

GRÁFICOS DE CONTROL DE SHEWHART

Jordi Riu

Grupo de Quimiometría, Cualimetría y Nanosensores
Universitat Rovira i Virgili
Campus Sescelades
C/ Marcel·lí Domingo s/n
43007-Tarragona

Introducción

Uno de los principales parámetros a verificar en la validación de un método analítico es la exactitud de los resultados proporcionados por dicho método [RIUS, 2000]. La exactitud, suma de la veracidad y la precisión, se comprueba asegurando la trazabilidad de los resultados proporcionados por el método analítico a una referencia. Por lo tanto, comparándonos a una referencia podemos saber si somos trazables a la referencia utilizada en el momento de la comparación. Pero la comparación a una referencia, como por ejemplo pueden ser los materiales de referencia certificados (MRC) [RIU, 2005] o los ejercicios interlaboratorio, no se efectúa de una forma rutinaria en el laboratorio, y pueden pasar meses entre la comparación entre dos referencias. Por lo tanto, los laboratorios de análisis necesitan algún tipo de herramienta para asegurar sistemáticamente la trazabilidad de los resultados que proporcionan. Una de las herramientas más utilizadas son los gráficos (o cartas) de control.

Construyendo los gráficos de control

Los gráficos para el control de productos industriales fueron desarrollados inicialmente por W. Shewhart en 1931, con el principal objetivo de investigar si un proceso se encuentra bajo control estadístico. El elemento clave en los gráficos de control es la muestra de control, que nos servirá para construir el gráfico y monitorizar el estado del procedimiento analítico. Esta muestra, que tiene que ser estable con el tiempo, puede ser:

- una sustancia patrón
- una muestra sintética adicionada

- un material de referencia o un material de referencia certificado
- una muestra real

En la mayoría de estos tipos de muestras el valor de la concentración o propiedad que deseamos monitorizar ya nos viene dado (en las sustancias patrón, materiales de referencia o materiales de referencia certificados), o bien lo conocemos de una forma muy exacta (en el caso de muestras sintéticas fortificadas). Pero en el tipo de muestras de control más utilizado (una muestra real), desconocemos este valor de la concentración o propiedad a controlar. En este tipo de muestras la estimación de la concentración o propiedad a monitorizar se debe llevar a cabo analizando la muestra de control con nuestro método analítico una vez hemos acabado de verificar la trazabilidad del mismo.

El fundamento de los gráficos de control se basa en la asunción de la normalidad de los resultados de medida: cuando se lleva a cabo algún proceso (por ejemplo, un método de análisis) de forma sistemática, es decir, bajo las mismas fuentes de influencia o variación, el proceso se verá afectado por errores aleatorios que conducirán a una distribución normal de los resultados. Esta afirmación es una consecuencia del teorema del límite central. Se dirá que el método analítico está bajo control si los resultados obtenidos con este método siguen las características de una distribución normal. Por ejemplo, aproximadamente el 67% de los resultados han de encontrarse dentro del intervalo: valor de la muestra de control $\pm 1s$ (donde s es desviación estándar asociada a los análisis de la muestra de control con el procedimiento que se desea monitorizar), aproximadamente el 95% de los resultados han de encontrarse dentro del intervalo: valor de la muestra de control $\pm 2s$ y aproximadamente el 99% de los resultados han de encontrarse dentro del intervalo: valor de la muestra de control $\pm 3s$ (Figura 1 izquierda). Cuando los resultados de los análisis de la muestra de control a lo largo del tiempo se encuentran dentro de los límites aceptados, se dice que el sistema se encuentra bajo control estadístico. Cuando se encuentran puntos fuera de los límites especificados, o se encuentran tendencias, se dice que el sistema se encuentra fuera de control.

En la construcción de un gráfico de control podemos distinguir las siguientes etapas:

- etapa de aprendizaje. En esta etapa se obtienen los resultados iniciales con la muestra de control. En el caso de utilizar una muestra real, se debería

comprobar la normalidad y la presencia de resultados discrepantes y su eliminación. Con los resultados iniciales de la muestra de control se establece el valor de la línea central. Este valor debería obtenerse con un mínimo de 15-30 análisis de la muestra de control. Los diferentes límites suelen establecerse a una distancia del valor central $\pm 2s$ (línea de aviso), y a una distancia del valor central $\pm 3s$ (línea de control). Estas líneas pueden observarse en la figura 1.

