
FICHA TÉCNICA

TÍTULO:

Guia RELACRE 9

ALGUNS EXEMPLOS DE CARTAS DE
CONTROLO EM LABORATÓRIOS DE
ANÁLISE QUÍMICA

EDIÇÃO: RELACRE

DESIGN GRÁFICO: RELACRE

CAPA: Alda Rosa

IMPRESSÃO: Espaço 2 Gráfico

TIRAGEM: 250 exemplares

DEPÓSITO LEGAL: 128000/98

ISBN: -972-96727-8-4

Guia RELACRE 9

EDIÇÃO: JULHO 98

ALGUNS EXEMPLOS



DE CARTAS DE CONTROLO



EM LABORATÓRIOS



DE ANÁLISE QUÍMICA



Este documento foi elaborado pelo GRUPO DE TRABALHO GT02

“CARTAS DE CONTROLO”

da COMISSÃO TÉCNICA RELACRE CTR03

“ENSAIOS QUÍMICOS”

O conteúdo é da responsabilidade dos que colaboraram na sua elaboração.

É intenção da RELACRE proceder à revisão deste documento sempre que se revele oportuno.

Na elaboração da presente edição colaboraram:

Nuno Soares Franco (<i>coordenador do GT</i>)	PETROGAL
Ana Sofia Ferraz	LABORATÓRIO TOMAZ
Augusto F. Rodrigues e Castro	SMAS Porto
Leopoldo Cortez	IPQ
Maria do Céu Bernardes	LPQ
Maria Guerra Prazeres	INETI
Miguel Baião	IST

Direitos de Autor protegidos
segundo legislação em vigor.
Proibida cópia total ou parcial sem
autorização escrita da RELACRE.

ÍNDICE

PREÂMBULO	<i>1</i>
1. INTRODUÇÃO	<i>1</i>
2. DEFINIÇÕES	<i>2</i>
2.1 Tipos de Cartas de controlo	<i>2</i>
2.2 Conteúdo das Cartas de Controlo	<i>2</i>
2.3 Materiais	<i>3</i>
3. UTILIZAÇÃO DAS CARTAS DE CONTROLO	<i>4</i>
4. EXEMPLOS DE CARTAS DE CONTROLO	<i>5</i>
4.1 I N E T I	<i>5</i>
4.2 IST: Laboratório de Análises	<i>10</i>
4.3 Laboratório Pró-Qualidade	<i>12</i>
4.4 Laboratório Tomaz: Análises Clínicas	<i>16</i>
4.5 Petrogal: Laboratório Galp de Lubrificantes	<i>19</i>
4.6 SMAS Porto	<i>26</i>
5. BIBLIOGRAFIA	<i>45</i>

PREÂMBULO

Com a elaboração do presente documento pretendeu-se apresentar alguns exemplos práticos de Cartas de Controlo elaboradas por alguns Laboratórios Químicos.

Este documento deve ser considerado como uma orientação e não como um guia a seguir.

É intenção da RELACRE proceder à revisão periódica deste documento, pelo que se agradece o envio de sugestões sobre eventuais alterações ou aditamentos.

1. INTRODUÇÃO

Nos Laboratórios de Química são praticados métodos de ensaio de grande variedade. A elaboração de cartas de controlo tem acima de tudo a ver com as necessidades inerentes a cada laboratório.

Pensamos que cada laboratório é um caso e que, dentro de cada laboratório, os métodos de ensaio são diferentes pelo que se torna impossível elaborar um Guia geral a seguir para todos os laboratórios e métodos de ensaio.

Por esta razão optou-se por se apresentarem casos práticos que podem vir a ser úteis a laboratórios que trabalhem na mesma área ou que pretendam instalar um sistema de controlo de qualidade.

Podemos dizer que a elaboração de uma carta de controlo depende do método de ensaio, da existência ou não de padrões, materiais de referência certificados ou não e da posterior utilização que se lhe quer dar.

As cartas de controlo não são a única ferramenta a utilizar, sendo no entanto muito utilizadas em condições de rotina dos métodos e sempre que seja possível repetir uma determinação de padrões de controlo ou de amostras de teores conhecidos, em cada sessão de trabalho e por cada lote de amostra.

Pensamos que os exemplos apresentados falam por si. Não foi objectivo deste documento apresentar uma descrição exaustiva sobre cartas de controlo, tipos, materiais e utilização, porque para tal existem os documentos que se indicam na bibliografia, mas sim lançar algumas pistas para quem quer começar.

2. DEFINIÇÕES

2.1 TIPOS DE CARTAS DE CONTROLO

Neste capítulo iremos, apenas, tentar apresentar uma definição para os tipos de cartas de controlo apresentadas e que em nosso entender são as mais comuns. É de salientar que existe uma maior variedade de tipos de cartas de controlo.

Cartas de Médias ou de Indivíduos: são cartas que representam ao longo do tempo um determinado parâmetro ou uma média em função do teor.

Cartas de Amplitude ou de Amplitude Móveis: são cartas que representam ao longo do tempo a diferença de valores entre vários ensaios repetidos (dois ou mais) do mesmo material ou de materiais diferentes dentro de uma determinada gama de trabalho.

2.2 CONTEÚDO DAS CARTAS DE CONTROLO

Como se pode ver, nos exemplos apresentados, as cartas de controlo contêm um conjunto de linhas que irão permitir ao operador saber se tem ou não o processo sob controlo.

Linha Central: é uma linha que poderá corresponder à média das leituras efectuadas ou à média dos desvios verificados.

Limite Superior de Controlo: é uma linha que poderá corresponder ao valor da linha central acrescida de $3s$ (situação mais comum), onde s representa o desvio padrão da grandeza a ser controlada. Este acréscimo depende fundamentalmente do rigor com que se pretende trabalhar, podendo por vezes tomar outro valor.

Limite Inferior de Controlo: é uma linha que poderá corresponder ao valor da linha central subtraída de uma grandeza definida por $3s$ (situação mais comum), onde s representa o desvio padrão das leituras. O valor desta grandeza depende fundamentalmente do rigor com que se pretende trabalhar.

Limite Superior de Alerta: muitas vezes é necessário definir uma linha que alerte o operador que poderá estar a entrar numa zona de perigo. É usual definir esta linha a partir da linha central acrescida de $2s$ se o limite superior de controlo tiver sido definido por $3s$ (situação mais comum), onde s representa o desvio padrão das leituras ou desvios.

Limite Inferior de Alerta: muitas vezes é necessário definir uma linha que alerte o operador que poderá estar a entrar numa zona de perigo. É usual definir esta linha a partir da linha central subtraída de $2s$ se o limite inferior de controlo tiver sido definido por $3s$ (situação mais comum), onde s representa o desvio padrão das leituras.

2.3 MATERIAIS

Para a elaboração de Cartas de Controlo pode-se utilizar uma grande variedade de materiais, tais como:

- Padrões Certificados;
- Materiais de Referência Certificados;
- Materiais de Referência Internos;
- Duplicados da mesma amostra ou de amostras diferentes.

Estes materiais têm de estar devidamente definidos, devem ser estáveis e apresentarem prazos de validade (quando aplicável).

Note-se, no entanto, que nem sempre se constróem Cartas de Controlo recorrendo aos materiais já citados. Outras situações ocorrem em que se controla, por exemplo, a temperatura, o tempo, a humidade ou outra grandeza. Nestes casos os materiais de controlo são instrumentos que permitam avaliar a grandeza que estamos a controlar.

3. UTILIZAÇÃO DAS CARTAS DE CONTROLO

As Cartas de Controlo permitem detectar possíveis situações anormais que possam ocorrer durante a execução dos métodos de ensaio. Estas Cartas são de extrema utilidade se forem elaboradas com um objectivo concreto. Como objectivos podemos citar, entre outros, os seguintes :

- Controlo de Equipamentos automáticos;
- Validação de Calibrações;
- Controlo da Precisão e Exactidão da técnica;
- Controlo das Operações inerentes à realização do método de ensaio

Associado a cada Carta de Controlo deve existir uma ficha de registo apropriada que indique ao operador o método de ensaio, o equipamento, o material utilizado, a data de elaboração da Carta de Controlo em vigor e a periodicidade da realização do método de ensaio com o respectivo material. Esta ficha deve conter um campo para o operador anotar os resultados encontrados, a data da realização do método de ensaio e a rubrica. O número de determinações a realizar para futura actualização dependerá da frequência com que o Laboratório realiza o método de ensaio.

Os Laboratórios devem indicar, para cada Carta de Controlo, qual o procedimento a adoptar para a sua actualização. Este procedimento varia de Laboratório para Laboratório e dentro do mesmo Laboratório de método para método de ensaio. Esta actualização dependerá da frequência com que o método de ensaio é realizado.

4. EXEMPLOS DE CARTAS DE CONTROLO

4.1 INETI

Dra. Maria Guerra Prazeres

4.1.1 Carta de Controlo de Valores Individuais

4.1.1.1 Carência Bioquímica de Oxigénio (CB05) - Ensaio em Branco com Adição de Inóculo

Introdução

No Laboratório a maior parte das determinações de CBO5 são efectuadas em amostras de efluentes que necessitam da adição de inóculo à água de diluição (ensaio em branco) a fim de que a matéria orgânica seja degradada nas perfeitas condições.

Na bibliografia faz-se referência aos valores a admitir no ensaio em branco, no entanto cada Laboratório sabe as condições em que trabalha, daí que deve fixar os seus próprios valores.

Assim, tornou-se importante para o Laboratório o controlo dos ensaios em branco uma vez que quer a água produzida no Laboratório quer o inóculo não apresentam sempre o mesmo teor de matéria orgânica, determinada a partir do consumo de oxigénio dissolvido. Utiliza-se um método interno para a determinação do CBO5, sendo o oxigénio dissolvido, após fixação, calculado por titulação do iodo libertado com solução de tiosulfato de sódio.

Os resultados obtidos são deste modo apresentados em volume gasto, expresso em mililitros (ml) de solução de tiosulfato de sódio, correspondente à diferença de volumes gastos na determinação do oxigénio dissolvido antes e após a incubação da água de diluição à temperatura de $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ e durante 5 dias.

Elaboração da carta de controlo

Com 30 ensaios em branco foram calculados os seguintes valores e elaborada a carta de controlo.

TABELA 1A

SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL	SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL
1	0,502	16	0,695
2	0,484	17	0,616
3	0,325	18	0,672
4	0,178	19	0,557
5	0,572	20	0,319
6	0,424	21	0,408
7	0,523	22	0,275
8	0,395	23	0,346
9	0,850	24	0,497
10	0,710	25	0,707
11	0,326	26	0,315
12	0,237	27	0,334
13	0,622	28	0,464
14	0,672	29	0,447
15	0,405	30	0,337

Média (\bar{x}) = 0,474 ml Na₂S₂O₃

Desvio padrão (s) = 0,17 ml Na₂S₂O₃

Limite de aviso superior (LAS) = $\bar{x} + 2s$ = 0,804 ml Na₂S₂O₃

Limite de controlo superior (LCS) = $\bar{x} + 3s$ = 0,969 ml Na₂S₂O₃

Limite de aviso inferior (LAI) = $\bar{x} - 2s$ = 0,143 ml Na₂S₂O₃

Limite de controlo inferior (LCI) = $\bar{x} - 3s$ = 0,0 ml Na₂S₂O₃

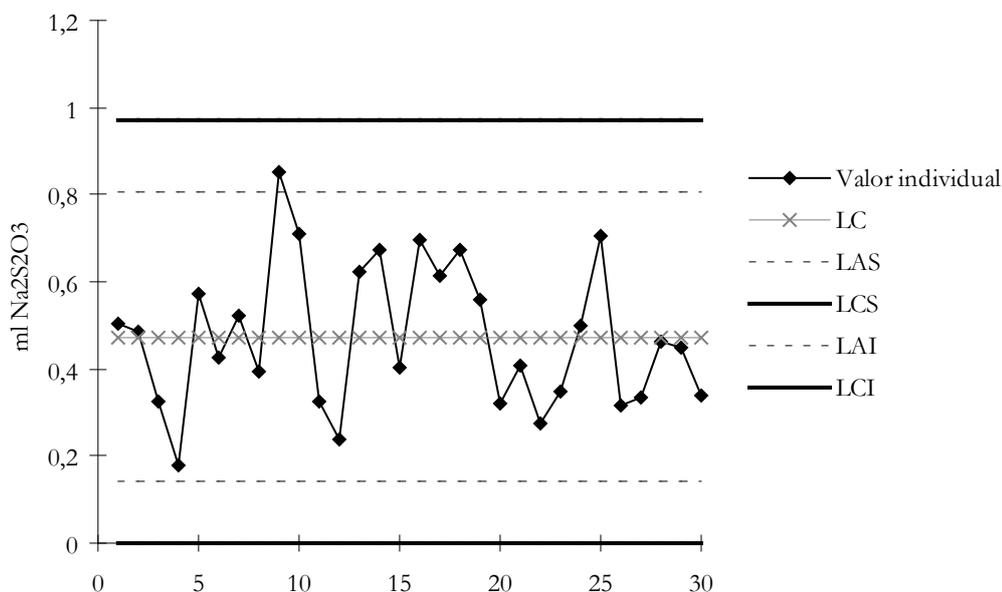


FIGURA 1A

Carta de controlo de valores individuais.
Determinação de CBO₅ - ensaio em branco com adição de inóculo.

