

PROGRAMA INTERLABORATORIO PARA ENSAYOS EN PASTA CELULÓSICA

CICLO 2026

PROTOCOLO

SUMARIO

1 INTRODUCCIÓN.....	1
2 PÚBLICO OBJETIVO	2
3 ENSAYOS OFRECIDOS.....	2
4 INSCRIPCIÓN EN EL PROGRAMA	3
5 ÍTEMS DE ENSAYO	3
5.1 Preparation.....	3
5.2 Análisis y envío de los resultados	4
6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS	4
6.1 Grupo I.....	4
6.1.1 Para ensayos con menos de 6 participantes	4
6.1.2 Para ensayos con 6 o más participantes (método robusto Q/Hampel)	5
6.1.3 Construcción del Diagrama de Youden	5
6.2 Grupo II.....	7
6.2.1 Evaluación de refinación (molino PFI).....	7
6.2.2 Evaluación de hojas mano (formador de hoja convencional)	7
7 CONFIDENCIALIDAD	8
8 PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PROGRAMA.....	8
9 RECLAMACIÓN.....	9
10 APELACIÓN	9
11 CRONOGRAMA.....	10
11.1 Actividades	10
11.2 Cobranza	10
12 BIBLIOGRAFÍA.....	11

PROGRAMA INTERLABORATORIO PARA ENSAYOS EN PASTA CELULÓSICA – CICLO 2026 PROTOCOLO

1 INTRODUCCIÓN

Los laboratorios constituyen los principales ambientes de práctica de la metrología, y se espera de ellos la emisión de resultados con calidad asegurada. Para tal fin, necesitan un sistema de calidad que garantice la emisión de resultados metrológicamente confiables y una comprobación externa de su competencia.

La participación en Programas Interlaboratorios (PIs) está indicada en la norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, para la comprobación externa de la proficiencia de un laboratorio. Estos PIs consisten en la medición de uno o más parámetros, realizada de manera independiente por un grupo de laboratorios, en muestras de un material. Su aplicación requiere un proveedor y laboratorios participantes. Entre las funciones del proveedor están: elaborar instrucciones, enviar las muestras (ítems de ensayo) para análisis y tratar los resultados obtenidos por los laboratorios participantes. La función principal del participante es seguir las instrucciones del coordinador.

Las etapas principales de un PI son las presentadas en la **Figura 1**.



Figura 1 – Etapas principales de un PI

El IPT posee una amplia experiencia en la coordinación de PIs, datando de 1977 el primer programa ofrecido, referente a ensayos en papel.

La coordinación del Programa de Ensayo de Aptitud (PT Scheme) para Pulpa está a cargo de la investigadora Patrícia Kaji Yasumura, *del Laboratório de Celulose, Papel e Embalagem* (Laboratorio de Celulosa, Papel y Embalaje), quien, junto con su equipo, ofrece un programa que permite a los laboratorios participantes observar su desempeño en comparación con un grupo de laboratorios e identificar la naturaleza de los desvíos de sus resultados, así como algunos problemas tales como la calibración de equipos y la capacitación de los técnicos.

El Programa de Ensayo de Aptitud para Pulpa se enfoca en pulpas de maderas duras blanqueadas y no blanqueadas. Este programa se ofrece anualmente y consiste en tres rondas, excepto para dos de los ensayos ofrecidos, los cuales se realizan en dos rondas (véase el ítem 3).

2 PÚBLICO OBJETIVO

Laboratorios que ejecutan ensayos en cartón corrugado, pertenecientes a industrias, empresas privadas, asociaciones, institutos de investigación o universidades.

