPA (2010b). Associação Brasileira de Celulose e Papel. **Setor de Celulose e Papel**. Bracelpa: São Paulo, dezembro, 2009. Disponível em: <<http://www.bracelpa.org.br/bra/estatisticas/pdf/booklet/booklet.pdf>>. Acesso em: 28/01/2010.
8. CTS (2009). Collaborative Testing Services. Disponível em: <<http://www.collaborativetesting.com/store/main.aspx?DepartmentId=44>>. Acesso em: 16/11/2009.
9. D'ALMEIDA, M.L.O.; YASSUMURA, P.K.; KOGA, M.; TAKAHASHI, R.C.T. (2000). Confiabilidade metrológica em laboratórios da área de celulose e papel. In: CIADICYP - Congresso Iberoamericano de Investigación en Celulosa y Papel, 18 a 20 de outubro, 2000. Iguazu, Misiones, Argentina. *Anais...* 15p.
10. EA (2001). European Co-operation for Accreditation. **Use of proficiency testing as a tool for accreditation in testing**. Genebra, Suíça, ISO. 18p. (EA-03/04:2001).
11. EPTIS (2009a). European Information System on Proficiency Testing Schemes. Disponível em: <http://www.eptis.bam.de/en/about/include_your_pt/index.htm>. Acesso em: 26/01/2009.
12. EPTIS (2009b). European Information System on Proficiency Testing Schemes. Disponível em: <http://www.eptis.bam.de/en/about/who_is_eptis/index.htm>. Acesso em: 27/2/2009.
13. EPTIS (2010). European Information System on Proficiency Testing Schemes. Disponível em: <http://www.eptis.bam.de/en/eptis_medien/webstats.pdf> Acesso em: 2/02/2010.
14. EURACHEM (2000). **Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories - 2000. Eurachem proficiency testing group**. United Kingdom, Eurachem. ed. 01.
15. GLUSCHKE, M. (2006). Quasimeme results of laboratories involved in the German Marine Monitoring Program for North and Baltic Seas. *Accred. Qual. Assur.*, 2006, 11, 470-473.
16. HASSEMER, D.J. (2006). Interlaboratory surveys to assess performance: more than proficiency testing. *Medical Laboratory Observer.*, 2006, Jan., 20-21, 24-25.

17. ILAC (2005). International Laboratory Accreditation Cooperation. **ILAC Policy for Participation in National and International Proficiency Testing Activities**. Silverwater, Australia: ILAC. 6p. (Procedure P9).
18. ILAC (2007). International Laboratory Accreditation Cooperation. **ILAC-G13:2007 - Guidelines for the requirements for the competence of providers of proficiency test schemes**. Silverwater, Australia. 35p.
19. ILAC (2009). International Laboratory Accreditation Cooperation. Disponível em: <<http://www.ilac.org>>. Acesso em: 19/02/2009.
20. INMETRO (2010a). Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/eptis.asp>>. Acesso em: 10/01/2010.
21. INMETRO (2010b). Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/credencia-mento/provedoresEnsaio.asp>>. Acesso em: 2/2/2010.
22. INNVENTIA. (2009). Disponível em: <http://www.innventia.com/templates/STFIPage_7345.aspx>. Acesso em: 16/11/2009.
23. IPT (2009). Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Disponível em: <<http://www.ipt.com.br>>. Acesso em: 16/11/2009.
24. ISO 9000 (2005). **Quality management systems - Fundamentals and vocabulary**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça. 30p.
25. ISO 13528 (2005). **Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça. 66p.
26. ISO 15189 (2007). **Medical laboratories - Particular requirements for quality and competence**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça. 40p.
27. ISO/IEC 17025 (2005) (Cor 1:2006). **General requirements for the competence of testing and calibration laboratories**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça.
28. ISO/IEC Guide 43-1 (1997). **Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça. 16p.
29. ISO/IEC Guide 43-2 (1997). **Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies**. ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça. 3p.
30. IUPAC (2006). International Union for Pure and Applied Chemistry. The International harmonized protocol for the proficiency testing of chemical analytical laboratories. **Pure Appl. Chem. Technical Report**, 2006, 78 (1) 145-196.
31. KACHER, R.N. (2004). **Combining information from interlaboratory evaluations using a random effects model**. *Metrologia*, 2004, 41, 132-136.
32. MESLEY, R.J.; POCKLINGTON, W.R.F. (1991). Analytical quality assurance: a review. *Analyst*, 1991, 116, 975-990, Oct.
33. MORRIS, A.; MACEY, D. (2006). Laboratory accreditation: proof of performance for environmental laboratories - 2001 study. *Accred. Qual. Assur.*, 2006, 9, 52-54.
34. OECD (2009). Organisation for Economic Co-operation and Development. **OECD principles on good laboratory practice**. Paris, França, 1998. 41p. Disponível em: <[http://www.oilis.oecd.org/oilis/1998doc.nsf/LinkTo/NT00000C5A/\\$FILE/01E88455.PDF](http://www.oilis.oecd.org/oilis/1998doc.nsf/LinkTo/NT00000C5A/$FILE/01E88455.PDF)>. Acesso em: 21/04/2009.
35. PAPRICAN (2009). Pulp and Paper Research Institute of Canada. Disponível em: <<http://www.paprican.ca/>>. Acesso em: 16/11/2009.
36. REJ, R. (2002). Proficiency testing and external quality assurance: crossing borders and disciplines. *Accred. Qual. Assur.*, 2002, 7, 335-340.
37. ROSARIO, P.; MARTINEZ, J.L.; SILVÁN, J.M. (2008). **Comparison of different statistical methods for evaluation of proficiency test data**. *Accred. Qual. Assur.*, 2008, 13, 493-499.
38. RUSSEL, A.J.; ÖRNEMARK, U.; HARD, L.; NORDIM, P. (2006). Accreditation of PT providers - Is it worth the money? *Accred. Qual. Assur.*, 2006, 11, 388-390.
39. SHIMIDT, A.; ÖRNEMARK, U.; GONZE, M.; HENRIKSEN, C.M. (2006). Survey on the accreditation of providers of proficiency testing and external quality assessment schemes. *Accred. Qual. Assur.*, 2006, 11, 379-384.
40. THOLEN, D. (2002). Improvements in performance in medical diagnosis tests documented by interlaboratory comparison programs. *Accred. Qual. Assur.*, 2002, 7, 146-152.