

**Utilização de controle estatístico de processo em uma atividade experimental no
Instituto Federal do Ceará**

**Utilization of statistical process control in an experimental activity at the Federal
Institute of Ceará**

**Utilización del control estadístico de procesos en una actividad experimental en el
Instituto Federal de Ceará**

Recebido: 23/07/2019 | Revisado: 29/07/2019 | Aceito: 04/08/2019 | Publicado: 24/08/2019

Antônia Clarycy Barros Nojosa

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4702-7721>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: clarycynojosa@gmail.com

Caroline de Goes Sampaio

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3642-234X>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: carol-quimica@hotmail.com

Eduardo da Silva Firmino

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3475-5597>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: eduardo.ifce@outlook.com

Marcelo Henrique Freitas Saraiva Guerra

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9397-5242>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: marceloguerra.net@hotmail.com

Gabriela Clemente Brito Saldanha

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8705-8015>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: gabrielabsaldanha@gmail.com

Ana Karine Portela Vasconcelos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1087-5006>

Instituto Federal do Ceará (PGECM-IFCE), Brasil

E-mail: karine_portela@hotmail.com

Resumo

Com o avanço da tecnologia, os laboratórios de análises químicas utilizam-se de técnicas estatísticas para demonstrar a precisão e exatidão dos métodos analíticos. Para realizar comparações entre os dados obtidos de uma análise, pode-se utilizar o Controle Estatístico de Processo (CEP) que consiste em uma técnica muito utilizada na indústria para entender e melhorar o desempenho dos processos, através de tratamento estatístico de dados. As cartas de controle são métodos gráficos do CEP que possibilitam um controle contínuo dos processos analíticos e permitem avaliações e possível otimização dos ensaios. O objetivo desse estudo é utilizar o Controle Estatístico de Processo (CEP), a carta de controle, para avaliar a estabilidade estatística do espectrofotômetro utilizado na aplicação da técnica de validação de metodologia analítica do medicamento Nimodipino, utilizando dados do estudo de absorvância desse fármaco, sendo os testes realizados por alunos contribuindo para uma aprendizagem das atividades laborais. Com esse estudo pode-se verificar que a utilização da carta de controle gera um monitoramento adequado para avaliar oscilações de dados e realizar estudos dos mesmos, podendo ser ensinada para os alunos e aplicada em acompanhamentos de aulas práticas. Também pode-se demonstrar que o programa *Minitab* 17 auxilia de forma rápida na construção das cartas de controle, obtendo resultados em tempo real das análises. Esse programa pode ser utilizado em outros laboratórios do *Instituto Federal do Ceará* para controle estatístico das análises com apoio para a aprendizagem dos alunos.

Palavras-chave: Laboratório; Carta de Controle; Nimodipino; Aprendizagem.

Abstract

As technology advances, chemical analysis laboratories use statistical techniques to demonstrate the accuracy and precision of analytical methods. To make comparisons between the data obtained from an analysis, Statistical Process Control (CEP) can be used, which is a technique widely used in industry to understand and improve process performance through statistical data processing. Control charts are CEP graphic methods that enable continuous control of analytical processes and allow evaluations and possible optimization of assays. The objective of this study is to use the Statistical Process Control (CEP), the control chart, to evaluate the statistical stability of the spectrophotometer used in the application of the Nimodipino analytical methodology validation technique, using data from the absorbance study of this drug, being the tests performed by students contributing to a learning of work activities. With this study it can be verified that the use of the control chart generates an adequate monitoring to evaluate data fluctuations and to carry out studies of the same, being

able to be taught to the students and applied in practical classes accompaniments. It can also be demonstrated that the Minitab 17 program assists quickly in the construction of control charts, obtaining real-time analysis results. This program can be used in other laboratories of the Federal Institute of Ceará for statistical control of analyzes with support for student learning.

Keywords: Laboratory; Control Chart; Nimodipine; Learning.

Resumen

A medida que avanza la tecnología, los laboratorios de análisis químicos utilizan técnicas estadísticas para demostrar la exactitud y precisión de los métodos analíticos. Para hacer comparaciones entre los datos obtenidos de un análisis, se puede utilizar el Control Estadístico de Procesos (CEP), que es una técnica ampliamente utilizada en la industria para comprender y mejorar el rendimiento del proceso a través del procesamiento de datos estadísticos. Los gráficos de control son métodos gráficos de CEP que permiten el control continuo de los procesos analíticos y permiten evaluaciones y una posible optimización de los ensayos. El objetivo de este estudio es utilizar el Control Estadístico de Procesos (CEP), el cuadro de control, para evaluar la estabilidad estadística del espectrofotómetro utilizado en la aplicación de la técnica de validación de metodología analítica Nimodipino, utilizando datos del estudio de absorbancia de este medicamento. siendo las pruebas realizadas por los alumnos que contribuyen al aprendizaje de las actividades laborales. Con este estudio se puede verificar que el uso del cuadro de control genera un monitoreo adecuado para evaluar las fluctuaciones de datos y realizar estudios de los mismos, pudiendo ser enseñado a los alumnos y aplicado en clases prácticas de acompañamiento. También se puede demostrar que el programa Minitab 17 ayuda rápidamente en la construcción de gráficos de control, obteniendo resultados de análisis en tiempo real. Este programa puede utilizarse en otros laboratorios del Instituto Federal de Ceará para el control estadístico de análisis con apoyo para el aprendizaje de los estudiantes.

Palabras clave: Laboratorio; Carta de Control; Nimodipina; El aprendizaje.

1. Introdução

O Ensino de Química no Brasil, nas últimas décadas, tem passado por mudanças devido às condições locais e nacionais (Santos e Mortimer, 1999; Marcondes, 2016). Desta forma, as instituições de ensino superior têm como desafio oferecer, aos seus alunos, uma

formação atualizada em consenso diante do crescimento das informações sobre a Química que surgem a cada ano. Podem ser citadas como mudanças: novas estratégias de ensino, os estudos de caso, ensino baseado em problema, uso de modelagem, a utilização de recursos computacionais, a tecnologia em favor da ciência e a criação de disciplinas como a química de materiais, polímeros etc (Sá, 2006).

Essa transformação na forma de ensinar a Química é necessária principalmente no que se refere à formação de futuros professores de Química, pois se trata de preparar um professor para entrar em sala de aula e lidar com conteúdo desse componente curricular que precisam ser trabalhados pedagogicamente, motivando os alunos a estudar essa ciência (Suart *et al*, 2010).

Durante o período acadêmico dos estudantes, há o empenho dos professores em amenizar as dificuldades que os alunos têm em relação aos componentes curriculares das ciências exatas. Desta forma, as atividades experimentais, utilizadas no curso de Química como estratégia didática de ensino, ainda que pouco desenvolvidas por fatores como a falta de laboratório estruturado e insegurança de professores que não tiveram acesso ao laboratório durante sua formação, têm importante função como uma alternativa para o esclarecimento das dúvidas que surgem nas aulas teóricas, influenciando na aprendizagem do alunado (Suart *et al*, 2010).

O ensino de Química pode ser mais complexo quando não há uma relação do conteúdo com situações que podem ser vivenciadas pelo aluno, gerando uma dificuldade no entendimento do que está sendo lecionado. Mesmo que os livros didáticos sejam contextualizados, em muitos casos, não há associação com a realidade dos estudantes. O que torna necessário fazer o uso de aulas experimentais articulada à realidade dos alunos, complementando a aprendizagem.

Os cursos técnicos de Química apresentam, em sua grade curricular, aulas experimentais como componente obrigatório que complementam as aulas teóricas. Porém, isso gera uma carga horária considerável ao currículo desse curso (Brasil, 2001). No entanto, para se ter um conhecimento mais aprofundado do que é visto na teoria em sala de aula sobre as disciplinas do curso de Química, é necessário que os professores façam aulas experimentais nos laboratórios, proporcionando o despertar da curiosidade dos alunos, oportunizando a construção do conhecimento científico, buscando obter respostas através de discussões, problematizações e questionamentos (Schnetzler, 2002).

