

# CONTROLE ESTATÍSTICO DE QUALIDADE PARA ENSAIOS E ANÁLISES LABORATORIAIS NO DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE COMBUSTÍVEIS - MC

Waldir C. de Lima, Paulo E. O. Lainetti, Roberto M. de Lima, Henrique G. Peres

Comissão Nacional de Energia Nuclear - CNEN  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN  
Caixa Postal 11049  
05508-900, São Paulo - SP, Brasil  
e-mail: wclima@net.ipen.br, lainetti@net.ipen.br, rmlima@net.ipen.br

## RESUMO

O objetivo deste trabalho é um estudo para implantação do controle estatístico em ensaios e análises laboratoriais a serem realizados no Departamento de Tecnologia do Combustíveis - MC. São sucintamente apresentados: fundamentos teóricos de controle estatístico de processos, como elaborar gráficos de controle, a definição de padrões para ensaios (ou análises) e como utilizar os padrões para determinar os limites de controle nos gráficos da média e amplitude. O resultado mais expressivo é a aplicação da prática de controle com a utilização de um padrão secundário certificado em um ensaio de massa com uma balança eletrônica do laboratório de controle.

## INTRODUÇÃO

Com o objetivo de melhorar a precisão e exatidão[1] dos ensaios e análises realizados pelo Departamento de Tecnologia dos Combustíveis - MC, foi realizado um estudo visando a implantação de um sistema de controle estatístico de qualidade, adaptado do método americano, conforme o "Manual Quality Control of Materiais" - norma ASTM E-11[2]. Com utilização da metodologia estatística deve-se garantir maior confiabilidade nos ensaios e análises realizados para caracterizar as matérias primas e os produtos combustíveis em geral processados pelo Departamento.

## CONTROLE ESTATÍSTICO

A verificação de que o ensaio ou análise está ou não sob controle é feita pela utilização de padrões certificados ou por padrões desenvolvidos através de amostragens na fase inicial do sistema de controle. Em função de seus objetivos, os padrões são denominados de padrão de verificação ou padrão de análise, sendo os mesmos utilizados periodicamente através da aplicação dos gráficos de controle.

Se os ensaios e análises estiverem sob controle, os resultados das análises ou ensaios aplicados no padrão apresentarão variabilidades compatíveis com as características do processo analítico ou de ensaios, isto é, variando apenas dentro dos limites pré-estabelecidos[3]. Além disso, supõe-se que esta distribuição permaneça estável desde que as condições de ensaio (ou análise), o procedimento do operador e os equipamentos utilizados permaneçam inalterados.

A distribuição normal constitui noção estatística indispensável no controle de ensaios e análises. Sabe-se que os itens de uma distribuição normal se concentram em torno de uma média na proporção de 99,7%, no intervalo do valor médio + ou -3 vezes o desvio padrão. A faixa de variação aceita para resultados de análise ou ensaio sob controle é o intervalo  $\eta - 3\sigma$  a  $\eta + 3\sigma$ . A ocorrência de resultados fora deste intervalo é uma variação não aceitável, indica que o processo está fora de controle, isto é, estão ocorrendo modificações. As causas das modificações poderão ser descobertas. Consequentemente, são denominadas causas identificáveis. Suas influências são rápidas e crescentes, exigindo prontas ações corretivas, no sentido de eliminar a presença dessas causas identificáveis. Normalmente são indicadas pela ocorrência de diferenças significativas entre o valor observado e a média do padrão, isto é, o valor obtido está fora da faixa de controle. E a presença é revelada por meio de um dispositivo prático: os gráficos de controle[4].

## GRÁFICO DE CONTROLE

A construção dos gráficos de controle obedecem um esquema geral que em cada caso é adaptado conforme o tipo de análise ou ensaio.

Em abscissa, marca-se o número de ordem cronológica de utilização dos padrões. Desse modo, a escala horizontal é uniforme e associada ao tempo e a utilização dos padrões deve ser feita em intervalos de tempos iguais.

Em ordenada, marca-se o valor característico da qualidade, que no nosso caso é um valor mensurável (controle

de variável). Nesta escala vertical há três valores importantes, pelos quais são traçadas as linhas horizontais:

- A média ( $\eta$ ), que determina a linha média (ou linha central) do gráfico, indicada por LM.

- O limite superior de controle,  $\eta + 3\sigma$ , correspondente à linha superior de controle, LSC.

- O limite inferior de controle,  $\eta - 3\sigma$ , correspondente à linha inferior de controle, LIC.

