

## APLICAÇÃO DE CARTAS CONTROLE PARA AVALIAR RESULTADOS NA VERIFICAÇÃO DE BALANÇAS

D. R. C. Souza<sup>1</sup>, S. Aparecida Marin<sup>2</sup>, V. L. Ferracini<sup>1</sup>, T. B. Turuta<sup>3</sup> e I. Bertoni Olivares<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Laboratório de Resíduos e Contaminantes, Embrapa Meio Ambiente, Jaguariúna. Brasil. E-mails: debora.cassoli@embrapa.br. y vera.ferracini@embrapa.br

<sup>2</sup> Bolsista da Embrapa Meio Ambiente – Apoio CNPq. Brasil. E-mail: suelimarin@bol.com.br

<sup>3</sup> Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Carlos, São Carlos. Brasil. E-mails: tatianaturuta@iqsc.usp.br e igorolivares@iqsc.usp.br

### ÁREA TEMÁTICA. REQUISITOS TÉCNICOS

**RESUMO.** A carta controle é um tipo de gráfico que pode ser utilizado para monitorar e controlar diversos tipos de análises.

Na verificação de balanças o objetivo é monitorar, por meio de gráfico, se não ocorreu nenhum desvio significativo dos valores de massa obtidos no intervalo da calibração, além das tendências de resultados para tomada de ações preventivas, garantindo a rastreabilidade e confiabilidade dos resultados analíticos.

A elaboração, implementação e uso cartas controle na verificação intermediária de balança analítica no Laboratório de Resíduos e Contaminantes na Embrapa Meio Ambiente, utilizando o programa Microsoft Excel, permite o controle estatístico das características da balança de modo que não se modifique até a próxima calibração, mantendo seu certificado válido.

Neste trabalho, visamos à verificação da balança analítica Scientech SA210, para detectar tendências negativas nos trabalhos analíticos que possam ocorrer durante o intervalo da calibração.

**PALAVRAS CHAVE.** ISO/IEC 17025, Cartas Controle, Verificação de Balança.

### 1.- Introdução

A necessidade de sobreviver à globalização do mercado, as exigências por entidades governamentais, a busca por maior confiabilidade e aceitação de resultados, a participação em novos mercados e a continuidade no mercado onde atuam, levam, cada vez mais, os laboratórios de ensaio e calibração a adotarem Sistemas de Gestão da Qualidade específicos, os quais têm sido aplicados e reconhecidos nacional e internacionalmente.

Em 1999, a International Organization for Standardization (ISO) e a Internacional Electrotechnical Commission (IEC) publicaram a ISO/IEC 17025 a qual incorporava todos os requisitos necessários para laboratórios de ensaio e/ou calibração com o objetivo de provar sua competência técnica e validade dos resultados que eles produzem. Em 2005, esta norma foi revisada para alinhamento das

definições de sistemas de qualidade com a versão 2000 da ISO 9001, sendo assim os laboratórios que atendam a ISO/IEC 17025 operarão também de acordo com a ABNT NBR ISO 9001.

Em uma abordagem mais específica, a norma internacional ISO/IEC 17025 indica que qualquer laboratório deve determinar, implementar e manter um sistema da qualidade que seja apropriado para o âmbito de sua atividade.

A implantação e acreditação da ISO/IEC 17025 promove às organizações maior sistematização das atividades através das documentações mais detalhadas e claras, melhor manutenção dos equipamentos, pessoal profissional e experiente, contudo, tem-se uma melhor precisão e confiabilidade dos dados analíticos.

A continuidade do processo de acreditação requer o comprometimento contínuo dos laboratórios frente à qualidade dos resultados apresentados.

Segundo Olivares, o ciclo da garantia da qualidade analítica - AQAC, figura 1, é uma forma de relacionar conceitos que possam ser utilizados para implementar adequadamente os principais conceitos de qualidade em um laboratório para químicos analíticos. É importante enfatizar que esses conceitos são interdependentes e é necessário conhecer a relação entre eles. Caso contrário, uma aplicação inadequada de um conceito de qualidade pode interferir em todos os outros conceitos aplicados.

