



# CENTRO TECNOLÓGICO DE POLÍMEROS

## PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

### Ensaio em Elastômeros

#### METODOLOGIA DO PROGRAMA

##### 1 INTRODUÇÃO (Histórico)

O Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial do SENAI-CETEPO está fundamentado na estatística comparativa. Este modelo baseia-se no princípio da reprodutibilidade ou seja, a concordância de uma medida, para uma dada propriedade, entre dois ou mais participantes. Em estatística comparativa, utiliza-se como valor de consenso a grande média. A grande média é, geralmente, a média aritmética dos resultados derivados de todos os participantes para uma dada amostra. O SENAI-CETEPO utiliza a média do participante, a grande média e a variação da grande média para determinar o quanto o resultado de um participante 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 participante, mas não é tudo. Se os valores de duas ou mais amostras são analisados simultaneamente, podem-se obter outras conclusões sobre a repetitividade e a consistência dos ensaios de um participante 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 participantes 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 participantes fora da probabilidade de 95% e 98% e um gráfico simultâneo de posicionamento dos diversos tipos de materiais, de cada participante, em relação a média (desvio padrão 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 participante do programa uma rápida e clara visualização de sua capacitação (performance) em avaliar ou certificar o material testado.

Utilizam-se de três tipos de materiais, para cobrir toda a faixa de medição (Exemplo: ensaio de Dureza Shore A, material A: 40 Shore A, material B: 65 Shore A e material C: 80 Shore A ).

Outros aspectos relevantes são a inclusão de parâmetros de repetitividade e reprodutibilidade que indicam os erros dentro do laboratório participante e entre os participantes.

Este método inovador satisfaz todas as recomendações extensamente relacionadas por normas como: ILAC-G13, ABNT ISO/IEC 17043 e ASTM D 4483.

## 2 DEMONSTRAÇÃO

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.

Os participantes recebem como resultados da comparação interlaboratorial os valores de média individual, da grande média, repetitividade, reprodutibilidade e desvios-padrão de repetitividade 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 participantes, 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.

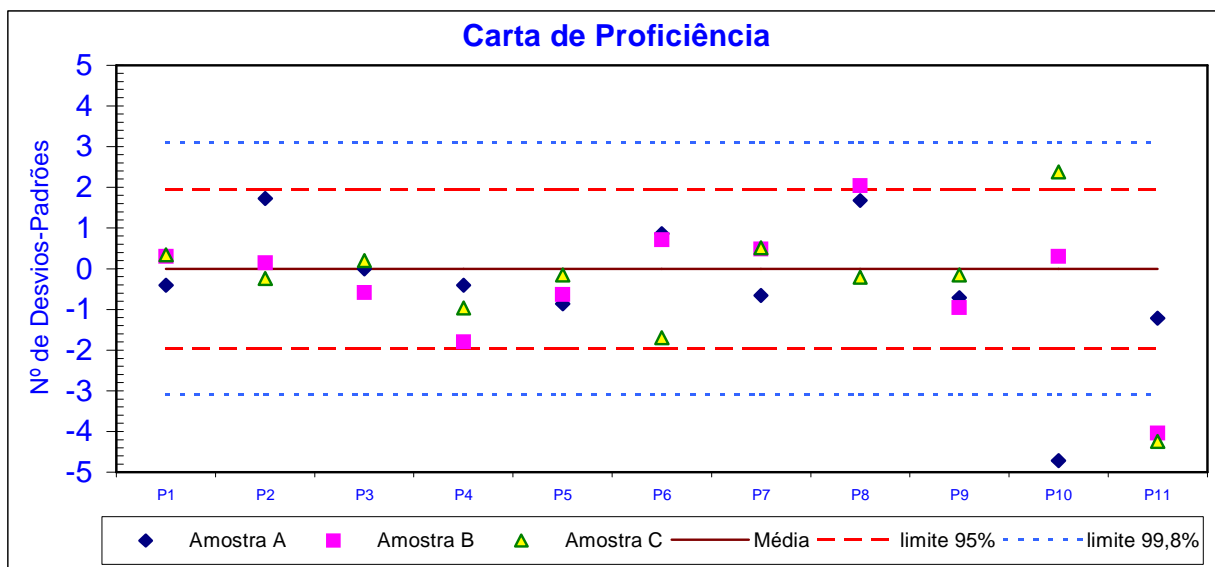


Figura 1: Gráfico do desvio-padrão dos participantes em relação à média (desvio-padrão zero)

## 3 COORDENAÇÃO / PARTICIPAÇÃO

O Programa Interlaboratorial é coordenado pelo Centro Tecnológico de Polímeros SENAI - CETEPO. Sendo de responsabilidade da coordenação:

- Contatar os participantes para inscrição no programa e verificar os ensaios de interesse;
- Definir os ensaios, considerando a inscrição dos participantes;
- Identificar os participantes através de códigos;
- Receber e analisar os resultados;
- Emitir relatórios e certificados aos participantes;
- Auxiliar os participantes com desempenho insatisfatório, ou que desejam melhorar seu desempenho.

