

PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS - PARTE II

PROFICIENCY TESTING SCHEMES - PART II

Estudo de caso para o ensaio de gramatura de papel

Case study for paper grammage test

Autores/Authors*: Maria Luiza Otero D’Almeida¹
Desirée Moraes Zouain²
Mariza Eiko Tsukuda Koga¹
Daniela Youn¹

Palavras-chave: gramatura; papel; programa interlaboratorial

RESUMO

A cadeia produtiva do setor de celulose e papel é extensa e diversificada e a boa qualidade de dados gerados nos laboratórios dessa cadeia é imprescindível, pois que apoiados neles decisões de processo são tomadas, análises de conformidade elaboradas e transações efetuadas. Os Programas Interlaboratoriais, desenhados e operados para garantir o desempenho de laboratórios, é a ferramenta usual para assegurar a qualidade de dados laboratoriais. Este trabalho apresenta os resultados obtidos na aplicação de duas rodadas de um PI para o ensaio de gramatura de papel. Este parâmetro é especialmente importante porque o papel é vendido em termos de gramatura. Dois papéis semelhantes foram analisados em cada rodada do programa e como valor de referência foi utilizada a média de consenso obtida a partir dos resultados dos laboratórios participantes. Os resultados são apresentados na forma de diagrama baseado nos gráficos de Youden. Na primeira rodada, quatro laboratórios tiveram desempenho não satisfatório, que foi melhorado na segunda rodada devido aos comentários recebidos do provedor.

INTRODUÇÃO

Cada vez mais o mercado exige produtos que tenham qualidade assegurada, o que demanda que os resultados laboratoriais que sustentam a informação sobre esses

Keywords: *basis weight; paper; proficiency testing scheme*

ABSTRACT

The productive chain of the pulp and paper sector is long and diversified and the good quality of the data generated at the laboratories along this chain is indispensable, as it is on their basis that process decisions are reached, conformity analyses conducted, and transactions made. Proficiency Testing Schemes, designed and operated to guarantee good laboratory performance, are the usual tool to assure the quality of laboratory data. This report presents the results obtained from applying two rounds of a PT for paper grammage test. This parameter is particularly important, because paper is sold in terms of basis weight. Two similar paper grades were analyzed in each round of the scheme, the consensus average obtained from the results of the participating laboratories was used as reference value. The results are presented as a Youden plot. In the first round, four laboratories had an unsatisfactory performance, which was improved in the second round, due to the comments received from the provider.

INTRODUCTION

Products having assured quality are demanded by the market to an ever-increasing extent, what requires that the laboratory results supporting the information

*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

produtos também tenham sua qualidade comprovada. Isto requer dos laboratórios um sistema da qualidade que garanta a emissão de resultados metrologicamente confiáveis, além de uma comprovação externa de sua proficiência.

Os Programas Interlaboratoriais (PIs) para averiguação de desempenho de laboratório têm sido empregados para a comprovação externa da proficiência de laboratórios, principalmente porque a norma *ISO/IEC 17025:2005 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*, cuja correlata brasileira é a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, aponta a participação em PIs como um dos requisitos que um laboratório deve apresentar para gerar resultados metrologicamente confiáveis.

Os PIs a que se refere a norma ISO/IEC 17025:2005 têm como objetivo principal determinar o desempenho de laboratórios individuais para ensaios ou medições específicas, mas sua aplicação traz também outros benefícios, entre eles a possibilidade de monitorar de forma contínua o desempenho de laboratórios e de identificar diferenças entre laboratórios (D'ALMEIDA *et al.*, 2000). Uma visão mais completa de normas e estudos correntes pode ser obtida em D'ALMEIDA e ZOUAIN (2010).

O formato usual desses PIs é aquele no qual 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 recebido 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 PI, deve haver um *valor de referência* ou *valor designado* para cada parâmetro medido pelos participantes no material distribuído, a fim de que seu resultado possa ser comparado a esse valor [(IUPAC, 2006); (ISO/IEC Guia 43-1, 1997); (ABNT NBR ISO/IEC 43-1, 1999)]. Nos PIs oferecidos para o setor de celulose e papel, esse valor procede, normalmente, de um consenso dos resultados dos laboratórios participantes, após eliminação de valores discrepantes. (ISO/IEC Guia 43-1, 1997).

O ideal seria o laboratório participar de PIs referentes a todos os parâmetros que analisa, mas nem sempre isto é possível, quer por questões econômicas quer por falta de oferta de PI. No que se refere a papel, a participação em PI para o ensaio de gramatura (massa de papel por área) é especialmente importante, pois na produção e conversão de papel os parâmetros massa e área são os que se destacam, uma vez que tanto o controle de produção de papel como sua venda são efetuados com base neles (SCOTT *et al.*, p.53, 1995).

imparted to these products also have their quality assured. Consequently, the laboratories must have a quality system guaranteeing the generation of metrologically reliable results, in addition to an external evidence of their proficiency.

