

**PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS
EM PAPEL
CICLO 2026**

PROTOCOLO

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 PÚBLICO ALVO	2
3 ENSAIOS OFERECIDOS.....	2
4 INSCRIÇÃO NO PROGRAMA.....	3
5 ITENS DE ENSAIO	4
6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS	5
6.1 Para ensaios com menos de 6 participantes	5
6.2 Para ensaios com 6 ou mais participantes (método robusto Q/Hampel)	5
6.3 Construção do Diagrama de Youden.....	6
7 CONFIDENCIALIDADE	7
8 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DO PROGRAMA.....	8
9 RECLAMAÇÃO.....	8
10 APELAÇÃO	9
11 CRONOGRAMA.....	10
11.1 De atividade	10
11.2 De cobrança	11
12 BIBLIOGRAFIA.....	12

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS EM PAPEL - CICLO 2026 PROTOCOLO

1 INTRODUÇÃO

Os laboratórios constituem os principais ambientes de prática da metrologia e espera-se deles a emissão de resultados com qualidade assegurada. Para tal, necessitam de um sistema da qualidade que garanta a emissão de resultados metrologicamente confiáveis e de uma comprovação externa de sua proficiência.

A participação em Programas Interlaboratoriais (PIs) é indicado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 para a comprovação externa da proficiência de um laboratório. Esses PIs consistem na medição de um ou mais parâmetros, realizada de modo independente por um grupo de laboratórios, em amostras de um material. Sua aplicação requer um provedor, e laboratórios participantes. Entre as funções do provedor, estão: elaborar instruções, encaminhar as amostras (itens de ensaio) para análise e tratar os resultados obtidos pelos laboratórios participantes. A função principal do participante é seguir as instruções do coordenador.

As etapas principais de um PI são as apresentadas na Figura 1.

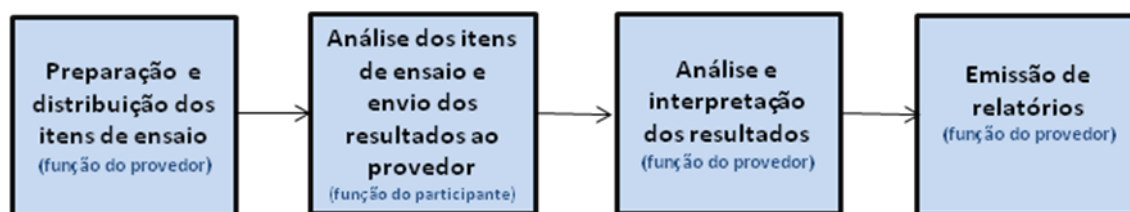


Figura 1 - Etapas principais de um PI.

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

A coordenação do PI para Ensaio em Papel está sob a responsabilidade da pesquisadora Patrícia Kaji Yasumura, do Laboratório de Celulose, Papel e Embalagem, que, juntamente com sua equipe, oferece um programa que permite aos laboratórios participantes verificar seu desempenho em relação a um conjunto de laboratórios e identificar a natureza de eventuais desvios de seus resultados, assim como problemas com calibração de equipamentos e treinamento de seus técnicos.

Este PI consiste de três rodadas e engloba papel para imprimir ofsete e papel para embalagem.

2 PÚBLICO ALVO

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

3 ENSAIOS OFERECIDOS

Ensaio	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata
PAPEL PARA IMPRIMIR		
OFSETE		
○ Umidade	TAPPI T 412 om-22	-
○ Gramatura	ISO 536:2019 TAPPI/ANSI T 410 om-23	ABNT NBR NM ISO 536:2000 versão corrigida 2002
○ Espessura	ISO 534:2011 TAPPI T 411 om-21	ABNT NBR NM ISO 534:2006
○ Permeância ao ar, <i>Gurley</i>	ISO 5636-5:2013 T 460 om-21	ABNT NBR NM ISO 5636-5:2006
○ Aspereza, <i>Bendtsen</i>	ISO 8791-2:2013	ABNT NBR NM ISO 8791-2:2001
○ Resistência superficial - cera <i>Dennison</i>	TAPPI T 459 om-21	ABNT NBR NM 255:2001
○ Alvura ISO	ISO 2470-1:2016	ABNT NBR NM ISO 2470:2001
○ Opacidade difusa	ISO 2471:2008	ABNT NBR NM ISO 2471:2001
○ Resistência ao arrebentamento (papel para impressão)	ISO 2758:2014 TAPPI T 403:2022	ABNT NBR NM ISO 2758:2007

continua...

