

Programa de Proficiência em Ensaio por Comparação Interlaboratorial para o Setor de Elastômeros

Introdução

O Programa de Comparação Interlaboratorial do CETEPO está fundamentado na estatística comparativa. Os itens de ensaio devem ser suficientemente homogêneos e estáveis de forma que os laboratórios recebam itens de ensaio que não apresentem diferenças significativas nos parâmetros a serem medidos. As amostras são fornecidas pelo CETEPO, observando as condições de homogeneidade e estabilidade, enquanto aos participantes do programa cabe a execução e o envio dos resultados.

Este modelo baseia-se no princípio da reprodutibilidade: a concordância de uma medida, para uma dada propriedade, entre dois ou mais laboratórios. Em estatística comparativa, o melhor valor para uma propriedade é o valor de consenso ou a grande média. A grande média é, geralmente, a média aritmética dos resultados derivados de todos os laboratórios para uma dada amostra. O CETEPO utiliza a diferença entre estes dois valores (a média do laboratório e a grande média) e a variação da grande média para determinar o quanto o resultado de um laboratório se aproxima do valor de consenso. Esta análise do desvio para uma dada amostra é um passo preliminar importante para julgar o desempenho de um laboratório, mas não é tudo. Se os valores de duas ou mais amostras são analisados simultaneamente, pode-se obter outras conclusões sobre a precisão e a consistência dos ensaios de um laboratório em um determinado teste.

A base estatística proposta para o programa interlaboratorial em pauta consiste na análise de variância de dados experimentais obtidos por diferentes laboratórios sobre diferentes tipos de materiais, com a utilização de valores *h* e *k* de consistência estatística como critério para a substituição de médias e desvios padrões laboratoriais fora da probabilidade de 95% e um gráfico simultâneo de posicionamento dos diversos tipos de material, de cada laboratório, em relação a um eixo de média zero e em termos de desvio padrão, o que resulta na Carta de Proficiência.

Esta Carta, dotada ainda de limites interno e externo de variação (respectivamente, de 95% e 99,8%), permite ao laboratório participante do programa uma rápida e clara visualização de sua capacitação em avaliar ou certificar o material testado.

Este método inovador satisfaz todas as recomendações extensamente relacionadas por diversas normas.

Considerando-se que, na prática laboratorial, um determinado característico de ensaio apresenta uma larga faixa de variação, o delineamento experimental do programa abrange um mínimo de três níveis de material elastomérico, cobrindo praticamente toda a faixa rotineira de variação do característico. O número de resultados de ensaio a serem obtidos de cada nível de material será no mínimo igual a dois.

Metodologia e Resultado

Para exemplificar o funcionamento da metodologia proposta, foram tratados os resultados de um teste obtido para uma simulação de um programa de proficiência em ensaios por comparação interlaboratorial, com onze participantes, cada qual fazendo duas medições para cada material. A tabela apresenta estes valores.

Tabela 1: Resultados do ensaios de viscosidade Mooney de onze laboratórios

Os participantes recebem como resultados da comparação interlaboratorial os valores de média, da grande média, repetitibilidade, reprodutibilidade e desvios padrões de repetitibilidade e reprodutibilidade.

O gráfico resultante destes valores, apresenta, no eixo Y, os valores de desvio padrão em relação a uma média zero e, no eixo X, os respectivos laboratórios, o que permite aos participantes visualizarem diretamente sua posição em relação aos demais. As linhas internas correspondem ao limite de 95% e as externas, ao limite de 99,8% do intervalo de confiança.

| PARTICIPANTE | xa1 | xa2 | xb1 | xb2 | xc1 | xc2 |
|---------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| P1 | 46,00 | 47,00 | 76,00 | 76,00 | 99,00 | 101,00 |
| P2 | 46,80 | 50,40 | 75,80 | 75,20 | 98,00 | 100,00 |
| P3 | 46,90 | 46,90 | 72,30 | 74,20 | 100,00 | 99,50 |
| P4 | 47,00 | 46,00 | 69,00 | 70,00 | 97,50 | 98,00 |
| P5 | 45,60 | 46,50 | 72,60 | 73,60 | 98,70 | 99,60 |
| P6 | 48,50 | 47,00 | 79,00 | 75,50 | 98,00 | 95,00 |
| P7 | 46,20 | 46,30 | 76,00 | 77,10 | 100,20 | 100,40 |
| P8 | 48,20 | 48,90 | 80,40 | 82,30 | 99,00 | 99,10 |
| P9 | 46,00 | 46,40 | 71,80 | 72,40 | 98,90 | 99,40 |
| P10 | 42,00 | 42,50 | 76,00 | 76,00 | 104,00 | 103,00 |
| P11 | 46,00 | 45,40 | 63,60 | 61,60 | 93,00 | 91,20 |

Tabela 1 - Resultados do ensaio de viscosidade Mooney de onze laboratórios.