Proficiency Testing (PT) to ascertain the laboratory performance have been employed for external evidence of the laboratory proficiency, mainly because ISO/IEC 17025:2005- General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, the Brazilian correlate of which is ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, points to the participation in PT as one of the requirements to be met by a laboratory in order to generate metrologically reliable results.

*The main purpose of PT which ISO/IEC17025:2005 refers to is to determine the performance of individual laboratories for specific testing or measurements, but their application also brings other benefits, among which the possibility of continuously monitoring the laboratory performance, as well as of identifying differences between laboratories (D'ALMEIDA *et al.*, 2000). A more complete view of standards and current studies can be obtained by consulting D'ALMEIDA and ZOUAIN (2010).*

The usual format of these PT is that in which the organizer of the scheme, 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. The latter, 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 PT, there must be a reference value or assigned value for each parameter measured by the participants in the distributed material, in order that its result can be compared to this value [(IUPAC, 2006); (ISO/IEC Guia 43-1, 1997); (ABNT NBR ISO/IEC 43-1, 1999)]. In the PT offered to the pulp and paper sector, this value usually is the consensus value from participant laboratories, after eliminating outliers (ISO/IEC Guia 43-1, 1997.

*The laboratory participation in PT regarding all parameters analyzed would be the ideal, but not always this is possible, whether for economic reasons or insufficient offer of PT. As far as paper is concerned, participating in PT for basis weight testing (paper mass per area) is particularly important, once in paper production and conversion the parameters mass and area are those standing out, since the paper production control and its sale are both made based on them (SCOTT *et al.*, p. 53, 1995).*

Tabela 1. Perfil do conjunto dos laboratórios participantes / **Table 1.** Profile of the set of participant laboratories

Perfil / Profile	Número de laboratórios / Number of laboratories
Laboratórios de universidades / University laboratories	1
Laboratórios de institutos / Institute laboratories	6
Laboratórios de indústrias / Industry laboratories	13
Laboratórios de gráficas / Graphic laboratories	2
Laboratório de associações / Class association laboratories	1

METODOLOGIA

Foi aplicado para um conjunto de 23 laboratórios com o perfil apresentado na **Tabela 1**, um programa interlaboratorial para o ensaio de gramatura constituído de duas rodadas.

Em cada rodada, o laboratório participante recebeu dois itens de ensaio denominados, respectivamente, *Amostra A* e *Amostra B*, sendo cada constituído de 10 folhas de papel de dimensões 14cm x 28cm. A **Figura 1** apresenta foto de um par de amostras enviado.

METHODOLOGY

A two-round proficiency testing scheme for basis weight testing was applied to a set of 23 laboratories, with the profile shown in **Table 1**.

In each round the participant laboratory received two test items called Sample A and Sample B, respectively, each of them consisting of 10 sheets of paper measuring 14cm x 28cm. **Figure 1** presents a photo of a pair of samples sent.



Figura 1. Par de amostras enviado a cada participante por rodada / **Figure 1.** Pair of samples sent to each participant per round

Para a confecção dos itens de ensaio foram utilizadas duas bobinas de papel ofsete procedentes de fabricantes diferentes. Uma originou as amostras A e a outra as amostras B.

O processo de preparação dos itens de ensaio envolveu o embaralhamento das folhas de papel para garantir a mesma variabilidade de gramatura entre os itens de uma mesma amostra. A homogeneidade foi verificada por meio de Análise de Variância (ANOVA) e o envio dos itens de ensaio aos participantes dependeu desta análise indicar lotes homogêneos desses itens.

Os laboratórios participantes determinaram a gramatura das 10 folhas de papel que compunham o item de ensaio de cada amostra e encaminharam os resultados com as respectivas médias ao coordenador do PI, no caso o IPT. Para a determinação da gramatura foi seguido o procedimento descrito na norma ISO 536:1995, cuja correlata brasileira é a NBR NM ISO 536:2000.

A partir do conjunto de dados disponíveis, foram obtidas as médias de consenso para as amostras A e B, respectivamente, e a partir delas construiu-se um diagrama para identificação de laboratórios com desvios sistemáticos e/ou aleatórios.