Aceitação dos resultados

Nesta carta de controlo o que mais interessa ao Laboratório é saber qual o valor relativo ao limite de controlo superior e que corresponde ao volume máximo de tiosulfato de sódio gasto na água de diluição com inóculo (ensaio em branco).

No caso presente todos os valores superiores a 0,969 ml serão rejeitados, isto é a determinação da carência bioquímica de oxigénio terá que ser repetida.

Elaboração de nova carta de controlo

Ao fim de 30 ensaios foram recalculados os novos limites, em que também foram utilizados os 10 últimos ensaios da carta de controlo anterior.

Os novos limites foram os seguintes:

TABELA 1B

SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL	SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL
1	0,408	21	0,750
2	0,275	22	0,230
3	0,346	23	0,330
4	0,497	24	0,500
5	0,707	25	0,350
6	0,315	26	0,400
7	0,334	27	0,300
8	0,464	28	0,680
9	0,447	29	0,350
10	0,337	30	0,340
11	0,660	31	0,280
12	0,580	32	0,380
13	0,520	33	0,340
14	0,520	34	0,310
15	0,530	35	0,380
16	0,680	36	0,290
17	0,480	37	0,590
18	0,540	38	0,420
19	0,480	39	0,490
20	0,420	40	0,680

Média : 0,445 ml

Desvio padrão: 0,14 ml

Limite de aviso superior: 0,722 ml

Limite de controlo superior: 0,860 ml

Limite de aviso inferior: 0,174 ml

Limite de controlo inferior: 0,037 ml

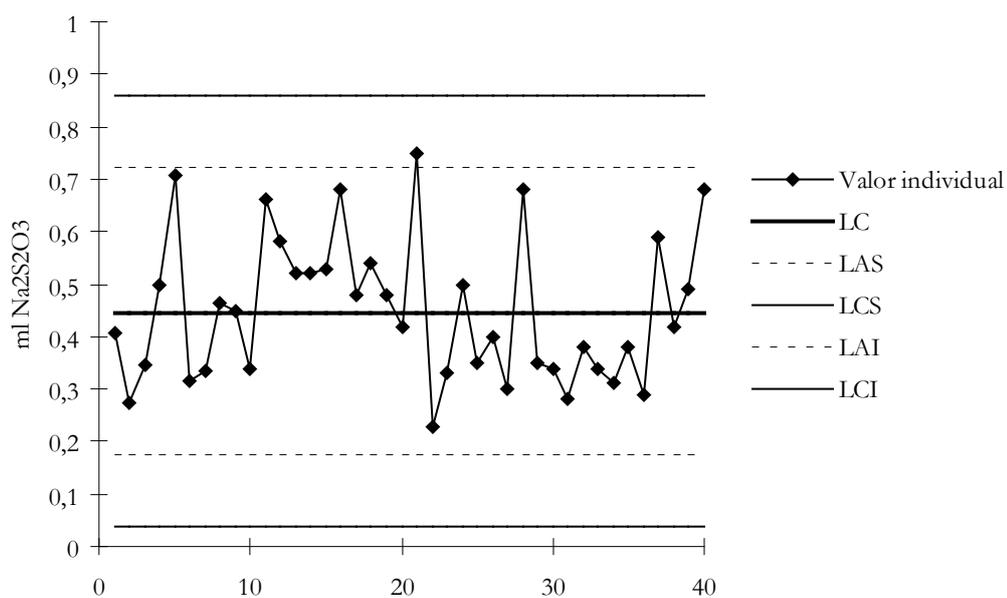


FIGURA 1B

Carta de Controlo corrigida.

Determinação de CBO5 – Ensaio em branco com adição de inóculo.

4.1.1.2 Determinação de chumbo por espectrometria de absorção atómica em águas e efluentes. Ensaio de recuperação.

Introdução

Com vista a avaliar todo o método de análise desde a preparação da amostra (ataques por via húmida), até ao resultado analítico, é adicionada uma quantidade conhecida de padrão a uma das tomas de análise.

A concentração de chumbo obtida deverá corresponder à soma da concentração da amostra e da concentração do padrão adicionado.

Os valores da recuperação são indicados em percentagem.

Antes da elaboração da carta de controlo os limites de aceitação para os ensaios de recuperação foram entre 80% e 120%.

Elaboração da carta de controlo

Com 24 ensaios de recuperação foram calculados os seguintes valores e elaborada a carta de controlo.

TABELA 1C

SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL	SEQUÊNCIA	VALOR INDIVIDUAL
1	95,6	13	103,6
2	100,4	14	103,6
3	96,8	15	96,4
4	100,0	16	98,4
5	108,0	17	98,4
6	98,4	18	90,4
7	94,8	19	94,8
8	105,2	20	99,2
9	95,2	21	109,2
10	84,0	22	94,8
11	100,0	23	92,4
12	101,2	24	94,8

Média: 98,2 %

Desvio padrão: 5,55%

Limite de aviso superior: 109,3%

Limite de controlo superior: 114,8 %

Limite de aviso inferior: 87,0 %

Limite de controlo inferior: 81,5 %

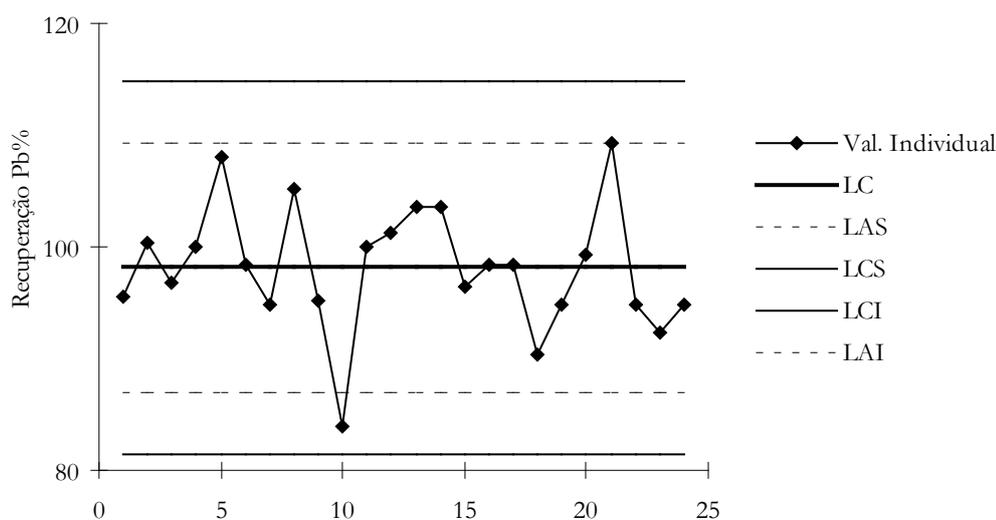


FIGURA 1C
Carta de controlo de ensaios de recuperação de chumbo por espectrometria de absorção atómica

4.2 IST: LABORATÓRIO DE ANÁLISES

Eng^o Miguel Baião

Exemplo

O Valor Máximo Admissível para o parâmetro Hidrocarbonetos Totais em águas para consumo humano é de 10 µg/l, valor este extremamente difícil de garantir com o método analítico recomendado para a sua determinação (extracção com solvente orgânico - espectrofotometria de I.V.), uma vez que o número de passos envolvidos é elevado e alguns bastante críticos, como é o caso da descontaminação do material de vidro utilizado.

Particularmente crítica é a descontaminação da ampola de decantação onde vai ser efectuada a extracção da amostra a analisar: caso a ampola não esteja bem descontaminada, é muito provável aparecerem hidrocarbonetos ou óleos e gorduras no extracto não provenientes da amostra, contaminação esta que facilmente ultrapassa os 10 µg/l. Por outro lado, o solvente actualmente recomendado (triclorotrifluoroetano) para a extracção é muito caro (cerca de 10.000\$00 / litro) para além de ser um fréon e, como tal, nocivo para o ambiente.

Assim, deve este passo do método ser o mais eficiente possível, ou seja, há que ter a garantia de que a descontaminação é, de facto, efectiva gastando-se o mínimo possível de solvente para este fim.

Para cumprir este objectivo, no Laboratório de Análises do I.S.T., construiu-se uma carta de controlo de indivíduos a partir de valores de absorvância (obtidos por I.V.) de solvente após adequado e optimizado procedimento de descontaminação das ampolas.

Deste modo, a partir de 30 valores de absorvância previamente obtidos, chegou-se aos seguintes valores para a média e para o desvio-padrão:

$$\bar{X}_{\text{abs}} = 0.0020$$

$$S_{\text{abs}} = 0.0012$$

Os valores para os limites de aviso e de controlo (arredondados à 3ª casa decimal tal como obtidos pelo espectrofotómetro) são os seguintes:

- L.A.S. (Limite de Aviso Superior) = $\bar{X} + 2s = 0.004$
- L.C.S. (Limite de Controlo Superior) = $\bar{X} + 3s = 0.006$
- L.A.I. (Limite de Aviso Inferior) = $\bar{X} - 2s = 0.000$
- L.C.I. (Limite de Controlo Inferior) = $\bar{X} - 3s = -0.002$

A carta de controlo obtida é a seguinte, onde se encontram representados valores obtidos posteriormente:

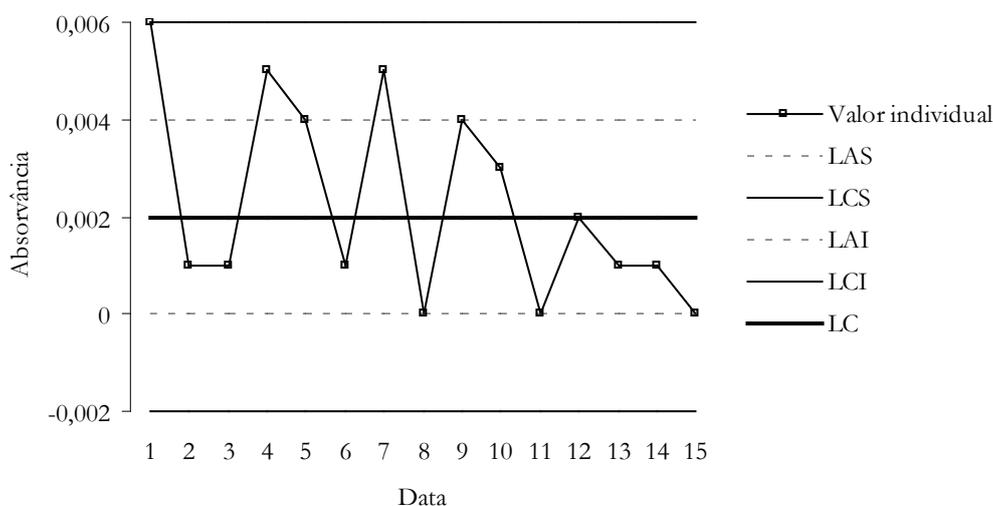


FIGURA 2

Assim, quando se obtêm valores entre os Limites de Aviso e de Controlo Superiores, a ampola sofre mais um passo de descontaminação não sendo necessário proceder a nova verificação ; no caso de se obter valores acima do Limite de Controlo Superior procede-se a mais passos de descontaminação e posterior verificação.