Qualquer participante interessado em avaliar e certificar seus serviços de medição pode participar do programa. Não há limitação alguma quanto ao número de participantes.

## **4 AMOSTRAS**

As amostras a serem testadas serão fornecidas pelo SENAI-CETEPO, após avaliação da homogeneidade e garantia da estabilidade.

Em conjunto com as amostras, o participante receberá a documentação (boletos...) e a carta geral que contém o código do participante e senha de acesso ao Software-PEP-CETEPO-Borracha para inserção dos resultados dos ensaios.

A produção das amostras pode ser eventualmente subcontratada. Quando ocorre uma subcontratação, ela é estabelecida com um subcontratado competente e o SENAI-CETEPO é responsável por esta contratação.

## **5 ENSAIOS**

### **5.1 Lista de ensaios/ metodologia**

Os interessados em participar do programa devem selecionar os testes dos quais tenham interesse de participar, conforme a ficha de inscrição.

A realização dos ensaios está sujeita a um número suficiente de inscrições para garantir a validade dos resultados.

### **5.2 Número e frequência das determinações**

Deverão ser efetuadas as medidas nas amostras A, B e C conforme as orientações descritas no Software-PEP-CETEPO-Borracha para cada ensaio.

### **5.3 Expressão dos Resultados**

Os resultados serão registrados no Software-PEP-CETEPO-Borracha através das planilhas dos ensaios selecionadas. O Software será encaminhado por e-mail a cada participante ou o mesmo pode fazer o download em <http://www.cetepo.rs.senai.br/software-pep-cetepo-borracha.xls>

É importante responder todos os itens solicitados.

O Software deve ser enviado por e-mail ao SENAI-CETEPO, devidamente preenchido, até o prazo limite indicado na Ficha de Inscrição. Os resultados que forem enviados após o prazo, não terão seus dados incluídos na análise, bem como resultados enviados erroneamente não serão substituídos.

## **6 RELATÓRIO FINAL**

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

A análise dos resultados e o envio do Relatório Final serão efetuados pelo SENAI-CETEPO em data prevista divulgado na Ficha de Inscrição. Qualquer alteração no cronograma será informada aos participantes.

Os dados fornecidos no Relatório Final serão dados por parâmetros individuais: a média de cada participante e o desvio padrão gerado pelos seus valores originais. Assim como parâmetros entre os participantes: representados pela grande média, repetitividade, reprodutibilidade e desvios-padrão de repetitividade 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 participante e permite a comparação com o desempenho dos demais participantes.

No exemplo da figura 1, através da carta de proficiência, a exatidão dos participantes é satisfatória, com exceção dos participantes P8, P10 e P11.

O participante 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 erro sistemático para mais.

O participante P10 apresenta para o material A abaixo do limite inferior de 99,8%, material B acima do limite superior de 95%. Para o material B, o posicionamento é praticamente central. Isto pode significar que estas medidas estão completamente descontroladas (erro aleatório), geradas por um defeito no equipamento, ou que o aparelho está fora de ajuste (necessita calibração e ajuste) para menos em relação a medidas mais baixas, e para mais com relação a medidas mais altas.

O participante P11, com todas as posições abaixo da linha central, demonstrando erro sistemático para menos, e esta se acentua para medidas mais altas.

Com este exemplo verifica-se a importância da avaliação de todo o intervalo da variação da propriedade, como recomenda o método o ASTM D 4483. Outros métodos estatísticos como os da elipse de confiança tem a desvantagem de avaliar dois materiais com valores muito próximos (verificando apenas um ponto de toda a faixa de medição).

Os participantes que ficam fora do limite de 95%, mas dentro do limite de 99,8%, são marcados com o símbolo asterisco (\*) na tabela. Os participantes que ficam fora do limite de 99,8%, são marcados com a letra X.

## 7 HISTÓRICO DE DESEMPENHO

Cada participante recebe o Histórico de Desempenho Individual. Este histórico é mais uma ferramenta para avaliarem os seus resultados individualmente nas últimas 4 rodadas. Através da análise do gráfico, o participante pode facilmente visualizar o seu desempenho. Quanto mais próximo for o valor encontrado para cada amostra da grande média (número de desvio-padrão igual a zero) melhor o seu desempenho.