... continuação

Ensaio	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata
○ Resistência à tração, alongamento e energia absorvida na tração – método da velocidade constante de alongamento (20 mm/min)	ISO 1924-2:2008	ABNT NBR NM ISO 1924-2:2012
○ Resistência ao rasgo, <i>Elmendorf</i>	ISO 1974:2012 TAPPI T 414:2021	ABNT NBR NM ISO 1974:2001
○ Teor de cinza a 525°C	ISO 1762:2019 TAPPI T 211:2022	ABNT NBR 13999:2017
PAPEL PARA EMBALAGEM		
○ Resistência ao arrebentamento (papel para embalagem)	ISO 2759:2014	ABNT NBR NM ISO 2759:2007
○ Resistência à compressão (esmagamento do anel)	ISO 12192:2011 TAPPI/ANSI T 822 om-22	ABNT NBR ISO 12192:2012
○ Resistência ao esmagamento após ser ondulado em laboratório (Concora)	ISO 7263-1:2018	ABNT NBR ISO 7263:2012
○ Capacidade de absorção de água, <i>Cobb</i>	ISO 535:2023 TAPPI/ANSI T 441 om-20	ABNT NBR NM ISO 535:1999 versão corrigida 2011
○ Resistência à tração, ao alongamento e energia absorvida na tração – método da velocidade constante de alongamento (100 mm/min)	ISO 1924-3:2005	ABNT NBR ISO 1924-3:2006
○ Resistência à compressão – Short-Span	ISO 9895:2008 TAPPI T 826	ABNT NBR ISO 9895:2009

ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas.
ISO = International Organization for Standardization.
NBR = Norma Brasileira.
NM = Norma Mercosul.
TAPPI = Technical Association of Pulp and Paper Industry.

4 INSCRIÇÃO NO PROGRAMA

O laboratório interessado em participar do Programa Interlaboratorial deve preencher a ficha de inscrição que acompanha a *Carta Convite*, também disponível em (<https://ipt.br/papel-e-celulose>).

5 ITENS DE ENSAIO

5.1 Preparação

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

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

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

O IPT garante que todas as amostras recebidas pelos participantes têm a mesma variabilidade, pois elas são encaminhadas apenas após verificação da homogeneidade. Os parâmetros estipulados para a verificação de homogeneidade são os indicados a seguir:

- papel para imprimir: ofsete: resistência ao arrebentamento e gramatura;
- papel para embalagem: gramatura;

Para a determinação da homogeneidade, é extraído um número definido de espécimes para ensaio de cada lote de amostras (A e B), considerando os tipos de papel (para imprimir e para embalagem). Os resultados obtidos são tratados por Análise de Variância (ANOVA) fator único, cujo resultado indica se o lote é ou não homogêneo.

O teste de estabilidade é feito com acompanhamento constante dos resultados das homogeneidades da amostra utilizada em cada rodada, sendo determinado com base na ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison* – demonstrando que as amostras são estáveis no período que contempla seu envio e recebimento dos resultados (em torno de trinta dias).

5.2 Análise e envio dos resultados

Os participantes analisam as amostras recebidas seguindo orientações descritas em um *Manual de Instruções* enviado pelo IPT. Neste manual também está indicado como os participantes devem encaminhar seus resultados ao IPT. Não serão aceitos resultados após a data limite. Caso haja atrasos por causas alheias à responsabilidade do participante, este fato deve ser informado pelo participante ao IPT antes da data limite de envio dos resultados e a aceitação ou não dos resultados em atraso será avaliada caso a caso.

A veracidade dos resultados dos ensaios é de responsabilidade do participante.

6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

O tratamento estatístico aplicado aos resultados dos participantes tem como objetivo a determinação de valores de consenso e a avaliação de desempenho dos laboratórios, de acordo com os princípios da ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*.

Os cálculos são realizados por meio de métodos robustos, que reduzem a influência de valores discrepantes, assegurando estimativas estáveis e representativas do conjunto de resultados.