Para a determinação da média de consenso, os valores com distâncias ao primeiro ou terceiro quartis maiores que 1,0 vez o intervalo interquartil foram eliminados e, com os valores restantes, obteve-se a média de consenso. A equação dos quartis utilizada foi:

$$Q_p = [1 - \text{frac}(W)] \cdot X_{\text{int}(W)} + \text{frac}(W) \cdot X_{\text{int}(W)+1}$$

em que:

X_i = sequência ordenada dos resultados da amostra (A ou B) cujos quartis foram calculados;

$W = n.p + 0,5$, onde n é o número de laboratórios e p assume os valores de 0,25 para o primeiro quartil e 0,75 para o terceiro quartil;

$\text{int}(W)$ = parte inteira de W ;

$\text{frac}(W)$ = parte fracionária de W .

A construção dos diagramas foi baseada no gráfico de Youden (1959). Esse gráfico é obtido usando como parâmetro as médias de consenso das amostras A e B. Ele consiste em um círculo cujo raio é calculado a partir da variabilidade total da medição, dada pelo valor do desvio padrão (σ_T).

Utilizando as notações X_i e Y_i para os valores associados a cada par de amostras A e B, respectivamente, e n para o total de laboratórios, os passos para o cálculo de σ_T foram os seguintes:

$$\text{Soma de quadrados } 1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i)^2}{2} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

Two offset paper rolls coming from different manufacturers were used to prepare the test items, one of which produced samples A, and the other one samples B.

The testing item preparation process involved shuffling the paper sheets, in order to guarantee the same basis weight variability among the items of the same sample. The homogeneity was checked by means of a Variance Analysis (ANOVA), and the dispatch of the testing items to the participants depended on the indication of homogeneous lots of these items.

The participating laboratories determined the basis weight of the 10 paper sheets composing the testing item of each sample and forwarded the results with the respective averages to the PT coordinator, which was IPT. The procedure described in ISO 536:1995, the Brazilian correlate of which is NBR NM ISO 536:2000, was followed for grammage determination.

From the set of data available, the consensus values were obtained for samples A and B, respectively, based on them a diagram was constructed to identify laboratories with systematic and/or aleatory deviations.

To determine the consensus average, the values which distances from the first or third quartiles were higher than the interquartil range multiplied by 1.0 were eliminated, and then the consensus values were obtained from the remaining ones. The quartile equation used was:

$$Q_p = [1 - \text{frac}(W)] \cdot X_{\text{int}(W)} + \text{frac}(W) \cdot X_{\text{int}(W)+1}$$

where:

X_i = ordered sequence of the results of the sample (A or B), the quartiles of which were calculated;

$W = n.p + 0.5$, where n is the number of laboratories and p assumes the values of 0.25 for the first quartile and 0.75 for the third one;

$\text{int}(W)$ = full part of W ;

$\text{frac}(W)$ = fractional part of W .

The diagram construction was based on the Youden plot (1959), which is obtained by using the consensus values of samples A and B as parameter. It consists of a circle, the radius of which is calculated from the total variability of the measurement, given by the standard deviation value (σ_T).

Using notations X_i and Y_i for the values associated with each pair of samples A and B, respectively, and n for the total number of laboratories, the steps to calculate σ_T were as follows:

$$\text{Sum of square } 1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i)^2}{2} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\text{Soma de quadrados 2} = \frac{\left[\sum_{i=1}^n X_i \right]^2}{n} + \frac{\left[\sum_{i=1}^n Y_i \right]^2}{n} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\text{Soma de quadrados 3} = \sum_{i=1}^n (X_i)^2 + \sum_{i=1}^n (Y_i)^2 - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\sigma_T = \sqrt{\frac{\text{Soma de quadrados 3} - \text{Soma de quadrados 1} - \text{Soma de quadrados 2}}{n-1}}$$

O raio do círculo de Youden foi obtido por meio da seguinte expressão:

$$\text{Raio Youden} = k \cdot \sigma_T$$

em que k é uma constante de valor 2,448 para um grau de confiança de 95%. O centro do círculo de Youden foi ditado pelos valores da *média de consenso*.

A partir do círculo de Youden foram definidas regiões correspondentes a desvios aleatórios e sistemáticos, permitindo deste modo a construção do diagrama.

No diagrama, a escala do eixo X corresponde à faixa de resultados referentes à amostra A e a do eixo Y corresponde à faixa de resultados da amostra B. O par de valores associado a um determinado laboratório define a sua posição no gráfico. Desta forma, cada ponto localizado no gráfico é representativo de um laboratório participante e identifica o tipo de desvio do laboratório.

