



## PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM PAINÉIS DE MADEIRA COMPENSADA: COMO O IPT GARANTE A HOMOGENEIDADE DAS AMOSTRAS PARA O ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE DE MASSA

Cyntia Matteucci<sup>1</sup>, *Takashi Yojo*<sup>2</sup>, Maria José de A. C. Miranda<sup>3</sup>, Claudio Batista de Oliveira<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Instituto de Pesquisas Tecnológicas E. S.P. - IPT, São Paulo, Brasil, cyntiamt@ipt.br

<sup>2</sup> Instituto de Pesquisas Tecnológicas E. S.P. - IPT, São Paulo, Brasil, yojos@ipt.br

<sup>3</sup> Instituto de Pesquisas Tecnológicas E. S.P. - IPT, São Paulo, Brasil, mmiranda@ipt.br

<sup>4</sup> Instituto de Pesquisas Tecnológicas E. S.P. - IPT, São Paulo, Brasil, claudiob@ipt.br

**Resumo:** Para monitorar a garantia da qualidade dos resultados dos ensaios o IPT, oferece Programa interlaboratorial para ensaios em painéis de madeira compensada.

O artigo apresenta procedimento para preparação dos itens, método estatístico para avaliação dos ensaios de verificação da homogeneidade e o critério para aceitação utilizado.

**Palavras-chave:** ensaio de proficiência, programa interlaboratorial, garantia da qualidade, homogeneidade, densidade de massa, madeira compensada (maximum of five).

### 1. INTRODUÇÃO

O painel de madeira compensada surgiu no início do século XX como um grande avanço ao transformar toras em painéis de maiores dimensões, possibilitando melhor aproveitamento e redução de custos.

O painel de madeira compensada é composto de várias camadas finas de madeira (número ímpar de lâminas) coladas entre si por um adesivo. Cada camada ou lâmina é colocada de forma que a direção de suas fibras forme um ângulo reto em relação à camada adjacente, produzindo um painel com boa resistência mecânica e estabilidade dimensional pela restrição da expansão/contração das lâminas individualmente.

Para fabricação de compensados em geral, as toras de madeira são inicialmente transformadas em lâminas através de tornos especiais. Em seguida, as lâminas são secas em estufas para posteriormente receberem a cola ou adesivo para consolidação do painel. As lâminas de madeira podem ser classificadas por apresentarem diferentes tipos, tamanhos e quantidades de defeitos.

Em seguida, é aplicado sobre a lâmina, o adesivo ou cola com as características adequadas ao uso pretendido (uso interior ou exterior). As lâminas com o adesivo, são encaminhadas a uma prensa aquecida para cura ou consolidação do referido adesivo. Após a prensagem, os painéis são enviados ao setor de acabamento, onde são lixados, esquadrejados nas dimensões finais.

O painel de madeira compensada é extensamente utilizado na indústria de móveis e de construção civil, seja

em aplicações estruturais e não estruturais, em condições secas (móveis), úmidas (tapumes/caixas) ou externas (caixas/formas de concreto, assoalhos de caminhão).

As normas atuais ABNT NBR, no âmbito da atuação do CB-31 – Comitê Brasileiro de Madeiras, harmonizadas com as normas EN da Comunidade Européia, estabelecem os requisitos essenciais para produtos estruturais ou não estruturais, com o objetivo de atender aos diversos níveis de resistência mecânica e estabilidade, assim como outros itens de segurança, economia de energia e retenção de calor.

Os mensurandos que caracterizam o painel de madeira compensada são: resistência da colagem ao cisalhamento, resistência e módulo de elasticidade à flexão estática, resistência e módulo de elasticidade à compressão, densidade de massa e teor de umidade. A resistência da colagem ao cisalhamento, resistência e módulo de elasticidade à flexão e compressão, densidade de massa dependem de fatores como: espécie de madeira, qualidade das lâminas (defeitos, teor de umidade, espessura e anisotropia), gramatura e tipo de cola, composição do painel, parâmetros de processo de prensagem (tempo, pressão e temperatura) e teor de umidade do painel. Como consequência, os mensurandos podem apresentar variabilidade dentro e entre os painéis. Para contornar este problema os ensaios foram divididos em não destrutivos e destrutivos. Nos ensaios destrutivos é mais difícil determinar a repetitividade do mensurando dentro do mesmo painel. O ensaio de densidade de massa é do tipo não destrutivo. Esta diferenciação é fundamental no processo de homogeneização das amostras, objeto deste trabalho.