6.1 Para ensaios com menos de 6 participantes

Neste caso, os resultados recebidos são apresentados em tabelas ou gráficos, uma vez que tratamentos estatísticos com poucos dados apresentam baixa confiabilidade. Também são apresentados em tabelas ou gráficos os resultados dos ensaios para os quais não cabe tratamento estatístico.

6.2 Para ensaios com 6 ou mais participantes (método robusto Q/Hampel)

Para conjuntos de dados com seis ou mais resultados válidos, aplica-se o método robusto Q/Hampel, composto por dois estimadores principais:

- **Desvio padrão robusto (s^*):** calculado pelo estimador Q_n (Croux & Rousseeuw, 1992), definido como o primeiro quartil das distâncias absolutas entre pares de resultados, multiplicado por 2,2219. Esse estimador é insensível a até 50 % de valores discrepantes.

- **Valor de consenso (x^*):** calculado pelo estimador de localização de Hampel, obtido iterativamente a partir da mediana dos resultados e ponderado conforme o desvio robusto s^* . Esse procedimento reduz o peso de valores afastados e converge para um consenso estável.

Para cada resultado individual x_i , calcula-se o z-score robusto:

$$z_i = \frac{x_i - x^*}{s^*}$$

A interpretação dos valores de z-score robusto, tanto entre laboratórios como dentro do laboratório é:

$$\begin{array}{ll} |z| \leq 2 & \rightarrow \text{desempenho satisfatório;} \\ 2 < |z| < 3 & \rightarrow \text{desempenho questionável;} \\ |z| \geq 3 & \rightarrow \text{desempenho insatisfatório.} \end{array}$$

6.3 Construção do Diagrama de Youden

O desempenho dos laboratórios para as duas amostras (A e B) é apresentado graficamente por meio do Diagrama de Youden. Cada ponto representa um laboratório, e suas coordenadas correspondem aos resultados obtidos nas amostras A (eixo X) e B (eixo Y).

O centro do diagrama é determinado pelos valores de consenso robustos (x_A^*, x_B^*), obtidos pelos estimadores Q/Hampel. Essa escolha facilita a visualização pelos participantes, pois o gráfico fica diretamente referenciado aos valores esperados para cada amostra.

A variação conjunta dos resultados é representada por uma elipse de confiança de 95 %, construída a partir da matriz de covariância entre os resultados das amostras A e B. A elipse corresponde ao contorno:

$$(x - \mu)' \Sigma^{-1} (x - \mu) = \chi^2_{2;0,95}$$

onde $\mu = (x_A^*, x_B^*)$, Σ é a matriz de covariância estimada, e $\chi^2_{2;0,95} = 5,991$ é o valor crítico da distribuição qui-quadrado com 2 graus de liberdade.

Além disso, o gráfico apresenta uma região alongada na direção do maior autovetor de Σ , representando a zona onde predominam erros sistemáticos. Deslocamentos aproximadamente paralelos a essa direção indicam tendência comum entre as amostras A e B (valores consistentemente altos ou baixos). Já dispersões perpendiculares a essa direção caracterizam erro aleatório.

Zonas retangulares centradas no ponto de consenso, correspondentes a $\pm 2\sigma$ e $\pm 3\sigma$ em cada eixo, são adicionadas para auxiliar a interpretação da magnitude dos desvios individuais, representando aproximadamente o z-score.

O Diagrama de Youden é gerado individualmente para cada ensaio e permite avaliar, de forma imediata:

- a coerência entre as amostras A e B;
- a presença de tendências sistemáticas;
- a dispersão aleatória dos resultados;
- a posição relativa de cada participante em relação ao consenso.

7 CONFIDENCIALIDADE

É garantido sigilo absoluto ao participante, que é identificado por um código conhecido apenas por ele e pelo IPT. Nos documentos emitidos pelo IPT constam somente os códigos dos laboratórios e não há informações que possam identificar a origem desses laboratórios.

NOTA Os participantes podem optar por renunciar à confidencialidade dentro do programa de ensaio de proficiência para efeitos de discussão e assistência mútua, por exemplo, melhorar o desempenho. A confidencialidade pode também ser renunciada pelos participantes para fins de regulamentação ou reconhecimento. Na maioria dos casos, os resultados do ensaio de proficiência podem ser fornecidos à autoridade competente pelos próprios participantes.