Os gráficos de controle de variável a serem utilizados pelo Laboratório de Controle - MC serão da média ( $\eta$ ) e da amplitude ( $R$ ) com o objetivo de acompanhar a preci-

são e a exatidão dos ensaios e análises. O gráfico da média é sensível a variação na média, mas insuficiente para evidenciar todas as variações na dispersão, que no caso deve ser realizada pela amplitude.

A distribuição amostral da média, do desvio padrão e da amplitude; em função das várias leituras realizadas para os padrões e as correlações entre estas variáveis, estão relacionados por coeficientes previamente calculados e tabelados na norma ASTM E-11 (TABELA 1.).

**TABELA 1. Fatores para cálculo dos limites em gráficos de controle (Sistema norte-americano)**

Tamanho da amostra (n)	GRÁFICO DA MÉDIA			GRÁFICO DA AMPLITUDE						GRÁFICO DO DESVIO PADRÃO					
	Limites de Controle			Linha Média		Limites de Controle				Linha Média		Limites de Controle			
	A	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>3</sub>	D <sub>1</sub>	D <sub>2</sub>	D <sub>3</sub>	D <sub>4</sub>	c <sub>2</sub>	1/c <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	B <sub>4</sub>
2	2,121	3,760	1,880	1,128	0,853	0	3,686	0	3,267	0,5642	1,7725	0	1,843	0	3,267
3	1,732	2,394	1,023	1,693	0,888	0	4,358	0	2,575	0,7236	1,3820	0	1,858	0	2,568
4	1,500	1,880	0,729	2,059	0,880	0	4,698	0	2,282	0,7979	1,2533	0	1,808	0	2,266
5	1,342	1,596	0,577	2,326	0,864	0	4,918	0	2,115	0,8407	1,1894	0	1,756		2,089
6	1,225	1,410	0,483	2,534	0,848	0	5,078	0	2,004	0,8686	1,1512	0,026	1,711	0,030	1,970
7	1,134	1,277	0,419	2,704	0,833	0,205	5,203	0,076	1,924	0,8882	1,1259	0,105	1,672	0,118	1,882
8	1,061	1,175	0,373	2,847	0,820	0,387	5,307	1,136	1,864	0,9027	1,1078	0,167	1,638	0,185	1,815
9	1,000	1,094	0,337	2,970	0,808	0,546	5,394	0,184	1,816	0,9139	1,0942	0,219	1,609	0,239	1,761
10	0,949	1,028	0,308	3,078	0,797	0,687	5,469	0,223	1,777	0,9227	1,0837	0,262	1,584	0,284	1,716

(Reprodução Parcial do "ASTM - Manual on Quality Control of Materials", 1951)

A escolha do gráfico da amplitude como medida da dispersão se deve por causa de que o cálculo da amplitude é muito mais simples que o do desvio padrão, além disso, a aproximação normal para a distribuição da amplitude será satisfatória quando os padrões forem medidos no máximo 10 vezes, como é na maioria dos casos no MC.

Como os ensaios e análises no Laboratório de Controle do MC são muitos específicos, cada caso será estudado independentemente dentro dos conceitos estatísticos, para se definir principalmente com que frequência e com que número de leituras serão construídos os gráficos de controle.

## TIPOS DE PADRÕES

Existem dois tipos de padrões básicos, para se iniciar a implantação de controle estatístico nos ensaios e análises: os padrões certificados, os quais apresentam média e desvio padrão certificados por órgãos credenciados nacionais ou certificados pelo próprio fabricante do equipamento, quando o padrão não tem similar no mercado. O segundo tipo são os padrões desenvolvidos, os quais são utilizados para estabelecer o gráfico de controle da média e da amplitude na fase inicial ou quando se desconhece a média e o desvio padrão deste material ou componente. É claro que este segundo padrão serve como referência para o controle de ensaio ou análise, sendo que, fica principalmente, comprometida a exatidão das medidas.

Para se ganhar maior confiabilidade nos resultados obtidos para os padrões, uma das medidas previstas é tentar o intercâmbio de amostras de materiais, utilizados no MC, com empresas e instituições nacionais e internacionais, a fim de se obter maiores informações sobre a exatidão e precisão dos padrões desenvolvidos.

