

POP N°: 05.01.09.01/03 – Cartas Controle

SUMÁRIO

1. Objetivo
2. Abrangência
3. Responsabilidade
4. Documentos de Referência e Complementares
5. Procedimento
6. Interpretações de Cartas Controles
7. Registro de Dados

1. OBJETIVO

Fornecer instruções para a realização do controle da qualidade dos ensaios com organismos-teste e verificação do desempenho de equipamentos.

2. ABRANGÊNCIA

Este procedimento se aplica aos ensaios de sensibilidade com organismos e equipamentos que expressam resultados, desde que esses possuam um padrão para comparação.

3. RESPONSABILIDADE

ATIVIDADES	RESPONSÁVEL
Elaboração, Alterações e Distribuição	Grupo da Qualidade
Aprovação	Diretoria
Coleta de dados	Responsável pelos ensaios correspondentes
Alimentação das cartas controle	Grupo da Qualidade

4. DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA E COMPLEMENTARES

ABNT, 2005. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2ªed. NBR ISO/IEC 17025

Engenharia da Qualidade, José Luís Duarte: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1997 (capítulo 4).

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. 2009. Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda - Método de ensaio com *Daphnia* spp (Cladocera, Crustacea). **NBR 12713**.

ABNT. 2011. Água – Ecotoxicologia Aquática – Toxicidade crônica – Método de ensaio com *Ceriodaphnia* spp (Crustácea, Cladocera). **NBR 13373**.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. 2005. Ecotoxicologia Aquática – Toxicidade crônica – Método de ensaio com algas (Chlorophyceae). NBR 12648.

5. PROCEDIMENTO

5.1 CARTA CONTROLE DE EQUIPAMENTOS

AMOSTRAS CONTROLE (AC)

Registrar no documento “*Controle- Registro do Ensaio de Padrões*” o parâmetro analisado, o tipo de padrão (padrão de pH 4, 7, 10 etc.), a unidade, a marca do reagente, o lote, e a validade do mesmo.

NOTA

A concentração do analito deverá ser sempre a mesma. Ao alterar a concentração do analito deverá ser elaborada uma nova carta controle.

COLETA DE DADOS

Os dados devem ser coletados em pequenos subgrupos de tamanho constante para cada parâmetro, este tamanho é de três medidas de uma amostra controle padrão para formar um subgrupo. As medidas dentro de um subgrupo devem ser realizadas em condições muito semelhantes.

Os subgrupos devem ser coletados em frequência definida pelo *Gerente Técnico*, no mínimo coletar um subgrupo a cada realização de ensaio até a obtenção de ao menos **vinte subgrupos** para a elaboração da primeira carta controle. Depois da obtenção dos primeiros vinte valores manter a frequência em 1 subgrupo por semana.

RESULTADOS

Os resultados devem ser expressos graficamente na forma de cartas controle. Os dados brutos dos ensaios com os padrões devem ser registrados no documento “*Livro de Registro - Ensaio de Padrões*”. Nesse documento, devem ser registrados a data, a hora e o técnico que realizou o ensaio. Os resultados devem ser inseridos em planilhas de cálculos desenvolvidas no Excel (*\\SrvEcotox\Sistema_de_gestão\Registros do sistema de gestão\Cartas Controle*), gerando as devidas cartas controle, da **mediana** e da **amplitude**. As cartas controles devem ser analisadas no mínimo semestralmente, pelo grupo da Qualidade que verificará a estabilidade e a capacidade do processo, conforme indicado pelo documento de referência bibliográfica. Na planilha são calculados dois índices de capacidade, **C_p** e **C_{pk}**, onde devem ser sempre maior do que um.

5.2 CARTA CONTROLE DE ORGANISMOS

COLETA DE DADOS

Os dados devem ser coletados a partir dos ensaios periódicos de sensibilidade realizados com cada organismo. A periodicidade do ensaio é específica para cada espécie. Os resultados dos ensaios de sensibilidade que serão utilizados para a construção das cartas controle estão disponíveis nos livros de registros dos ensaios de sensibilidade.

RESULTADOS

Os valores devem ser expressos graficamente na forma de cartas controle através da plotagem de ao menos 20 valores de sensibilidade obtidos nos ensaios com as substâncias de referência. Após a plotagem de 20 valores é estabelecida uma média, mais ou menos dois desvios, que deve ser fixa. Os próximos vinte resultados devem estar dentro desta primeira faixa estabelecida. A cada novo grupo de 20 valores estabelecer uma nova faixa fixa de média, mais ou menos dois desvios.

Os resultados devem ser inseridos em planilhas de cálculos desenvolvidas no Excel (*\\SrvEcotox\Sistema_de_gestão\Registros do sistema de gestão\Cartas Controle*), gerando as devidas cartas controle, da **mediana** e da **amplitude**. A média das medianas e os limites de controle superior e inferior serão grafados na carta controle através de linhas perpendiculares ao eixo que apresenta os resultados dos ensaios de toxicidade.