Para construção do diagrama foi empregado um software desenvolvido com a utilização do ambiente Borland Delphi 5, patentado pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. - IPT. Esse software apresenta os seguintes recursos (D'ALMEIDA *et al.*, 2003):

- armazena em um único arquivo as informações fornecidas pelos laboratórios;
- apresenta de forma gráfica, por ensaio, a situação de cada laboratório em relação aos demais, identificando os vários tipos de desvios apresentados;
- permite a entrada e manipulação dos dados de forma simples e eficiente através de uma interface tabular em que todos os campos estão claramente identificados;
- permite a geração de relatórios em arquivo de formato RTF, compatível com o MS-Word, que podem ser individuais para cada laboratório em um determinado ensaio ou coletivos para todos os laboratórios em todos os ensaios; e
- permite a geração de listagens, apresentando as informações de um mesmo arquivo agrupadas de três maneiras: laboratórios que participam de um mesmo ensaio; ensaios realizados por um mesmo laboratório; tipos de desvios apresentados por cada laboratório para um determinado ensaio.

$$\text{Sum of square 2} = \frac{\left[\sum_{i=1}^n X_i \right]^2}{n} + \frac{\left[\sum_{i=1}^n Y_i \right]^2}{n} - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\text{Sum of square 3} = \sum_{i=1}^n (X_i)^2 + \sum_{i=1}^n (Y_i)^2 - \frac{\left[\sum_{i=1}^n (X_i + Y_i) \right]^2}{2.n}$$

$$\sigma_T = \sqrt{\frac{\text{Sum of square 3} - \text{Sum of square 1} - \text{Sum of square 2}}{n-1}}$$

The radius of the Youden circle has been obtained from the expression:

$$\text{Youden radius} = k \cdot \sigma_T$$

where k is a constant of value 2.448 for a degree of confidence of 95%. The center of Youden circle was dictated by the values of the consensus average.

Regions corresponding to aleatory and systematic deviations were defined on the basis of Youden circle, thus allowing the diagram to be constructed.

In the diagram, the scale of X-axis corresponds to the range of results regarding sample A, while that of Y-axis corresponds to the range of results concerning sample B. The pair of values associated to a given laboratory defines its position on the graph. Thus, each point located on the graph is representative of a participant laboratory and identify the type of the laboratory deviation.

A software developed by using environment Borland Delphi 5, patented by the Institute of Technological Researches of the State of São Paulo – IPT –, was employed to construct the diagram. This software presents the following resources (D'ALMEIDA *et al.*, 2003):

- it stores in a single file the information provided by the laboratories;
- it presents in graphic form, per test, the situation of each laboratory as compared to the remaining ones, identifying the various types of deviations presented;
- it allows data input and manipulation to be done in a simple and efficient way, through a tabular interface in which all fields are clearly identified;
- it allows generating reports in RTF format files, compatible with MS-Word, which can be individual for each laboratory at a given test, or collective for all laboratories at all tests; and
- it allows generating lists, presenting the information of the same file grouped in three ways: laboratories participating in the same test; tests run by the same laboratory; types of deviations presented by each laboratory for a given test.

RESULTADOS

A **Tabela 2** apresenta as médias das determinações efetuadas pelos participantes nas duas rodadas aplicadas e aponta os valores excluídos do cálculo da *média de consenso* por meio dos gráficos de quartis (**Figura 2**). A Tabela 2 traz também o desvio padrão entre laboratórios (calculado considerando o resultado de todos os participantes) e o coeficiente de variação, que é o quociente entre o desvio padrão entre laboratórios e a média de consenso, expresso em porcentagem.

A **Figura 3** apresenta, respectivamente para a primeira

RESULTS

Table 2 presents the averages of the determinations made by the participants in both rounds applied and indicates the values excluded from the calculation of the consensus average by means of the quartile graphs (**Figure 2**). Table 2 also contains the standard deviation between laboratories (calculated by taking into consideration the result of all participants) as well as the coefficient of variation, which is the quotient between the standard deviation between laboratories and the consensus average, expressed in percentage terms.

Tabela 2. Resultados para as amostras A e B / **Table 2.** Results for samples A and B

