

Modelo para acompanhamento da estabilidade de um pHmetro com base na carta de controle da amplitude

Model for monitoring the stability of a pH meter based on the amplitude control chart

Apollo Melo da Silva¹, Antônio Marcos Figueiredo Soares¹, José Eduardo Ferreira de Oliveira¹, Eduardo José Alécio de Oliveira¹, Silvio Mario Pereira da Silva Filho².

¹ Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco, ² Instituto de Tecnologia de Pernambuco

E-mail: joseferreira@recife.ifpe.edu.br

Resumo: O objetivo deste trabalho foi realizar um estudo em um pHmetro, visando observar o comportamento da sua estabilidade com o passar do tempo, e, assim, detectar o período para uma nova calibração. O acompanhamento foi realizado em um pHmetro por aplicação das cartas de controle. Utilizou-se das cartas de controle de amplitude da amostra para o acompanhamento. Foram geradas cartas de controle de referência e de monitoramento para o pHmetro.

Palavras-chave: Carta de controle, monitoramento, pHmetro.

Abstract: The objective of this work was to perform a study on a pH meter to observe the behavior of its stability with the passage of time, and detect the period for a new calibration. Monitoring was performed on a pH meter by the application of control charts. The amplitude control charts of the sample were used for follow-up. Reference and monitoring charts were generated for the pH meter.

Keywords: Control chart, monitoring, pH meter.

1. INTRODUÇÃO

Ao realizar uma medição, o sistema em estudo está sujeito a diversas influências que irão mascarar o verdadeiro valor do mensurando. Entre estas estão o operador, as condições ambientais, o método de medição, o mensurando, e o equipamento o qual está realizando a

medição, sendo esse um dos principais interferentes [1].

Para minimizar os efeitos dessas influências, o metrologista deve tomar decisões de qual metodologia e qual análise dos dados gerados serão necessários para o processo de medição ser confiável.

Uma questão com que os metrologistas se deparam é a otimização do intervalo de calibração. Dentro deste contexto, o objetivo deste trabalho foi realizar um estudo em um pHmetro e observar o comportamento da sua estabilidade com o passar do tempo, visando a obtenção de um intervalo para recalibração mais realístico que o atualmente adotado que é de um ano. Para realizar este monitoramento, adotou-se o método das cartas de controle que permite uma visualização prática e rápida do processo de medição. O equipamento escolhido neste trabalho foi um pHmetro, o qual foi acompanhado no tocante à sua estabilidade por um período de três semanas, até o presente momento.

2. METODOLOGIA

Neste trabalho utilizou-se um pHmetro marca JENWAY, modelo 3320, calibrado com MRC. Foram usados MRC do fabricante Merck KGaA de pH $4,01 \pm 0,02$ (lote HC60772035), pH $7,00 \pm 0,02$ (lote HC69202639) e pH $10,01 \pm 0,03$ (lote HC72332909). O equipamento possui indicação digital, faixa nominal de 0 – 14 pH, menor divisão de 0,01 pH, com correção automática de temperatura para 25°C e eletrodo de vidro combinado contendo eletrodo de referência de Ag/AgCl com eletrólito de KCl 3 mol/L saturado com AgCl. O pHmetro foi disponibilizado pelo Instituto de Tecnologia de Pernambuco – ITEP, como sistema de medição para estudo da estabilidade do mesmo por aplicação das cartas de controle, conforme figura 1. As medições foram realizadas utilizando solução tampão padrão pH $7 \pm 0,02$ a 25°C (Vetec®). A temperatura das medições variou num pequeno intervalo de 24,6 – 25,5 °C. Todas as medições foram feitas por um único operador para a elaboração da carta de referência, uma vez que a carta que será usada como referência deverá ter todas as suas amostras medidas pelo profissional

mais experiente, para que não ocorra influência do processo de amostragem.



Figura 1 – pHmetro JENWAY/3320 usado nos experimentos

Foram feitas 4 medições para cada amostra e foram colhidas 20 amostras para construção da carta de controle que servirá de referência para o monitoramento. Cada amostra gerou uma amplitude entre suas medições e esta foi utilizada na construção das cartas. Todas as medições para a carta de referência foram realizadas em um dia com intervalo de 2 minutos entre as medições. Foi escolhido esse intervalo de tempo para a coleta das amostras para que as condições de medições não interferissem demasiadamente e permanecessem desprezíveis.