Note-se que, neste caso concreto, a obtenção de valores abaixo do Limite de Aviso Inferior não representa qualquer problema.

4.3 LABORATÓRIO PRÓ-QUALIDADE

Eng^a Maria do Céu Bernardes

4.3.1 Introdução

Julgamos ser do interesse dos laboratórios químicos em geral, efectuar uma compilação de exemplos de cartas de controlo, que alguns laboratórios associados da Relacre executam, para apoio ao sistema de controlo de qualidade instalado em cada laboratório.

Os exemplos apresentados podem ser úteis a laboratórios que trabalham na mesma área ou que pretendam instalar um sistema de controlo de qualidade.

As cartas de controlo não são a única ferramenta a utilizar para este efeito, sendo no entanto muito utilizadas em condições de rotina dos métodos e sempre que seja possível repetir uma determinação de padrões de controlo ou de amostras de teores conhecidos, em cada sessão de trabalho e por cada lote de amostras.

4.3.2 Definições

4.3.2.1 Tipos de cartas de controlo

Cartas de Médias ou de Indivíduos: Representação ao longo do tempo de um determinado parâmetro ou de uma média num gráfico de tempo versus teor.

Nesse gráfico existem 3 a 5 linhas de apoio: a linha central (LC), que normalmente é a média das primeiras (10 ou mais) leituras efectuadas; duas linhas de aviso, superior e inferior (LAS e LAI), que normalmente são a $LC+2s$ e $LC-2s$ e duas linhas de controlo superior e inferior (LCS e LCI) que normalmente são a $LC+3s$ e $LC-3s$.

Cartas de Amplitudes ou de Amplitudes Móveis: Representação ao longo do tempo da diferença de valores entre vários ensaios repetidos (2 ou mais) do mesmo material ou de materiais diferentes dentro da mesma gama de trabalho.

Neste gráfico existem normalmente 3 linhas de apoio: a linha central (R) que é normalmente a média dos desvios das primeiras (10 ou mais) réplicas; a linha de aviso (LA) e a linha de controlo (LC).

4.3.2.2 Conteúdo Carta de Controlo de Amplitudes Móveis

Exemplo:

Determinação de Alcalinidade

Indivíduos - Duplicados de amostras

A utilização de uma carta de controlo na determinação de alcalinidade, surgiu pela necessidade de controlar a concentração do titulante utilizado na determinação, efectuada por potenciometria - método automático.

Para cada amostra a utilizar na carta de controlo é necessário efectuar 3 réplicas. Duas das réplicas são analisadas numa 1ª data e a terceira réplica é analisada numa 2ª data. Efectua-se a média dos dois valores iniciais da 1ª data, e calcula-se a diferença (amplitude) relativamente ao valor da 2ª data. Este valor de diferença dá entrada na carta de controlo construída com os valores análogos de outras amostras.

Os resultados obtidos para as 1ªs 20 amplitudes, foram utilizados na construção da 1ª carta de controlo, de acordo com a ISO 8258:1991, como se descreve a seguir:

- Linha central - R-Média das Amplitudes
- Linha de Controlo Superior - D4R $D4=3.267$
- Amplitudes (mg/L) - 1ºs 20 valores

Os resultados obtidos para o 2º grupo de 20 amplitudes deram entrada numa segunda carta de controlo, construída a partir dos seguintes parâmetros (ISO 8258:1991):

LC=d2s s - desvio padrão

LCS= D2S d2=1.128 D2=3.687 LAS=D'2S D'2=2.834

Estes parâmetros foram calculados com base nos 1ºs 20 pontos da 1ª carta.

TABELA 2A

AMPLITUDES		
Mg/L	LC	LCS
3,5	2,08	6,8
6,2	2,08	6,8
3,65	2,08	6,8
0,3	2,08	6,8
4,05	2,08	6,8
5,4	2,08	6,8
3,75	2,08	6,8
0,3	2,08	6,8
2,6	2,08	6,8
0,5	2,08	6,8
2,2	2,08	6,8
0,8	2,08	6,8
1,1	2,08	6,8
0,3	2,08	6,8
2	2,08	6,8
0,35	2,08	6,8

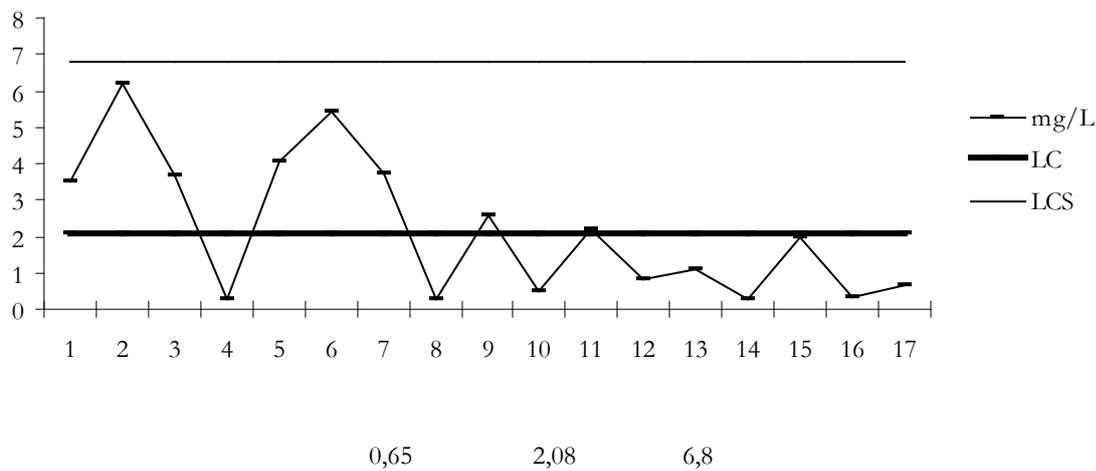


FIGURA 3A

Carta de Controlo de Amplitudes Móveis
 1ª Carta de Controlo para parâmetros desconhecidos

TABELA 2B

AMPLITUDES			
mg/L	LC	LCS	LAS
1,65	2,09	6,84	5,26
0,9	2,09	6,84	5,26
0,55	2,09	6,84	5,26
1,55	2,09	6,84	5,26
0,25	2,09	6,84	5,26
2,95	2,09	6,84	5,26
0,95	2,09	6,84	5,26
2,6	2,09	6,84	5,26
0,5	2,09	6,84	5,26
0,2	2,09	6,84	5,26
0,85	2,09	6,84	5,26
0,55	2,09	6,84	5,26
3,3	2,09	6,84	5,26
0,1	2,09	6,84	5,26
0,7	2,09	6,84	5,26

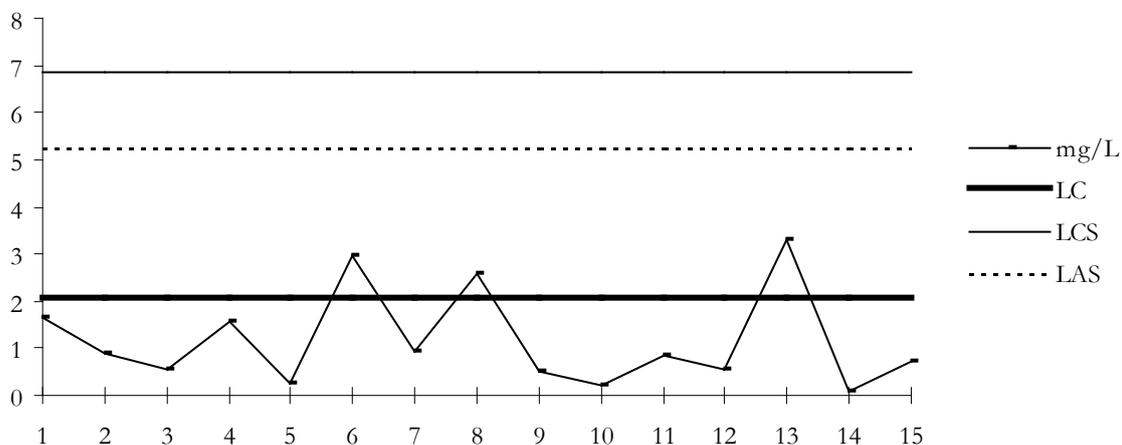


FIGURA 3B

Carta de Controlo de Amplitudes Móveis
 2ª Carta de Controlo com parâmetros conhecidos

4.4 LABORATÓRIO TOMAZ - ANÁLISES CLÍNICAS

Dr^a Ana Sofia Ferraz

4.4.1 Cartas de Controlo para Controlo Interno do Laboratório em Análises Clínicas - Monitrol

Exemplo

Determinação da glicose no soro em aparelho automático DuPont (Dimension XL)

A utilização destas cartas de controlo tem como objectivos a validação da calibração feita no aparelho automático e a avaliação da precisão e exactidão da técnica bem como do funcionamento do aparelho.

Como é aconselhável definir a precisão do trabalho em valores fisiológicos e patológicos, utilizamos um soro de controlo com valores fisiológicos - Monitrol Normal e outro com valores patológicos - Monitrol Anormal.

O soro de controlo, normal ou patológico, com concentração conhecida de glicose, é doseado concomitantemente às amostras desconhecidas e o resultado obtido é marcado na carta, correlacionando a concentração encontrada com o dia da dosagem. Sempre que o valor sai fora dos limites de controlo a análise será repetida e são verificadas todas as outras condicionantes.

Estas cartas de controlo referem-se ao mês de Fevereiro de 1997.

Nestas cartas de controlo o eixo das abcissas corresponde aos dias de dosagem e o eixo das ordenadas a valores de concentração de glicose (mg/dl), encontrando-se neste último os valores da Média, Limite de Aviso Superior (L.A.S) e Inferior (L.A.I.), Limite de Controlo Superior (L.C.S) e Inferior (L.C.I.), o valor Teórico do Soro Controlo (Monitrol) e os Valores Individuais dos resultados obtidos.

L.A.S. = Média + 2s

L.A.I. = Média - 2s

L.C.S. = Média + 3s

L.C.I. = Média - 3s

s - desvio padrão

TABELA 3A
 Monitrol Normal

Data	Resultado	Média	L.A.S	L.A.I.	L.C.S.	L.C.I.	Valor teórico
01-fev	78	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
03-fev	79	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
04-fev	77	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
05-fev	77	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
06-fev	74	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
07-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
08-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
10-fev	74	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
12-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
13-fev	78	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
14-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
15-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
17-fev	74	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
18-fev	75	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
19-fev	74	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
20-fev	75	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
21-fev	77	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
22-fev	77	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
24-fev	75	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
25-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
26-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
27-fev	76	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9
28-fev	77	76,04	78,81	73,27	80,04	72,04	75,9

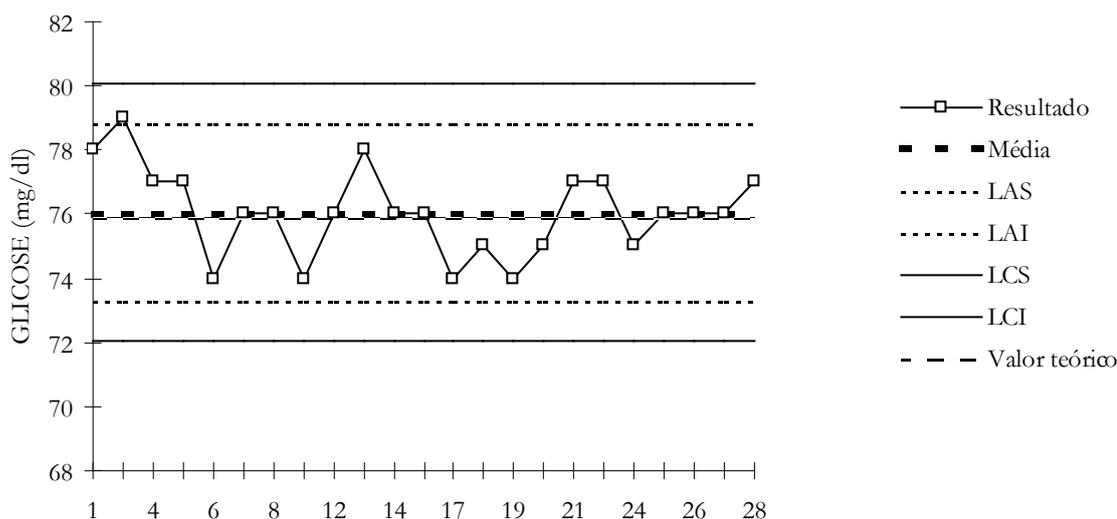


FIGURA 4A
 Carta de Controle, relativa à determinação de glicose no soro em aparelho automático Dupont (Dimension XL), para valores fisiológicos.