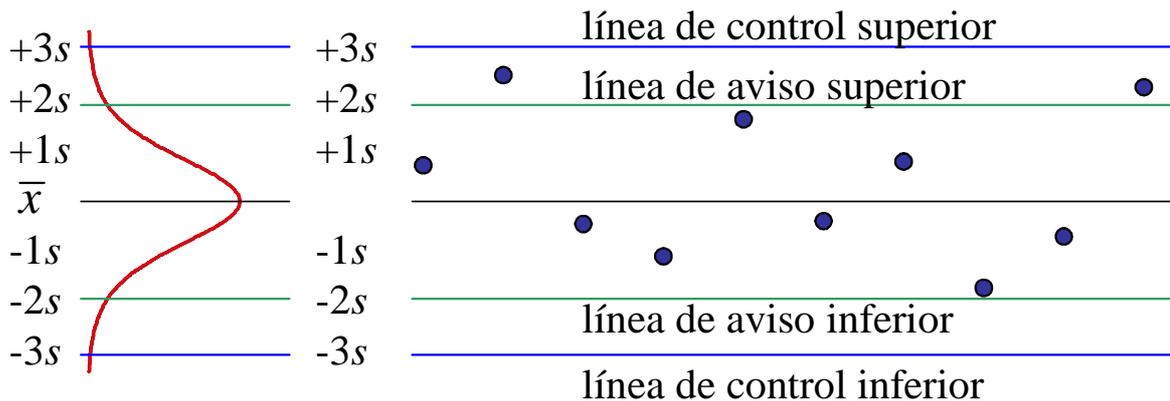


Figura 1. Líneas de aviso y de control en un gráfico de control (parte derecha), y su relación con la distribución de la muestra de control.

Los límites de aviso y de control situados a unas distancias de $\pm 2s$ y $\pm 3s$ respectivamente, pueden construirse utilizando los valores 2 y 3 cuando el valor promedio de la muestra de control ha sido encontrado con un número suficientemente grande de repeticiones (alrededor de 30). En este caso se asume que se conocen los valores reales de los parámetros (promedio y desviación estándar). Si se tienen menos repeticiones, se aconseja considerar que los valores reales de estos parámetros son desconocidos, y se deben efectuar correcciones sobre la asunción de distribución normal. Esto implica utilizar valores tabulados (ver por ejemplo, [Grant 1988]) en lugar de los valores 2 y 3. Normalmente un laboratorio empieza considerando como desconocidos los valores de los parámetros, hasta que se han recogido suficientes datos como para poder considerar estos parámetros como conocidos.

- etapa de control. En esta etapa se representan frente al tiempo los diversos resultados de la muestra de control con el objetivo de detectar tendencias y situaciones fuera de control.

El gráfico de control representado en la Figura 1 se denomina un gráfico de valores individuales, y en ella se efectúa un solo replicado de la muestra de control cada vez que ésta se analiza. El gráfico de valores individuales es quizá el más empleado, pero hay otras variaciones:

- gráfico de promedios: cada vez que se analiza la muestra de control se efectúan n réplicas (siempre el mismo número n de réplicas), y se representa el valor medio de estas n réplicas. En este caso, los límites de aviso y de control se encuentran respectivamente a $\pm 2s/\sqrt{n}$ y $\pm 3s/\sqrt{n}$, siempre que se consideren como conocidos los parámetros del valor promedio y de la desviación estándar. En estos gráficos se aplica el mismo comentario para la construcción de los límites de aviso y control que en el gráfico de valores individuales cuando se tienen pocos datos y no se pueden considerar los parámetros promedio y desviación estándar como verdaderos.
- gráfico de intervalos móviles: se mide el intervalo entre un par consecutivo de valores en un gráfico de valores individuales. De esta manera se pueden controlar 'saltos' en el procedimiento analítico.
- gráfico de intervalos: cuando se establece el control de los promedios, su distribución puede medirse por el intervalo (valor máximo – valor mínimo) de los valores utilizados para cada promedio, y controlar así esta dispersión.

