

VERIFICAÇÃO DE REPETIBILIDADE E REPRODUTIBILIDADE DO SISTEMA NORMALIZADO DE ENSAIOS PERTENCENTE AO PROGRAMA SETORIAL DA QUALIDADE DE TINTAS

Vanessa Somará Martinhago (SATC) E-mail: vanessamartinhago@hotmail.com

Débora De Pellegrin Campos (SATC) E-mail: debora.campos@satc.edu.br

Davi Colombro Gonçalves (SATC) E-mail: davi.goncalves@satc.edu.br

Rosita Manoel Luciano (SATC) E-mail: rosita@resicolor.com.br

Aline Resmini Melo (SATC) E-mail: aline.melo@satc.edu.br

Resumo: O presente trabalho tem como objetivo verificar a qualidade dos ensaios laboratoriais de uma Empresa de Tinta Imobiliária, pertencente ao Programa Setorial da Qualidade, avaliando o seu sistema de medição por meio dos ensaios de: determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva; determinação do poder de cobertura de tinta seca; determinação do poder de cobertura de tinta úmida e determinação da massa específica de tintas para edificação não industriais. O estudo consiste em analisar três lotes de amostras diferentes da Tinta Acrílica Premium Branca através dos testes nos quais são realizados por três operadores diferentes, com isso, conferindo a capacidade de desempenho dos laboratoristas por meio da comprovação da repetibilidade e reprodutibilidade proporcionados pela análise estatística de tratamento de dados, escore Z e t-Student. O trabalho realizado permitiu indicar a satisfação dos resultados das análises por meio de escore Z, demonstrando a repetibilidade das variações das medições efetuadas pelo mesmo operador e nas mesmas condições. Os resultados de t-Student apontaram a falta de reprodutibilidade entre os operadores no teste de determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva. Dessa forma, formalizando as falhas existentes causadas pela operação humana podendo ser desencadeada por uma série de procedimentos inadequados tais como o manuseio impróprio do equipamento e material, interpretação de dados e análise dos resultados e execução dos ensaios evidenciando a necessidade de treinamento técnico.

Palavras-chave: Sistema de medição, repetibilidade, reprodutibilidade, escore Z, t-Student.

VERIFICATION OF REPETIBILITY AND REPRODUCIBILITY OF THE NORMALIZED TEST SYSTEM BELONGING TO THE SECTOR QUALITY SECTOR PROGRAM

Abstract: The objective of the present work is to verify the quality of the laboratory tests of a Real Estate Ink Company, belonging to the Quality Sector Program, evaluating its measurement system by means of the following tests: determination of resistance to wet abrasion with abrasive paste; determination of the power of dry ink coverage; determination of the wet paint coverage and determination of the specific mass of non-industrial building paints. The study consists of analyzing three different batches of samples of Premium White Acrylic Ink through the tests in which they are performed by three different operators, thereby conferring the performance capacity of the laboratoristas by proving the repeatability and reproducibility provided by the statistical analysis of data treatment, Z score and Student t-test. The performed work allowed to indicate the satisfaction of the results of the analyzes by means of Z score, demonstrating the repeatability of the variations of the measurements made by the same operator and under the same conditions. The results of Student's t-test showed the lack of reproducibility among the operators in the wet abrasion resistance test with abrasive paste. In this way, formalizing existing failures caused by human operation can be triggered by a series of inappropriate procedures such as improper handling of equipment and material, data interpretation and analysis of results and execution of the tests evidencing the need for technical training

Keywords: Measurement system, repeatability, reproducibility, Z-score, t-Student.

1. Introdução

A qualidade de um produto é colocada a prova quando submetido aos ensaios laboratoriais que permitem verificar as suas características físicas, para isso é importante que os métodos sejam executados de forma adequada para avaliação do produto. É imprescindível que os métodos de ensaios apresentem resultados tecnicamente confiáveis e para isso é preciso comprovar a capacidade de adequação do laboratório, o sistema de medição em geral, aos métodos de ensaios normatizados pela Associação de Normas Técnicas Brasileiras. Assim, é necessário a avaliação de variância do laboratório em reproduzir dados consistentes dos produtos, com relação à repetibilidade e reprodutibilidade acusando possíveis inconsistências e falhas durante a realização dos testes.