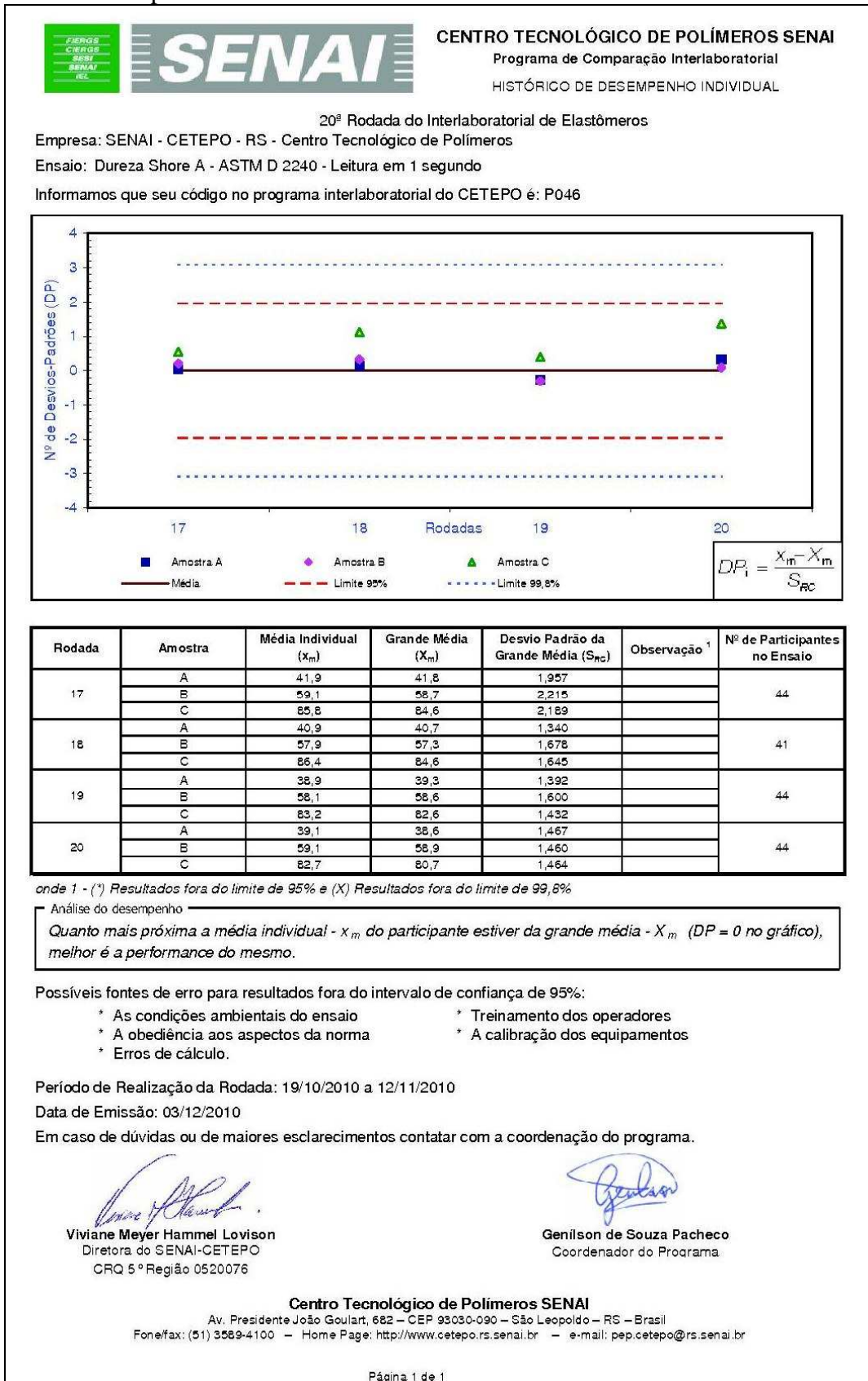


Figura 2: Gráfico e tabela do Histórico de Desempenho nas últimas 04 rodadas do PEP.

## 8 CERTIFICADO DE PARTICIPAÇÃO E O CERTIFICADO DE PROFICIÊNCIA

O Programa de Ensaios de Proficiência por Comparação Interlaboratorial do SENAI-CETEPO fornece ainda aos participantes Certificado de Participação e o Certificado de Proficiência.

### 8.1 Certificado de Participação

O Certificado de Participação é fornecido ao final de cada rodada a todos os participantes. Neste certificado são indicados todos os ensaios que o laboratório/empresa participou independentemente do seu desempenho na rodada.