Laboratório <i>Laboratory</i>	Primeira rodada / <i>First round</i>			Segunda rodada / <i>Second round</i>		
	Amostra A, média em g/m ² <i>Sample A, mean in g/m²</i>	Amostra B, média em g/m ² <i>Sample B, mean in g/m²</i>	Valores incluídos (I) e excluídos (E) do cálculo da mé- dia de consenso <i>Values included (I) and excluded (E) from the calcula- tion of the con- sensus average</i>	Amostra A, média em g/m ² <i>Sample A, mean in g/m²</i>	Amostra B, média em g/m ² <i>Sample B, mean in g/m²</i>	Valores incluídos (I) e excluídos (E) do cálculo da mé- dia de consenso <i>Values included (I) and excluded (E) from the calcula- tion of the con- sensus average</i>
LPC10	74,8	77,6	I	74,5	74,4	I
LPC11	74,2	77,5	I	73,8	75,2	I
LPC12	74,9	77,9	I	73,4	74,8	I
LPC13	74,8	78,5	I	72,8	73,0	I
LPC14	75,3	77,9	I	73,5	73,7	I
LPC15	74,8	78,0	I	73,6	73,6	I
LPC16	73,7	76,8	I	72,7	73,7	I
LPC17	74,9	78,2	I	73,8	75,9	I
LPC18	75,0	78,0	I	74,7	75,7	I
LPC19	76,6	78,9	E	76,6	77,4	E
LPC20	75,0	78,0	I	74,3	76,2	I
LPC21	74,6	79,4	I	75,9	77,5	E
LPC22	76,0	79,5	E	74,0	76,2	I
LPC23	74,3	78,3	I	74,4	74,9	I
LPC24	74,6	76,8	I	73,4	74,2	I
LPC25	75,1	77,9	I	73,5	74,3	I
LPC26	75,1	78,8	I	74,4	75,0	I
LPC27	76,5	78,9	E	73,4	75,2	I
LPC28	75,1	79,3	I	74,7	75,4	I
LPC29	74,7	78,0	I	74,2	74,6	I
LPC30	74,3	77,8	I	73,6	74,3	I
LPC31	73,4	76,6	E	73,6	74,1	I
LPC32	47,5	57,0	E	73,1	73,7	I
Média de consenso (g/m ²) <i>Consensus average (g/m²)</i>	74,7	78,0		73,8	74,7	
Desvio padrão entre laboratórios(g/m ²) <i>Standard deviation between laborato- ries (g/m²)</i>	0,4	0,7		0,6	0,9	
Coeficiente de varia- ção (%) <i>Coefficient of varia- tion (%)</i>	0,5	0,9		0,8	1,2	