O presente trabalho tem como objetivo quantificar e avaliar a influência dos equipamentos e diferentes operadores durante o processo de uma série de análises de medições de Tintas Acrílicas Premium Branca realizadas em um laboratório de uma Empresa de Tintas. Dessa forma, o trabalho foi realizado com três amostras de tinta da linha premium seguindo os parâmetros de ensaio de: determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva; determinação do poder de cobertura de tinta seca; determinação do poder de cobertura de tinta úmida e determinação da massa específica de tintas para edificação não industriais, realizados por três operadores diferentes, deste modo, o desempenho dos resultados são avaliados por meio de tratamento estatístico evidenciando a variabilidade dos resultados e são sugeridas melhorias.

As tintas látex se dividem em três categorias: econômica, standard e premium. As indústrias de tintas associadas ao Programa Setorial da Qualidade devem comprometer-se ao atendimento aos requisitos normativos, conforme a Tabela 1, cada metodologia de ensaio existe uma especificação vigente (TESIS, 2018).

Tabela 1 - Requisitos Normativos.

Tinta Látex	Método de ensaio	Norma	Especificação
Premium	Determinação do poder de cobertura de tinta seca.	NBR 14942:2016	6,0 m ² /L
	Determinação do poder de cobertura de tinta úmida.	NBR 14943:2003	90%
	Determinação da resistência à abrasão úmida com pasta abrasiva.	NBR 14940:2015	100 ciclos

Fonte: Adaptado de TESIS (2018, p. 10)

O ensaio de determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva tem como objetivo determinar a resistência da tinta, o quanto a película de tinta após formada sobre um substrato consegue resistir ao desgaste ocasionado por uma máquina própria de abrasão com uma escova e pasta abrasiva (ABNT NBR 14940, 2015).

O ensaio de poder de cobertura de tinta seca tem como objetivo determinar o poder de cobertura seca de uma película de tinta aplicada sobre um substrato, em metros quadrados por litro, que apresente razão de contraste de 98,5%, desde que essa razão aconteça entre duas superfícies submetidas a uma mesma luz incidente (ABNT NBR 14942, 2016).

O ensaio de determinação do poder de cobertura de tinta úmida tem como objetivo determinar o poder de cobertura de uma película de tinta úmida aplicada sobre um substrato de tal modo que seja avaliada imediatamente após a sua aplicação. Seu

resultado é expresso em porcentagem e é obtido pela razão de contraste entre o quociente do menor valor da luz refletida sobre o maior valor das intensidades (ABNT NBR 14943, 2003).

O ensaio de determinação da massa específica de tintas para edificação não industriais tem como objetivo caracterizar o produto através da determinação da quantidade de massa específica de um corpo presente em uma unidade de volume, obtida pelo quociente entre a massa e o volume expresso pela unidade gramas por centímetro cúbico (ABNT NBR 15382, 2017).

O teste t-Student ou teste t como uma ferramenta com aplicação de hipóteses com intuito de afirmar se os parâmetros dos conjuntos de dados quantitativos testados são ou não verdadeiros. As hipóteses são:

- Hipótese Nula (H_0): as médias das duas amostras são iguais, $\mu_1 = \mu_2$.
- Hipótese Alternativa (H_1): as médias das amostras são diferentes, $\mu_1 \neq \mu_2$, (LOPES; LEINIOSKI; CECCON, 2015).

Para o estudo de caso, foi abordado o teste de hipótese para duas amostras iguais e independentes, ou seja, foi indicado para averiguar a igualdade entre as médias entre os grupos independentes, provando a reprodutibilidade entre os operadores. Para isso segue o procedimento para calcular o valor t-Student.