Dentre os componentes curriculares dos cursos em Química tem-se a Química Analítica, a qual pode-se utilizar várias metodologias para as aulas experimentais e também ferramentas matemáticas adequadas na construção de gráficos e cartas de controle para análises de dados, permitindo o contato dos alunos com os equipamentos e um estudo aprofundado estatístico de dados (Matai; Camacho, 2001).

Uma ferramenta que pode ser utilizada para análise de resultados é o Controle Estatístico de Processo (CEP), que consiste em uma técnica muito utilizada na indústria para entender e melhorar o desempenho de processos, através de tratamento estatístico de dados (Woodall, 2000).

Uma maneira de utilização na indústria pode ser vislumbrada na pesquisa de Oliveira *et al.* (2004), abordaram a temática CEP como uma proposta de modelo para utilização dessa ferramenta na indústria química/ petroquímica de processo contínuo. O objetivo desse trabalho foi a implementação de técnicas estatísticas voltadas ao controle de qualidade.

O CEP também pode ser utilizado em ambientes não industriais como descrito na pesquisa de Sulek, Maruchek e Lind (2006), sendo maior aplicação na área industrial, pois em outras áreas requer mais criatividade. Segundo Montgomery (2004), a maior parte das operações que não estão ligadas ao campo da indústria não há um sistema de medições que permita os analistas desempenharem qualidade nas análises com facilidade e também o sistema que necessitará ter algum trabalho de melhora não é claro quanto o que existe na indústria, a qual se tem um controle em tempo real e equipamentos mais robustos para a realização das análises.

Poucos são os trabalhos publicados na área educacional utilizando o CEP, podendo ser mencionadas as pesquisas de Silva, Duarte e Mano (2012) e Gautério e De Mattos (2014). Porém, utilizar essa técnica nessa ambiente pode ter grande utilidade pelo fato da ferramenta permitir possibilidades de mudanças em função de monitoramento em tempo real, bem como a contextualização dos conteúdos com o dia a dia de um técnico em química no ambiente industrial.

Com relação ao ensino de Química e a aula experimental, faz-se necessário levantar a hipótese de como o Controle Estatístico de Processo (CEP) pode ser utilizado em uma aula experimental de Química Analítica, contribuindo para a aprendizagem do aluno. E também se essa ferramenta permite a realização de tratamentos dos dados do experimento durante a aula prática desse componente curricular, podendo ser utilizada no cotidiano de um laboratório

didático. É importante avaliar se essa ferramenta pode ajudar o aluno no entendimento do conteúdo aplicado e utilizar informações do cotidiano que um técnico em Química pode presenciar na indústria, trazendo para o laboratório didático situações da realidade.

Diante do contexto, o objetivo desse estudo é utilizar o controle estatístico (CEP), a carta de controle, para avaliar a estabilidade estatística do espectrofotômetro utilizado para o estudo de validação de método do medicamento Nimodipino e o desempenho na utilização do método de análise, utilizando dados do estudo de absorvância desse fármaco, podendo ser usado nos laboratórios de ensaios na manutenção contínua da qualidade, sendo esses ensaios realizados por alunos contribuindo para uma aprendizagem das atividades laborais.

2. Laboratório de química

O laboratório de química pode ser definido como um processo em local provido de instalações, aparelhagem, pessoas e produtos necessários a manipulações, exames e experiências efetuados no contexto de pesquisas científicas, produzindo resultados. E todo processo tem-se um cliente interessado nos resultados dos experimentos. E para que se tenham resultados confiáveis em testes de laboratório é necessário ter-se um controle de qualidade do processo, que avalia as variáveis do seu desempenho. Segundo colenghi (2007), essas oscilações em um processo podem ser avaliadas através da relação de causa e efeito, como demonstra na Figura 1, em que é utilizado um diagrama para analisar os aspectos das possíveis causas de um problema em particular.

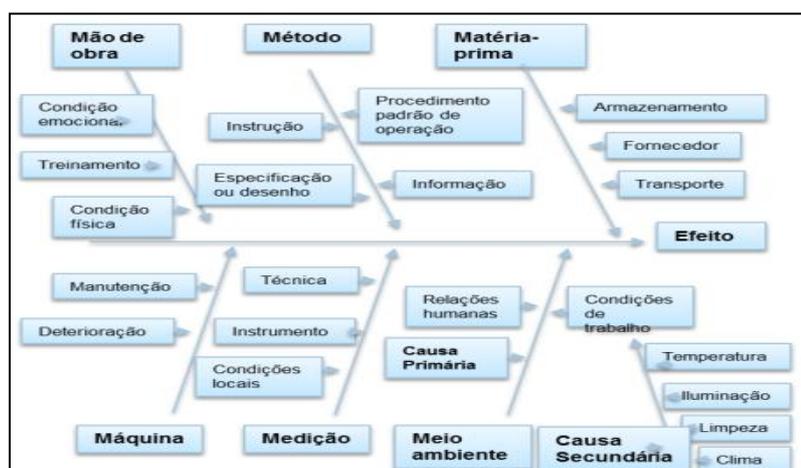


Figura 1. Diagrama de Causa e Efeito.

Fonte: http://www.producao.ufrgs.br/arquivos/disciplinas/388_apostilacep_2012.pdf

O diagrama ishikawa, que também é conhecido como diagrama de causa e efeito, consiste em uma ferramenta que tem uma estrutura semelhante a uma espinha de peixe, como mostra a Figura 1, em que se tem nas linhas verticais a causas de um problema em um processo, podendo ter seis origens: máquina, método, mão de obra, medição, matéria prima e meio ambiente. E na posição horizontal tem-se o efeito (Leite *et al.*, 2018)

É uma ferramenta que pode ser utilizada no controle de qualidade, de forma a contribuir na identificação de desvios em processos e poder buscar soluções para os problemas encontrados.

Os resultados dos processos podem ter variáveis em seu desempenho que precisam ser estudados. É necessária uma compreensão dos relatórios do processo em si e de sua variabilidade interna para que se possa obter um controle mais detalhado e ter informações reais do resultado dos mesmos (Lima *et al.*, 2006).

É impossível para a maioria dos processos obterem resultados sem variabilidade, isso se deve as variações inerentes aos processos. Comparando-se duas unidades quaisquer, produzidas pelo mesmo processo, elas jamais serão idênticas. Para o gerenciamento do processo e redução das oscilações, é importante investigar as causas das variações no processo. O primeiro passo é distinguir entre causas comuns e causas especiais (Ribeiro; Caten, 2012).

A desordem entre causas comuns e especiais leva a maior variabilidade e a custos mais elevados, ou seja, a ação em uma causa comum tratando-a como se fosse causa especial pode levar a um aumento indesejável da variação dos resultados, gerando um custo desnecessário (Deming, 1986). Esse tipo de gasto ocorre em laboratórios, quando não há um controle eficiente de qualidade do processo das análises.

Em relação às causas especiais, deixando-as passar despercebidas em um processo, elas podem ser incorporadas aos resultados, permitindo que seja aceitável o que deveria ser rejeitado, perdendo uma oportunidade de melhoria do produto final. Essas causas possuem distribuição instável e geralmente são de fácil identificação. Com isso, pode-se observar que é necessário investir em tratá-las, pois são de baixo custo e reduzem a variação do processo.