Foi escolhido trabalhar com a carta de controle da amplitude, uma vez que esse tipo de carta nos possibilita observar a repetitividade das medições obtidas. Após construção de uma carta de referência, coleta-se uma amostra semanalmente, e a amplitude dessa amostra é comparada com os limites de controle obtidos da carta de referência.

Para a elaboração das cartas da amplitude, utilizou-se o *software* Ajuste e Controle dos Intervalos de Calibração - ACIC, desenvolvido no âmbito deste projeto. A linha central da carta de referência é a amplitude média de todas as 20 amostras. Os valores dos limites de controle são os produtos da amplitude média

das amostras com fatores estatísticos que dependem do número de medições de uma amostra [2]. O software realiza esses cálculos e nos fornece os valores dos limites. Após a construção da carta de referência, ainda com o *software* ACIC, o mesmo possui a opção de monitoramento, onde os pontos coletados semanalmente são inseridos através desta opção, sendo possível acompanhar o desempenho do pHmetro.

A análise das cartas deu-se ao aplicar os critérios estabelecidos pela norma ISO 8258 [3], e com base na metodologia proposta pelo Grupo de Pesquisa de Toleranciamento e Metrologia, conforme figura 2, para verificar a estabilidade metrológica do pHmetro em estudo.

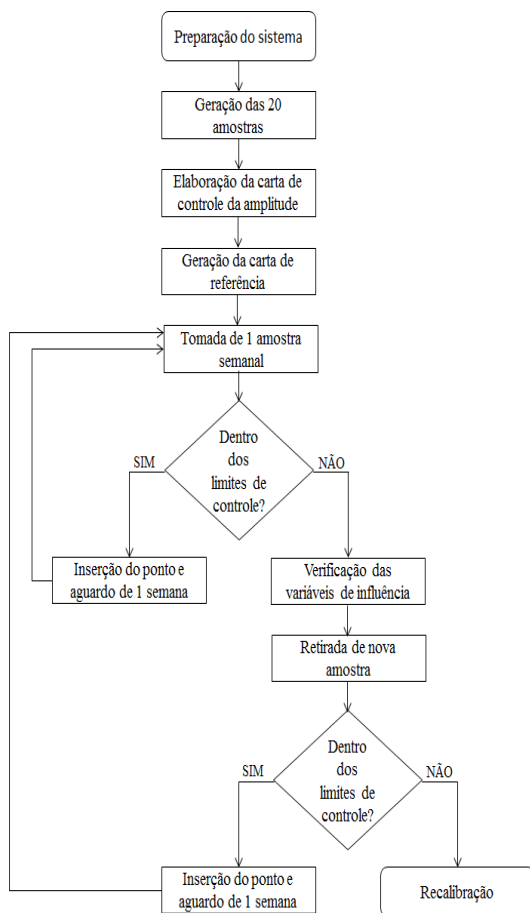


Figura 2 – Fluxograma da metodologia proposta.

Sabe-se que se pontos são verificados além dos limites de controle, presume-se que uma causa especial ocorreu devido à existência destes valores extremos [4]. Tais causas deverão ser identificadas e corrigidas. Após eliminar as variáveis que podem ter interferido no processo de medição, deve-se realizar um novo monitoramento para confirmar se a interferência é advinda do equipamento ou não. Caso o problema persista, deve-se realizar uma nova calibração do sistema de medição.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O *software* ACIC possui um módulo de carta de controle em que é possível elaborar uma carta de referência apenas inserindo os valores das medições realizadas. Foram inseridos no *software* as 20 amostras cada qual com 4 medições e foi gerada a carta de referência, em que cada ponto do gráfico é a amplitude de uma amostra, conforme figura 3.