Primeiro passo – Calcular a média de cada amostra (\bar{x}_i), ou seja, soma-se os valores e divide-se pelo número de amostras, conforme apresentado na Equação 1, (GLANTZ, 2012).

$$\bar{x}_i = \sum \frac{x_n}{n} \quad (1)$$

Segundo passo - Calcular a variância amostral (S^2), Equação 2. A variância de uma amostra de x elementos é definida como a soma ao quadrado dos desvios dos elementos em relação à sua média \bar{x} (FIELD, 2009).

$$S^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2 \quad (2)$$

Terceiro passo – Calcular a variância ponderada de cada amostra (S_p^2), Equação 3. Também conhecida como variância combinada que leva em conta as diferenças no tamanho das amostras ponderando a variância de cada amostra, assim, consiste na média ponderada das duas diversidades amostrais, o que deduz que os desvios padrão das duas populações são iguais (FIELD, 2009; PRADO, 2014).

$$S_p^2 = \frac{(n_1 - 1) S_1^2 + (n_2 - 1) S_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \quad (3)$$

Quarto passo - Calcular o t-Student (t), conforme a Equação 4, (FIELD, 2009).

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right) S_p^2}} \quad (4)$$

Para o estudo foi escolhido o nível de confiança de 95%, assim, precisa-se comparar o valor calculado t-Student e valor de α , nível de significância, de 5 %, o nível de confiança escolhido para análise foi de $1 - \alpha$, ou seja, 95% conforme demonstrado na Tabela 2, caso o valor calculado for igual ou maior comparado ao valor tabelado a hipótese de que as médias são iguais está descartada (MENESES; MARIANO, 2010). O nível de confiança define se a hipótese nula deve ser ou não rejeitada, caso o resultado de t-student for menor que o valor tabelado, a hipótese nula é rejeitada (JUNIOR; CASTRO; COSTA, 2018).

O cálculo de t-Student depende do número de graus de liberdade para determinar o seu valor crítico, quanto maior for o grau de liberdade, mais concentrada é a distribuição de t-Student e mais se aproximará da distribuição normal Assim, se os tamanhos das amostras são iguais, onde, n_1 e n_2 são os tamanhos das amostras, a determinação do grau de liberdade será $n_1 + n_2 - 2$ (JUNIOR; CASTRO; COSTA, 2018).

Tabela 2 - Valores críticos de t-Student.

Grau de Liberdade	5 % ($\alpha=0,05$)
1	12,71
2	4,30
3	3,18
4	2,78
5	2,57
6	2,45
7	2,36
8	2,31
9	2,26
10	2,23
11	2,20
12	2,18
13	2,16
14	2,14
15	2,13
16	2,12
∞	1,96

Fonte: Adaptado de Gomes (1990, p. 421)

O escore Z ou teste Z é o quanto uma medida se afasta da média da população amostral (MENESES; MARIANO, 2010). O escore z permite avaliar o desempenho de cada operador, podendo verificar a própria situação em relação ao conjunto de dados

produzidos pelo mesmo revelando a repetibilidade dos ensaios. Para isso seguem os passos para calcular o escore Z, Equação 9 (SILVA, 2008).

Primeiro passo – Calcular o primeiro e terceiro quartil (Q_1), Equação 6, para isso é necessário calcular o valor de k , Equação 5, o quartil será o próprio X_k , isto é, $Q_j = X_k$ (Portal Action, 2018). O 1º quartil como o valor que divide o conjunto de dados ordenado em duas partes, 25 % dos valores obtidos abaixo, e a segunda, com 75 % acima, enquanto o 3º quartil, deixa 75 % dos valores abaixo e 25 % acima (OLIVEIRA, MOTTA, 2014).

$$k = j \left(\frac{n + 1}{4} \right), j = 1, 2, 3. \quad (5)$$

$$Q_j = X_k + \left(\frac{j(n+1)}{4} - k \right) (X_{k+1} - X_k) \quad (6)$$

Segundo passo - Calcular a Amplitude Interqualítica Normalizada (IQN), Equação 7, para uma medida de dispersão equivalente ao desvio padrão da estatística clássica, obtida através da subtração entre o valor do 3º e 1º quartil do conjunto de dados, e multiplicando esta diferença por 0,7413 (ALBANO; RODRIGUES; ALBANO, 2007).