Nos laboratórios de química existe uma grande variedade de métodos de ensaios. E para que haja uma confiabilidade dessas análises é necessário utilizar métodos de monitoramento e de comparação, que pode ser através do Controle Estatístico de Processo

(CEP). Com isso, obter resultados confiáveis e corretos, sendo esse o CEP um sistema de controle da qualidade, ou seja, um mecanismo que pode promover resultados confiáveis para uma determinada análise (Paladini, 1990).

A obtenção de resultados confiáveis de análises sempre foi uma grande preocupação para os químicos, devido à nuvem de conceitos, tais como: a validação, acreditação e controle de qualidade, que um químico analítico precisa lidar durante a execução de um experimento.

O ciclo do controle de qualidade analítica é uma forma de fazer uma relação dos conceitos que possam ser utilizados para a implementação, em um laboratório de química, das principais concepções de qualidade (Olivares, 2012).

Além da implementação dos conceitos de qualidade em resultados oriundos de análises, é necessário registrar os dados resultante desses controles de qualidade de maneira que as tendências sejam detectáveis e, quando aplicável, utilizar-se de técnicas estatísticas para a realização análise crítica dos resultados, ou seja, a utilização de cartas de controle nos equipamentos.

O uso de controle estatístico em estudos de processo não significa que haverá a resolução de todos os problemas do mesmo, porém o monitoramento é uma forma racional, lógica e organizada para determinar a localização onde o problema possa existir, a sua proporção e, com isso, buscar uma alternativa para eliminá-lo. Esses controles podem ajudar os laboratórios na obtenção de sistemas que assegurem uma melhoria da qualidade de forma constante e da produtividade (Chambers e Wheeler, 1992; Carneiro Neto, 2003).

O Controle Estatístico de Processo (CEP) consistem em grupo de ferramentas da qualidade com objetivo desenvolver métodos estatísticos para monitoramentos de processos em tempo real. Com isso, é possível através dessa ferramenta ter-se uma descrição detalhada do comportamento do processo, indicando as variações e possibilitando o seu controle, realizando estudo dos dados coletados de forma contínua e bloqueio de possíveis causas eventuais que possam gerar instabilidade do processo (Paranthaman, 1990).

Como estratégia do CEP, os processos podem ser controlados efetuando-se medições de variáveis de interesses em pontos em intervalos de tempo, fazendo o registro deles através das cartas de controle.

Avaliando a importância do CEP fez-se um levantamento bibliográfico recorrendo a fontes como artigos e trabalhos publicados em anais restringindo a um período de 2011 a

2016, verificando como o mesmo pode ser usado nas pesquisas. Utilizou-se das plataformas: *Google Acadêmico*, *Science Direct* e *Scope*. As palavras chaves para encontrar trabalhos foram: Controle Estatístico de Processo, ensino de química, cartas de controle em atividade experimental.

Com base nas informações acima, verificou-se que o número de artigos que tem como temática o Controle Estatístico de Processo ainda é considerado pequeno, principalmente relacionando esse tema ao ensino de Química. Os artigos que são em maior quantidade fazem menção ao uso dessa ferramenta em pesquisas voltadas para área industrial, podendo ser visualizadas a seguir:

Silva *et al.* (2013), utiliza o CEP para realizar avaliação em uma estação de tratamento de efluentes, realizando a caracterização físico-químicas do efluente tratado de agroindústria oleaginosa e analisando a variabilidade do processo de tratamento de efluentes por meio de cartas de controle de *shewhart* interpretadas utilizando-se oito critérios de não aleatoriedade propostos pela norma ISO 8258:1991. A pesquisa identificou instabilidade nesse processo de tratamento de efluentes da agroindústria oleaginosa, indicando ações de melhorias para evitar essa instabilidade, como treinamentos para técnicos, melhorias em equipamentos e também na qualidade da rede elétrica e controle mais preciso na operação.

As ações do trabalho de Silva *et al.* (2013) contribuem para evitar problemas futuros e a pesquisa demonstrou a importância da utilização do CEP para tratar problemas e também preveni-los, tomando medidas imediatas diante de pequenas variações.

Oliveira *et al.* (2013), demonstrou o uso da carta de controle para a realização da análise dos dados obtidos de experimentos de determinação de íons sulfato pela técnica de espectrofotometria. Nesse trabalho foi possível estabelecer valores de concentrações de sulfato e construir uma carta de controle laboratorial através dos limites de detecção, pois a mesma indicou que não houve erros de análise.

O trabalho de Oliveira *et al.* (2013) é a atividade que é fundamental para o funcionamento de um laboratório de Química de rotina, em que se pode determinar resultados tendenciosos e, dessa forma, realizar o estudo dos dados avaliando possíveis problemas na execução diária do método de análise.

Kulcsar *et al.* (2014), apresentou uma pesquisa utilizando o CEP no monitoramento estatístico de processos químicos, no consumo de energia visado e o medido.

Costa (2014), teve como tema da pesquisa o uso de cartas de controle multivariadas para o monitoramento simultâneo do teor de isoniazida e rifampicina em uma formulação farmacêutica empregando a espectroscopia no infravermelho próximo, em que obteve aplicabilidade das cartas para o controle de processo para uso em indústria farmacêutica para otimizar o processo de controle de qualidade.

Rodrigues (2015), realizou uma pesquisa utilizando o método gráfico do CEP, cartas de controle, para avaliar as análises que eram realizadas rotineiramente em laboratório de qualidade do leite de gado da EMBRAPA. As cartas de controle tiveram grande importância, pois, através delas, foi possível detectar desvios e também auxiliar nas decisões necessárias a serem tomadas. No entanto, utilizou-se o *software* “Excel”, ferramenta de fácil acesso e de baixo custo, para a construção da carta de controle e a mesma demonstrou ser bastante robusta e viável.

No levantamento bibliográfico verificou-se a aplicação do CEP, especificamente a carta de controle, para tratamento de dados para área industrial. Poucos são os trabalhos voltados para o uso de CEP nos laboratórios de rotina de Química.

É importante ressaltar que nesse levantamento não foram encontrados trabalhos que tratavam especificamente da utilização do CEP em aulas experimentais, utilizando a Validação de Metodologia Analítica de Medicamentos no ensino de Química no Brasil. Avaliando que um estudo estatístico possibilita obter resultados confiáveis, essa ferramenta pode contribuir para a aprendizagem da Química Analítica, principalmente, em relação ao controle de resultado de experimentos oriundo de uma aula experimental, bem como a interdisciplinaridade que pode ocorrer entre os componentes curriculares de Estatística e a Química Analítica em uma aula, com a utilização de gráficos obtidos através das cartas de controle para tratamento de dados de ensaios.

Em relação às cartas de controle, sendo uma ferramenta estatística, as mesmas têm como objetivos: análises estatísticas simples e visuais, melhor capacidade de identificação de erros analíticos e estimativa de incerteza retirada dos desvios padrão, englobando todas as variações possíveis que o método pode sofrer.

A seguir tem-se a descrição detalhada de como a carta de controle é utilizada para a realização do Controle Estatístico de um Processo.

3. Cartas de Controle

No CEP, o controle dos processos é efetuado realizando-se medições de variáveis de interesse em intervalos de tempo, sendo os resultados registrados em cartas de controle (Juran, 1992; Ogunnaike e Ray, 1994; Montgomery, 2004).

As cartas de controle são métodos gráficos utilizados no Controle Estatístico de Processo para o monitoramento e gerenciamento das análises de rotina, por ser de fácil utilização e a detecção de tendências negativa nos trabalhos analíticos, identificando sua fonte em potencial (Simonet, 2005). Tem como objetivo identificar desvios relativos dos parâmetros do processo, reduzindo a quantidade de produtos fora de especificações.

