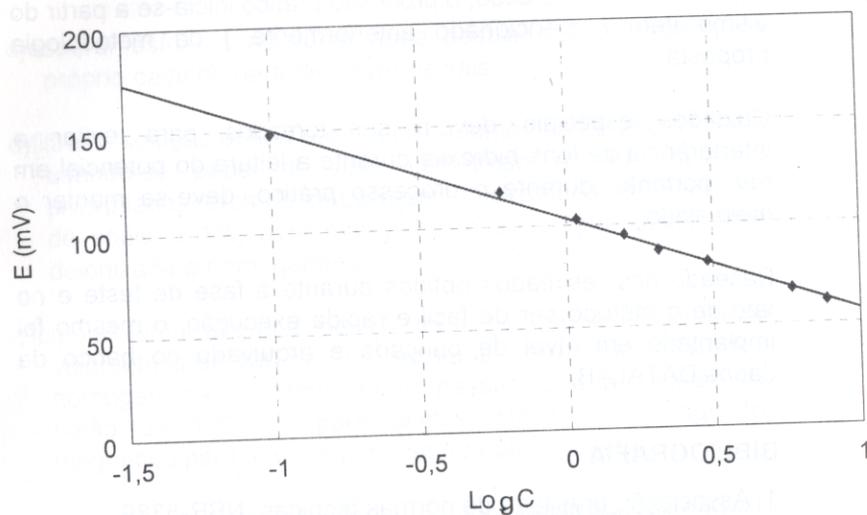


Curva Potenciométrica Padrão

Determinação de Fluoreto



PAINEL 13

Aplicação de Controle Estatístico de Processo (CEP) à Análise Química Laboratorial

Jaqueline Dias dos Santos

Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UERJ

Roberto Rodrigues Coelho

Orientador, Engenheiro Químico

Gilberto Mendes de Queiróz

Co-orientador, Químico Industrial

1. INTRODUÇÃO

A necessidade de implementar e otimizar a Gestão de Qualidade nos processos operacionais aos laboratórios químicos do Departamento de Análises Químicas e de Meio Ambiente (DQIA) tem exigido uma constante crítica da consistência metrológica dos resultados de análise química enquanto produto, e do monitoramento e validação dos métodos de análise para a obtenção de proficiência técnica.

Dentro desse contexto, a aplicação da técnica de Controle Estatístico de Processo (CEP) no monitoramento de dados de análises químicas, através das etapas de implementação de procedimentos padrões de grande praticidade na avaliação da consistência estatística em associação aos sistemas analíticos de controle de amostras de referência, quer da reprodutibilidade intralaboratorial, quer da receptibilidade do método utilizado, tem nos forçado a buscar respostas rápidas à avaliação de tais

questões. Deste modo, propomos a utilização de basicamente três procedimentos padrões que permitem o controlar e avaliar, para tomada de decisão rápida, se o processo analítico está sob controle estatístico (PMA-SCE-1). Em seguida, obdece-se a dois procedimentos: repetibilidade analítica (PMA-MRA-1) e capacidade laboratorial(PMA-MCL-1). Estes permitem resposta mais rápida à avaliação de aceitação dos resultados analíticos. Ao contrário dos procedimentos estatísticos convencionais, mais demorados. A questão fundamental é verificar se o processo está sob controle estatístico a fim de ser avaliado conforme outros parâmetros estatísticos.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho consiste na apresentação das etapas de implementação, ao sistema de controle de amostras de referência, dos três procedimentos padrões. São eles: procedimento de controle estatístico (PMA-SCE-1); procedimento de repetibilidade analítica (PMA-MRA-1); e procedimento de capacidade laboratorial (PMA-MCL-1). Todos eles permitirão monitorar a consistência dos resultados analíticos emitidos pelos nossos laboratórios, quando usamos um determinado método de análise catalogado, implementado e arquivado no banco de dados DATALAB.

Considerando-se o escopo do trabalho que está sendo ainda desenvolvido - aplicação de tratamento estatísticos a dados obtidos através de eventos que estejam fora de controle estatístico- exemplificaremos apenas a aplicação do procedimento padrão PMA-SCE-1, que permite monitorar e avaliar a reprodutibilidade intralaboratorial para os métodos de análise que estão sendo monitorados, e verificar se os mesmos podem efetivamente sofrer um tratamento de avaliação estatístico mais completo a partir do pressuposto de estarem sob controle estatístico.

3. METODOLOGIA E RESULTADOS

A metodologia aqui apresentada resulta da aplicação do procedimento padrão PMA-SCE-1 que permite avaliar a reprodutibilidade intralaboratorial para os métodos de análise que estão sendo monitoras através de uso de amostras de controle, não necessariamente uma amostra de referência certificada.

Assim, o material padrão de referência não necessariamente uma amostra de controle certificada e analisadas em base periódica e constante, em unicata, de modo a maximizar a habilidade de detecção de condições que chamamos de "FORA DE CONTROLE.", que evidencie ou assegure que a condição de controle estatístico está sendo mantida ou que mesmo sua variabilidade não tenha sido aumentada por quaisquer mudança de condição de uso.