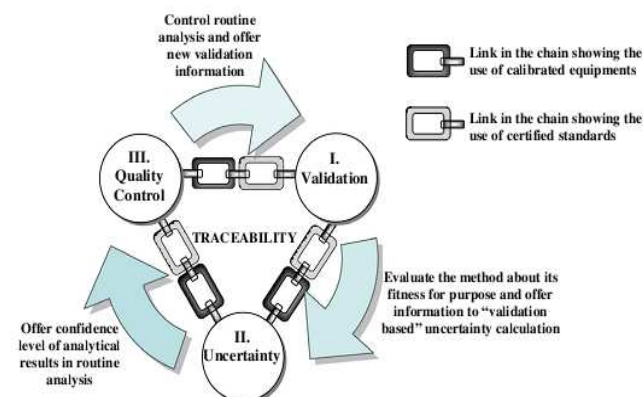


Fig. 1. AQAC - Ciclo da Garantia da Qualidade Analítica

Segundo a NBR ISO/IEC 17025:2005 o laboratório deve ter procedimento de controle da qualidade para monitorar a validade dos ensaios e calibrações realizados e os dados resultantes devem ser registrados de forma que as tendências sejam detectáveis e, quando praticável, devem ser aplicadas técnicas estatísticas para a análise crítica dos resultados. Este monitoramento deve ser planejado e analisado criticamente e pode incluir, mas não se limitar ao uso de regular de materiais de referência certificados, participação em programas de comparação interlaboratorial e ensaios ou calibrações em replicadas.

Os gráficos de controle são um dos métodos mais antigos utilizados para monitorar e controlar análises de rotina por causa de sua simplicidade e sua utilidade na detecção de tendências negativa nos trabalhos analíticos. O objetivo é detectar os efeitos negativos sobre os resultados e identificar sua fonte em potencial. Embora os gráficos de controle possam assumir uma variedade de formas, basicamente são uma representação gráfica em que os valores da característica de qualidade sob investigação estão representados sequencialmente.

Existem diferentes tipos de cartas de controle à serem aplicadas na garantia da qualidade analítica para monitoramento de alguns dos parâmetros como valor único, valor médio, taxa de recuperação, desvio padrão e alcance. Essas ferramentas são utilizadas em concordância com a amostra controle pré-estabelecida para uma metodologia específica.

Na prática, os gráficos de controle mais utilizados são os gráficos de Shewhart. Este método de monitoramento e regulação de processos é um procedimento gráfico que minimiza o número de operações numéricas necessárias e permite o acompanhamento sistemático ao longo do processo a ser submetido a um controle. Essa ferramenta permite a detecção rápida e simples de anormalidades na configuração dos pontos marcados, e, assim, rápida correção e confirmação da confiabilidade da pesquisa. O papel principal é interpretado por um gráfico de controle apropriado, geralmente um gráfico com limites de controle. Em tal gráfico, os valores estatísticos são registrados. A medição é obtida a partir de uma série de medições obtidas em intervalos aproximadamente regulares, expresso em tempo (por exemplo, cada hora) ou em quantidade (por exemplo, todos os lotes).

O princípio de um gráfico de controle é uma representação visual de "qualidade", com base na quantidade desejada (valor esperado dos resultados da análise das amostras de controle) e limites de qualidade, figura 2. Para este último, distingue-se entre limites de advertência (ou limites de alerta) uma única transgressão, que pode ser tolerada e limites de controle (ou ação), transgressão que exige imediata ação.

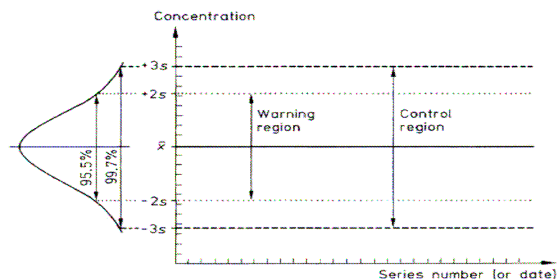


Fig. 2. Esboço dos princípios de um gráfico de controle

Gráficos de controle podem ser utilizados em diferentes situações em um laboratório, seja para monitoramento dos resultados de um ensaio ou de um equipamento. Dentre os diferentes tipos de equipamentos em um laboratório, destaca-se que a elaboração, implementação e uso cartas controle na verificação intermediária de balanças analíticas e permite o controle estatístico das características da balança de modo que não se modifique até a próxima calibração, mantendo seus certificados válidos.

## 2.- Resultados e Discussão

O objetivo deste trabalho foi avaliar a aplicação de uma carta controle na verificação de balança visando detectar desvios que possam ocorrer durante o intervalo da calibração externa executada por um laboratório acreditado na ISO/IEC 17025. Sua utilização assegura o controle sobre a incerteza da pesagem, reduzindo os erros, garantindo assim a qualidade nos resultados.