A carta de controle do tipo *shewhart* é a mais utilizada e tem ampla aplicabilidade. Para construir esse modelo é preciso um período preliminar de análises sucessivas da amostra em avaliação para determinar os limites de controle e atenção da mesma. Um exemplo desse gráfico pode ser visualizado na Figura 2, em que os limites são definidos como Linha Central (LC), formada pela média dos valores, Limite Inferior de Controle (LIC) e Limite Superior de Controle (LSC), calculados e delimitados a partir do desvio padrão (Tutura, 2015).

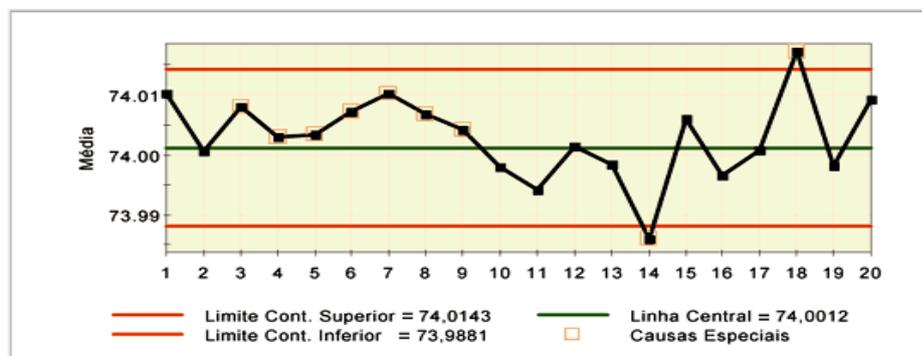


Figura 2. Utilização de carta de controle.

Fonte: (Michel e Fogliatto, 2002)

A Figura anterior demonstra um exemplo de carta de controle do CEP, em que se pode verificar nas linhas em vermelho os limites de confiança superior e inferior, a linha verde o valor médio de referência para os resultados de uma análise.

Avaliando ainda a Figura 2 verifica-se uma tendência nos resultados a partir do número 9, ficando um ponto abaixo do limite inferior no número 14. Com a carta de controle, pode-se fazer um estudo a partir dessa tendência e obter medidas para deixar o processo estável, evitando que os resultados ultrapassem os limites superior e inferior.

Segundo a ISO:7870-1, 2014 (*International Organization for Standardization*), os gráficos de controle são fundamentais para se fazer um Controle Estatístico de Processo, por fornecer um método gráfico simples que pode ser utilizado para as seguintes situações:

- Indicar se o processo é estável;
- Estimar a magnitude da variabilidade inerente ao processo;
- Comparar as informações a partir de amostras que representam um estado atual de processo contra os limites de controle que refletem essa variabilidade, tendo como objetivo determinar se a variabilidade do processo se manteve estável ou se está havendo oscilações;
- Identificar, investigar e, como consequência, reduzir / elimina o efeito de causas especiais de variação, que podem levar o processo a um nível inaceitável de desempenho;
- Contribuir na relação do processo através da identificação de padrões de variabilidade, como tendências, ciclos etc;
- Determinar se o processo pode esperar para satisfazer os requisitos do produto ou serviço e a capacidade do processo para a característica a ser medida;
- Fornecer uma base para ajuste através do processo de previsão, utilizando modelos estatísticos;
- Contribuir para a avaliação do desempenho de medição.

Para que um gráfico de controle possa ser um indicador confiável é necessário ter uma atenção especial na fase de planejamento às questões: como selecionar o tipo adequado de gráfico para o processo em estudo e a determinação de um esquema de amostragem adequada, bem como a escolha da amostra controle (Turuta, 2015).

Existem várias possibilidades de cartas de controle para se fazer o monitoramento dos parâmetros: valor único, valor médio, taxa de recuperação, desvio de padrão e alcance, dos ensaios analíticos. Esse controle é realizado em concordância com a amostra a ser controlada pela metodologia (Funk *et al*, 2007).

A carta de valor médio tem utilidade em análises químicas para valores únicos e consiste na forma original de *shewhart* (Turuta, 2015).

A seguir essa pesquisa demonstra uma possibilidade de utilização do CEP aplicado em uma aula experimental de Química Analítica.

4. Metodologia

O presente trabalho teve como ponto inicial o Laboratório de Aulas Práticas de Química do Instituto Federal do Ceará – Campus Crateús, que é utilizado também para pesquisa dos professores e alunos. O Controle Estatístico de Processo foi desenvolvido a partir da proposta de Levine *et al.* (2000), utilizando o *Software Minitab*®, versão 17, para o controle dos equipamentos e incorporando as atividades do laboratório, adaptando a rotina do ambiente ao controle de qualidade.

O público alvo foram alunos que estavam cursando o 7º semestre do curso técnico integrado em química. A turma era composta de 10 alunos matriculados, porém para a atividade os alunos foram divididos em equipes, sendo três (3) equipes contendo dois (2) alunos e uma equipe contendo três (3) alunos. Cada equipe recebeu uma amostra do medicamento e foi escolhido, de cada uma, um aluno que faria as análises. A Validação de Metodologia Analítica para Fármacos deve ser realizada por um único analista para todos os testes que se pretende (Brasil, 2017). Portanto, para as análises quatro (4) alunos participaram, conforme a descrição na Resolução da Diretoria Colegiada – RDC Nº 166, 24/07/2017 e também para a realização dos testes existia uma quantidade reduzida de fármaco o que impediu o envolvimento de mais alunos no manuseio do equipamento e preparo da amostra controle.

Nos estudos quantitativos, como considera Pereira et al (2018) faz-se o emprego de valores, números, porcentagens e estatísticas. Realiza-se um estudo quantitativo com viés qualitativo no qual se observa o aprendizado dos alunos no laboratório de química.

Em relação à utilização do CEP, todos os membros das equipes participaram para poder fazer o estudo dos dados encontrados em tempo real.

Com o intuito de se ter um contato maior com o equipamento a ser utilizado para se obter os resultados das análises, dentre os diferentes testes que são realizados no laboratório de Química, foi escolhida para a aula experimental a Validação de Metodologia Analítica do medicamento Nimodipino da classe dos fármacos como referência para o estudo do caso a seguir e o equipamento escolhido foi o espectrofotômetro.

Foram utilizadas como controles as análises em triplicata de amostras do medicamento em meio alcoólico, ácido, alcalino e oxidante para provocar uma degradação forçada das amostras e construção da curva de calibração em cada sequência analítica para

cada ensaio selecionado. O método utilizado para as análises foi por espectrofotometria. Os dados das amostras foram monitorados por cartas de controle de média da recuperação e carta de controle por amplitude.

A metodologia analítica utilizada para as análises foi desenvolvida no Laboratório de Controle de Qualidade Físico-químico de Medicamentos e Cosméticos da Faculdade de Ciências Farmacêuticas de São Paulo e no Laboratório de Farmatécnica USP.

Com os dados coletados da análise das amostras foram realizados dois estudos. Inicialmente utilizam-se os dados coletados das análises para construção e interpretação dos mesmos em cartas de controle. Em seguida, utilizaram-se os dados da curva de calibração do Nimodipino com os solventes em metanol, metanol em ácido clorídrico (HCL) e metanol em peróxido de hidrogênio (H_2O_2), para fazer o controle desses resultados em cartas de controle, objetivando o monitoramento e validade da curva.

Para a utilização de carta de controle foram selecionadas 15 amostras com concentração de 0,6 mg/mL de Nimodipino em Metanol, 0,6mg/mL de Nimodipino em Metanol/HCl, 0,6 e 0,6mg/mL de Nimodipino em Metanol/ H_2O_2 , analisadas em triplicatas durante o período de 2015 e 2016.