TABELA 3B
MONITROL ANORMAL

DATA	RESULTADO	MÉDIA	L.A.S.	L.A.I	L.C.S.	L.C.I	VALOR TEÓRICO
01-fev	225	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
03-fev	239	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
04-fev	235	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
05-fev	235	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
06-fev	234	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
07-fev	233	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
08-fev	232	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
10-fev	230	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
12-fev	235	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
13-fev	229	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
14-fev	223	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
15-fev	228	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
17-fev	226	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
18-fev	227	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
19-fev	224	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
20-fev	231	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
21-fev	231	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
22-fev	228	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
24-fev	224	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
25-fev	231	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
26-fev	232	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
27-fev	230	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233
28-fev	229	230,0	238,2	221,8	242,3	217,7	233

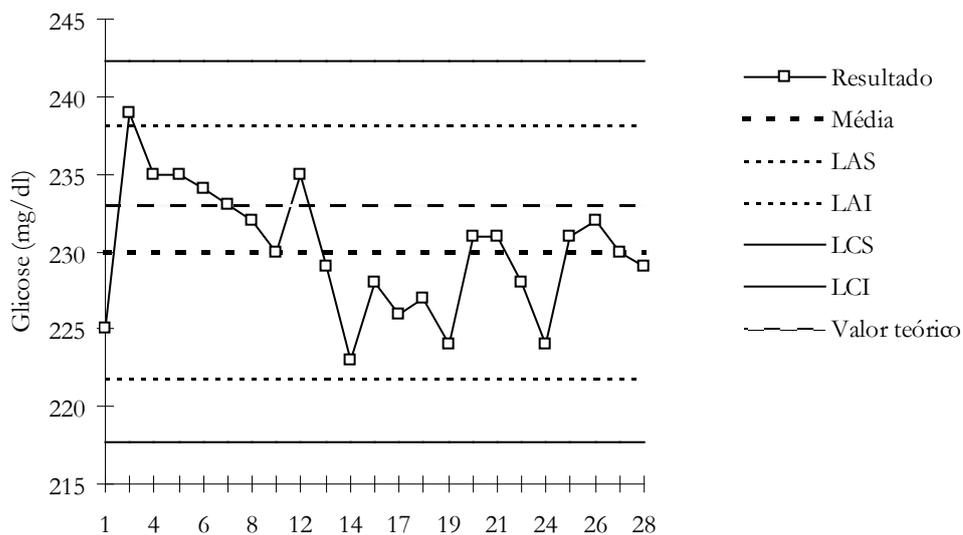


FIGURA 4B

Carta de Controlo, relativa à determinação de glicose no soro em aparelho automático Dupont (Dimension XL), para valores patológicos.

4.5 PETROGAL, S.A.: LABORATÓRIO GALP DE LUBRIFICANTES

Eng^o Nuno Soares Franco

4.5.1 Elaboração e utilização das cartas de controlo

O Laboratório Galp de Lubrificantes só elabora Cartas de Controlo para métodos de ensaio se, a partir delas, conseguir tirar dividendos. Elaborar Cartas de Controlo só para dizer que as faz, mas não tirar delas quaisquer informações é uma perda de tempo e envolve custos desnecessários que devem ser canalizados para outros fins. Neste Laboratório as Cartas de Controlo são utilizadas para controlo dos equipamentos, dos procedimentos e na qualificação dos operadores. Nenhum operador é dado como apto a realizar um determinado método de ensaio, para o qual existe uma Carta de Controlo, sem que evidencie que os resultados encontrados durante vários dias, para o Material de referência, estejam dentro dos limites de controlo.

Antes de se construir uma Carta de Controlo, tem que ser definido rigorosamente o fim a que se destina, bem como o número mínimo de pontos, os operadores e equipamentos intervenientes e o procedimento de utilização. Na elaboração das Cartas de Controlo, o Laboratório Galp de Lubrificantes, tem utilizado como política, que os pontos a serem utilizados têm de ser obtidos por todos os operadores qualificados para a realização do método de ensaio em causa e com todos os equipamentos em condições de realizar esse mesmo método de ensaio.

Este só tem vindo a elaborar Cartas de Controlo para equipamentos automáticos. Esta filosofia está relacionada com a necessidade de se saber em cada instante se o processo está ou não sobre controlo.

A inexistência de Padrões e Materiais de Referência Certificados para lubrificantes, fez com que se utilizassem, como Materiais de Referência, lubrificantes acabados requisitados directamente ao Armazém e/ou lubrificantes preparados laboratorialmente segundo determinadas especificações.

Quando se pretende elaborar Cartas de Controlo é fundamental que o Material de Referência utilizado apresente uma estabilidade prolongada. O Laboratório Galp de Lubrificantes definiu, para cada Carta de Controlo, o tipo de carta a elaborar, o Material de Referência a utilizar, o seu tempo de validade e os métodos de ensaio a realizar (incluindo a periodicidade) de modo a garantir a sua estabilidade. Em anexo apresentamos as fichas dos Materiais de Controlo que foram utilizados na elaboração e acompanhamento das Cartas de Controlo que se apresentam como exemplos.

Para a elaboração das Cartas de Controlo utilizaram-se 20 pontos. Como limites de controlo considerou-se o intervalo $\bar{x} \pm 3\sigma$, onde \bar{x} representa a média dos resultados e σ o desvio padrão.

Dependendo do número diário de ensaios praticados, assim os operadores têm, com uma certa periodicidade previamente definida, que ensaiar o Material de Referência. Se o resultado encontrado estiver dentro dos limites de controlo poderemos dizer que o processo está sob controlo. Se o resultado sair fora dos limites de controlo, o operador terá que repetir o método de ensaio. Se na repetição o valor entrar no intervalo de controlo o sistema está em condições de trabalhar em rotina. Se na repetição o valor continuar a sair fora dos limites de controlo há que analisar se o procedimento foi devidamente realizado, se o equipamento está em condições procedendo aos testes necessários e/ou se o material de referência perdeu a estabilidade.

Em conclusão, para cada método de ensaio há que definir o tipo de Carta de Controlo a elaborar, o Material de Referência a utilizar e a metodologia a seguir no acompanhamento. Cada caso é um caso e torna-se impossível, em nossa opinião, definir uma metodologia a seguir para todo e qualquer método de ensaio / equipamento.

4.5.1.1 Materiais de Referência

τ MR.36

Produto:

Designação: Galp Camius 20W40
Lote: P 501619

Prazos de validade:

Lote: 2 anos a partir de 96.01.24
Embalagem de 5 litros: 4 meses após abertura

Controlo da estabilidade:

Características a controlar:

- Viscosidade Cinemática a 40 °C
- Viscosidade Cinemática a 100 °C
- Teor em Ca por ICP
- Teor em Mg por ICP

Periodicidade dos Controlos: Sempre que se abre uma embalagem de 5 litros

Critérios de aceitabilidade:

- **Viscosidade Cin. a 40 °C:** Desvios inferiores a $\pm 1\%$ do valor inicial
- **Viscosidade Cin. a 100 °C:** Desvios inferiores a $\pm 1\%$ do valor inicial
- **Teor em Ca por ICP:** Desvios inferiores a ± 50 ppm do valor inicial
- **Teor em Mg por ICP:** Desvios inferiores a ± 50 ppm do valor inicial

Armazenagem:

Local: Sala de Padrões (S1.06)
Embalagens: Metálicas de 5 litros hermeticamente fechadas

TABELA 4

Registo dos controlos de estabilidade

CARACTERÍSTICAS	VALORES ENCONTRADOS				
	Inicial 96.01.24	1º Controlo 96.06.14	2º Controlo 96.xx.xx	3º Controlo 97.03.03	4º Controlo 96.xx.xx
Visc. A 40 °C	141.2 mm ² /s	140.2 mm ² /s		140.1 mm ² /s	
Visc. A 100 °C	16.15 mm ² /s	16.11 mm ² /s		16.10 mm ² /s	
Teor em Ca	2548 ppm	2566 ppm		2541 ppm	
Teor em Mg	477 ppm	490 ppm		489 ppm	

τ MR.37

Produto:

Designação: Galp Hidrolep 68
Lote: P 501664

Prazos de validade: 1 ano a partir de 96.01.24

Armazenagem:

Local: Sala de Padrões (S1.06)
Embalagens: De vidro castanho de 1 litro hermeticamente fechadas, e colocadas dentro de caixas de madeira ao abrigo da luminosidade

τ MR.38

Produto:

Designação: Galp Diesel 30
Lote: P 600027

Prazos de validade: 1 ano a partir de 96.01.24

Armazenagem:

Local: Sala de Padrões (S1.06)
Embalagens: Metálicas de 1 litro hermeticamente fechadas

NOTA:

O Material de Referência de cada embalagem é inutilizado após realização de cada ensaio simples ou em duplicado.

CARTA DE CONTROLO

NÚMERO DE ACIDEZ - ASTM D664

DETERMINAÇÕES		LEITURAS		
N.º	DATAS	NA		
1	96.02.26	0,61	Equipamento:	INS 00016
2	96.03.08	0,61		
3	96.03.12	0,61		
4	96.03.18	0,63	Material de Referência:	MR.37
5	96.03.25	0,61		
6	96.04.01	0,62		
7	96.04.10	0,62	Média (x):	0,613 mgKOH/g
8	96.04.15	0,61		
9	96.04.23	0,61		
10	96.04.29	0,61	Desvio Padrão:	0,009 mgKOH/g
11	96.05.06	0,63		
12	96.05.14	0,61		
13	96.05.20	0,60	Desvio Padrão Médio:	0,002 mgKOH/g
14	96.05.28	0,62		
15	96.06.14	0,61		
16	96.06.24	0,62	Limite Superior de Controlo:	0,639 mgKOH/g
17	96.07.02	0,60		
18	96.07.08	0,61		
19	96.07.16	0,60	Limite Inferior de Controlo:	0,587 mgKOH/g

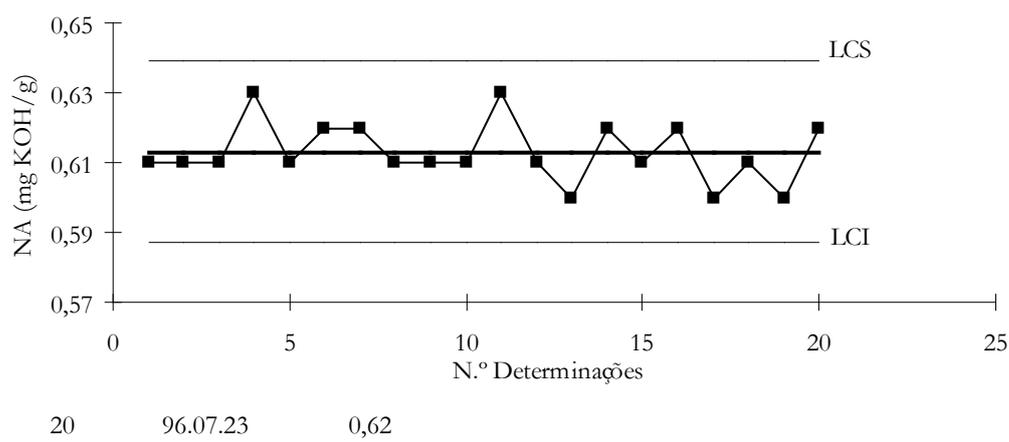


FIGURA 5A

Carta de Controlo

Data: 96.08.20

Elaborado por: _____

Visto por: _____

CARTA DE CONTROLO
 VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 40° C - ASTM D445
 APARELHO AUTOMÁTICO

DETERMINAÇÕES		LEITURAS
N.º	Datas	(mm ² /s)
1	96.07.15	141,9
2	96.07.22	138,7
3	96.07.30	141,5
4	96.08.05	139,6
5	96.08.12	139,6
6	96.08.20	142,1
7	96.08.26	140,9
8	96.09.02	139,7
9	96.09.10	138,7
10	96.09.16	141,3
11	96.09.26	137,3
12	96.09.30	138,9
13	96.10.07	139,2
14	96.10.14	143,0
15	96.10.23	138,5
16	96.10.28	140,9
17	96.11.07	142,8
18	96.11.11	139,4
19	96.11.19	140,3
20	96.11.25	140,1