Para monitorar a garantia da qualidade dos resultados dos ensaios em painéis de madeira compensada, o IPT – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., oferece Programa Interlaboratorial que possibilita aos laboratórios participantes avaliar a competência técnica, comparar seus resultados com diversos laboratórios, identificar problemas em seu laboratório e iniciar ações corretivas que podem estar relacionadas ao desempenho individual do pessoal técnico e proporcionar confiança adicional aos seus clientes dos resultados do laboratório.

Um dos requisitos para a competência de provedores de ensaio de proficiência é garantir a homogeneidade das amostras enviadas aos participantes, para não haver

comprometimento da conclusão do desempenho dos laboratórios participantes.

Neste artigo apresenta-se a metodologia utilizada pelo IPT para a verificação de homogeneidade das amostras, como uma das etapas para garantir a comparação dos resultados obtidos entre os diversos laboratórios participantes do programa interlaboratorial em painéis de madeira compensada.

O ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais é usado para determinar o desempenho de laboratórios individuais para ensaios específicos ou medições, e monitorar o desempenho contínuo dos laboratórios. A introdução da norma ISO/IEC Guia 17043, deve ser consultada para a exposição total dos propósitos do ensaio de proficiência. Na linguagem estatística o desempenho dos laboratórios pode ser descrito por três propriedades: 1) erro devido a tendência do laboratório (laboratory bias); 2) estabilidade; e 3) repetibilidade. O erro de tendência do laboratório e repetibilidade são definidos na norma ISO 5725-1. A estabilidade de um resultado de laboratório é medido por precisão intermediária, conforme definida na norma ISO 5725-3.

Quando se avalia essas variabilidades provocadas devido aos desvios entre os laboratórios participantes e desvios dentro do laboratório participante, é uma premissa neste programa que a variabilidade do material seja menor em relação às variabilidades geradas por diferenças entre os laboratoriais. Portanto, as amostras devem ser homogêneas. A norma ISO 13528 especifica que a incerteza do mensurando, valor designado, gerada por variação das amostras seja menor ou igual a 30% do desvio padrão proveniente dos laboratórios (desvio padrão de proficiência).

## 2. OBJETIVO

O objetivo deste artigo é apresentar o procedimento para preparação dos itens, método estatístico para avaliação dos ensaios de verificação da homogeneidade e o critério para aceitação utilizado, resultando em informações dos principais cuidados de preparação além da interpretação adequada da homogeneidade para ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais, onde o valor designado e sua incerteza são obtidos por valor de consenso dos laboratórios participantes.

## 3. MÉTODOS

### 3.1 Preparação e controle dos itens

A preparação e controle dos itens utilizados no Programa interlaboratorial estão conforme os requisitos da ILAC G13.

É essencial que haja acomodação e ambiente adequado para a preparação e controle dos itens, pois a madeira por ser um material higroscópico tem suas propriedades físicas (teor de umidade e densidade de massa) alteradas em função da temperatura e umidade relativa do ar do ambiente em que se encontra. Sendo assim, é necessário que o ensaio de homogeneidade, a embalagem dos itens para envio aos laboratórios participantes; a armazenagem dos itens sobressalentes e guarda dos mesmos para o ensaio

de estabilidade e as realizações do ensaio de estabilidade sejam realizadas numa sala climatizada a  $(20\pm 2)$  °C e  $(65\pm 5)$  % U.R.

Outro fator importante no processo de preparação dos itens é a escolha do painel de madeira compensada para aquisição. É do conhecimento do provedor que o painel mais uniforme são os painéis com maior número de lâminas da mesma espécie de madeira. Na prática, os laboratórios participantes ensaiam painéis de madeira compensada fabricados com lâminas de diferentes espécies de madeira no mesmo painel.

Para realização dos ensaios de homogeneidade, um painel de madeira compensada é cortado para extrair itens que são agrupados em sub-amostras com classificação por densidades de massa. De cada sub-amostra é extraído aleatoriamente diversos conjuntos com vários itens.

Os itens de ensaio de painéis de madeira compensada, são mantidos sob condicionamento a temperatura de  $(20\pm 2)$ °C e umidade relativa do ar  $(65\pm 5)$ % até atingir massa constante, isto é, até que a diferença entre as sucessivas pesagens sejam menor que 0,1% num período de 24 horas

### 3.2 Avaliação da homogeneidade das amostras e seu critério para aceitação:

Para a verificação da homogeneidade das amostras são retirados conjuntos de itens da sub-amostra. A partir dos resultados dos conjuntos é determinado o desvio padrão entre os conjuntos.

O critério de aceitação de homogeneidade é expressa, segundo a norma ISO 13528, matematicamente por:

$$s_s \leq 0,3\hat{\sigma} \quad (1)$$

Onde  $\hat{\sigma}$  é o desvio padrão de proficiência; e  $s_s$  é o desvio padrão entre os conjuntos.