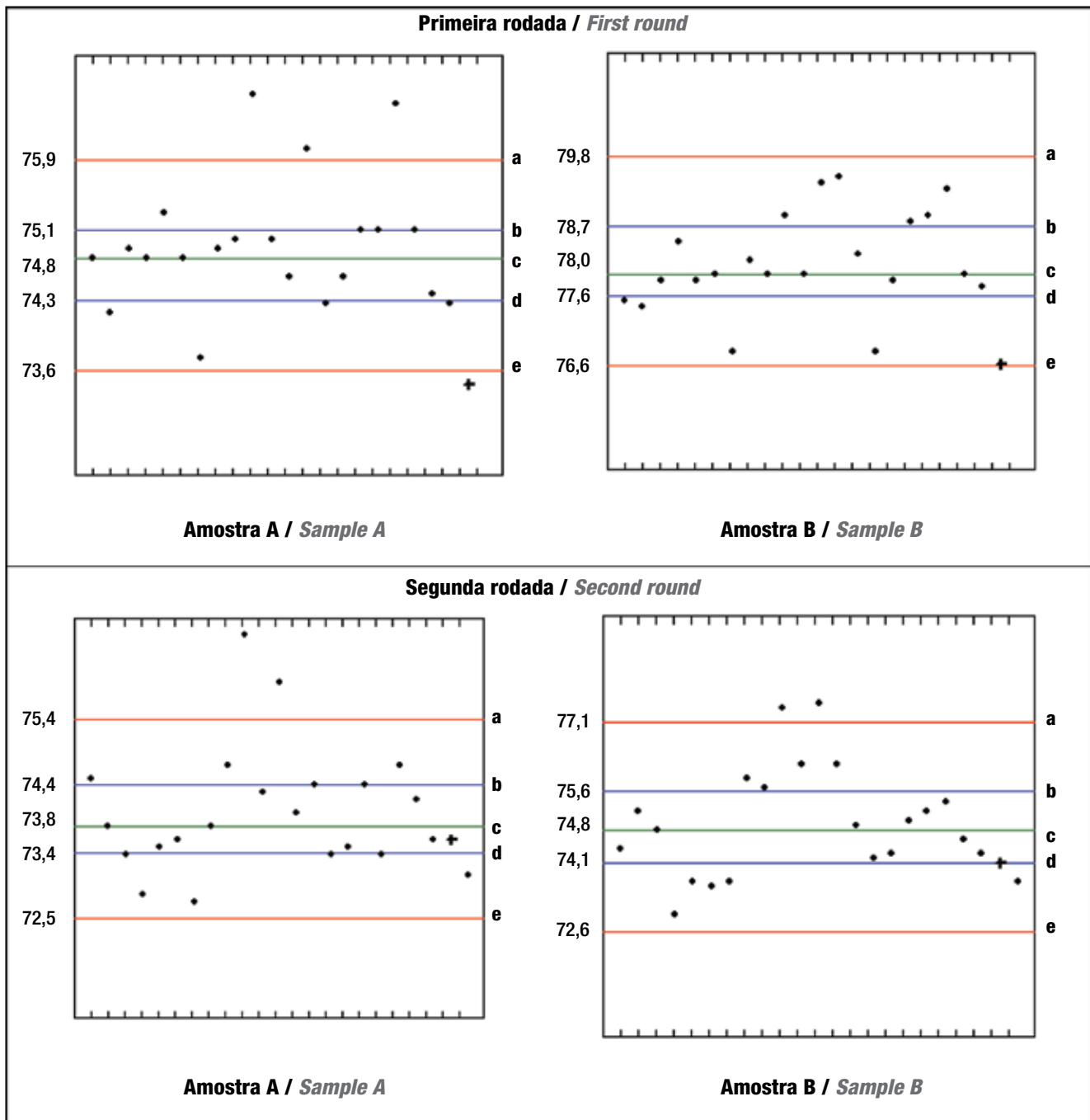


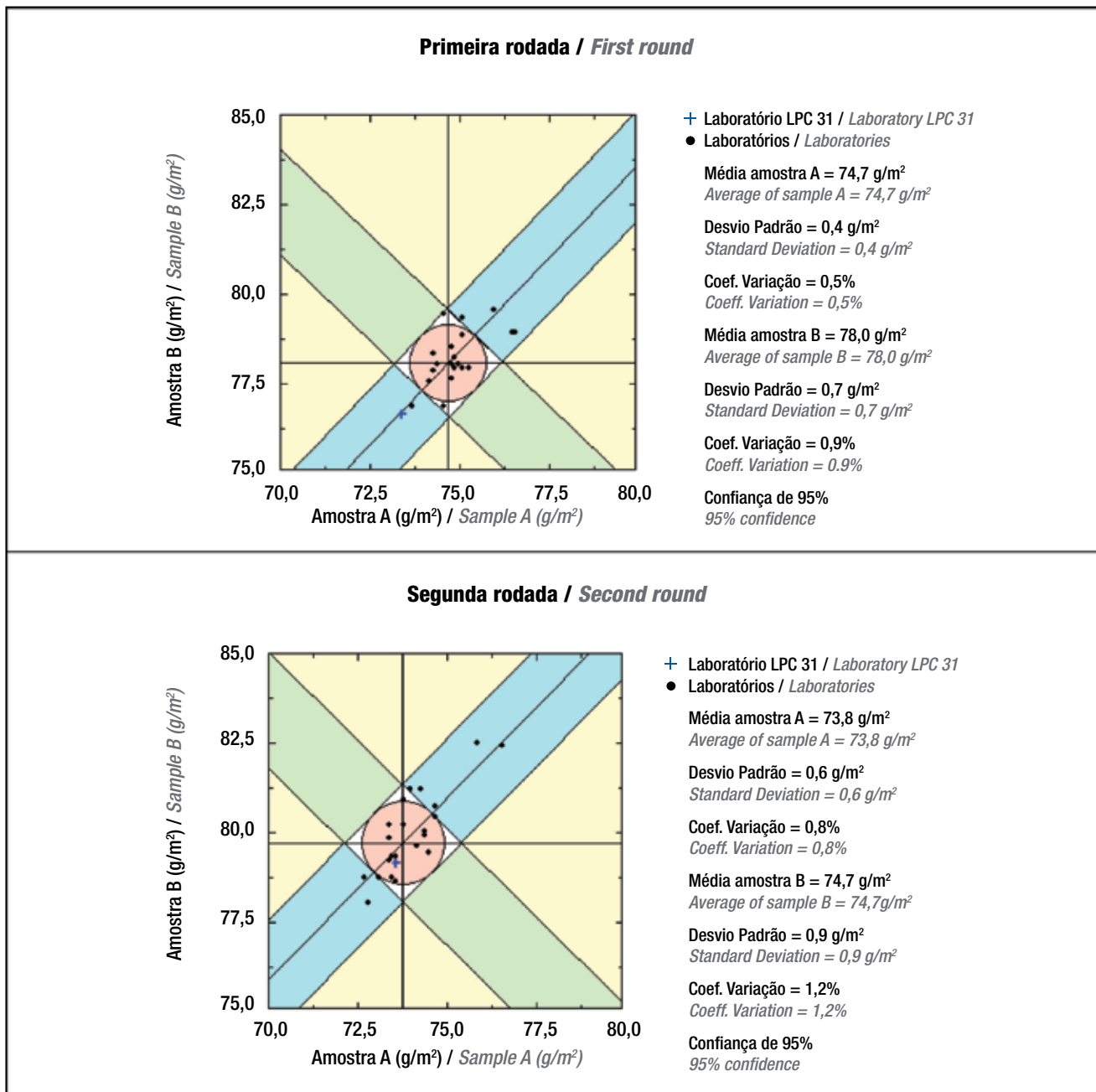
Figura 2. Gráfico de quartis, com destaque para o laboratório LPC31 (+): (a) limite superior; (b) terceiro quartil; (c) mediana; (d) primeiro quartil; (e) limite inferior / **Figure 2.** Quartile graph, highlighting laboratory LPC31 (+): (a) upper limit; (b) third quartile; (c) median; (d) first quartile; (e) lower limit