$$IQN = (Q_3 - Q_1) 0,7413 \quad (7)$$

Terceiro passo – Calcular a diferença padronizada, Equação 8, utilizada no cálculo do escore Z para cada ensaio, Equação 9 (IPT, 2014).

$$D = \frac{B - A}{\sqrt{2}} \quad \rightarrow \text{Se a med (A) < med (B)}$$

$$D = \frac{A - B}{\sqrt{2}} \quad \rightarrow \text{Se a med (A) } \geq \text{ med (B)}$$
(8)

$$Z = \frac{D - md(D)}{IQN(D)} \quad (9)$$

O índice z é baseado na propriedade do desvio padrão normal. Cerca de 5% dos resultados deverão situar-se fora do limite de +/- 2, e apenas cerca de 0,3 % dos resultados deverão situar-se fora do limite de +/- 3 (OLIVEIRA, 2006).

A classificação que segue é aplicada: $|z| \leq 2$: Resultado é considerado satisfatório; $2 < |z| < 3$: Resultado é considerado questionável e $|z| \geq 3$: Resultado é considerado insatisfatório (GRANATO; NUNES, 2016).

2. Materiais e métodos

O estudo do tema proposto iniciou com a seleção de um número de amostras significativas de modo que fosse possível realizar a detecção de possíveis variáveis no processo de medição, assim foram coletadas três amostras diferentes da linha premium.

As amostras representativas foram lotes diferentes que não sofreram qualquer tipo de ajuste para corrigir algum atributo necessário para atender as faixas de especificação do produto ou conferir a qualidade, desta forma são produtos cem por cento de fórmula correspondentes as suas faixas de operação.

As tintas escolhidas de cada lote foram devidamente homogeneizadas e divididas em três partes iguais, com o intuito de realizar cada tipo de teste em triplicata.

As amostras então foram descaracterizadas com uma numeração de forma que os operadores que realizaram os testes não soubessem diferenciar os lotes, dessa maneira os testes procederam em ordens diferentes e na escolha aleatória de cada amostra considerada parte de um produto e não uma sequência do mesmo produto.

Os operadores escolhidos para realizar as análises são funcionários que comumente operam os equipamentos. Dessa forma, cada avaliador foi identificado com uma letra, os mesmos guardaram o registro das medições para que não ocorresse interferência na avaliação dos outros operadores.

Os procedimentos realizados foram: determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva; determinação da resistência a abrasão úmida sem pasta abrasiva; determinação do poder de cobertura de tinta seca; determinação do poder de cobertura de tinta úmida e determinação da massa específica de tintas para edificação não industriais.

Após a obtenção de dados foram realizadas as análises estatísticas por meio do t-Student e escore Z, as avaliações e considerações do sistema de medição.

3. Resultados e discussão

3.1 Resultados de determinação do poder de cobertura de tinta úmida

Na Tabela 4 estão dispostos os resultados comparativos entre as amostras triplicatas 30, 32 e 34 realizadas pelos operadores A, B e C por meio do estudo escore Z, este permite verificar que houve satisfação dos resultados uma vez que apresentaram escore $Z \leq 2$.

Uma análise geral dos resultados mostra a oscilação dos valores positivamente e negativamente indicando que o dado se encontra abaixo ou acima da média em um conjunto de dados do mesmo indivíduo.

A Tabela 5 permite visualizar os resultados de t-student mostrando que há a reprodutibilidade entre os operadores por meio do mesmo ensaio, assim através da relação de cada dado com o valor crítico de 2,12, conforme a Tabela 2, é possível relatar que a condução dos ensaios demonstraram a consistência dos mesmos provando que os operadores A, B e C conseguiram reproduzir os ensaios por meio da comprovação da igualdade das amostras.

Tabela 3 - Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Úmida.