São criados dois tipos de controle para ensaios e análises: o primeiro visa fazer a verificação do equipamento ou se o mesmo apresenta alguma alteração; o segundo serve para o controle de ensaio (ou análise) propriamente dito. Define-se padrão de verificação, o qual permitirá a "checagem" periódica dos equipamentos, isto é, se o equipamento está em condições normais de uso, e padrão de análise, aquele que vai fazer a "checagem" do operador e do procedimento de ensaio. Normalmente o padrão deverá ter as mesmas características, bem como a mesma ordem de grandeza dimensional do material a ser ensaiado (ou analisado). Por isso para cada material a ser utilizado no MC existirá um padrão de análise. O ideal é que o padrão de verificação seja também o padrão de análise, assim haverá maior confiabilidade nos resultados obtidos.

## PRÁTICA DE CONTROLE

1. Como estabelecer o gráfico de controle da média ( $\eta$ ) e amplitude ( $R$ ), para um padrão a ser desenvolvido:

1.1 Escolher um de material com propriedades físicas, químicas e nucleares caracterizada pela produção

como ideal, e estabelecer uma quantidade razoável a ser usada ao longo do tempo.

1.2 Fixar o tamanho da amostra ou leitura (usualmente 4 ou 5), e o número de vezes a ser repetido ao longo do tempo. (usualmente 25 e 20, respectivamente ao TM).

1.3 Calcular a média e amplitude em cada período de tempo.

1.4 Posteriormente calcular a média e amplitude geral após o número de vezes repetido ao longo do tempo.

1.5 Calcular o LSC e LIC para os gráficos da média ( $\eta$ ) e da amplitude (R) conforme dados da Tabela 1.

1.6 Definir a frequência e o número de leituras com que o padrão vai ser utilizado

2. Como estabelecer o gráfico de controle da média ( $\eta$ ) e amplitude (R), para um padrão certificado:

Nota 1: O padrão certificado possui características mensuráveis pré-estabelecidas, normalmente o valor da média com o respectivo desvio padrão.

2.1 Definir a frequência e o número de leituras com que o padrão vai ser utilizado.

2.2 Considere o valor mensurado no padrão como a linha média do gráfico da média ( $\eta$ ).

2.3 Calcule a linha média do gráfico de amplitude, conforme Tabela 1, a partir do desvio padrão do padrão certificado e o número de leituras previsto para o ensaio ou análise (item 2.1).

2.4 Calcule também os LSCs e LICs para o gráfico da média ( $\eta$ ) e amplitude (R), conforme dados da Tabela 1, a partir do desvio padrão e o número de leituras previstas no item 2.1.

2.5 Durante a aplicação dos gráficos de controle deve-se tomar decisões de mudança de condições de ensaio ou análise, de procedimento do operador ou calibração do equipamento, nas seguintes situações:

1<sup>o</sup>) Quando qualquer ponto cair fora dos limites de controle.

2<sup>o</sup>) Quando cinco pontos seguidos ficarem acima ou abaixo da linha central.

3<sup>o</sup>) Quando uma seqüência de cinco pontos forem crescentes ou decrescentes.

## PRÁTICA EXPERIMENTAL

Como exemplo de aplicação do método foi realizado uma operação de pesagem para a balança eletrônica Mettler com um padrão de verificação e análise, a pastilha de aço inox certificado pelo IPT n<sup>o</sup> 765.791 com peso médio 4,99994g e desvio padrão 0,00011g. Pois, como citado anteriormente, este padrão tem a mesma ordem de grandeza de massa que as pastilhas de UO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fabricadas no departamento MC.

A partir destes dados definiu-se como tamanho médio de leitura igual a 5 (cinco), e através da Tabela 1, os fatores de cálculo para o gráfico da média e da amplitude.

Assim os limites para o gráfico da média:

$$\eta = 4,99994g$$

$$LCS = \eta + A_1 \cdot \sigma = 4,99994 + 1,596 \cdot 0,00011 = 5,0000g$$

$$LCI = \eta - A_1 \cdot \sigma = 4,99994 - 1,596 \cdot 0,00011 = 4,99988g$$

Os limites do gráfico da amplitude:

$$R = d_2 \cdot \sigma = 2,326 \cdot 0,00011 = 0,00026g$$

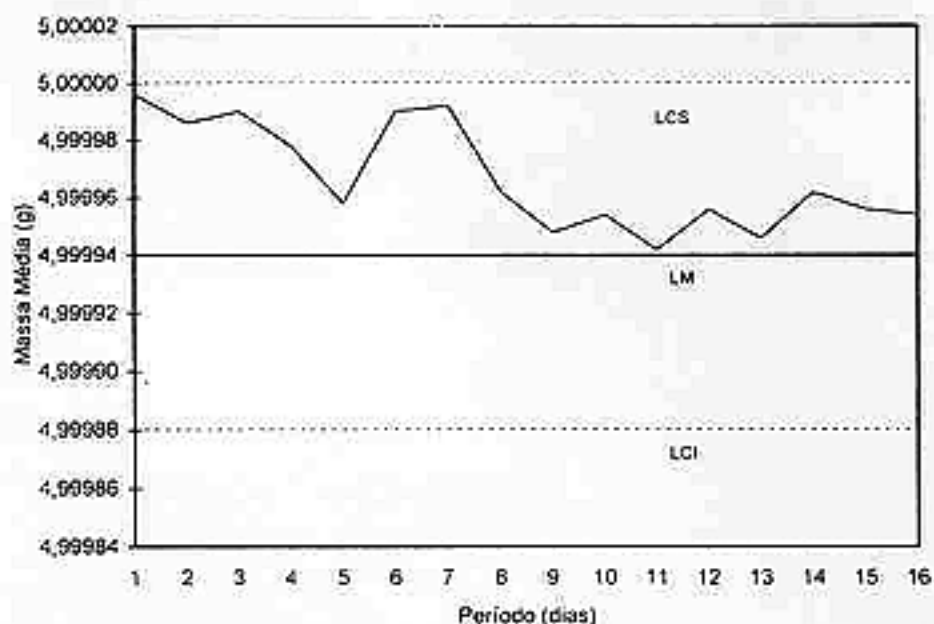
$$LCS = D_2 \cdot \sigma = 4,918 \cdot 0,00011 = 0,00054g$$

$$LCI = D_1 \cdot \sigma = 0 \cdot 0,00011 = 0,00000g$$

**TABELA 2. Dados experimentais das leituras de massa (em gramas)**

Período	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4	Leitura 5	Média	Amplitude
21/Abr	4,99999	4,99999	5,00000	5,00000	4,99999	5,00000	0,00001
22/Abr	4,99998	4,99999	4,99999	4,99998	4,99999	4,99999	0,00001
23/Abr	4,99998	4,99999	5,00000	4,99999	4,99999	4,99999	0,00002
24/Abr	4,99996	4,99997	4,99998	5,00000	4,99998	4,99998	0,00004
25/Abr	4,99999	4,99992	4,99992	4,99998	4,99998	4,99996	0,00007
26/Abr	4,99999	5,00000	4,99998	5,00000	4,99998	4,99999	0,00002
27/Abr	4,99999	4,99999	5,00000	4,99999	4,99999	4,99999	0,00001
28/Abr	4,99998	4,99995	4,99996	4,99995	4,99997	4,99996	0,00003
29/Abr	4,99995	4,99994	4,99994	4,99995	4,99996	4,99995	0,00002
30/Abr	4,99995	4,99998	4,99994	4,99994	4,99996	4,99995	0,00004
1/Mai	4,99993	4,99996	4,99994	4,99994	4,99994	4,99994	0,00004
2/Mai	4,99994	4,99995	4,99996	4,99996	4,99997	4,99996	0,00003
3/Mai	4,99993	4,99993	4,99996	4,99995	4,99996	4,99995	0,00003
4/Mai	4,99997	4,99995	4,99996	4,99997	4,99996	4,99996	0,00002
5/Mai	4,99995	4,99996	4,99994	4,99999	4,99994	4,99996	0,00005
6/Mai	4,99995	4,99993	4,99996	4,99996	4,99997	4,99995	0,00004