Foram realizadas varreduras no espectrofotômetro ultravioleta/ visível entre os comprimentos de onda 320 nm e 500 nm. E foi detectado melhor absorbância no comprimento de onda 360nm, como demonstrado na Figura 3 seguinte:

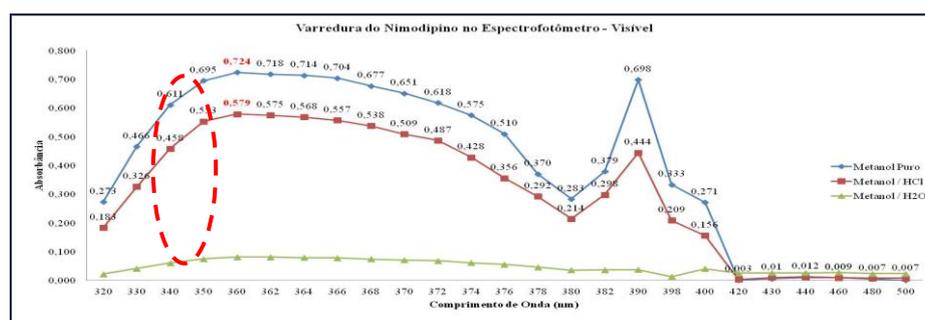


Figura 3. Gráfico de varredura no equipamento espectrofotômetro do medicamento Nimodipino.

Fonte: Planilha de Controle do Laboratório de Química IFCE elaborada pelo autor, 2016.

A Figura 3 trata-se de uma varredura em espectrofotômetro da amostra contendo o princípio ativo Nimodipino, em que se pode determinar o comprimento de onda em que se tem o maior sinal de absorção do princípio ativo desse medicamento, demonstrado no círculo em vermelho.

Com a determinação do comprimento de onda do princípio ativo pode-se dar continuidade nas análises de validação do medicamento.

4.1 Aplicações da carta de controle

Foi construída uma carta de controle *shewharts* para os valores individuais de absorbância das amostras, que podem ser visualizados na Tabela 1, com o objetivo de demonstrar o trabalho da metodologia estatística realizada no laboratório. A carta é constituída da média, limite inferior de controle (LIC) e limite superior de controle (LSC).

Dados das análises:

Tabela 1 - Dados das Amostras Analisadas de Nimodipino como Controle de Qualidade.

Amostras	Metanol Puro	Nimodipino em Metanol Puro e Espectrofotômetro Estabilizado	Nimodipino em Metanol Puro e Espectrofotômetro Estabilizado	Nimodipino em Metanol / HCl	Nimodipino em Metanol / H2O2	Nimodipino em Metanol / HCL Espectrofotômetro Estabilizado	Nimodipino em Metanol / H2O2 Espectrofotômetro Estabilizado
1	0,593	0,710	0,723	0,586	0,390	0,729	0,714
2	0,596	0,713	0,722	0,586	0,388	0,730	0,712
3	0,597	0,718	0,723	0,588	0,388	0,730	0,712
4	0,598	0,716	0,724	0,591	0,390	0,730	0,711
5	0,600	0,719	0,726	0,592	0,388	0,735	0,709
6	0,600	0,719	0,725	0,594	0,390	0,735	0,711
7	0,604	0,721	0,723	0,594	0,391	0,736	0,711
8	0,601	0,721	0,724	0,598	0,390	0,736	0,711
9	0,604	0,721	0,724	0,599	0,390	0,738	0,711
10	0,604	0,720	0,72	0,600	0,390	0,738	0,711
11	0,603	0,720	0,722	0,601	0,390	0,740	0,713
12	0,605	0,720	0,721	0,601	0,390	0,739	0,711
13	0,605	0,724	0,723	0,602	0,390	0,739	0,711
14	0,607	0,724	0,722	0,605	0,390	0,744	0,710
15	0,605	0,722	0,721	0,604	0,389	0,740	0,712

Fonte: Planilha de Controle do Laboratório de Química IFCE elaborada pelo autor, 2016.

A Tabela 1 apresenta os dados de absorção do medicamento Nimodipino solubilizado em diferentes solventes. Consiste em repetições das amostras com o mesmo equipamento, porém em condições variadas. Através dessas repetições pode avaliar a precisão do método.

Os dados foram avaliados utilizando o *Software Minitab*®, versão 17, para avaliação da carta controle.

5. Resultados e discussões

A partir dos valores da Tabela 1 são apresentados os dados de absorção para gerar os gráficos de controle.

Pode-se verificar na carta de controle de *shewharts*, para os valores individuais de absorvância, observando as variações, podendo realizar interpretações das absorvâncias de monitoramento.

Através do programa foi possível fazer avaliações dos resultados para verificar se estão ocorrendo desvios de análises decorrente do equipamento ou do analista que manipula as amostras.

Na Figura 4, com a amostra de Nimodipino solubilizada em metanol puro.

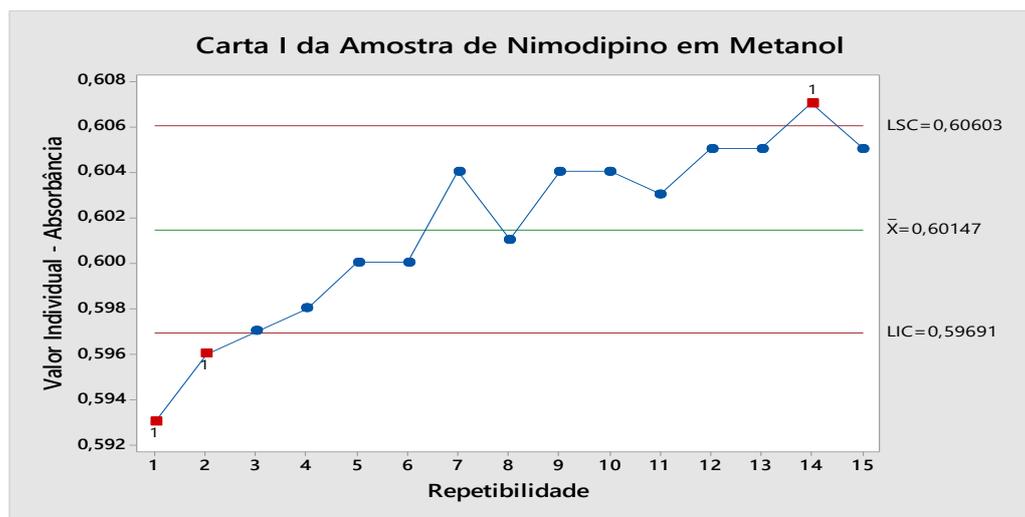


Figura 4 - Carta de Controle I do *Software Minitab 17* para amostra de Nimodipino em metanol.

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

Observa-se que se tem o resultado da análise com o espectrofotômetro sem aguardar a estabilização do mesmo. Com isso, foram realizadas novas repetições com o equipamento estabilizado, comparado os dados, que podem ser visualizados nas Figuras 5 e 6.

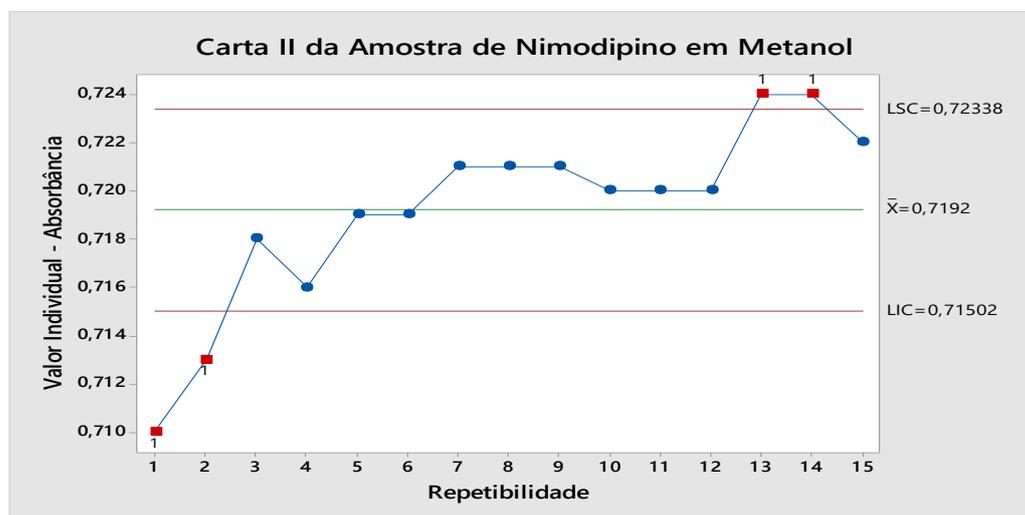


Figura 5 - Carta de Controle II do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em metanol.