Equipamento: VIS 00005

Material de Referência: MR.36

Média (x): 140,22 mm²/s

Desvio Padrão: 1,54 mm²/s

Desvio Padrão Médio: 0,35 mm²/s

Limite Superior de Controlo: 144,84 mm²/s

Limite Inferior de Controlo: 135,60 mm²/s

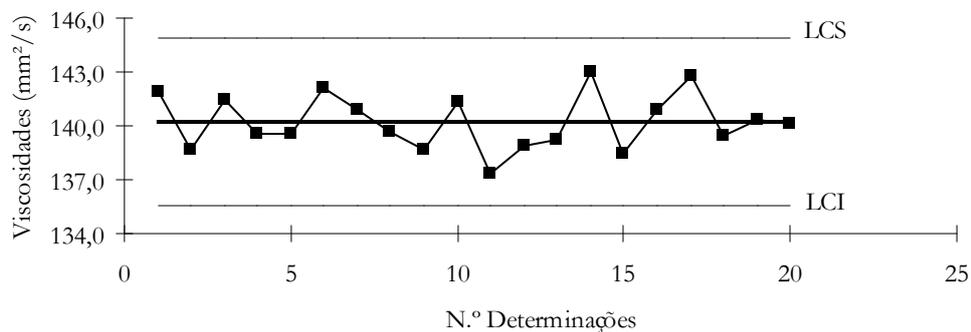


FIGURA 5B
 Carta de controlo

Data: 96.11.27

Elaborado por: _____

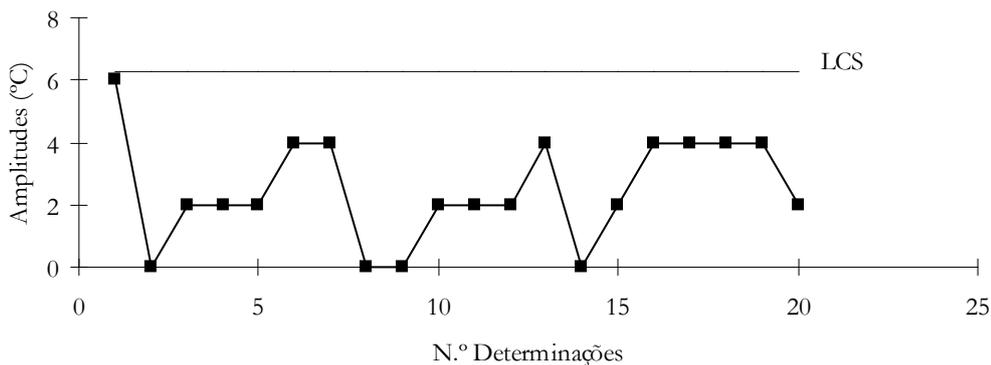
Visto por: _____

CARTA DE CONTROLO

PONTO DE INFLAMAÇÃO EM VASO ABERTO - ASTM D92

APARELHO AUTOMÁTICO

DETERMINAÇÕES		LEITURAS (°C)		AMPLIT.		
N.º	DATAS	1ª	2ª	(°C)		
1	96.07.15	248	242	6	Equipamento:	ENS 01010
2	96.07.23	248	248	0		
3	96.07.29	244	242	2		
4	96.08.05	250	248	2	Material de Referência:	MR.38
5	96.08.12	248	250	2		
6	96.08.19	250	246	4	Média das Amplitudes:	3°C
7	96.08.26	248	244	4		
8	96.09.02	248	248	0		
9	96.09.09	248	248	0	Desvio Padrão:	1,3°C
10	96.09.16	252	250	2		
11	96.09.23	250	248	2		
12	96.09.30	246	248	2	Desvio Padrão Médio:	0,3°C
13	96.10.07	252	248	4		
14	96.10.14	248	248	0		
15	96.10.22	246	248	2	Limite Superior de Controlo:	6,3°C
16	96.10.28	242	246	4		
17	96.11.05	250	246	4		
18	96.11.11	244	248	4		
19	96.11.18	244	248	4		
20	96.11.25	246	244	2		

**FIGURA 5C**

Carta de controlo

Data: 96.11.27

Elaborado por: _____ Visto por: _____

4.6 S M A S - PORTO

ENGº AUGUSTO FERNANDO RODRIGUES E CASTRO

4.6.1 Procedimento interno para elaboração/utilização de Cartas de Controlo (para métodos de ensaio)

Um dos meios utilizados no laboratório para Controlo da Qualidade Interno é a utilização de Cartas de Controlo (CC). O principal objectivo do emprego deste tipo de ferramenta estatística é o de visualizar a evolução e controlar continuamente os resultados obtidos nos métodos que são praticados internamente. Além disso, e quando aplicável, as Cartas de Controlo, nomeadamente as cartas de amplitudes, de amplitudes móveis e de duplicados de amostras, funcionam como um meio para a determinação e controlo da precisão intermédia de cada método(ISO 5725/6).

As Cartas de Controlo permitem detectar possíveis situações anormais/erros que possam ocorrer durante a execução dos métodos de ensaio. Deste modo, quando um método de análise se encontra sobre controlo estatístico, é possível afirmar que as fontes de variação do método se devem apenas a factores aleatórios. No entanto, pode acontecer que o método esteja a ser afectado por erros sistemáticos, cuja avaliação é feita através de estudos pontuais de exactidão do método, após estabilização/controlo estatístico do mesmo.

Fundamentalmente, utilizam-se neste laboratório de análises três tipos de controlo:

- Cartas de Controlo da média e de amplitudes;
- Cartas de Controlo de indivíduos e de amplitudes móveis ;
- Cartas de Controlo de duplicados de amostras.

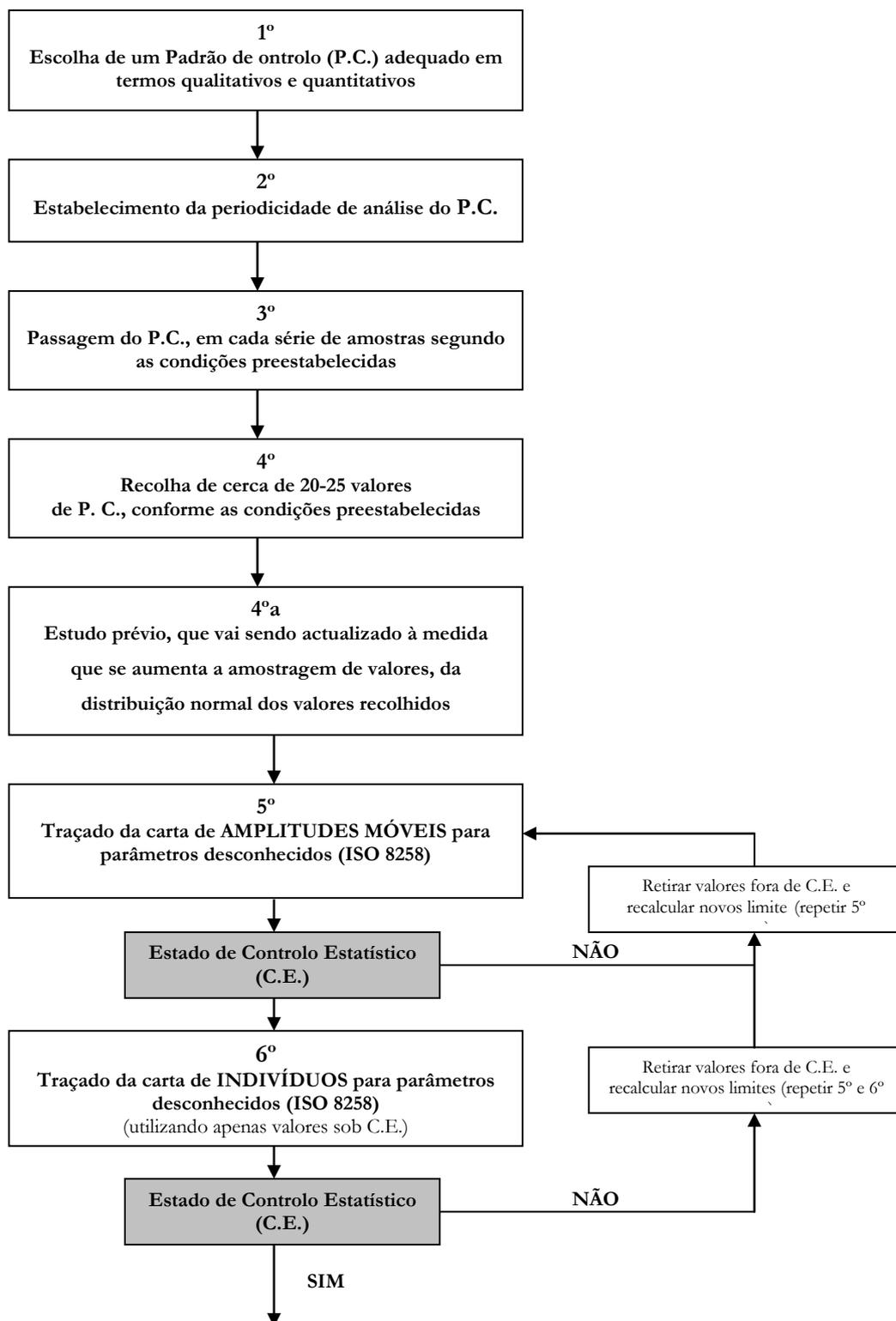
A elaboração e utilização das Cartas de Controlo são baseadas na norma ISO 8258 (“Cartes de contrôle de Shewart”) e em parte na norma ISO 7870. No caso das Cartas de Controlo de duplicados de amostra, além da norma ISO 8258 utilizada para o traçado deste tipo de carta, foi também aplicada a norma ASTM D3856-88. Periodicamente as Cartas de Controlo, que são baseadas inicialmente em parâmetros desconhecidos (“sem valores típicos conhecidos”), são actualizadas utilizando para o efeito todos os pontos, excluindo os fora de controlo que são obtidos e representados na última carta de controlo. Este ciclo elaboração/utilização/actualização é repetido até chegar a altura em que se considere que a amostragem de valores recolhidos é significativamente

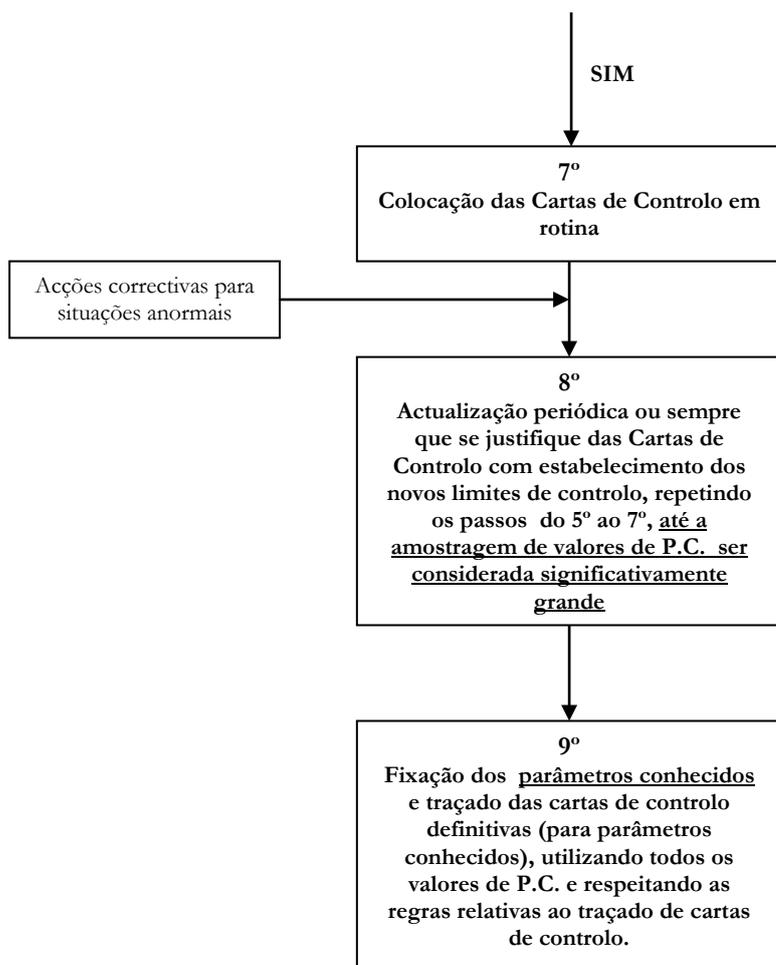
grande. A partir de então, passam-se a utilizar os parâmetros conhecidos (“valores típicos conhecidos”) e fixam-se deste modo os limites de controlo de rejeição e de aviso, assim como os valores médios.