3 ENSAYOS OFRECIDOS

Cuadro 1 – Ensayos ofrecidos

Ensayo	Pulpa	Norma	Norma Brasileña Correlata	N.º de rondas
GRUPO I				
Viscosidad intrínseca	Blanqueada y no refinada	ISO 5351:2010	ABNT NBR ISO 5351:2012	3
Número Kappa	No blanqueada	ISO 302:2015 TAPPI/ANSI T 236 om-13	ABNT NBR ISO 302:2018	3
Valor de retención de agua	Blanqueada y refinada	ISO 23714:2014	-	3
Drenabilidad - Schopper-Riegler	Blanqueada y refinada	ISO 5267-1:1999	ABNT NBR 14031:2004	3
GRUPO II				
Evaluación de refinación PFI (4 puntos)	Blanqueada y no refinada	ISO 5264-2:2011 TAPPI/ANSI T 248 sp-15	ABNT NBR ISO 5264-2:2012	2
Evaluación del proceso de formación de hojas	Blanqueada y refinada	ISO 5269-1:2005	ABNT NBR ISO 5269-1:2006	2

ABNT = *Associação Brasileira de Normas Técnicas* (Brazilian Association of Technical Standards).

ISO = International Organization for Standardization.

NBR = *Norma Brasileira* (Brazilian Standard).

NM = *Norma Mercosul* (Mercosul Standard).

4 INSCRIPCIÓN EN EL PROGRAMA

El laboratorio interesado en participar del Programa Interlaboratorio debe completar la ficha de inscripción que acompaña la Carta Invitación, también disponible en: (<https://ipt.br/papel-e-celulose>)

5 ÍTEMS DE ENSAYO

5.1 Preparation

En cada ronda, el laboratorio recibe, para cada ensayo en el que está inscrito, un par de muestras (**Muestra A** y **Muestra B**).

El IPT garantiza que todas las muestras recibidas por los participantes presentan la misma variabilidad, porque solo se envían después de la verificación de la homogeneidad. Los parámetros seleccionados para la evaluación de homogeneidad se muestran a continuación:

- Pulpa blanqueada:
 - Refinada: drenabilidad, *Schopper-Riegler*;
 - No refinada: viscosidad dinámica;
- Pulpa no blanqueada: número Kappa.

Para verificar la homogeneidad de las muestras, se extrae un número definido de especímenes a ser ensayados de ambos lotes de las muestras A y B, considerando el tipo de pulpa (blanqueada o no blanqueada) y su condición (refinada o no refinada). Los valores obtenidos se tratan mediante Análisis de Varianza (ANOVA) de un solo factor, cuyo resultado indica si el lote es homogéneo o no.

5.2 Análisis y envío de los resultados

Los participantes analizan las muestras recibidas siguiendo las orientaciones descritas en un Manual de Instrucciones enviado por el IPT. En dicho manual también se indica cómo deben ser enviados los resultados al IPT.

No serán aceptados resultados después de la fecha límite. Si hubiera retrasos por causas ajenas a la responsabilidad del participante, este hecho debe ser informado al IPT antes de la fecha límite, y la aceptación o no de los resultados atrasados será evaluada caso por caso.

La veracidad de los resultados de los ensayos es responsabilidad del participante.

6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS

El tratamiento estadístico aplicado a los resultados de los participantes tiene como objetivo la determinación de valores de consenso y la evaluación del desempeño de los laboratorios, de acuerdo con los principios de la ISO 13528:2022 — *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*.

Los cálculos son realizados mediante métodos robustos, que reducen la influencia de valores discrepantes, asegurando estimaciones estables y representativas del conjunto de resultados.

6.1 Grupo I

6.1.1 Para ensayos con menos de 6 participantes

En este caso, los resultados recibidos son presentados en tablas o gráficos, ya que los tratamientos estadísticos con pocos datos presentan baja confiabilidad. También son presentados en tablas o gráficos los resultados de los ensayos para los cuales no corresponde tratamiento estadístico.