e a segunda rodada, os diagramas obtidos. Estes trazem os resultados dos laboratórios em relação à média de consenso (ponto de intersecção).

O software desenvolvido pelo IPT tem a capacidade de destacar no gráfico de quartis e no diagrama, o resultado de um dos laboratórios participantes, atribuindo a este o sinal + ao invés de ■. O objetivo dessa personalização é permitir que os laboratórios participantes se localizem facilmente. Neste trabalho, foi personalizado o laboratório LPC31.

Figure 3 presents the diagrams obtained for the first and second round, respectively, which show the laboratory results with regard to consensus average (intersection point).

The software developed by IPT has the capacity to highlight the result of one of the participating laboratories on the quartile graph and on the diagram, assigning to it the plus sign (+), instead of ■. The purpose of this personalization is to allow the participant laboratories to easily locate themselves. In this work, it was laboratory LPC31 that was personalized.



Regiões do diagrama / Areas of the diagram:

- Sem desvios sistemáticos ou aleatórios significativos
Without significant systematic or random deviations
- Com desvios não identificáveis, porém de pequena magnitude
With no identifiable deviations, but of small magnitude
- Com desvios sistemáticos e sem desvios significativos aleatórios
With systematic deviation and without significant random deviations
- Com desvios aleatórios e sem desvios significativos sistemáticos
With random deviation and without significant systematic deviations
- Com desvios aleatórios e com desvios sistemáticos
With systematic deviations and random deviations

Figura 3. Diagrama de Youden, com destaque para o laboratório LPC31 (+) / **Figure 3.** Youden diagram, highlighting laboratory LPC31 (+)

COMENTÁRIOS

Na primeira rodada, os laboratórios LPC19, LPC22, LPC27, LPC31 e LPC32 tiveram seus valores excluídos do cálculo da média de consenso.

Os resultados que não entram no cálculo da média de consenso normalmente tem, pelo menos para uma das amostras, z-escore (quociente entre o desvio da média do laboratório em relação à média de consenso e o desvio padrão entre laboratórios) superior a 3, em valor absoluto. Os laboratórios que foram excluídos apresentam resultados insatisfatórios e devem melhorar seu desempenho.

Com base na localização dos resultados desses laboratórios no diagrama, foi possível verificar se apresentavam desvios sistemáticos ou aleatórios e orientá-los para que pudessem melhorar seus resultados na segunda rodada do PI. Assim, na ocorrência de (D'ALMEIDA *et al.*, 2003):

- desvios aleatórios receberam orientação para verificar:
 - treinamento do analista/operador;
 - procedimentos;
 - troca de amostras; e
 - transcrição de dados.
- desvios sistemáticos receberam orientação para verificar:
 - aferição/calibração do equipamento;
 - introdução de erro na metodologia de determinação pelo analista/operador;
 - variação nas condições ambientais; e
 - instabilidade do instrumental analítico.

Na segunda rodada todos os laboratórios conseguiram melhorar seus resultados, exceto o LPC19. Ainda, o LPC21, que na primeira rodada havia apresentado resultados satisfatórios, na segunda rodada apresentou resultados insatisfatórios.

A determinação da gramatura, embora seja um ensaio aparentemente simples, requer atenção na sua execução, principalmente em relação à preparação dos corpos-de-prova.

Os corpos-de-prova devem ser condicionados e ensaiados na temperatura e umidade relativa do ar indicadas na norma ISO 536:1995, respectivamente (23 ± 1)°C e (50 ± 2)%, pois o papel tem capacidade de absorver ou liberar água de acordo com a umidade relativa da atmosfera (LEVLIN e SÖDERHJELM, p.137, 1999). Esse fato influi diretamente na massa do corpo-de-prova e, por conseguinte, no resultado final. Ainda, a área do corpo-de-prova deve ser exatamente 10cmx10cm como pede o manual de instrução enviado aos participantes, caso contrário se tem uma massa menor ou maior em relação à encontrada nessa área, o que também afeta o resultado final.