 PEP 0001	
O SENAI-CETEPO é Provedor de Ensaios de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial acreditado pela Cgcre/Inmetro de acordo com a ILAC G19, sob o número PEP 0001	
Nº do certificado: 1389/11	
<b>Certificado de Participação</b>	
na 22ª Rodada do Programa de Ensaios de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial para Ensaios em Elastômeros	
Realizada de 25/10/2011 a 25/11/2011	
<b>SENAI - CETEPO - RS - Centro Tecnológico de Polímeros</b> Av. Presidente João Goulart, nº 682 - Morro do Espelho - São Leopoldo - RS - Brasil	
Nos seguintes ensaios:	
<ul style="list-style-type: none"><li>- Dureza Shore A - ASTM D 2240 - Leitura em 1 segundo</li><li>- Dureza micro IRHD - ASTM D 1415</li><li>- Dureza IRHD - ASTM D 1415</li><li>- Resistência à Tração - ASTM D 412 - Corpo de Prova Tipo C</li><li>- Resistência ao Rasgamento - ASTM D 624 - Corpo de Prova Tipo C</li><li>- Densidade - ASTM D 297 - Método Hidrostático</li><li>- Resistência à Abrasão - DIN ISO 4649</li><li>- Viscosidade Mooney - ASTM D 1646</li><li>- Curva Reométrica MDR - ASTM D 5289</li><li>- Deformação Permanente à Compressão Sob Deformação Constante - ASTM D 395 - Método B</li></ul>	
São Leopoldo, 09/12/2011	 Viviane Meyer Hammel Lovison Diretora do SENAI-CETEPO
Centro Tecnológico de Polímeros SENAI-CETEPO Av. Presidente João Goulart nº 682, CEP 93030-000, São Leopoldo - RS - Brasil e-mail: pepcetepe@rs.senai.br    Homepage: http://www.cetepe.rs.senai.br	

**Figura 3: Certificado de Participação**

## 8.2 Certificado de Proficiência

O Certificado de Proficiente é fornecido anualmente somente aos laboratórios/empresas que participaram nas duas rodadas do corrente ano. Neste certificado são listados os ensaios em que o participante apresentou, nas duas rodadas anuais, seus resultados dentro do limite de 95% de confiança. Para participantes com mais de um equipamento inscrito no mesmo ensaio, o certificado de proficiência apresenta o código dos equipamentos que apresentaram desempenho satisfatório nas rodadas.

O SENAI-CETEPO é Provedor de Ensaio de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial acreditado pela Cgcre/Inmetro de acordo com a ILAC G13, sob o número PEP 0001.

**Certificado de Proficiência** Nº do certificado: 1389/11

**Certificamos que :**

**SENAI - CETEPO - RS - Centro Tecnológico de Polímeros**  
Av. Presidente João Goulart, nº 682 - Morro do Espelho - São Leopoldo - RS - Brasil

**apresentou seus resultados dentro dos limites do nível de confiança de 95%, sendo considerado proficiente nos ensaios abaixo relacionados na 21ª e 22ª Rodada do Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) por Comparação Interlaboratorial realizadas no ano de 2011:**

- Dureza Shore A - ASTM D 2240 - Leitura em 1 segundo
- Resistência à Tração - ASTM D 412 - Corpo de Prova Tipo C
- Resistência ao Rasgamento - ASTM D 624 - Corpo de Prova Tipo C
- Densidade - ASTM D 297 - Método Hidrostático
- Resistência à Abrasão - DIN ISO 4649
- Viscosidade Mooney - ASTM D 1646
- Curva Reométrica MDR - ASTM D 5289
- Deformação Permanente à Compressão Sob Deformação Constante - ASTM D 395 - Método B
- Dureza micro IRHD - ASTM D 1415
- Dureza IRHD - ASTM D 1415

São Leopoldo, 09/12/2011

*Viviane Meyer Hammel Lovison*  
Viviane Meyer Hammel Lovison  
Diretora do SENAI-CETEPO

Centro Tecnológico de Polímeros SENAI-CETEPO  
Av. Presidente João Goulart nº 682, CEP 93030-000, São Leopoldo - RS - Brasil  
e-mail: pep.cetepo@rs.senai.br Home page: http://www.cetepo.rs.senai.br

**Figura 4: Certificado de Proficiência**

## 9 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência, Rio de Janeiro, 2011.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D4483: Standard Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries. West Conshohocken: ASTM, 2005.
- INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION. ILAC-G13:08: ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes. Austrália: ILAC, 2007.