Cada balança apresenta um período de calibração conforme definido pelo laboratório atendendo aos requisitos da ISO/IEC 17025. Após a calibração externa por um laboratório acreditado em ISO/IEC 17025, semanalmente é realizada a verificação com os pesos padrão calibrados correspondente para cada balança. Os valores de massas obtidos são inseridos na carta controle com os dados do peso padrão utilizados. Caso o valor esteja fora das especificações, a balança pode necessitar de manutenção, ajuste ou uma nova calibração permitindo apontar ações corretivas, ações preventivas e de melhorias.

Considerando a importância em garantir a confiança dos resultados obtidos pela balança entre os períodos de calibração e visando avaliar a possíveis tendências em seu desempenho, foi elaborada uma carta de controle de Shewhart para este propósito. As verificações foram feitas para uma balança Scientech SA210 (certificado de calibração CIMEQ nº 3122562), utilizando-se peso padrão de 10g, mediante as verificações semanais ao longo de sete meses. Este gráfico determina estatisticamente o limite de alerta, limite de controle e a linha central que determina a média. Os resultados deste monitoramento são apresentados na figura 3.

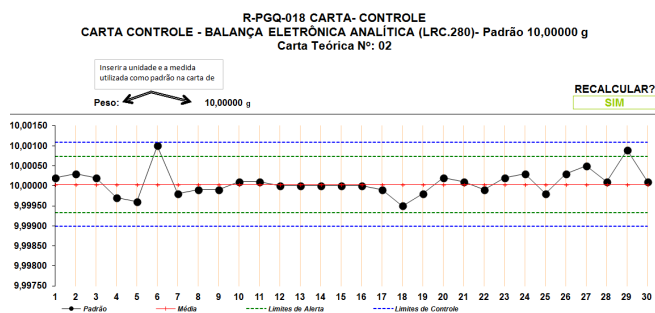


Fig. 3. Carta de controle aplicada para o monitoramento de balança analítica

É possível notar que de acordo com o gráfico, a balança apresentou pequenas variações não significativas, somente no ponto 6 que atingiu o limite estabelecido durante o período de verificação, porém, não demonstrou qualquer tendência que levasse a necessidade de tomadas de ação. Isto demonstrou a presença de um erro aleatório e ausência de erros sistemáticos.

Destaca-se que a aplicação deste gráfico se mostrou eficiente para o controle da balança aumentando a confiança dos analistas devido ao fato de poder avaliar de uma maneira visual e rápida um histórico de verificações ao invés de avaliar apenas o resultado de uma verificação ou calibração pontual, norteados assim tomadas de decisões como manutenção e aumento da periodicidade das calibrações.

### 3.- Conclusões

O uso de carta controle na verificação de balanças mostrou-se eficiente, garantindo maior controle do processo de pesagem nas análises de resíduos e contaminantes, sendo possível com isso colaborar com o atendimento do requisito 5.5.5 da ISO/IEC 17025.

Outro ponto importante a ser destacado é o controle do desempenho da balança durante o seu intervalo de calibração, evitando o uso indevido do equipamento, comprometendo resultados de análises e colaborando com a garantia da qualidade dos resultados analíticos.

**Agradecimentos.** Ao CNPq, Embrapa Meio Ambiente e Universidade de São Paulo - USP.

### Bibliografia

- CARLOS, J. P. S. *Aplicação das Ferramentas Clássicas da Qualidade em Laboratórios de Ensaio*. 2012. 50f. Monografia (Bacharelado em Química) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.
- OLIVARES, I. R. B.; LOPES, F. A. *Essential steps to providing reliable results using the Analytical Quality Assurance Cycle*. *Trends in Analytical Chemistry*, vol. 35, p.109-121, 2012
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17025. *Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração*. Rio de Janeiro, 2006. 31 p.

SIMONET, B.M. *Quality control in qualitative analysis*. *Trends in Analytical Chemistry*, vol. 24, n. 6, p.525-531, 2005.

FUNK, W.; DAMMANN, V; DONNEVERT, G. *Quality Assurance in Analytical Chemistry*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Weinheim, Germany, 2007.

GROCHAU, I. H; CATEN, C. S. *A process approach to ISO/IEC 17025 in the implementation of a quality management system in testing*. *Accreditation and Quality Assurance*, 17, p. 519-527, 2012.

KONTECZKA, P.; NAMIÉSNIK, J. *Quality Assurance and Quality Control in the Analytical Chemical Laboratory – A practical approach*. Taylor & Francis Group. 2009.