Gráfico de Controle da Média



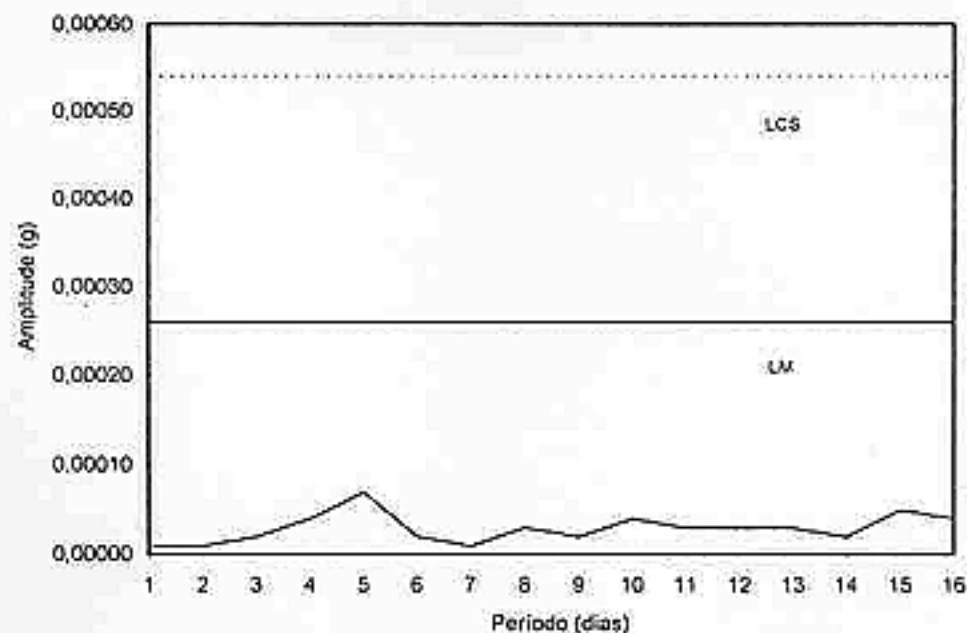
Definidos os limites de controle, construíram-se os gráficos da média e da amplitude. Iniciaram-se as operações com aplicação do padrão secundário certificado pelo IPT, com a mesma frequência de leituras utilizada para cálculo dos limites do gráfico, 5 (cinco) leituras uma vez ao dia, num período de 16 (dezesesseis) dias. Acima é apresentado a TABELA 2., com as leituras do período e com as respectivas médias experimentais diárias e a sua amplitude. Os valores das médias e das amplitudes obtidos foram transportados, respectivamente, para os GRÁFICOS DE CONTROLE DA MÉDIA E DA AMPLITUDE.

### RESULTADOS E COMENTÁRIOS

Os limites de controle estabelecidos para os gráficos de controle da média e da amplitude são específicos do padrão adotado para verificação da balança Mettler. Esse padrão também é utilizado para análise de materiais ou produtos que tenham suas massas na mesma ordem de grandeza, como é o caso das pastilhas de  $UO_2$  e  $Al_2O_3$  fabricadas pelo MC. Portanto, advém destas considerações a denominação de padrão de análise e verificação para a massa certificada pelo IPT

Nos GRÁFICOS DA MÉDIA E DA AMPLITUDE, apresentam-se as curvas obtidas com a aplicação experimental do padrão de verificação e análise. Podemos notar no GRÁFICO DA AMPLITUDE, que "amplitude da balança" é suficientemente pequena em relação a estabelecida pela massa certificada IPT, concluindo-se que a balança se encontra dentro da precisão prevista. No GRÁFICO DA MÉDIA nota-se inicialmente que a balança se encontrava descalibrada, apesar das medidas estarem dentro dos limites preestabelecidos pelo padrão de verificação e análise, ao passar do tempo o operador tende a aprimorar o procedimento de ensaio, principalmente com a minuciosidade na calibração do equipamento no

Gráfico de Controle da Amplitude



início de cada operação, obtendo-se assim, maior exatidão nas medidas. As conclusões quanto à precisão e à exatidão dos resultados aumentam a confiabilidade nos ensaios e análises, portanto justificando a implantação do controle estatístico nos laboratórios do Departamento de Tecnologia de Combustíveis -MC.

### REFERÊNCIAS

- [1] ASTM E 177 - 71, Standard Recommended Practice for " Use of the Precision and Accuracy as Applied to Measurement of a Property of a Material" - American Soc. Testing Mats., 1980.
- [2] "Manual on Quality Control of Materials", Special Technical Publication 15-C - American Soc. Testing Mats., 1951.
- [3] LOURENÇO FILHO, R. de C.B., "Controle Estatístico de Qualidade", Liv. Téc. e Cient. Editora S/A - Rio de Janeiro, 1964.
- [4] PALMER, C. F., "Controle Total de Qualidade", Edit. Edgard Blucher Ltda. - São Paulo, 1974.

### ABSTRACT

The purpose of this work is the study for introduction of the statistical control in test and analysis realized in the "Departamento de Tecnologia de Combustíveis - MC". Are succinctly introduced: theories of statistical process control, elaboration of control graphs, the definition of standards test( or analysis) and how the standards are employed for determination the control limits in the graphs. The more expressive result is the applied form for the practice quality control, moreover it is also exemplified the utilization of one standard of verification and analysis in the laboratory of control.