Aparte de estos tipos de gráficos, existen otros más complejos que no vamos a abordar en este artículo, como el gráfico de control de sumas acumuladas (CUSUM, el cual es más sensible y rápido para la detección de derivas) o el gráfico de control de medias móviles exponencialmente ponderadas (EWMA, el cual al dar más peso al punto más actual representa mejor el estado del procedimiento) [Massart 1997].

Utilizando los gráficos de control

Los gráficos de intervalos son especialmente efectivos para detectar dispersiones anómalas o 'saltos', por lo que se recomienda que se utilicen tanto los gráficos de valores individuales como los gráficos de promedios conjuntamente con los gráficos de intervalos, ya que este último tipo de gráficos son efectivos para controlar desviaciones a partir del valor promedio, tendencias y modelos anómalos. Como podemos observar, los dos tipos de gráficos (promedios/valores individuales y intervalos/intervalos móviles), son complementarios entre sí. Los coeficientes para la construcción de los límites

de aviso y control en los gráficos de intervalos se encuentran ampliamente en la bibliografía (ver por ejemplo, [Grant 1997]).

La confirmación sobre si el sistema se encuentra bajo control estadístico se obtiene por lo tanto, mediante la observación visual del gráfico de control: si los puntos representados en el gráfico se encuentran distribuidos de una forma aproximadamente aleatoria, se dice que el sistema se encuentra bajo control estadístico. Por ejemplo, en los gráficos de promedios o valores individuales, la probabilidad de que un punto caiga fuera de los límites de aviso es aproximadamente del 5%, pero la probabilidad de que dos puntos consecutivos, o dos de tres puntos consecutivos caigan fuera de los límites de aviso es muy baja. Por lo tanto, cuando esto ocurre, tenemos una indicación de que el procedimiento debería ser inspeccionado. Los gráficos de control nos pueden ayudar a detectar los siguientes efectos (Figura 2):

- aparición de un sesgo: cuando una serie consecutiva de valores se distribuye a un lado de la línea central, pero sin variar la precisión del procedimiento. Esto provoca un cambio en el valor promedio (Figura 2a).
- aparición de una progresiva tendencia a obtener valores crecientes o decrecientes: deriva (Figura 2b).
- cambios cíclicos o periódicos (Figura 2c)

Cuando los gráficos de control se utilizan de esta manera, son muy adecuados para detectar sesgos muy significativos, o un incremento en las fluctuaciones aleatorias, pero no son muy efectivos para detectar pequeños sesgos o derivas lentas del procedimiento.

Existen una serie de reglas muy conocidas para evaluar si un sistema se encuentra bajo control estadístico utilizando los gráficos de promedios o de valores individuales (los más utilizados). Estas reglas son las reglas de la *Western Electric* [Western Electric 1956], y para utilizarlas es conveniente dividir el gráfico de control en tres zonas:

- zona central: de $-1s$ a $+1s$
- zona de aviso: de $-1s$ a $-2s$ y de $+1s$ a $+2s$
- zona de control: de $-2s$ a $-3s$ y de $+2s$ a $+3s$