Lote	Amostra	Média (operador A)	Média (Operador B)	Média (Operador C)
	30	89,51	89,55	88,74
	32	89,88	89,50	88,94

	34	89,11	89,66	89,55
	31	89,46	89,12	89,72
2	33	89,80	89,52	88,91
	35	89,92	89,52	89,99
	36	92,53	91,35	91,68
3	38	92,24	92,00	92,06
	40	91,77	91,54	92,31

Tabela 4: Escores Z dos Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Úmida.

Lote		Operador A			Operador B			Operador C		
1	Amostras	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
	Escore Z	-0,10	0,00	1,25	-0,74	0,00	0,61	-0,91	0,44	0,00
2	Amostras	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35
	Escore Z	0,00	0,48	-0,87	0,00	0,00	-1,35	0,00	-0,90	0,45
3	Amostras	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40
	Escore Z	-0,52	0,83	0,00	0,56	-0,79	0,00	0,00	0,89	-0,46

* Os escores Z grifados em verde representam os resultados satisfatórios.

Tabela 5 - t - Sudent dos Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Úmida.

Lote	Operador AB	Operador BC	Operador AC
1	0,22	1,34	0,63
2	1,01	0,40	0,55
3	1,96	2,04	0,62

Assim, os resultados obtidos demonstraram desempenho satisfatório na determinação do poder de cobertura de tinta úmida revelando o nível admissível de repetibilidade e reprodutibilidade dos operadores não apresentando erros sistemáticos e aleatórios.

Com a análise estatística é possível verificar se há erros que oscilam visivelmente fora do padrão ideal ou desejado, analisando se há erros aleatórios, uma vez que o erro passa a ser do operador ou sistemático.

A análise estatística não permite visualizar esse impacto de variabilidade podendo ser causado por exemplo, por um equipamento que apresenta um problema e esse se repete.

Dessa forma, o equipamento utilizado neste teste encontra-se calibrado e atendendo os requisitos necessários determinado pela norma NBR 14943:2003.

3.2 Resultados de determinação do poder de cobertura de tinta seca

A Tabela 7 retrata o desempenho dos operadores A, B e C entre o conjunto de amostras de forma satisfatória, todas as amostras se encaixam na classificação $\text{escore } Z \leq 2$, assim, o ensaio foi reproduzido de forma adequada provando que os operadores conseguiram reproduzir seus próprios ensaios.

Para os resultados de t-Student, conforme Tabela 8, os operadores em relação ao valor crítico tabelado de 2,12, Tabela 2, os operadores provaram a reprodutibilidade entre eles no ensaio de determinação do poder de cobertura de tinta seca.

Assim, para este ensaio os funcionários A, B e C, atenderam as expectativas de acordo com os pré-requisitos normativos vigentes conforme NBR 14942:2016.

Tabela 6 - Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Seca.

Lote	Amostra	Média (Operador A)	Média (Operador B)	Média (Operador C)
1	30	6,80	7,02	6,81
	32	7,20	6,81	6,89
	34	6,58	7,06	6,80
2	31	6,70	6,79	7,29
	33	6,73	6,83	6,89
	35	6,92	6,70	6,86
3	36	6,75	6,92	7,35
	38	6,60	6,81	7,43
	40	6,90	6,46	6,11

Tabela 7 - Escore Z dos Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Seca.

Lote		Operador A			Operador B			Operador C		
		30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
1	Amostras	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
	Escore Z	0,00	-0,61	0,74	0,00	-1,09	0,26	0,00	0,76	-0,59
2	Amostras	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35
	Escore Z	-1,14	0,21	0,00	-1,05	0,00	0,30	0,00	0,22	-1,12
3	Amostras	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40
	Escore Z	-1,05	0,00	0,30	-0,93	0,42	0,00	-0,83	0,00	0,51

* Os escores Z grifados em verde representam os resultados satisfatórios.

Tabela 8 - t - Student dos Resultados dos Ensaios de Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Seca.