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

Na Figura 5 pode-se identificar dois pontos, inicialmente, abaixo do limite inferior e dois pontos acima do limite superior no final do gráfico, demonstrando que o equipamento ainda não se encontrava totalmente estável para a continuidade da análise.

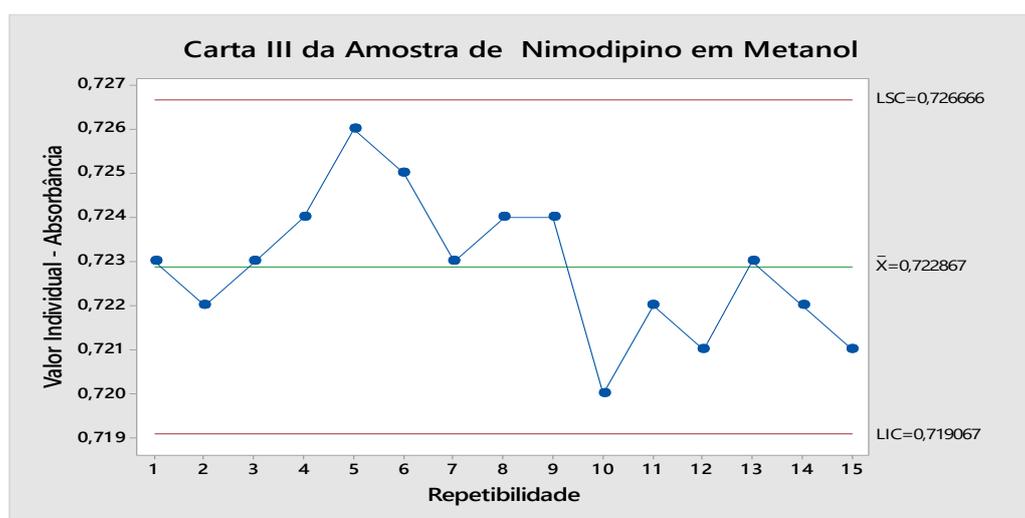


Figura 6 - Carta de Controle III do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em metanol.

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

A Figura 6 apresentou pontos no intervalo entre os limites superior e inferior, demonstrando que houve um aumento significativo de absorbância apresentando maior estabilidade do equipamento para essas análises.

Nas Figuras 7 e 8 foram usadas amostras de Nimodipino solubilizadas em metanol com ácido clorídrico (HCl) e amostra de Nimodipino em metanol com peróxido de hidrogênio (H₂O₂) respectivamente, porém sem a estabilização do espectrofotômetro.

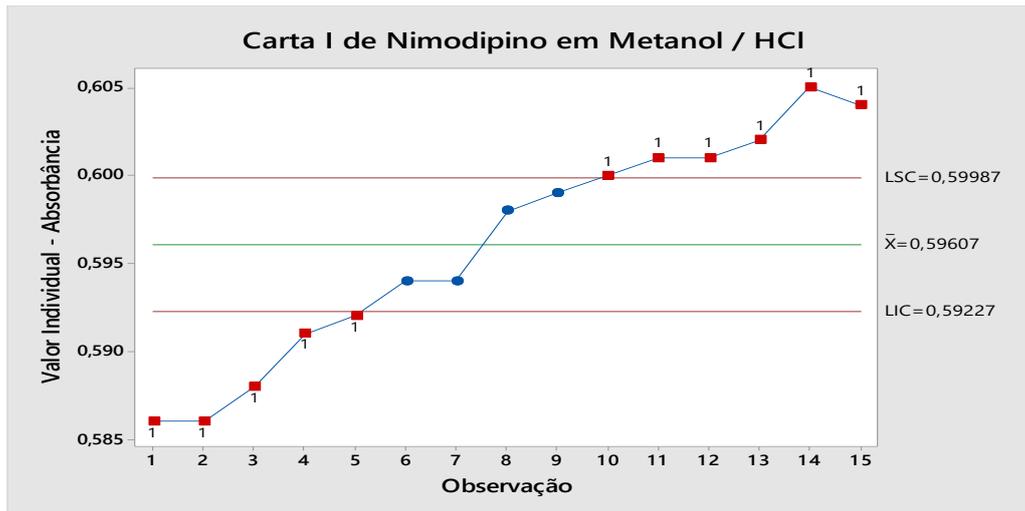


Figura 7. Carta de Controle I do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em Metanol / HCl

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

A Figura 7 apresentou resultados iniciando com pontos abaixo do limite inferior. Porém, avaliando os outros pontos, pode-se identificar uma tendência de aumento de absorbância, ficando pontos acima do limite superior. Observa-se, através desse gráfico, que o equipamento não se encontrava estável para a realização das análises.

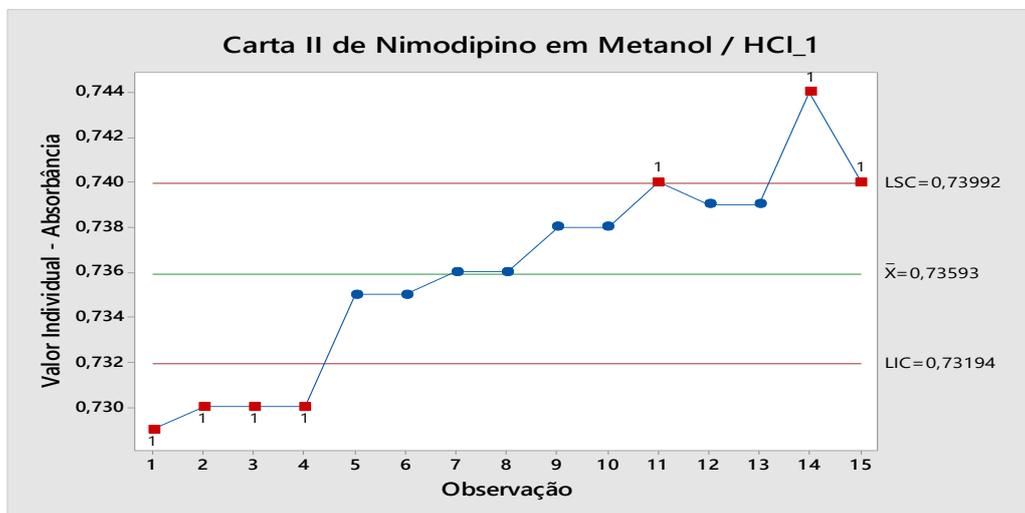


Figura 8. Carta de Controle II do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em Metanol / HCl

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

O comportamento dos resultados das análises na carta de controle da Figura 7 repetiu-se na Figura 8, em que os resultados iniciais de absorbância ficam abaixo do limite inferior e, apresentando aumento na continuidade das análises, resultando em pontos acima do

limite superior. Essa oscilação dos resultados demonstra que o espectrofotômetro não se apresentava estável para a realização dos ensaios.

Após a estabilização do equipamento, realizaram-se novas leituras, conforme as Figuras 9 e 10, observando-se que as absorbâncias foram maiores e obtendo resultados mais estáveis nas cartas de controle.