O  $s_s$  pode ser avaliado com ISO GUIDE 35.

$$s_s = \sqrt{\frac{MS_{entre} - MS_{dentro}}{n_0}} \quad (2)$$

Onde  $MS_{entre}$  e  $MS_{dentro}$  são os valores obtidos na análise de variância (ANOVA) com um fator aleatório e  $n_0$  o número de itens dentro de cada conjunto.

Outra condição a ser atendida na verificação de homogeneidade refere-se ao desvio padrão dentro das amostras enviadas para os laboratórios participantes e que também é o valor de repetibilidade.

O valor de repetibilidade ( $\sigma_r$ ), é estimado a partir de:

$$\sigma_r = \text{média}(s_{sam}) \quad (3)$$

Nesta grandeza não deve ser incluída a variabilidade que não seja proveniente da própria sub-amostra (material contido no conjunto).

Abaixo segue o segundo critério de aceitação de homogeneidade, segundo a norma ISO 13528, expresso por:

$$\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} \leq 0,3\hat{\sigma} \quad (4)$$

onde  $n$  é o número de itens do conjunto.

O valor do desvio padrão de proficiência é obtido pelo resultado de todos os laboratórios participantes. Neste caso o desvio padrão da proficiência é por definição da norma ISO 13 528, o desvio padrão robusto.

### 3.3 Estimativa de incerteza dos conjuntos de itens:

Foi estimada seguintes fontes de incerteza:

- técnico;
- a estabilidade do material; e
- a variabilidade intrínseca dos conjuntos de itens.

Matematicamente estas incertezas são expressas como segue por meio de desvios padrões:

$$s_{total} = \sqrt{s_{téc}^2 + s_{est}^2 + s_{cj}^2} \quad (5)$$

Por se tratar de um material higroscópico, para manter a condição de estabilidade é necessário manter a temperatura e umidade relativa do ar constantes, vide [14].

Nestas condições a equação pode ser expressa por:

$$s_{total} = \sqrt{s_{téc}^2 + s_{cj}^2} \quad (6)$$

As componentes  $s_{téc}$  e  $s_{cj}$  podem ser obtidas repetindo-se os ensaios no mesmo conjunto de itens cada qual avaliada diversas vezes nas condições de repetitividade

Os desvios padrões dos conjuntos de itens e do técnico podem ser obtidos utilizando-se análise de variância (ANOVA).

$$s_{sam} = \sqrt{\frac{MS_{cj} - MS_{téc}}{n}} \quad (7)$$

onde  $n$  é número de medições executadas nas condições de repetitividade, no itens [13].

$$s_{téc} = \sqrt{MS_{téc}} \quad (8)$$

## 4. RESULTADOS

Os resultados individuais dos conjuntos de itens retirados da sub-amostra A encontram-se na Tabela 1 e os resultados da análise de variância (ANOVA) na Tabela 2.

**Tabela 1 – Resultados das densidades de massa obtidas em quatro medições em cada item.**

CP	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4
1	509,2	509,9	509,4	506,3
2	506,6	508,6	508,3	505,5
3	505,2	504,8	505,1	502,3
4	505,2	507,0	505,6	502,8
5	506,3	507,8	507,0	504,7
6	503,6	504,7	503,3	500,7
7	506,5	507,0	506,6	503,6
8	509,9	510,6	510,1	507,3
9	505,2	505,0	504,3	502,3
10	506,3	506,2	505,5	502,9
11	510,4	511,6	510,8	508,2
12	502,8	504,4	503,2	500,6
13	505,6	506,5	506,3	503,6
14	503,6	504,8	503,6	500,7
15	505,4	504,6	505,0	502,0
16	508,7	507,5	507,4	505,2
17	508,8	509,4	509,2	506,3
18	507,2	507,7	506,8	504,6

**Tabela 2 – Resultados da análise de variância (ANOVA)**

Fonte da variação	$SQ$	$gl$	$MQ$
Entre grupos	338,19	17	19,89
Dentro dos grupos	123,32	54	2,28
Total	461,51	71	

O desvio padrão devido ao técnico é dado por (8):

$$s_{téc-subA} = \sqrt{2,28} = 1,511 \text{ kg/m}^3$$

O desvio padrão devido ao material é dado por (7):

$$s_{cj-subA} = \sqrt{\frac{19,89 - 2,28}{4}} = 2,098 \text{ kg/m}^3$$

Repetindo mesmo ensaio para os conjuntos de itens retirados da sub-amostra B foram obtidos os seguintes desvios padrões:

$$s_{téc-subB} = 1,695 \text{ kg/m}^3$$

$$s_{cj-subB} = 2,993 \text{ kg/m}^3$$

O valor de repetibilidade é obtido a partir de (3):

$$\sigma_r = \text{média}(s_{am}) = \frac{2,098 + 2,993}{2} = 2,545 \text{ kg/m}^3$$

Para determinar o valor do desvio padrão entre os conjuntos, ensaiou três conjuntos com seis itens. Os resultados desses ensaios estão apresentados na Tabela 3 e a análise da variância na Tabela 4.