Lote	Operador AB	Operador BC	Operador AC
1	0,72	0,43	0,30
2	0,92	0,31	1,41
3	0,14	1,21	1,17

3.3 Resultados de determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva

Segundo a Tabela 10, os resultados dos ensaios são satisfatórios conforme segue o estudo escore Z, no qual $Z \leq 2$, mostrando a repetibilidade dos resultados entre as amostras realizados por cada analista.

Os resultados tratados pelo método t-Student mostram as disparidades entre os dados comparativos entre os operadores apresentando a falta de reprodutibilidade entre os mesmos.

No ensaio de determinação da resistência a abrasão úmida com pasta abrasiva mostra que cada operador soube reproduzir o teste particularmente de acordo com a sua forma padrão de análise, ou seja, reproduz o ensaio da mesma forma.

Entretanto, o estudo também mostrou que os três operadores realizam o ensaio entre eles de formas diferentes, isto traz uma série de dúvidas, uma vez que não há uma forma de saber qual operador realiza os testes de forma correta, isso prova a princípio que existem erros sistemáticos para cada operador.

Este tipo de teste possui tendência ao erro que pode ser provocado pelo laboratorista desde o começo da operação, já no início, a aplicação de tinta na cartela influencia na formação do substrato da cartela podendo ser ela mais fina ou mais grossa, com falhas ou sem falhas, mesmo que com um auxílio de um equipamento calibrado.

Após o tempo de cura da tinta necessária e análise do desgaste da mesma a norma deixa dúvidas de como interpretar visualmente da melhor forma o resultado da análise, fazendo assim com que cada operador interprete da sua forma baseada naquilo que entendeu da metodologia conforme segue a norma NBR 14943:2003.

Dessa forma, um equipamento calibrado, as condições adequadas do ambiente e procedimentos normatizados não garantem que o ensaio seja executado de forma adequada. É necessário que seja realizado um treinamento interno, com um técnico capacitado, para todos os colaboradores que forem realizar esse ensaio.

Tabela 9 - Resultados dos Ensaio de Determinação da Resistência a Abrasão Úmida com Pasta Abrasiva.

Lote	Amostra	Média (Operador A)	Média (Operador B)	Média (Operador C)
1	30	99	81	106
	32	92	89	103
	34	96	82	104
2	31	95	102	118
	33	100	97	106
	35	104	101	118
3	36	92	89	106
	38	95	98	101
	40	97	76	115

Tabela 10 - t – Escore Z dos Resultados dos Ensaio de Determinação da Resistência a Abrasão Úmida com Pasta Abrasiva.

Lote		Operador A			Operador B			Operador C		
		30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
1	Amostras	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
	Escore Z	1,01	-0,34	0,00	0,19	-1,16	0,00	0,67	0,00	-0,67
2	Amostras	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35
	Escore Z	0,00	1,08	-0,27	0,34	-1,01	0,00	0,00	-1,35	0,00
3	Amostras	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40
	Escore Z	-1,69	1,01	0,00	-0,83	0,00	1,87	0,00	0,47	-2,23

* Os escores Z grifados em verde representam os resultados satisfatórios.

Tabela 11 - t - Student dos Resultados dos Ensaio de Determinação da Resistência a Abrasão Úmida com Pasta Abrasiva.

Lote	Operador AB	Operador BC	Operador AC
1	3,86	7,55	3,04
2	0,25	3,15	3,28
3	1,58	4,01	3,44

* Os resultados de t-Student grifados em vermelho representam os resultados insatisfatórios, revelando que as amostras são diferentes entre os operadores.

3.4 Resultados de determinação da massa específica de tintas para edificação não industriais

O estudo realizado de escore Z, segundo a Tabela 13, para o teste de determinação da massa específica, mostra que as comparações realizadas entre as amostras pelos operadores foram satisfatórias de acordo com a classificação de escore $Z \leq 2$, mostrando a repetibilidade do ensaio.

Os resultados tratados pelo método t-student expostos na Tabela 14 apresentaram a reprodutibilidade das amostras entre os operadores, sendo que os dados se encontram abaixo do ponto crítico de 2,78, verificando a eficácia do ensaio.