NOTA:

Na inexistência de 20 resultados de ensaio deve ser calculada a média provisória com, no mínimo, cinco resultados, até que se completem os 20 resultados e se obtenha a mediana definitiva. (NBR 13373:2005)

6 INTERPRETAÇÃO DE CARTAS CONTROLE (EQUIPAMENTOS E ORGANISMOS)

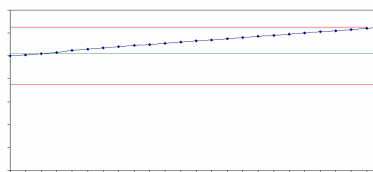
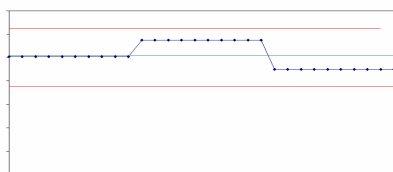
Os limites de controle são calculados de forma que, se não há causas especiais atuando, a probabilidade de um ponto cair fora dos limites é muito pequena ($< 1\%$).

Assim, pontos fora dos limites de controle são um forte indício da presença de causas especiais que devem ser investigadas e corrigidas.

Antes de investigar uma causa especial, verifique se houve ou não erro na plotagem do ponto ou problemas no sistema de medição.

Reavaliar o procedimento quando dois resultados consecutivos estiverem além dos limites definidos na carta-controlê. Também é importante investigar eventuais padrões na seqüência de pontos. A observação de padrões pode disparar uma ação sobre o sistema antes mesmo que um ponto apareça fora dos limites de controle.

Exemplos: nove pontos em seqüência acima ou abaixo da linha central ou nove pontos em seqüência ascendente ou descendente (sete no caso de organismos). (NBR 13373:2005).



6.1 DETECÇÃO E CORREÇÃO DE CAUSAS ESPECIAIS PARA EQUIPAMENTOS

PARA EQUIPAMENTOS

A cada ponto fora do limite de controle devem gerar uma análise das condições operacionais em busca da causa respectiva. O registro deverá ocorrer no documento “**Registro de Controle de Não-Conformidade/Potenciais Não-Conformidades**”. Neste documento deverão ser propostas ações para a correção das causas especiais. Cabe ao Gerente da Qualidade monitorar estas ações e verificar sua eficácia.

Os resultados estatísticos dão partida para a tarefa de análise, mas a explicação do que está acontecendo reside no próprio processo e nas pessoas envolvidas. A solução do problema é o passo mais difícil e que consome maior tempo. É preciso paciência, intuição e experiência para gradualmente eliminar, uma a uma, as causas especiais.

Nota: Parâmetros como Condutividade e pH devem ser monitorados somente para verificar a estabilidade do equipamento. Não são análises vendidas pelo laboratório e não é necessário abertura de NCs no caso de pontos fora dos limites estabelecidos.

PARA ORGANISMOS

A cada dois pontos consecutivos fora do limite de controle devem gerar uma análise das condições operacionais em busca da causa respectiva. O registro deverá ocorrer no documento “**Registro de Controle de Não- Conformidade/Potenciais Não-Conformidades**”. Neste documento deverão ser propostas ações para a correção das causas especiais. Cabe ao Gerente da Qualidade monitorar estas ações e verificar sua eficácia.

No caso de testes de sensibilidade, espera-se ($p= 0,05$) que 1 em cada 20 resultados caia fora dos limites estabelecidos pela carta controle. Se mais de um ponto cair fora destes limites o laboratório deve investigar as fontes de variabilidade e tomar ações corretivas para identificar e reduzir esta variação e realizar um novo teste dentro do mês. Se dois ou mais testes consecutivos não caírem dentro dos limites deve ser realizado um novo teste e ações corretivas devem ser tomadas e reportadas.

Os ensaios de sensibilidade não são utilizados como critério para rejeição de ensaios de toxicidade. No entanto, os testes realizados no período devem ser reavaliados a luz do resultado com a substância de referência. Nesta avaliação deve-se considerar a amplitude da faixa, o grau e a direção do desvio, em relação a maior ou menor sensibilidade, além do objetivo do teste de toxicidade performed. **(USEPA, 2002 Test Method 1002.0)**

6.2 REAVALIAÇÃO DOS LIMITES DE CONTROLE

Se ações de melhoria estão sendo tomadas, o processo deve apresentar um desempenho mais consistente, com redução da variabilidade. Assim periodicamente, os limites de controle devem ser reavaliados. Dessa forma, as cartas de controle continuarão servindo como uma ferramenta eficaz na busca da melhoria contínua.

7 REGISTRO DE DADOS

As Planilhas de Carta controle deverão ter uma planilha Folha de dados, uma planilha com a carta das médias e uma planilha com a carta das amplitudes, todas com a denominação atual, para identificar a versão vigente. Quando houver mais de vinte valores também ficará neste arquivo uma planilha de dados para Limites, que deve alimentar a média e os limites superiores e inferiores da carta atual.

A cada 20 registros realizados uma nova planilha é gerada.

ATIVIDADE	REGISTRO
Registro de Ensaio de Sensibilidade	05020420 a 05020426 - Livros de Sensibilidade
Coleta de dados Curvas	05020901 - Livro de Garantia de Qualidade de Ensaio – Verificação das Curvas de Calibrações
Coleta de dados padrões	05020902 - Livro de Garantia de Qualidade de Ensaio – Ensaio de Padrões
Plotar dados das curvas	05.09.09.01, 05.09.09.02 e 05.09.09.03 - Planilha de Carta Controle de Organismos, Química e Equipamentos

Documento Elaborado por: Eric Farias e Nade Janara Coimbra

Data: 10/09/2008

Documento Revisado por: Nade Janara

Aprovação: Nade Janara

Data: 14/07/2011

Data: 14/07/2011