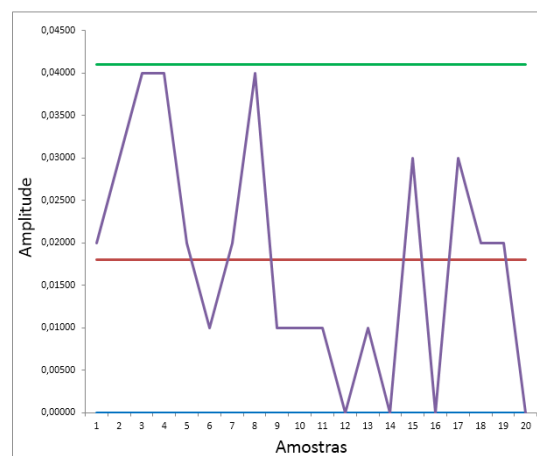


Figura 3 – Carta de controle de referência da amplitude.

Ao analisar o gráfico pode-se perceber que nenhum ponto está fora dos limites de controle. Não há presença de alguma sequência de 9 ou mais pontos do mesmo lado da linha central, não há nenhuma sequência de 6 ou mais

pontos com todos aumentando ou diminuindo, e também não se encontra sequência de 14 ou mais pontos alternando para cima e para baixo. Logo, de acordo com a norma ISO 8258, o sistema de medição encontra-se estável e em controle estatístico.

É importante salientar que a carta de referência não pode apresentar nenhuma anomalia, visto que ela servirá de parâmetro para o monitoramento do processo. Esta carta servirá de referência para gerar a carta de monitoramento que irá acompanhar a estabilidade do pHmetro.

A figura 4 apresenta a carta de monitoramento com os respectivos pontos plotados de acordo com as amostras semanalmente coletadas.

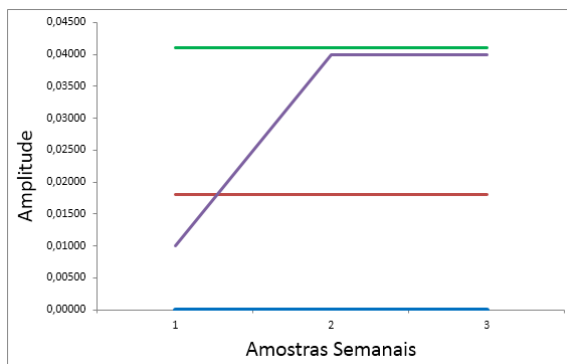


Figura 4 – Carta de monitoramento do pHmetro.

Ao monitorar o pHmetro, pode-se observar que esse encontra-se estável até o momento em que foi colhida a última amostra semanal, tendo em vista que a amplitude de nenhuma amostra está fora dos limites de controle.

4. CONCLUSÕES

Com este trabalho até o presente momento foi possível gerar dados que possibilitaram a observação da estabilidade de um pHmetro através de cartas de controle. As cartas de

controle geradas provaram ser um método prático para o acompanhamento da estabilidade de um pHmetro. O programa computacional construído ACIC além desse monitoramento, ainda utiliza coeficientes de capacidade para o monitoramento da estabilidade do sistema de medição, além do Método de Schumacher para estimar um intervalo de calibração com base em calibrações passadas.

A metodologia usada poderá ser utilizada por qualquer laboratório para analisar um pHmetro, basta apenas a construção de uma carta de referência, que pode ser auxiliada pelo *software* ACIC, e depois apenas monitorar semanalmente a estabilidade do pHmetro em questão. podendo assim, detectar falhas no pHmetro antes do prazo especificado para a calibração, além de se poder também, com base nestes dados ampliar tal intervalo.

REFERÊNCIAS

- [1] OLIVEIRA, J. E. F. A metrologia aplicada aos setores industrial e de serviços: principais aspectos a serem compreendidos e praticados no ambiente organizacional. Editora Mais Gráfica. Brasília, 2008. p. 34.
- [2] OLIVEIRA, C. C.; GRANATO, D.; CARUSO, M. S. F.; SAKUMA, A. M. Manual para a elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratórios de ensaio. Instituto Adolfo Lutz. São Paulo, 2013. pp. 18.
- [3] ISO 8258. Shewhart control charts. International Organization for Standardization. 1991.
- [4] ISO 7870 – 1. Control charts – Part 1: General Guidelines. International Organization for Standardization, 2011. pp. 6,7.