Tabela 12 - Resultados dos Ensaio de Determinação da Massa Específica.

Lote	Amostra	Operador A	Operador B	Operador C
1	30	1,34	1,34	1,35
	32	1,35	1,34	1,35
	34	1,34	1,34	1,35
2	31	1,35	1,35	1,35
	33	1,35	1,35	1,35
	35	1,35	1,34	1,35
3	36	1,28	1,28	1,29
	38	1,28	1,28	1,28
	40	1,29	1,28	1,27

Tabela 13 - Escore Z dos Resultados dos Ensaio de Determinação da Massa Específica.

Lote		Operador A			Operador B			Operador C		
		30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
1	Amostras	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34	30-32	30-34	32-34
	Escore Z	0,00	-1,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	Amostras	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35	31-33	31-35	33-35
	Escore Z	0,00	0,00	0,00	-1,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	Amostras	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40	36-38	36-40	38-40
	Escore Z	-1,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,35	0,00

* Os escores Z grifados em verde representam os resultados satisfatórios.

Tabela 14: t - Student dos Ensaio de Determinação da Massa Específica.

Lote	Operador AB	Operador BC	Operador AC
1	0,00	0,00	0,00
2	0,00	0,00	0,00
3	0,00	0,00	0,00

4. Conclusões

A qualidade do ensaio representa a capacidade de reproduzir os mesmos resultados ou resultados aproximados, podendo ser ele reproduzido por pessoas diferentes ou em tempos diferentes e em condições diferentes.

Através do estudo escore Z foi visto que a repetibilidade para cada operador foi satisfatória em todos os ensaios.

O estudo t-Student também apresentou veracidade entre os testes de determinação do poder de cobertura de tinta seca, determinação do poder de cobertura de tinta úmida e determinação da massa específica nos quais os experimentos apontaram a reprodutibilidade entre os operadores.

Notou-se a dificuldade de descobrir o equilíbrio entre os dados gerados permitindo a reprodutibilidade dos mesmos, isso visivelmente encontrado em testes que dependem mais da ação humana para ser executado o trabalho.

Dessa forma, a falha tornou-se aparente no estudo de t-Student para o ensaio de determinação da resistência a abrasão úmida, ora por causa de simples erros sistemáticos ora por erros aleatórios.

O erro ou a discrepância do resultado de um ensaio pode ser causado por um processo de erros que se desencadeiam desde o começo do teste, como o manuseio inadequado dos equipamentos e materiais, a aplicação da tinta, interpretação da metodologia e a análise crítica sobre o ensaio.

Os testes realizados para o estudo de verificação de repetibilidade e reprodutibilidade permitiu descobrir a deficiência de informação, dúvidas existentes, e habilidade na qual pode ser sanada por meio de um treinamento técnico.

O estudo no geral não permitiu que pudesse constatar qual operador estava mais próximo do valor correto, uma vez que, os ensaios e os estudos estatísticos foram direcionados para averiguar o comportamento do sistema de medição sem dados de referência para comparação dos testes laboratoriais.

Como sugestão para possíveis estudos futuros é realizar as análises de um mesmo lote repetidas vezes por operadores diferentes, desde que, essas análises possuam resultados reproduzidos por uma empresa ou técnico capacitado para que possa ser feito a avaliação comparativa adequada com um dado que seja padrão de referência situando a exatidão e precisão dos resultados.