**Tabela 3 – Resultados das densidades de massa para verificação da homogeneidade.**

Cj	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4	Leitura 5	Leitura 6
1	509,90	508,60	504,80	507,00	507,80	504,70
2	507,00	510,60	505,00	506,20	511,60	504,40
3	506,50	504,80	504,60	507,50	509,40	507,70

**Tabela 4 – Resultados da análise de variância (ANOVA).**

Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>
Entre grupos	1,54	2	0,77
Dentro dos grupos	82,82	15	5,52
Total	84,37	17	

O  $s_s$  é avaliado pela (2), como  $MS_{entre}$  foi menor que  $MS_{dentro}$  considera-se que o desvio padrão entre os conjuntos equivale a:

$$s_s = 0,000$$

O desvio padrão da proficiência obtido no ensaio de proficiência foi de:

$$\hat{\sigma}_1 = 5,27$$

O valor do desvio padrão da proficiência é obtido a partir do estatística robusta que elimina os efeitos dos valores extremos.

Verificação da homogeneidade dos três conjuntos foi verificada com (5):

$$0,00 \leq 0,3 \hat{\sigma}_1 = 1,58$$

Atendeu à condição de homogeneidade.

Verificação da repetibilidade foi avaliado com (4):

$$\frac{\sigma_r}{\sqrt{n}} = \frac{2,545}{\sqrt{6}} = 1,039 \leq 0,3 \hat{\sigma}_1 = 1,58$$

Atendeu à condição de repetibilidade.

## 5. DISCUSSÃO

Importante respaldar que a preparação e controle das amostras atendendo aos requisitos da ILAC G13:2007, objetivando garantir a comprovação da competência do provedor de ensaios de proficiência.

A metodologia aqui apresentada é aplicável para ensaios não destrutivos, mas o seu conceito pode ser estendido para outros casos.

Deve haver o cuidado para não subestimar a o desvio padrão de proficiência pois aproximadamente 1/3 deste valor é um dos critérios para considerar as amostras homogêneas. Se esse valor for subestimado, amostras consideradas homogêneas na verdade são heterogêneas.

Neste programa o desvio padrão da proficiência foi calculado utilizando estatística robusta, com essa alternativa o resultado ficou em 3,5 vezes menor caso utilizasse o desvio padrão sem eliminação dos valores extremos.

## 6. CONCLUSÃO

A aquisição do painel de madeira compensada para extração dos itens de ensaio de densidade de massa deve ser criteriosa para que a variabilidade dos itens do ensaio não influencie o resultado do desvio padrão de proficiência do Programa Interlaboratorial.

Os critérios de aceitação da homogeneidade das amostras utilizadas por esse método são muito rigorosos por avaliar os desvios entre e dentro das amostras com aproximadamente 1/3 do desvio padrão da proficiência.

A metodologia utilizada para estabelecer a homogeneidade das amostras ensaiadas, garante a confiabilidade do Programa Interlaboratorial de painéis de madeira compensada para o ensaio de determinação de densidade de massa.

## REFERÊNCIAS

- [1] ILAC - G13:08/2007, *ILAC Guidelines for the Requirements for the competence of Providers of Proficiency Testing Schemes*.
- [2] CEN EN 323: 1993, *Wood-based panels – Determination of density*.
- [3] CEN EN 325: 1993 – *Wood-based panels – Determination of dimensions of test pieces*.
- [4] CEN EN 326-1: 1994 – *Wood-based panels – Sampling, cutting and inspection – Part 1: Sampling and cutting of test pieces and expression of test results*.
- [5] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, *Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração*.
- [6] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions*.
- [7] ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.
- [8] ISO 5725-3:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*.
- [9] ISO 13528:2005(E), *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
- [10] ISO/IEC 17043:2010 (E), *Conformity assessment – General requirements for proficiency testing*.
- [11] NATA - National Association of Testing Authorities. *Guide to Nata Proficiency Testing*. Australia, 2004.
- [12] ISO GUIDE 35:2006(E), *Reference materials – General and statistical principles for certification*.
- [13] INMETRO. *Vocabulário Internacional de Metrologia – Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados – VIM*. Rio de Janeiro, 2009.
- [14] C. Skaar *Water in wood*. Syracuse University Press, 1972.