Sempre que ocorrem situações anómalas, são desencadeadas acções correctivas pré-estabelecidas, baseadas em parte no “STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER, 18TH EDITION, 1995 “

Em seguida são descritos os procedimentos internos do laboratório para a elaboração/utilização das Cartas de Controlo para cada um dos tipos de Controlo atrás referidos.

CARTAS DE CONTROLO DE INDIVÍDUOS E AMPLITUDES MÓVEIS com *PADRÃO DE CONTROLO*





Expressões de cálculo: (para parâmetros desconhecidos)

Carta de Indivíduos

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } \bar{X} + \frac{3}{d_2} * \bar{R}$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } \bar{X} + \frac{2}{d_2} * \bar{R}$$

$$\text{Linha Central (Média): } \bar{X}$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } \bar{X} - \frac{2}{d_2} * \bar{R}$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } \bar{X} - \frac{3}{d_2} * \bar{R}$$

Sendo:

$$d_2 = 1,128$$

Carta de Amplitudes Móveis

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } D_4 * \bar{R}$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } D'_4 * \bar{R}$$

$$\text{Linha Central (Amplitude Média): } \bar{R}$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } D'_3 * \bar{R}$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } D_3 * \bar{R}$$

Sendo:

$$D'_3 = D_3 = 0$$

$$D'_4 = 2,512$$

$$D_4 = 3,267$$

- Sendo \bar{X} a média aritmética dos valores individuais recolhidos (subgrupos de dimensão 1);
- Sendo \bar{R} a média aritmética das amplitudes móveis (diferença, em módulo, entre o valor do padrão de controlo de uma análise/dia e o valor do padrão de controlo da análise/dia anterior) dos subgrupos de dimensão 1.

Expressões de cálculo: (para parâmetros conhecidos)

Carta de Indivíduos

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } \mu + 3 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } \mu + 2 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Linha Central: } \mu$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } \mu - 2 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } \mu - 3 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

Carta de Amplitudes Móveis:

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } D_2 * S$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } D'_2 * S$$

$$\text{Linha Central: } d_2 * S$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } D'_1 * S$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } D_1 * S$$

Sendo:

$$n = 1$$

$$D'_1 = D_1 = 0$$

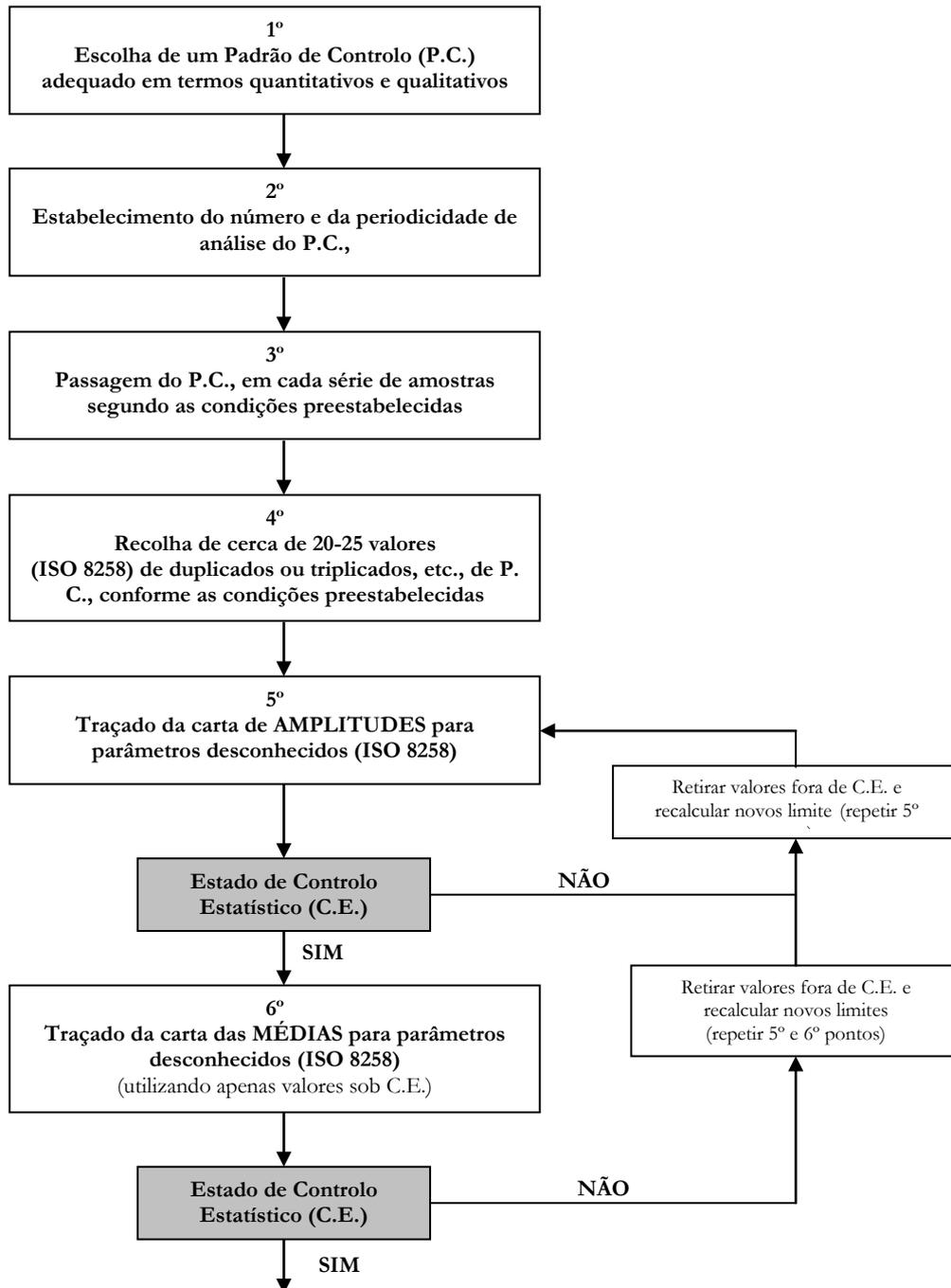
$$D'_2 = 2,834$$

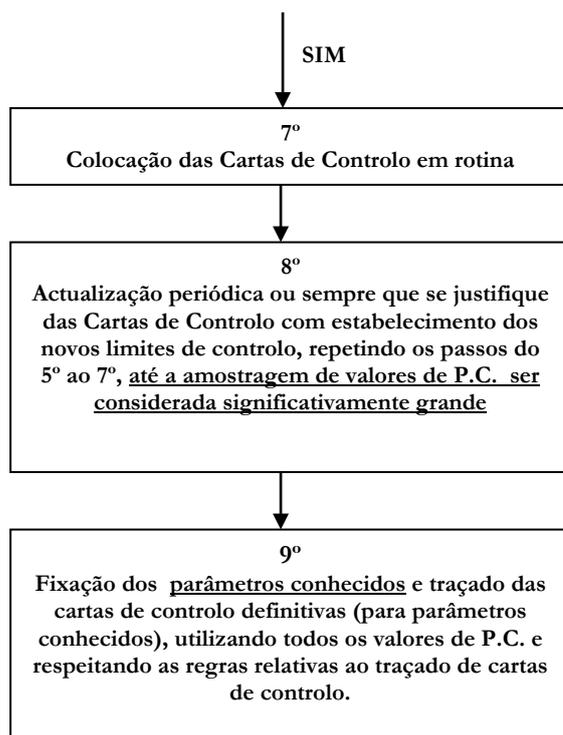
$$D_2 = 3,686$$

$$d_2 = 1,128$$

- Sendo μ a média aritmética dos valores individuais recolhidos (subgrupos de dimensão 1) ou o valor tido como verdadeiro do Padrão de Controlo ou ainda o valor nominal estabelecido a partir de especificações dadas;
- Sendo S a estimativa do desvio padrão associado ao valor de μ .

CARTAS DE CONTROLO DA MÉDIA E AMPLITUDES *com PADRÃO DE CONTROLO*





Expressões de cálculo: (para parâmetros desconhecidos)

Carta da Média

Limite Superior de Controlo/Rejeição: $\bar{\bar{X}} + A_2 * \bar{R}$

Limite Superior de Aviso: $\bar{\bar{X}} + A'2 * \bar{R}$

Linha Central (Média das Médias): $\bar{\bar{X}}$

Limite Inferior de Aviso: $\bar{\bar{X}} - A'2 * \bar{R}$

Limite Inferior de Controlo/Rejeição: $\bar{\bar{X}} - A_2 * \bar{R}$

Carta da Amplitude

Limite Superior de Controlo/Rejeição: $D_4 * \bar{R}$

Limite Superior de Aviso: $D'4 * \bar{R}$

Linha Central (Amplitude Média): \bar{R}

Limite Inferior de Aviso: $D'3 * \bar{R}$

Limite Inferior de Controlo/Rejeição: $D_3 * \bar{R}$

Sendo:

DIMENSÃO DA AMOSTRA (n)	A ₂	A'2	D ₄	D'4	D ₃	D'3
2	1.880	1.254	3.267	2.512	0	0
3	1.023	0.682	2.574	2.049	0	0
4	0.729	0.486	2.282	1.855	0	0.145

- Sendo $\bar{\bar{X}}$ a média aritmética das médias aritméticas dos padrões de controlo dos subgrupos de dimensão **n** (duplicados, triplicados, etc.).
- Sendo \bar{R} a média aritmética das amplitudes (diferença entre o valor maior e o valor menor do subgrupo considerado) dos padrões de controlo dos subgrupos de dimensão **n** (duplicados, triplicados, etc.).