Quando uma parte interessada requer que os resultados do ensaio de proficiência sejam diretamente fornecidos pelo provedor do ensaio de proficiência, o mesmo só será possível após aprovação do participante.

8 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DO PROGRAMA

Ao final de cada rodada, o participante recebe um relatório personalizado, onde pode visualizar seu posicionamento em relação ao conjunto de laboratórios participantes. O relatório traz informações e comentários para o entendimento dos resultados obtidos e orientações no caso de desempenhos não satisfatórios.

Ao final da última rodada, o participante recebe um documento que resume seu desempenho no PI.

9 RECLAMAÇÃO

Para registrar uma reclamação o participante deve contatar a Ouvidoria do IPT através do e-mail ouvidoria@ipt.br.

A Ouvidoria irá receber a reclamação e registrá-la no sistema destinado a esta finalidade. O participante será comunicado do recebimento de sua manifestação, as ações que serão tomadas e o prazo para resposta.

A Ouvidoria irá avaliar a procedência da manifestação com a área reclamada e fará o monitoramento do atendimento até a finalização do processo e a correção do problema.

Após a conclusão do processo, a Ouvidoria irá contatar o participante para verificar sobre sua satisfação.

10 APELAÇÃO

Para apelação contra a avaliação de desempenho no programa, entrar em contato pelo e-mail interlab@ipt.br. O prazo para apelação será de 15 dias corridos após o envio do relatório.

A apelação será enviada ao Representante da Qualidade que irá receber e registrar a solicitação no formulário destinado a esta finalidade. O participante será comunicado do recebimento de sua manifestação, as ações que serão tomadas e o prazo para resposta.

O Representante da Qualidade irá avaliar a procedência da manifestação e fará o monitoramento do atendimento até a finalização do processo e a correção do problema.

Após a conclusão do processo, o Representante da Qualidade irá contatar o participante para verificar sobre sua satisfação.

11 CRONOGRAMA

11.1 De atividade

PRIMEIRA RODADA

ETAPA	MARÇO				ABRIL				MAIO			
Envio das amostras internacionais	06											
Envio das amostras nacionais		13										
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT							20					
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes										22		

SEGUNDA RODADA

ETAPA	JUNHO				JULHO				AGOSTO			
Envio das amostras internacionais		12										
Envio das amostras nacionais			19									
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT							27					
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes											28	

TERCEIRA RODADA

ETAPA	SETEMBRO				OUTUBRO				NOVEMBRO			
Envio das amostras internacionais	04											
Envio das amostras nacionais		11										
Realização dos ensaios pelo participante e envio dos resultados ao IPT						19						
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes									19			
Envio do resumo de desempenho e da declaração de participação											11/12	

11.2 De cobrança

Cobrança	Meses								
	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov
Primeira parcela ou parcela única									
Segunda parcela									
Terceira parcela									

Nota: A cobrança será efetuada por meio de boleto bancário para pagamento 28 ddl.

12 BIBLIOGRAFIA

- 1) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT NBR ISO/IEC 17025* Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.
- 2) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT NBR ISO/IEC 17043* Avaliação de conformidade: Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência. Rio de Janeiro: ABNT, 2024.
- 3) EURACHEM. *Selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes by laboratories - 2000. Eurachem proficiency testing group.* United Kingdom, Eurachem, 2000. Ed 01.
- 4) D'ALMEIDA, M.L.O., KAWAUCHE, T.M.; NEVES, J.M.; LIMA, A.C.P.; SINGER, J.M. *Software para programas interlaboratoriais.* In: ENQUALAB 2003 - CONGRESSO E FEIRA DA QUALIDADE EM METROLOGIA - REDE METROLÓGICA DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2003, São Paulo. Anais... São Paulo: REMESP, 2003. p.256-260.
- 5) Commonwealth of Australia, Department of Industry, Science and Resources, *Chemical Proficiency Testing Statistical Manual*, 2024.
- 6) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *ISO 13528:2022 – Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.* Geneva, Switzerland: ISO, 2022.
- 7) HAMPEL, F. R. *The influence curve and its role in robust estimation.* 1974.
- 8) CROUX, C.; ROUSSEEUW, P. J. *Time-efficient algorithms for two highly robust estimators of scale (Sn and Qn).* 1992.
- 9) YODEN, W. J. *Graphical diagnosis of interlaboratory test results.* 1959.