A amostra padrão é então analisada e seu resultado analítico é plotado em uma carta de controle. A carta de controle deverá ser do formato individual para subgrupo estatístico 1. Para cada resultado pilotado, anota-se hora, data da análise, nome do analista e condição que tenha justificado a análise ou mesmo alteração de suas condições e extrapolação de seus limites estatísticos calculados.

Após cada plotagem de dados, checa-se a ocorrência de condição de "FORA DE CONTROLE." que deverá ser observada na carta de controle incluindo-se::

- pontos além dos limites de controle estatístico (limite de 3 sigmas)
- 2 pontos consecutivos além dos limites de alerta (limites de 2 sigmas)
- 8 pontos consecutivos acima ou abaixo da média
- 7 pontos consecutivos ascendentes ou descendentes.

Quando uma ou mais destas condições de "FORA DE CONTROLE" for identificada, deve-se tomar alguma ação imediata para identificá-la. A causa básica deve ser prontamente corrigida e registrada para permitir o monitoramento e a verificação da efetiva redução da variação do processo, indicando melhoramento formal do sistema de controle.

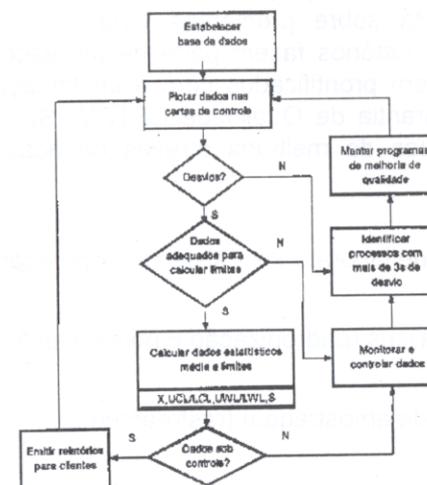
Os limites de controle e alerta superiores e inferiores (LCS/LCI LAS/LAI) devem ser estabelecidos depois de cada conjunto de um número de dados significativos mantidos sob controle estatístico, se houver efetivo melhoramento do processo.

O cálculo da amplitude média (R) pode ser usada para calcular o desvio-padrão e medir a REPRODUTIBILIDADE INTERLABORATORIAL (S_m), ou seja:

$$S_m = R/dz \text{ onde } dz = 1,128$$

A aplicação desse procedimento padrão permite por conseguinte, a resolução dos problemas de inconsistência de resultados analíticos que normalmente verificamos em nossos sistemas analíticos. Se pudessem estar sendo permanentemente monitorados através da ocorrência de condições de "FORA DE CONTROLE", poderia-se levantar e acompanhar, através de amostra de controle, a consistência de

resultados analíticos, de forma contínua e com crítica de resultados, conforme fluxograma abaixo



f

Figura 1 - Fluxograma ilustrativo de monitoramento estatístico

Já a Figura 2 abaixo evidencia a ocorrência de condições de "FORA DE CONTROLE" nas análises, quando monitoramos o parâmetro teor de enxofre sulfático em amostras de carvão mineral, controlando amostras de controle.

Figura 2 - Gráfico de controle evidenciando condições 'FORA DE CONTROLE'

5. COMENTÁRIOS GERAIS

Essas ações gerenciais de implementação de procedimentos padrões de aplicação rápida que possibilitem uma tomada de decisão imediata sobre problemas vividos no dia-a-dia da maioria dos laboratórios fazem parte de um escopo maior de objetivos a serem prontificados com a implantação de nosso Sistema de Garantia de Qualidade CETEM. Sua função será estabelecer áreas de melhoria através da ação documental sobre :

gerenciamento de laboratórios (sistema e operação);

métodos de análises (padronização e normalização);

gerenciamento de amostragem (rastreamento);

gerenciamento de resultados analíticos (registro e avaliação);

avaliação do Sistema de Garantia de Qualidade (auditoria);

revisão e controle de documentação de qualidade;

BIBLIOGRAFIA

1. Code of Practice for environmental laboratories, QAOL., 1989
2. QUEIRÓZ, G. M. Private communication with Quality Assurance Manager at LUBRIZOL Corporation, 1993
3. SGS Reedwood Quality Assurance Manual, 1990

4. MANUAL DA QUALIDADE PARA LABORATÓRIOS Guia para Elaboração - SENAI 1995

1 INTRODUÇÃO

As atividades gerenciais de implementação de procedimentos padrões de aplicação rápida que possibilitem uma tomada de decisão imediata sobre problemas vividos no dia-a-dia da maioria dos laboratórios fazem parte de um escopo maior de objetivos a serem prontificados com a implantação de nosso Sistema de Garantia de Qualidade CETEM. Sua função será estabelecer áreas de melhoria através da ação documental sobre :

gerenciamento de laboratórios (sistema e operação);
métodos de análises (padronização e normalização);
gerenciamento de amostragem (rastreamento);
gerenciamento de resultados analíticos (registro e avaliação);
avaliação do Sistema de Garantia de Qualidade (auditoria);
revisão e controle de documentação de qualidade;