Expressões de cálculo: (para parâmetros conhecidos)

Carta da Média

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } \mu + 3 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } \mu + 2 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Linha Central: } \mu$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } \mu - 2 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } \mu - 3 * \frac{S}{\sqrt{n}}$$

Carta da Dispersão

$$\text{Limite Superior de Controlo/Rejeição: } D_2 * S$$

$$\text{Limite Superior de Aviso: } D'_2 * S$$

$$\text{Linha Central: } d_2 * S$$

$$\text{Limite Inferior de Aviso: } D'_1 * S$$

$$\text{Limite Inferior de Controlo/Rejeição: } D_1 * S$$

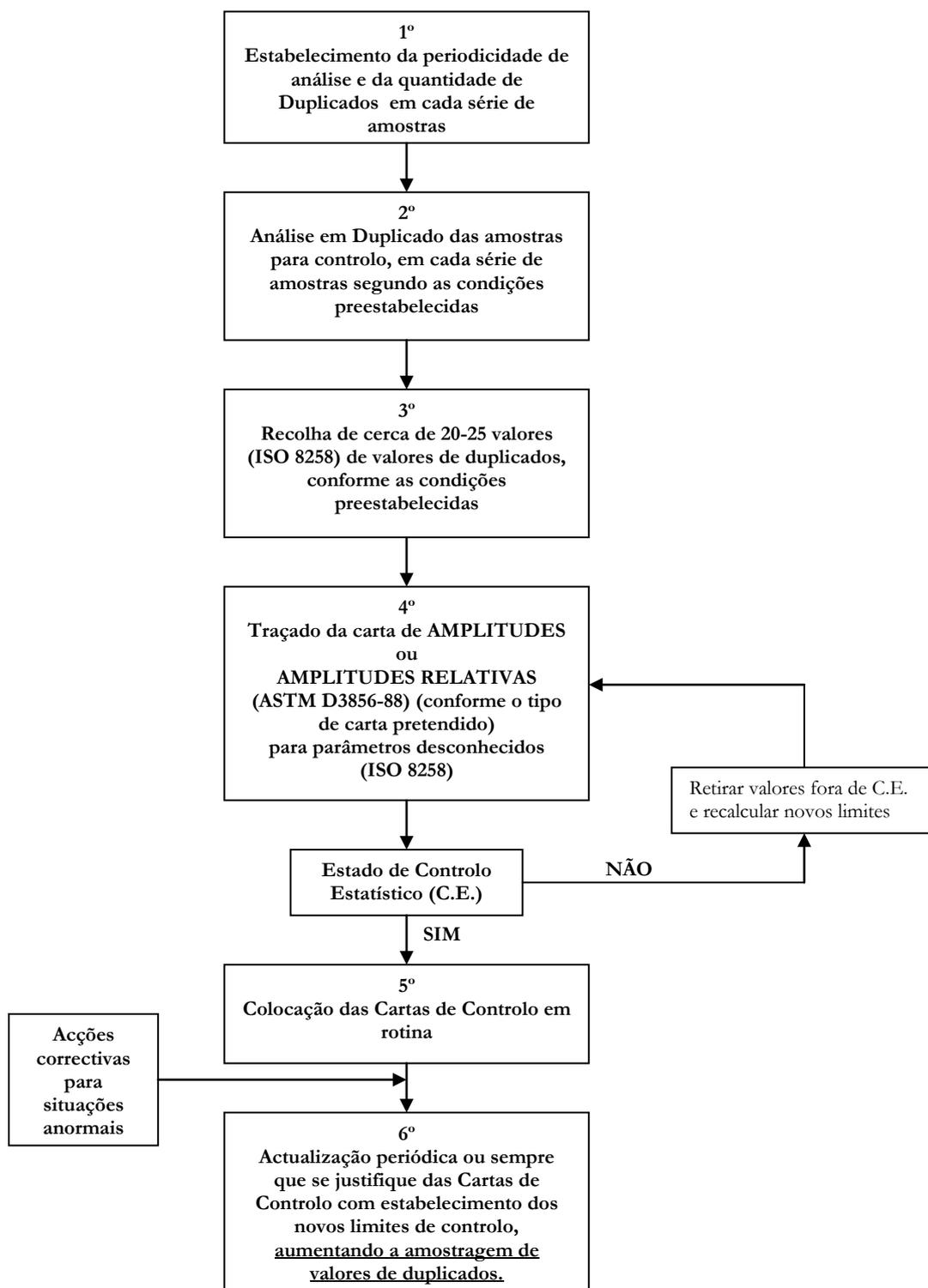
Sendo:

$n = n^\circ$ da dimensão do subgrupo utilizado

DIMENSÃO DA AMOSTRA (n)	d2	D ₂	D' ₂	D ₁	D' ₁
2	1.128	3.686	2.834	0	0
3	1.693	4.358	3.469	0	0
4	2.059	4.698	3.819	0	0.299

- Sendo μ a média aritmética das médias aritméticas dos valores recolhidos (subgrupos de dimensão n) ou o valor tido como verdadeiro do Padrão de Controlo ou ainda o valor nominal estabelecido a partir de especificações dadas;
- Sendo S a estimativa do desvio padrão associado ao valor de μ

CARTAS DE CONTROLO DE DUPLICADOS DE AMOSTRA



Expressões de cálculo: (para parâmetros desconhecidos)

Carta de Amplitudes Relativas (duplicados de amostra)

Limite Superior de Controlo/Rejeição: $D_4 * \bar{R}$

Limite Superior de Aviso: $D'_4 * \bar{R}$

Linha Central (Amplitude Relativa Média): \bar{R}

Limite Inferior de Aviso: $D'_3 * \bar{R}$

Limite Inferior de Controlo/Rejeição: $D_3 * \bar{R}$

Sendo:

$$D'_3 = D_3 = 0$$

$$D'_4 = 2,512$$

$$D_4 = 3,267$$

Sendo \bar{R} a média aritmética das amplitudes relativas “R” (diferença entre os dois valores obtidos num duplicado de amostra a dividir pela média aritmética desses mesmos dois valores).

(ASTM D3856-88)

Isto é:

$$R = \frac{X_1 - X_2}{\left(\frac{X_1 + X_2}{2}\right)}$$

$$\bar{R} = \frac{\sum R}{N}$$

sendo N o número de Amplitudes relativas R consideradas.

Expressões de cálculo: (para parâmetros desconhecidos)

Carta de Amplitudes (duplicados de amostra)

Limite Superior de Controlo/Rejeição: $D_4 * \bar{R}$

Limite Superior de Aviso: $D'_4 * \bar{R}$

Linha Central (Amplitude Média): \bar{R}

Limite Inferior de Aviso: $D'_3 * \bar{R}$

Limite Inferior de Controlo/Rejeição: $D_3 * \bar{R}$

Sendo:

$$D'_3 = D_3 = 0$$

$$D'_4 = 2,512$$

$$D_4 = 3,267$$

Sendo \bar{R} a média aritmética das amplitudes “R” (diferença entre os dois valores obtidos num duplicado de amostra).

Isto é:

$$R = X_1 - X_2$$

$$\bar{R} = \frac{\sum R}{N}$$

sendo N o número de Amplitudes R consideradas.

4.6.2 Cartas de Controlo Estatístico - Regras básicas de análise em rotina e acções correctivas

Carta da Média; Carta de Indivíduos

Limites de controlo

Limites de controlo/rejeição (CL)

Se 1 ponto exceder os limites de rejeição devem-se repetir as análises:

- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra entre os limites de rejeição, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra fora dos limites de rejeição, interromper as análises e corrigir o problema.

Limites de aviso (WL)

Se 2 em 3 pontos consecutivos excederem os limites de advertência deve-se analisar outro ponto:

- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra entre os limites de aviso, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra fora dos limites de aviso, interromper as análises e tentar corrigir o problema.

Linha central

Quando 6 pontos consecutivos se localizarem todos acima ou todos abaixo da linha central, deve-se ter atenção quanto à localização do ponto seguinte:

- se esse ponto se localizar do outro lado da linha central, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se esse ponto continuar localizado do mesmo lado da linha central, interromper as análises e corrigir o problema.

NOTA:

- *Nas cartas da média* : 1 ponto = média aritmética de 2 padrões de controlo de uma série de amostras
- *Nas cartas de indivíduos* : 1 ponto = 1 padrão de controlo

Carta de Amplitudes; Carta de Amplitudes Móveis

Limites de controlo

Limites de controlo/rejeição

Se 1 ponto exceder os limites de rejeição devem-se repetir as análises :

- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra entre os limites de rejeição, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se durante essa repetição se verificar que o novo ponto se encontra fora dos limites de rejeição, interromper as análises e corrigir o problema.

Linha central

Quando 7 pontos consecutivos se localizarem todos acima da linha central, deve-se ter atenção quanto à localização do ponto seguinte:

- se esse ponto se localizar abaixo da linha central, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se esse ponto continuar localizado acima da linha central, interromper as análises e corrigir o problema.

Quando 7 pontos consecutivos evidenciarem tendências crescentes ou decrescentes deve-se ter atenção quanto à localização do ponto seguinte:

- se esse ponto quebrar essa tendência, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se esse ponto continuar essa tendência, interromper as análises e corrigir o problema.

NOTA:

- *Nas cartas da amplitude* : 1 ponto = diferença (maior - menor) entre 2 padrões/amostras de uma série de amostras
- *Nas cartas da amplitude móvel* : 1 ponto = diferença entre 2 padrões/amostras lidos em série/dias consecutivos

Carta de Duplicados de Amostras

Limites de controlo/rejeição

Limites de controlo/rejeição

Se 1 ponto exceder o limite superior de rejeição, observar o sucedido e caso se justifique repetir mais duas análises sobre a mesma amostra:

- se o novo ponto se situar abaixo do limite superior de rejeição, estamos perante uma situação normal de controlo estatístico, e neste caso deve-se aceitar os resultados das últimas duas análises para a amostra em questão;
- se o novo ponto se situar acima do limite superior de rejeição, estamos perante uma situação de fora de controlo estatístico, e neste caso deve-se interromper as análises e tentar corrigir o problema.

Linha central

Quando 7 pontos consecutivos se localizarem todos acima da linha central, deve-se ter atenção quanto à localização do ponto seguinte:

- se esse ponto se localizar abaixo da linha central, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se esse ponto continuar localizado acima da linha central, interromper as análises e corrigir o problema.

Quando 7 pontos consecutivos evidenciarem tendências crescentes ou decrescentes deve-se ter atenção quanto à localização do ponto seguinte:

- se esse ponto quebrar essa tendência, continuar e aceitar os resultados das análises;
- se esse ponto continuar essa tendência, interromper as análises e corrigir o problema.

NOTA:

- *Nas cartas de controlo de duplicados de amostras* : 1 ponto = amplitude relativa de duplicado de amostra ou amplitude de duplicado de amostra (conforme o caso em que se está a trabalhar).

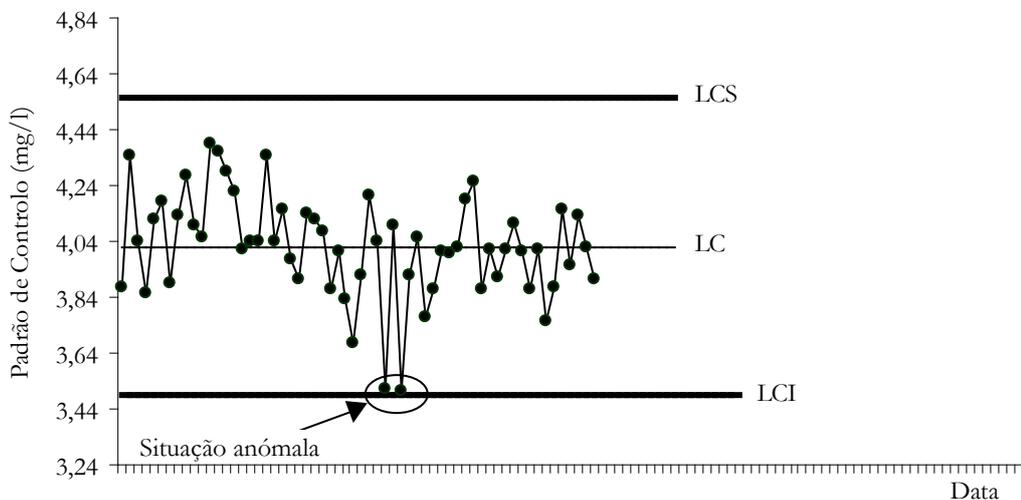


FIGURA 6 A

Carta de indivíduos (Sílica)

(Carta de afinação - parâmetros desconhecidos)