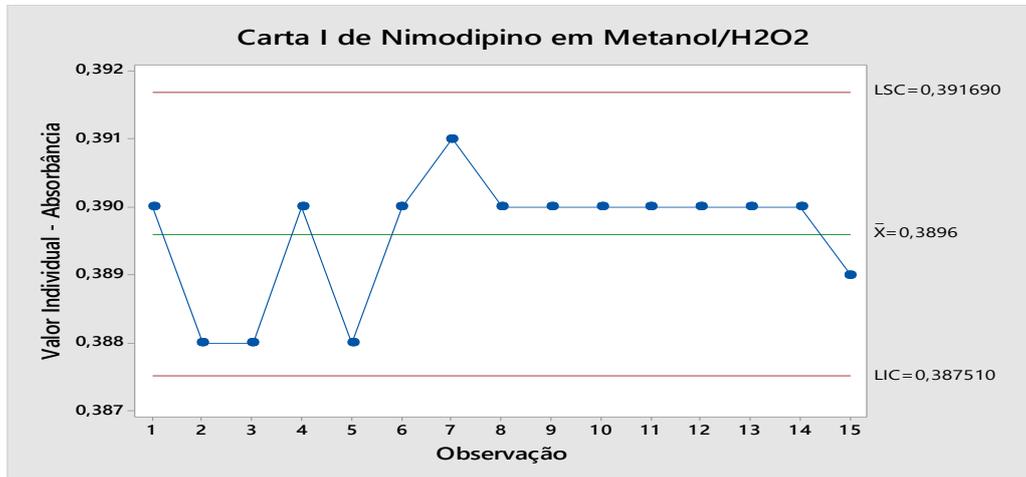


Figura 9. Carta de Controle I do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em Metanol / H₂O₂

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

A Figura 9 apresentou uma tendência inicial de resultados abaixo da média, porém a partir da análise de número 8, as absorbâncias tornaram-se mais estáveis.

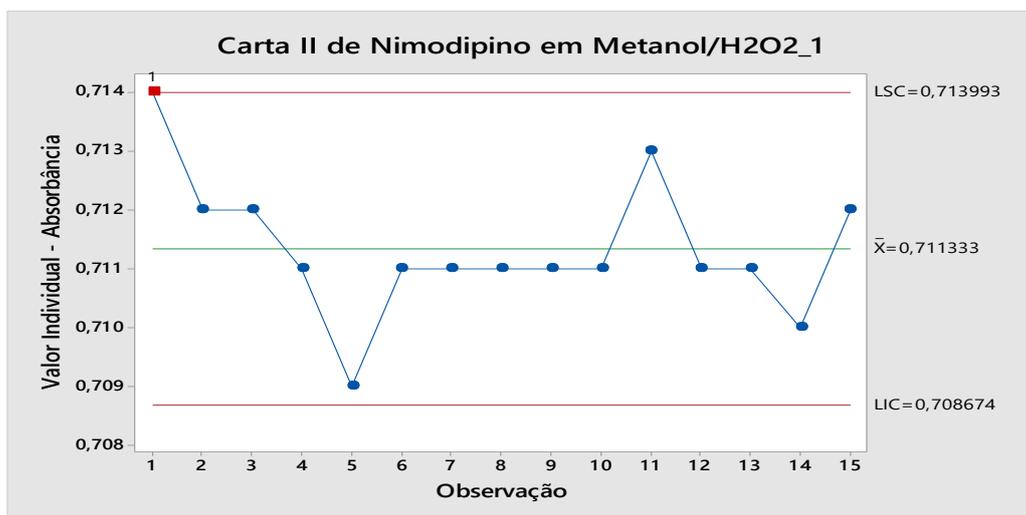


Figura 10. Carta de Controle II do *Software Minitab* 17 para amostra de Nimodipino em Metanol / H₂O₂

Fonte: Programa Minitab 17 Laboratório de Química IFCE, elaborada pelo autor, 2016.

A Figura 10 apresentou uma tendência inicial de resultados acima da média, porém a

partir da análise de número 6, as absorvâncias tornaram-se mais estáveis.

Através dos dados analisados pode-se comprovar que houveram variações nos resultados das análises devido à estabilização do espectrofotômetro. Com isso, pode-se eliminar os ensaios que obtiveram maiores variações acima ou abaixo das médias nas cartas de controle, fazendo com que sejam utilizados apenas os resultados das análises que estavam conforme, garantindo a confiabilidade analítica dos resultados.

Com essa avaliação das análises, as equipes dos estudantes com o medicamento realizaram um estudo detalhado do equipamento para avaliar as variações que foram encontradas nas análises e, como atividade futura, fazer um plano de ação para as possíveis causas que estavam deixando o equipamento desestabilizado, avaliando máquina, método, material e produtos utilizados como solventes, conforme o diagrama de causa e efeito da Figura 1.

O *Software Minitab 17* facilitou a visualização e interpretação de dados das análises em laboratórios, sendo de fácil manuseio e de grande aplicabilidade. Esse programa foi utilizado para monitoramento dos dados na aula prática realizada no laboratório de química em tempo real, simulando o que ocorre no ambiente industrial.

Segundo Souza (2003), as cartas de controle podem ser utilizadas para controle estatístico em laboratórios de pesquisa. Após o lançamento dos dados, o processo é monitorado com qualidade nos ensaios, através da análise estatística, sendo possível reduzir a frequência de medições, evitando custos altos.

As cartas de controle serão aplicadas em outros equipamentos a fim de garantir resultados confiáveis para os testes realizados, utilizando-se de amostras padrão. Também serão aplicados outros parâmetros de controle estatístico através do *Software Minitab 17* para complemento da garantia da qualidade dos ensaios no laboratório de química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, *campus* de Crateús.

6. Conclusão

Com a utilização da ferramenta estatística, Controle Estatístico de Processo, junto com o *Software Minitab 17*, os estudantes podem aprender como interpretar cartas de controle oriundas das análises para garantir a qualidade dos ensaios realizados em laboratórios, bem como avaliar de forma preventiva se o equipamento apresenta variações que podem interferir nos resultados dos testes das amostras de controle. Com isso, haverá um aprofundamento

sobre os equipamentos utilizados nas aulas de Química Analítica e também da gestão da qualidade do local, produzindo um conhecimento mais aprofundado estatístico e do ensaio utilizado (DEMING, 1990).

O *Software Minitab 17* é um programa que pode ser utilizado para gerar gráficos com bastante utilidade em laboratórios de química analítica, pois existem vários equipamentos que podem ser conectados a computadores para armazenar resultados. Com isso, têm-se dados em tempo real que podem ser plotados diretamente no programa mencionado, facilitando a análise de resultados.

A utilização do método pelos estudantes fez com que houvesse uma maior aproximação dos mesmos com as metodologias utilizadas em laboratórios, contribuindo para a aprendizagem deles. Essa proximidade com as atividades laboratoriais fazem uma contextualização com situações reais que ocorrem no dia a dia em indústrias e laboratórios de pesquisa.

É importante ressaltar que as cartas de controle junto com outros métodos investigativos de desvios em ensaios podem ser utilizadas durante aulas práticas e também em trabalhos de pesquisas, garantindo a confiabilidade das análises realizadas. Nas aulas experimentais, pode-se iniciar a atividade com um problema de algum ensaio de laboratório a ser resolvido durante a aula, utilizando um diagrama de causa e efeito, e a carta de controle para avaliar se o problema foi solucionado.

Referências

Brasil (país). Ministério da Educação. (2001). *Diretrizes Nacionais Curriculares para os Cursos de Química*. Recuperado em:

<http://portal.mec.gov.br/sesu/arquivos/pdf/130301Quimica.pdf>.

ANVISA, B. (2017). Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada-RDC Nº 166. Recuperado em:

http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/2721567/RDC_166_2017_COMP.pdf/d5fb92b3-6c6b-4130-8670-433263763401.