6.1.2 Para ensayos con 6 o más participantes (método robusto Q/Hampel)

Para conjuntos de datos con seis o más resultados válidos, se aplica el **método robusto Q/Hampel**, compuesto por dos estimadores principales:

- **Desviación estándar robusta (s^*):** Calculada por el **estimador Qn** (Croux & Rousseeuw, 1992), definido como el primer cuartil de las distancias absolutas entre pares de resultados, multiplicado por 2,2219. Este estimador es insensible hasta un 50 % de valores discrepantes.
- **Valor de consenso (x^*):** Calculado por el **estimador de localización de Hampel**, obtenido iterativamente a partir de la mediana de los resultados y ponderado según la desviación robusta s^* . Este procedimiento reduce el peso de valores alejados y converge hacia un consenso estable.

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

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

La interpretación del desempeño sigue los criterios de la norma ISO 13528:2022:

$ z \leq 2$	→ desempeño satisfactorio;
$2 < z < 3$	→ desempeño cuestionable;
$ z \geq 3$	→ desempeño insatisfactorio.

6.1.3 Construcción del Diagrama de Youden

El desempeño de los laboratorios para las dos muestras (A y B) es presentado gráficamente mediante el **Diagrama de Youden**. Cada punto representa un laboratorio, y sus coordenadas corresponden a los resultados obtenidos en las muestras A (eje X) y B (eje Y).

El centro del diagrama es determinado por los valores de consenso robustos (x_A^*, x_B^*) , obtenidos mediante los estimadores Q/Hampel.

La variación conjunta de los resultados es representada por una elipse de **confianza del 95 %**, construida a partir de la matriz de covarianza entre los resultados de las muestras A y B:

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

Donde $\mu = (x_A^*, x_B^*)$, y Σ es la matriz de covarianza estimada, y $\chi^2_{2;0,95} = 5,991$ es el valor crítico de la distribución chi-cuadrado con 2 grados de libertad.

Además, el gráfico presenta una región alargada en la dirección del mayor autovector de Σ , representando la zona donde predominan errores sistemáticos. Desplazamientos paralelos a esta dirección indican tendencia común entre las muestras A y B (valores consistentemente altos o bajos).

Dispersión perpendicular a esta dirección caracteriza error aleatorio.

Zonas rectangulares centradas en el punto de consenso, correspondientes a $\pm 2\sigma$ y $\pm 3\sigma$ en cada eje, son añadidas para auxiliar la interpretación, representando aproximadamente el z-score.

El diagrama de Youden se genera individualmente para cada prueba y permite la evaluación inmediata de:

- la coherencia entre las muestras A y B
- la presencia de tendencias sistemáticas
- la dispersión aleatoria de los resultados
- la posición relativa de cada participante respecto al consenso

6.2 Grupo II

6.2.1 Evaluación de refinación (molino PFI)

Para cada par de ítems de ensayo recibidos por el laboratorio, la refinación en el molino PFI debe realizarse de manera que se obtengan cuatro puntos con diferentes grados de refinación, en los cuales el primero no requiere refinación. Para cada punto, se determina la drenabilidad y se forman siete hojas mano, las cuales deben ser enviadas al IPT junto con los datos de refinación (número de revoluciones y drenabilidad). El IPT determina los índices de tracción y índices de desgarró para las hojas mano enviadas.

El número de revoluciones y los resultados recibidos para los índices de tracción y desgarró se grafican en función de la drenabilidad, y los valores de estas propiedades se interpolan para 38°SR utilizando la ecuación de regresión correspondiente a cada gráfico. Estos valores interpolados se tabulan para los índices de tracción y desgarró.

6.2.2 Evaluación de hojas mano (formador de hoja convencional)

A partir del par de muestras recibido por el participante, deben formarse catorce hojas mano. Siete de ellas permanecen en el laboratorio participante y las otras siete se envían al IPT. Tanto el IPT como el laboratorio participante realizan los siguientes ensayos: gramaje; espesor; permeancia al aire, Gurley; opacidad; resistencia al estallido; resistencia a la tracción; resistencia al desgarró. Los datos obtenidos por el IPT para cada ensayo son tratados estadísticamente según el ítem 6.1 para el Grupo I, mientras que los datos obtenidos por los laboratorios solo se tabulan.