Referências

- ABNT. NBR 14940:** *Determinação da Resistência a Abrasão Úmida*. 2015. 5 p.
- ABNT. NBR 14942:** *Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Seca*. 2016. 8 p.
- ABNT. NBR 14943:** *Determinação do Poder de Cobertura de Tinta Úmida*. 2003. 10 p.
- ABNT. NBR 15382:** *Determinação da Massa Específica de Tintas para Edificação Não Industriais*. 2017. 3 p.
- ALBANO, F.M.; RODRIGUES, M. & ALBANO, J.F.** *Garantia da qualidade analítica através de programas de comparação interlaboratorial*. Universidad de la República, Salto, 7 f, 2007.
- FIELD, A.** *Descobrimdo a estatística usando SPSS*. 2ª. Porto Alegre: Artmed, 2009.
- GLANTZ, S.A.** *Primer of biostatistics*. 7ª ed. New York: McGraw-Hill, 2012. ISBN: 978-0-07-179440-4.
- GOMES, F.P.** *Curso de estatística experimental*. 13ª ed. Piracicaba: Nobel, 1990.
- GRANATO, D. & NUNES, D.S.** *Análises químicas, propriedades funcionais e controle da qualidade de alimentos e bebidas: uma abordagem teórico-prática*. 1ª. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016. ISBN 978-85-352-8357-0.
- IPT.** *Programa interlaboratorial para ensaios em chapas de papelão ondulado – Ciclo 2015*. São Paulo: CT-Floresta, 2014.

JUNIOR, R.P.; CASTRO, M.C.A. & COSTA, A.A. *Desenvolvimento de correlação para estimativa da taxa de geração per capita de resíduos sólidos urbanos no estado de São Paulo: influências da população, renda per capita e consumo de energia elétrica.* Rio de Janeiro, **SciELO**, v. 23, n. 2, p. 415-424, 2018. ISSN 1809-4457.

LOPES, A.C.B.; LEINIOSKI, A.C.L. & CECCON, L. *Testes t para comparação de médias de dois grupos independentes.* Universidade Federal do Paraná, 2015.

MENESES, A. & MARIANO, F. *Noções de estatística para concursos.* Rio de Janeiro, Elsevier, 2010.

OLIVEIRA, F.M. *Controle de qualidade.* Labwin Ltda. p. 13-24, 2006. Disponível em: <labwin.com.br/artigos/curso_cqa_validacoes.pdf>. Acesso em: 16 abr. 2018.

OLIVEIRA, C.B. & MOTTA, S. *Pesquisa de marketing.* 7ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2014.

PRADO, P.P.L. *Probabilidade, inferência estatística e testes utilizando MATLAB e excel.* São Paulo: Senai-SP Editora, 2014.

SILVA, M.R. *Programa de comparação interlaboratorial: uma ferramenta para a garantia de qualidade analítica entre laboratórios.* 2008. 50f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Engenharia de Produção, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

TESIS. *Programa setorial da qualidade de tintas imobiliárias: Resumo executivo do relatório setorial nº059.* 2018.

ANEXO

LISTA DE SÍMBOLOS

A	[-]	Resultado da amostra 2	Q_3	[-]	Terceiro Quartil
B	[-]	Resultado da amostra 1	Q_j	[-]	Quartil
D	[-]	Diferença Padronizada	S^2	[-]	Variância amostral
IQN	[-]	Amplitude Interqualítica Normalizada	S_1^2	[-]	Variância Ponderada da Amostra 1
$IQN (D)$	[-]	Amplitude Interqualítica Normalizada da Diferença Padronizada	S_2^2	[-]	Variância Ponderada da Amostra 2
j	[-]	Valor do quartil	S_p^2	[-]	Variância Ponderada
k	[-]	Valor inteiro	t	[-]	t-Student
$md (D)$	[-]	Mediana da Diferença Padronizada	\bar{x}_1	[-]	Média da amostra 1
$med (A)$	[-]	Mediana do conjunto de dados da amostra 1	\bar{x}_2	[-]	Média da amostra 2
$med (B)$	[-]	Mediana do conjunto de dados da amostra 2	\bar{x}_i	[-]	Média para cada amostra
n	[-]	Número de amostras	x_i	[-]	Valor individual
n_1	[-]	Número de amostras da amostra 1	X_{k+1}	[-]	Localização do quartil +1
n_2	[-]	Número de amostras da amostra 2	X_k	[-]	Localização do quartil
Q_1	[-]	Primeiro Quartil	Z	[-]	Escore Z