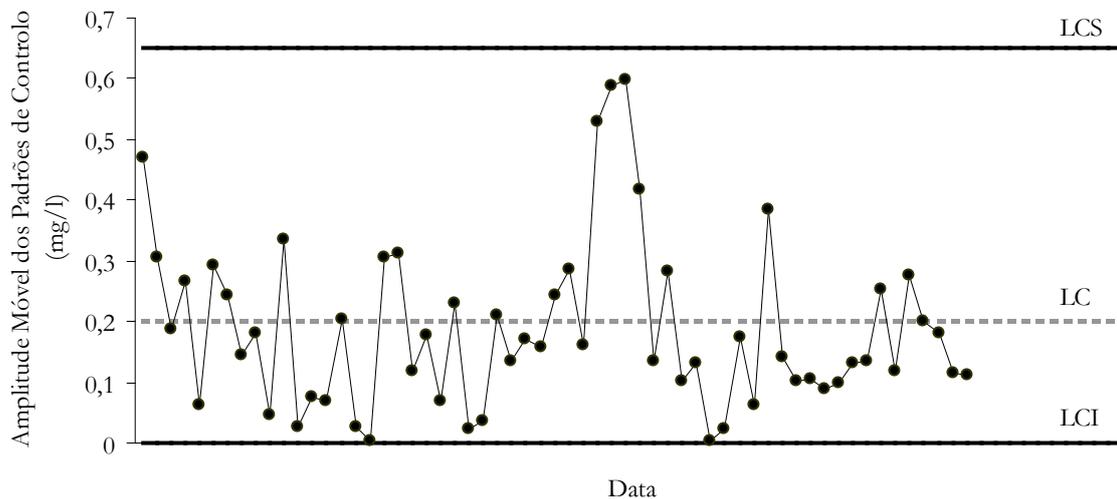


FIGURA 6 B

Carta de amplitudes móveis (Sílica)

(carta de afinação-parâmetros desconhecidos)

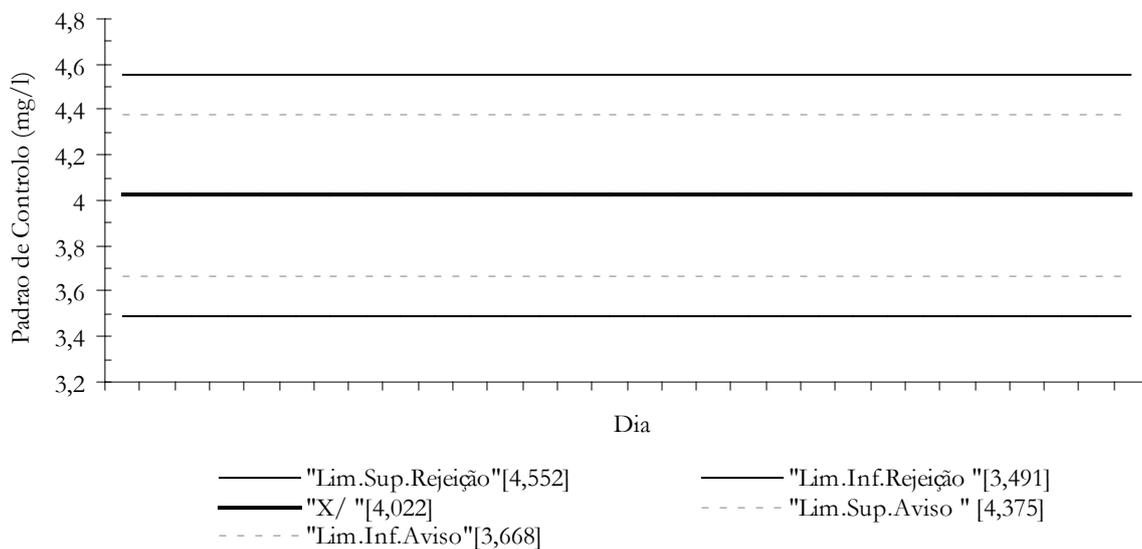


FIGURA 6 C

Carta de indivíduo (Sílica)

(Aspecto da carta colocada em rotina, após afinação e ajuste dos limites de controlo)

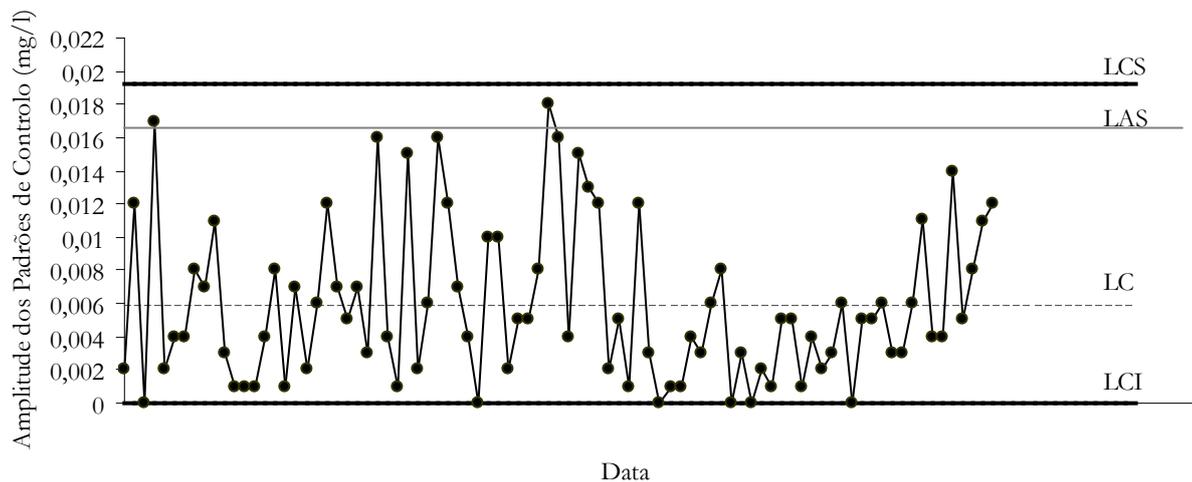


FIGURA 6 D

Carta de amplitudes (Ferro)

(Parâmetros conhecidos)

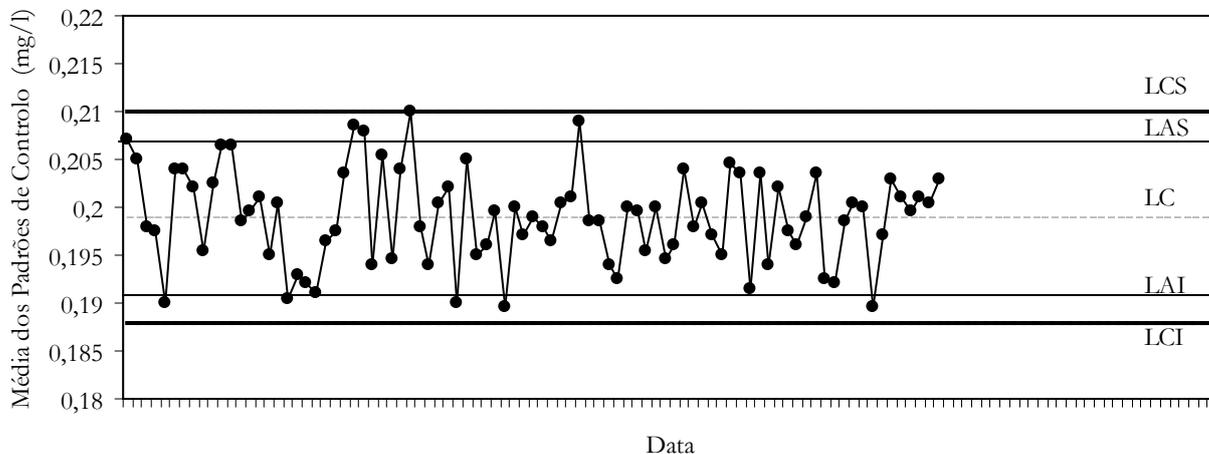


FIGURA 6 E
 Carta da média (Ferro)
 (Parâmetros conhecidos)

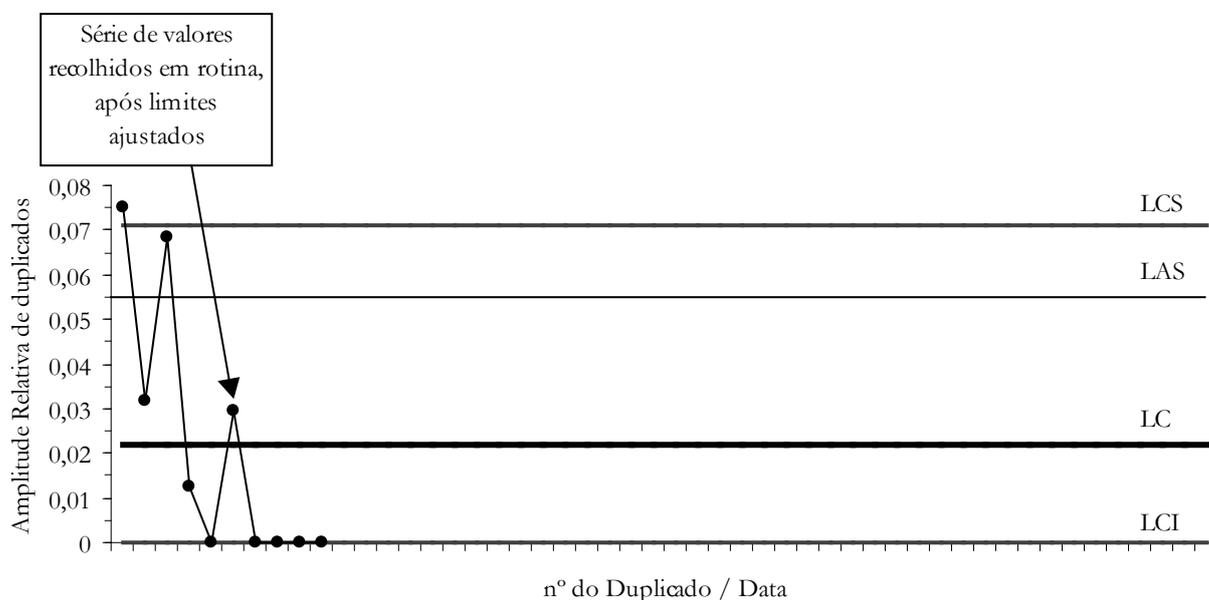


FIGURA 6 F
 Carta de duplicados de amostra (matéria orgânica ácida)

5. BIBLIOGRAFIA

- ASTM E 1329-90 *“Practice for verification and the use of Control Charts in spectrochemical Analysis”*;
- ISO 8258 (1991) *“Shewhart Control Charts”*;
- ISO 7870 *“Control charts – General guide and introduction”*;
- ASTM D 3856-88 *“Guide for good Laboratory Practices in Laboratories engaged in Sampling and Analysis of Water”*;
- ISO 5725-6 *“Accuracy of measurement methods and results – Use in practice of accuracy values”*.

Últimos guias publicados

- 1** CALIBRAÇÃO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO
1995; ISBN 972 - 96727 - 0 - 9
- 2** AUDITORIAS INTERNAS DE LABORATÓRIOS QUÍMICOS
1995; ISBN 972 - 96727 - 1 - 7
- 3** VALIDAÇÃO DE RESULTADOS EM LABORATÓRIOS QUÍMICOS
1996; ISBN 972 - 96727 - 2 - 5
- 4** DETERMINAÇÃO DA MELHOR INCERTEZA DE MEDIÇÃO
DE UM LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DE FORÇAS
1996; ISBN 972 - 96727 - 3 - 3
- 5** DETERMINAÇÃO DA INCERTEZA DOS
RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO DE
INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO DE FORÇAS
1996; ISBN 972 - 96727 - 4 - 1
- 6** ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS
DE ENSAIOS MICROBIOLÓGICOS
1996; ISBN 972 - 96727 - 5 - X
- 7** ENSAIOS INTERLABORATORIAIS EM QUÍMICA
1996; ISBN 972 - 96727 - 6 - 8
- 8** DETERMINAÇÃO DA INCERTEZA
DA CALIBRAÇÃO DE MASSAS
1997; ISBN 972 - 96727 - 7 - 6
- 9** ALGUNS EXEMPLOS DE CARTAS DE CONTROLO EM
LABORATÓRIOS DE ANÁLISE QUÍMICA
1998; ISBN 972 - 96727 - 8 - 4



Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal

Rua Filipe Folque, 2, 6º Dto
1050-113 LISBOA
Telef. 21 313 98 40
Fax 21 313 98 41
relacre@mail.telepac.pt
www.relacre.pt