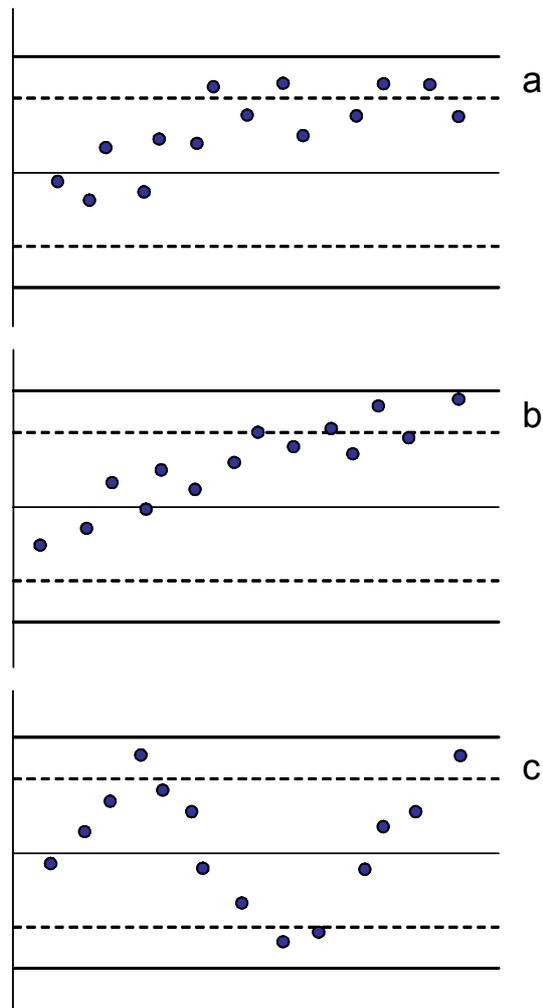


Figura 2. Algunos cambios en el procedimiento analítico que podemos detectar con los gráficos de control.

Se considera que el procedimiento analítico se encuentra fuera de control, o que ha cambiado significativamente, cuando hay:

- 1 punto más allá de la zona de control: se estima que la probabilidad de que pase esto es suficientemente baja (de hecho es inferior al 0.3%) como para sospechar que el sistema está fuera de control.
- 2 de 3 puntos consecutivos en la zona de control: similar al caso anterior, ya que la probabilidad de que esto suceda es inferior al 0.0625%.
- 6 puntos consecutivos en línea ascendente o descendente: se considera que el sistema sigue una tendencia no aleatoria.

- 9 puntos consecutivos a un lado de la línea central (ya sea por encima de ella o por debajo): este caso suele constituir un desplazamiento del promedio o del valor central, generalmente debido a un cambio significativo en el sistema.
- 14 puntos consecutivos alternando arriba o abajo: fenómeno cíclico o series temporales.
- 15 puntos consecutivos en la zona de control: esto implica una mejora de la precisión y una menor desviación estándar asociada. Se tendrían que volver a recalcular los límites de aviso y de control.
- 4 de 5 puntos consecutivos en la zona de aviso o más allá.
- 8 puntos consecutivos por encima y por debajo de la zona de control: 2 poblaciones diferentes.

Conclusión

Los gráficos de control son herramientas estadísticas muy simples de construir y de utilizar, y muy útiles para controlar tendencias y la estabilidad de un proceso analítico. Sin embargo, también presentan algunos inconvenientes. Por ejemplo, los gráficos reflejan la estabilidad de un proceso analítico, pero esta estabilidad no implica necesariamente unos buenos parámetros de calidad del procedimiento analítico (por ejemplo, la variación del procedimiento analítico puede encontrarse bajo control estadístico, pero ser esta variación mayor que la aceptada por el cliente). En este caso estaríamos abordando el criterio de capacidad de un procedimiento analítico, concepto que será abordado en un futuro artículo de la serie.

Referencias bibliográficas

- E.L. Grant, R.S. Leavenworth, Statistical Quality Control, McGraw-Hill, Inc., New York (1988)
- D.L. Massart, B.G.M. Vandeginste, L.M.C. Buydens, S. De Jong, P.J. Lewi, J. Smeyers-Verbeke, Handbook of Qualimetrics and Chemometrics. Part A. Elsevier, Ámsterdam (1997)
- F. Xavier Rius, Alicia Maroto, Ricard Boqué, Jordi Riu, Técnicas de Laboratorio 252 (2000) 382-385.
- W. Shewhart, The Economic Control of Quality of Manufactured Products, D. Van Nostrand, New York (1931)

Western Electric Corp., Statistical Quality Control Handbook, AT&T Technologists, Indianapolis (1956)

Los autores agradecen todos los comentarios relacionados con los contenidos de este artículo. Pueden dirigirse, mediante mensaje electrónico, a la dirección: quimio@urv.net.

Una versión en soporte electrónico de este artículo e información suplementaria puede encontrarse en:

<http://www.quimica.urv.es/quimio>