7 CONFIDENCIALIDAD

Se garantiza confidencialidad absoluta al participante, quien es identificado mediante un código conocido únicamente por él y por el IPT. En los documentos emitidos por el IPT constan únicamente los códigos de los laboratorios, sin información que pueda identificar su origen.

NOTE Los participantes pueden optar por renunciar a la confidencialidad dentro del programa de ensayos de aptitud para fines de debate y asistencia mutua, por ejemplo, para mejorar el rendimiento. También pueden renunciar a la confidencialidad con fines de regulación o reconocimiento. En la mayoría de los casos, los propios participantes pueden proporcionar los resultados del ensayo de aptitud a una autoridad competente.

Cuando una parte interesada solicita que los resultados sean entregados directamente por el proveedor del ensayo de proficiencia, esto solo será posible con la aprobación del participante.

8 PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PROGRAMA

Al final de cada ronda, el participante recibe un informe personalizado, donde puede visualizar su posicionamiento respecto al conjunto de laboratorios participantes. El informe contiene informaciones y comentarios para el entendimiento de los resultados y orientaciones en caso de desempeños no satisfactorios.

Al final de la última ronda, el participante recibe un documento que resume su desempeño en el PI.

9 RECLAMACIÓN

Para registrar una reclamación, el participante debe contactar a la Ouvidoria del IPT a través del correo ouvidoria@ipt.br.

La Ouvidoria recibirá y registrará la reclamación en el sistema destinado a tal finalidad. El participante será comunicado del recibimiento, de las acciones a ser tomadas y del plazo de respuesta.

La Ouvidoria evaluará la procedencia de la reclamación junto con el área involucrada y acompañará la resolución del proceso hasta su finalización.

Después de concluido el proceso, la Ouvidoria contactará al participante para verificar su satisfacción.

10 APELACIÓN

Para apelar la evaluación de desempeño del programa, comuníquese por correo electrónico a interlab@ipt.br. El plazo para apelar será de 15 días calendario a partir de la presentación del informe.

La apelación será enviada al Representante de Calidad, quien recibirá y registrará la solicitud en el formulario correspondiente. El participante será informado del recibimiento, de las acciones a tomar y del plazo de respuesta.

El Representante de Calidad evaluará la procedencia de la apelación y dará seguimiento al proceso hasta la corrección del problema.

Después de concluido el proceso, el Representante de Calidad contactará al participante para verificar su satisfacción.

11 CRONOGRAMA

11.1 Actividades

PRIMERA RONDA

PASO	MARZO				ABRIL				MAYO			
Envío de muestras internacionales	06											
Envío de muestras nacionales		13										
Realización de ensayos y envío de resultados al IPT							20					
Realización de los ensayos en las hojas mano, formadas por los participantes, por parte del IPT										22		
Elaboración del informe y envío a participantes											12/06	

SEGUNDA RONDA

PASO	JUNIO				JULIO				AGOSTO			
Envío de muestras internacionales		12										
Envío de muestras nacionales			19									
Realización de ensayos y envío de resultados al IPT							27					
Elaboración del informe y envío a participantes											28	

TERCERA RONDA

PASO	SEPTIEMBRE				OCTUBRE				NOVIEMBRE			
Envío de muestras internacionales	04											
Envío de muestras nacionales		11										
Realización de ensayos y envío de resultados al IPT						19						
Realización de los ensayos en las hojas mano, formadas por los participantes, por parte del IPT										19		
Elaboración del informe y envío a participantes										04/12		
Envío del resumen de desempeño y declaración de participación											11/12	

11.2 Cobranza

Cobranza	Meses								
	Mar.	Abr.	May	Jun.	Jul.	Ago.	Sep.	Oct.	Nov.
Parcela única									

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) YOUTEN, W. J. *Graphical diagnosis of interlaboratory test results.* 1959.