Carneiro Neto, W.(2003). Controle Estatístico de Processo CEP [CDROM]. *Recife: UPE-POLI*.

Wheeler, D. J., & Chambers, D. S. (1992). *Understanding statistical process control*. SPC press.

Costa, F. S. L. D. (2014). *Cartas de controle multivariadas para o monitoramento simultâneo do teor de isoniazida e rifampicina em uma formulação farmacêutica empregando a espectroscopia no infravermelho próximo* (Master's thesis, Universidade Federal do Rio Grande do Norte). Recuperado em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/19673>

Deming, W. E. (1990). Qualidade: a revolução da administração. In: *Qualidade: a revolução da administração*.

Dos Santos, W. L. P.; Mortimer, E. F. (1999). A dimensão social do ensino de química—um estudo exploratório da visão de professores. *Anais do II ENPEC – Encontro Nacional de Pesquisa em Educação em Ciências*. Valinhos/Porto Alegre: ABRAPEC, CD-ROM.

Funk, W.; Dammann, V.; Donnevert, G. (2007). *Quality assurance in analytical chemistry: applications in environmental, food and materials analysis, biotechnology, and medical engineering*. John Wiley & Sons.

Gautério, E. G.; De Mattos, V. L. D. (2014). Utilização de Controle Estatístico de Processo na avaliação do desempenho acadêmico. *Revista Produção Online*, 14(2): 744-763.

Organização Internacional de Normalização (Genebra). (2013). *ISO 7870-2: Cartas de controle. Gráficos de Controle Shewhart*. ISO. Retirado no dia: http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=62649. Acesso em: 12 abr. 2016.

Juran, J. M. (1992). A qualidade desde o projeto. *São Paulo: Pioneira, 247*.

Kulcsar, T., Koncz, P., Balaton, M., Nagy, L., & Abonyi, J. (2014). Statistical process control based energy monitoring of chemical processes. In *Computer Aided Chemical Engineering*(Vol. 33, pp. 397-402). Elsevier.

Levine, D. M.; Berenson, M. L.; Stephan, D. (2005). *Estatística: teoria e aplicações-usando Microsoft Excel português*. Ltc.

Leite, K. S., da Silva, A. K. B., Caldas, A. H. M., Muniz, D. D., & Santos, E. B. C. (2018). Análise de riscos ocupacionais através de ferramentas gerenciais: estudo de caso em laboratório de tecnologia de alimentos/Analysis of occupational risks through management tools: case study in food technology laboratory. *Brazilian Journal of Development*, 4(7), 3959-3974.

Lima, A. A. N. *et al.* (2009). Aplicação do Controle Estatístico de Processo na indústria farmacêutica. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*, 27(3), 177-187.

Marcondes, M. E. R., do Carmo, M. P., Suart, R. C., da Silva, E. L., Souza, F. L., Santos Jr, J. B., & Akahoshi, L. H. (2016). Materiais instrucionais numa perspectiva CTSA: uma análise de unidades didáticas produzidas por professores de química em formação continuada. *Investigações em Ensino de Ciências*, 14(2), 281-298.

Matai, P. H. L. S.; Camacho, J. L. P. (2001). Novas perspectivas para o ensino de química tecnológica geral. *COBENGE 2001: anais*.

Michel, R., & Fogliatto, F. S. (2002). Projeto econômico de cartas adaptativas para monitoramento de processos. *Gestão & Produção*, 9(1), 17-31.

MONTGOMERY, D. C. (2004). Introdução ao controle estatístico de qualidade, 4^o edição. *Rio de Janeiro, RJ, LTC*.

Ogunnaike, B. A., & Ray, W. H. (1994). *Process dynamics, modeling, and control* (Vol. 1). New York: Oxford University Press.

Olivares, I. R. B., & Lopes, F. A. (2012). Essential steps to providing reliable results using the Analytical Quality Assurance Cycle. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 35, 109-121.

Oliveira, H. (2004). Proposta de modelo simplificado para implementação do controle estatístico de processo (CEP) na indústria química/petroquímica de processo contínuo. *XI SIMPEP, Bauru, 9*.

Oliveira, D. F.; Guimarães, E.; Pereira, J.M.S.; Itokagi, D.M. (2013). Construção de uma Carta de Controle Laboratorial para Determinação de Íons Sulfato. *Anais do Congresso Brasileiro de Química, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 53*.

Paladini, E. P. (1990). *Controle de qualidade uma abordagem abrangente*. Atlas.

Paranthaman, D. (1990). *Controle da qualidade*. McGraw-Hill.

Pereira, AS, Shitsuka, DM, Parreira, FJ & Shitsuka, R. (2018). *Metodologia da pesquisa científica*. [e-book]. Ed. UAB/NTE/UFSM, Santa Maria/RS. Recuperado em: https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/15824/Lic_Computacao_Metodologia-Pesquisa-Cientifica.pdf?sequence=1.

Ribeiro, J. L. D., & Caten, C. S. T. (2012). Cartas de Controle para Variáveis, Cartas de Controle para Atributos, Função de Perda Quadrática, Análise de Sistemas de Medição. *FEENG/UFRGS. Porto Alegre*.

Rodrigues, M. D. C. (2015). *Aplicação de cartas de controle nas análises de rotina do laboratório de qualidade do leite da Embrapa Gado de Leite*. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG, Brasil.

Sá, L. P. (2006). *A argumentação no ensino superior de química: investigando uma atividade fundamentada em estudos de casos*. Tese de doutorado. Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.

Schnetzler, R. P. (2002). A pesquisa em ensino de química no Brasil: conquistas e perspectivas. *Química nova*, 25(supl 1), 14-24.

Silva BB, Duarte E, Mano AP (2012) Utilização de ferramentas de melhoria continua para realizar a gestão de uma disciplina de um curso de engenharia de produção. *Anais do VII*

Congresso Nacional de Excelência em Gestão. ISSN 1984-9354. Rio de Janeiro, Brasil.

Recuperado em: www.excelenciaemgestao.org/Portals/2/documents/cneg8/anais/T12_0455_2976.pdf

Simonet, B.M. (2005). *Quality Control in qualitative analysis*. Trends in Analytical Chemistry, 24(6), 525 – 531.

Souza, L. P. F.; Oliveiras, M. S.; Campos, C. M. M. (2003). *Utilização De Software de Controle Estatístico de Processo (Cep) para Laboratórios de Controle da Poluição*. [Versão eletrônica] . Revista Ciênc. agrotec., Lavras. Edição Especial, 27(E): 1597-1606. Recuperado em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_nlinks&ref=000094&pid=S1413-7054201200040000600005&lng=pt. Acesso em: 24 mai. 2016.

Suart, R. D. C; Marcondes, M. E. R.; Lamas, M. F. P. (2010). A estratégia “Laboratório Aberto” para a construção do conceito de temperatura de ebulição e a manifestação de habilidades cognitivas. *Química Nova na escola*, 32(3), 200-207.

Sulek, J. M.; Maruchek, A.; Lind, M. R. (2006). Measuring performance in multi-stage service operations: An application of cause selecting control charts. *Journal of Operations Management*, 24(5), 711-727.

Turuta, T. B. (2015). *Aplicação de Cartas de Controle como Ferramenta de Melhoria Frente às Dificuldades Operacionais de Laboratórios Acreditados na ABNT NBR ISO/IEC 1705*. Dissertação de mestrado. Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, SP.

Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito

Antônia Clarycy Barros Nojosa - 40%

Caroline de Góes Sampaio – 20%

Eduardo da Silva Firmino – 10%

Marcelo Henrique Freitas Saraiva Guerra – 10%

Gabriela Clementino Brito Saldanha – 10%

Ana Karine Portela Vasconcelos – 10%