CONCLUSÃO

A cadeia produtiva do setor de celulose e papel é abrangente, indo desde a produção de madeira até à de artefatos de

COMMENTS

In the first round, laboratories LPC19, LPC22, LPC27, LPC31 and LPC32 had their values excluded from the calculation of the consensus average.

The results not participating in the calculation of the consensus average usually have, at least for one of the samples, z-score (quotient between the deviation from the laboratory average with regard to the consensus average and the standard deviation between laboratories) higher than 3, in absolute value. The laboratories that were excluded present unsatisfactory results and should improve their performance.

*Based on the location of the results of these laboratories on the diagram, it was possible to check whether they presented systematic or aleatory deviations and to orient them, so as to be able to improve their results in the second round of the PTS. Thus, in the occurrence of (D'ALMEIDA *et al.*, 2003):*

- *aleatory deviations received the orientation to check:*
 - *training of the analyst/operator;*
 - *procedures;*
 - *change of samples; and*
 - *transcription of data.*
- *systematic deviations received the orientation to check:*
 - *equipment gauging/calibration;*
 - *introduction of error into the determination methodology by the analyst/operator;*
 - *variation in the environmental conditions; and*
 - *instability of the analytic instruments set-up.*

In the second round, all laboratories achieved to improve their results, except for laboratory LPC19. Furthermore, laboratory LPC21, which had presented satisfactory results in the first round, presented unsatisfactory results in the second one.

The determination of basis weight, although apparently an easy test, requires much attention in its performance, especially with regard to test specimen preparation.

The test specimens must be conditioned and tested at the temperature and relative humidity of air as indicated in ISO 536:1995, (23 ± 1)°C and (50 ± 2)%, respectively, once paper has a capacity to absorb or release water according to the atmosphere relative umidity (LEVLIN and SÖDERHJELM, p.137, 1999). This fact has a direct influence on the test specimen mass and therefore on the final result. In addition, the test specimen area should measure exactly 10cmx10cm, as indicated in the instruction manual sent to the participants, otherwise there is a smaller or larger mass than that found in that area, which also affects the final result.

CONCLUSION

The productive chain of the pulp and paper sector ranges from wood production to that of paper goods, and

papel, além de também ser 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 em laboratórios que servem essa cadeia é imprescindível, uma vez que baseados neles decisões são tomadas, controles efetuados, conformidades de produtos verificadas e transações realizadas.

A participação em PIs deve fazer parte da rotina do laboratório, permitindo a ele posicionar-se em relação a seus pares, verificar a situação metrológica de seus resultados e monitorar seu desempenho. ▲

is diversified. Laboratory analysis is required at all points of this chain, whether to control processes or to characterize products.

The results generated by the laboratories serving this chain must be metrologically reliable, since it is based on them that decisions and transactions are made, controls done and conformity of products checked.

The participation in PT should be a part of the laboratory routine, which allows it to situate itself with regard to its pairs, to check the metrological situation of its results, and to monitor its performance. ▲

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 I: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência.** ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas : Rio de Janeiro. 31p.
3. ABNT NBR NM ISO 536 (2000). **Papel e cartão - Determinação da gramatura.** ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas : Rio de Janeiro. 7p.
4. D'ALMEIDA, M.L.O.; KAWACHE, T.M.T.; NEVES, J.M.; LIMA, A.C.P.; SINGER, J.M. (2003). *Software para programas interlaboratoriais.* In: ENQUALAB - Encontro para a Qualidade de Laboratórios, 1 a 3 de julho de 2003, São Paulo, SP. *Anais...* p.256-260.
5. 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.
6. D'ALMEIDA, M.L.O.; ZOUAIN, D.M. (2010). *Programas Interlaboratoriais - Parte I: Importância no setor de celulose e papel.* **O Papel**, 2010, 73 (4).
7. ISO 536 (2000). **Paper and board: Determination of grammage.** ISO - International Organization for Standardization : **Genebra, Suíça.**
8. ISO 13528 (2005). **Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.** ISO - International Organization for Standardization : **Genebra, Suíça. 66p.**
9. ISO/IEC 17025 (2005) (Cor 1:2006). **General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.** ISO - International Organization for Standardization : Genebra, Suíça.
10. 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.**
11. 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.
12. LEVLIN, J.; SÖDERBJELM, L (eds.). (1999). *Pulp and Paper Testing.* In: **Papermaking Science and Technology.** Atlanta, USA : TAPPI Press. 288p. (Book 17).
13. SCOTT, W.E.; ABBOTT, J.C.; TROSSET, S. (1995). **Properties of paper: an introduction.** TAPPI PRESS : Atlanta, USA. 191p.
14. YODEN, W.J. (1959). *Graphical diagnosis of interlaboratory test results.* **Industrial Quality Control**, 1959, 15 (1) 1-5.