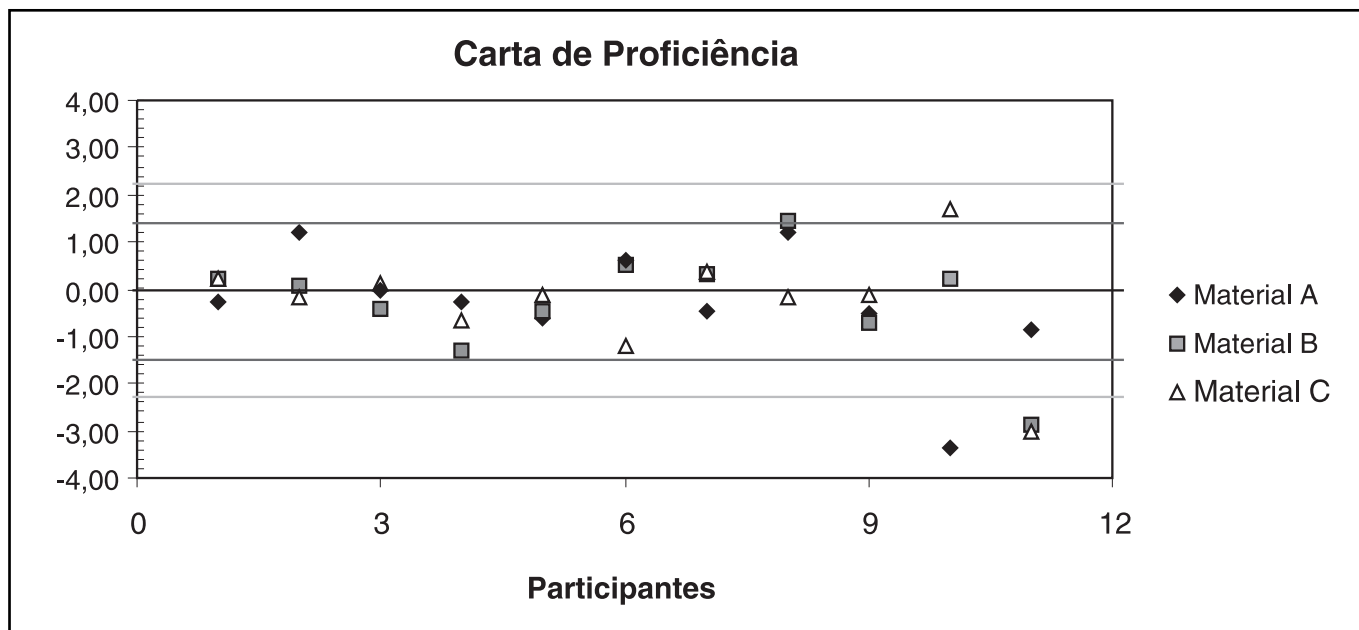


Figura 1: Gráfico do desvio padrão X participantes em relação a uma média zero

Os participantes receberão um relatório com todos os dados, onde cada laboratório será identificado por um código individual, o que garante a confidencialidade dos resultados.

A análise dos resultados e o envio do relatório é realizada pelo CETEPO em data prevista num cronograma elaborado. Os dados fornecidos no relatório final serão dados por parâmetros individuais: a média dos laboratórios e o desvio padrão gerados pelos valores originais. Assim como parâmetros coletivos: representados pela grande média, repetibilidade, reprodutibilidade e desvios padrões de repetibilidade e reprodutibilidade, que são gerados após a substituição de médias e desvios padrões extremos dos participantes detectados pelos índices críticos h e k.

Em relação à interpretação dos resultados constantes neste relatório, a apresentação gráfica dos resultados é bastante clara, já que informa de forma direta o desempenho do teste e do laboratório e permite a comparação com o desempenho dos demais participantes. Através da carta de proficiência, a exatidão dos participantes é satisfatória, com exceção dos participantes P8, P10, P11.

O laboratório P8 apresenta para o material C um posicionamento bem próximo da linha de média zero. Para os materiais A e B, os posicionamentos tangenciam o limite superior de 95%, por dentro e por fora respectivamente. Podendo significar medidas viciadas para mais. O laboratório P10 apresenta para os materiais A e C posicionamentos abaixo do limite inferior de 99,8% e acima do limite superior de 95% respectivamente. Para o material B, o posicionamento é praticamente central. Isto pode significar que estas medidas estão completa-

mente descontroladas, geradas por um defeito no equipamento, ou que o aparelho está fora de ajuste para menos em relação a medidas mais baixas, e para mais com relação a medidas, mais altas.

O laboratório P11, com todas as posições abaixo da linha central, que denota que o aparelho está fora de ajuste para menos, e esta se acentua para medidas mais altas.

Referências Bibliográficas

ABNT ISO/IEC GUIA 43-1. Ensaios de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência. Rio de Janeiro, 1999.

ASTM D-4483. Standard Practice for Determining Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Industries. West Conshohoken, 1999.

ASTM E 691. Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method. West Conshohoken, 1999.

NOÇÕES de Comparação Interlaboratorial. São Leopoldo, Centro Tecnológico de Mecânica de Precisão SENAI, 1997.

Enio C. M. Fagundes, químico Industrial. Mestre em Engenharia - Ciência dos Materiais. Centro Tecnológico de Polímeros SENAI