

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS EM PASTA CELULÓSICA

CICLO 2026

PROTOCOLO

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 PÚBLICO ALVO	2
3 ENSAIOS OFERECIDOS	2
4 INSCRIÇÃO NO PROGRAMA	3
5 ITENS DE ENSAIO	3
5.1 Preparação	3
5.2 Análise e envio de resultados	4
6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS	4
6.1 Grupo I.....	4
6.1.1 Para ensaios com menos de 6 participantes	4
6.1.2 Para ensaios com 6 ou mais participantes (método robusto Q/Hampel)	5
6.1.3 Construção do Diagrama de Youden	5
6.2 Grupo II.....	7
6.2.1 Avaliação da refinação PFI	7
6.2.2 Avaliação do processo de formação de folhas.....	7
7 CONFIDENCIALIDADE	8
8 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS DO PROGRAMA.....	8
9 RECLAMAÇÃO.....	9
10 APELAÇÃO	9
11 CRONOGRAMA.....	10
11.1 De atividades	10
11.2 De cobrança	11
12 BIBLIOGRAFIA.....	12

PROGRAMA INTERLABORATORIAL PARA ENSAIOS EM PASTA CELULÓSICA - 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.

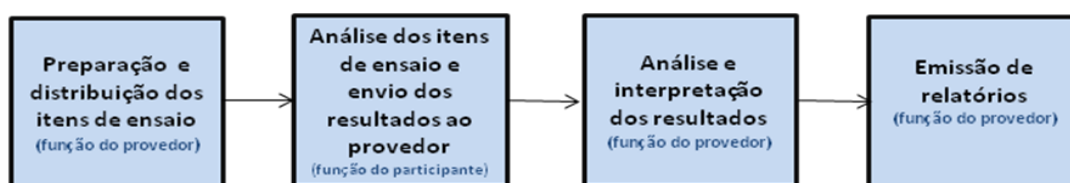


Figura 1 - Etapas principais de um PI.

O IPT detém uma larga experiência na coordenação de PIs, datando da década de 1980 o primeiro programa oferecido para ensaios em pasta celulósica.

A coordenação do PI para Ensaios em Pasta Celulósica 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 tem como foco pasta celulósica de fibra curta, branqueada e não branqueada. Este PI é anual e consiste de três rodadas, exceto para dois dos ensaios que oferece, para quais são efetuadas duas rodadas (ver item 3).

2 PÚBLICO ALVO

Laboratórios que executam ensaios em pasta celulósica, sejam eles de indústria, de empresas privadas, de associações, de institutos de pesquisa ou de universidades.

3 ENSAIOS OFERECIDOS

Ensaio	Pasta celulósica	Norma ISO ou TAPPI	Norma Brasileira Correlata	Nº de Rodadas
GRUPO I				
Viscosidade intrínseca	Branqueada e não refinada	ISO 5351:2010	ABNT NBR ISO 5351:2012	3
Número Kappa	Não branqueada	ISO 302:2015 TAPPI/ANSI T 236 om-13	ABNT NBR ISO 302:2018	3
Valor de retenção de água (WRV)	Branqueada e refinada	ISO 23714:2014	-	3
Resistência à drenagem, <i>Schopper-Riegler</i>	Branqueada e refinada	ISO 5267-1:1999	ABNT NBR 14031:2004	3
GRUPO II				
Avaliação da refinação PFI	Branqueada e não refinada	ISO 5264-2:2011 TAPPI/ANSI T 248 sp-21	ABNT NBR ISO 5264-2:2012	2
Avaliação do processo de formação de folhas	Branqueada e refinada	ISO 5269-1:2005	ABNT NBR ISO 5269-1:2006	2

ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas.

ISO = International Organization for Standardization.

NBR = Norma Brasileira.

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 www.ipt.br/papel-e-celulose

5 ITENS DE ENSAIO

5.1 Preparação

Em cada rodada, o laboratório recebe, para cada ensaio em que está inscrito, um par de amostras denominadas **Amostra A** e **Amostra B**.

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:

- pasta celulósica branqueada:
 - Refinada: resistência à drenagem, *Schopper-Riegler*;
 - Não refinada: viscosidade dinâmica;
- pasta celulósica não branqueada: número Kappa.

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 pasta (branqueada e não branqueada) e sua condição (refinada e não refinada). Os valores obtidos são tratados por Análise de Variância (ANOVA) fator único, cujo resultado indica se o lote é ou não homogêneo.

5.2 Análise e envio de 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. A data limite para envio dos resultados é informada quando do envio das amostras. 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

6.1 Grupo I

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.

6.1.1 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.

6.1.2 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:

$ z \leq 2$	→ desempenho satisfatório;
$2 < z < 3$	→ desempenho questionável;
$ z \geq 3$	→ desempenho insatisfatório.

6.1.3 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:

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

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.

6.2 Grupo II

6.2.1 Avaliação da refinação PFI

Para cada amostra que forma o par recebido pelo laboratório, será construída uma curva de refinação com quatro pontos, sendo que o primeiro ponto não requer refinação e, para os três pontos restantes, aumenta-se gradativamente o número de revoluções. Para os quatro pontos, determina-se a resistência à drenagem *Schopper-Riegler* e formam-se sete folhas que são enviadas ao IPT juntamente com os dados de refinação (número de revoluções e resistência à drenagem). O IPT determina os índices de tração e de rasgo nas folhas enviadas.

Os resultados do número de revoluções recebidos e os obtidos para os índices de tração e rasgo são colocados em gráficos em relação à resistência à drenagem e os valores dessas propriedades são interpolados para 38 SR usando a equação de regressão correspondente a cada gráfico. Esses valores interpolados de cada laboratório são tabulados para os índices de tração e de rasgo.

6.2.2 Avaliação do processo de formação de folhas

De cada amostra recebida pelo participante são formadas 14 (catorze) folhas. Destas, sete ficam com o laboratório participante e sete são enviadas ao IPT, sendo que ambos realizam nelas os seguintes ensaios: gramatura, espessura, permeância ao ar, *Gurley*, opacidade difusa, resistência ao arrebentamento, à tração e ao rasgo. O conjunto de resultados obtidos pelo IPT para cada ensaio recebe o tratamento estatístico descrito no item 6.1 para o Grupo I e o conjunto de resultados obtidos pelos laboratórios para cada ensaio é apenas tabulado.

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 atividades

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						
Realização de ensaios nas folhas formadas dos participantes pelo IPT									22			
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes											12/06	

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						
Realização de ensaios nas folhas formadas dos participantes pelo IPT									19			
Elaboração do Relatório da rodada pelo IPT e envio aos participantes									04/12			
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 (S_n and Q_n).* 1992.
- 9) YOUTDEN, W. J. *Graphical diagnosis of interlaboratory test results.* 1959