



PRODUÇÃO TÉCNICO CIENTÍFICA
DO IPEN
DEVOLVER NO BALCÃO DE
EMPRÉSTIMO

reparata
DIL

PROGRAMA DE QUALIDADE EM UM LABORATÓRIO ANALÍTICO DE ULTRA-TRAÇOS

João C. Ulrich - jculrich@net.ipen.br

José H. Buchman - hbuchman@usp.br

Jorge E.S. Sarkis - jesarkis@net.ipen.br

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP

Travessa R, 400 – Cidade Universitária – CEP 05508-900 – São Paulo – SP – Brasil

Resumo. Em um ambiente de concorrência global, o foco dos serviços deve estar centrado no atendimento aos clientes. Dessa forma, a manutenção de clientes antigos e a conquista de novos mercados exige, cada vez mais, o oferecimento de serviços especializados com alta eficiência e qualidade comprovada. Nesse sentido, a implementação de um programa de qualidade em um laboratório analítico é requisito fundamental para laboratórios prestadores de serviço. Resultados de medições obtidas nesses laboratórios são freqüentemente utilizados como sendo a base da tomada de decisões críticas e vitais envolvendo a saúde dos indivíduos, a proteção ao meio ambiente e a utilização de produtos e serviços. Em um laboratório destinado à determinação de elementos ultra-traços em amostras, a implantação de um programa de qualidade tem uma importância significativa e necessita de rigorosos procedimentos, principalmente devido às pequenas quantidades dos analitos a serem medidas em amostras geralmente complexas e distintas. Por outro lado, ao trabalhar-se nos limites inferiores de detecção, exigem-se a manipulação de reagentes de alta pureza e um rigoroso controle de limpeza de materiais e ambiente. Dessa forma, é indispensável a utilização de métodos analíticos validados para assegurar a confiabilidade dos resultados obtidos. Este trabalho apresenta algumas das ferramentas do programa de qualidade utilizadas no Laboratório de Caracterização Isotópica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN-CNEN/SP), tais como procedimentos de calibração, boas práticas de laboratório, gráficos de controle, procedimentos de limpeza e de estimativa da incerteza associada aos resultados obtidos nos processos de medição.

Palavras chave: Garantia da qualidade, Gráficos de controle, Ultra-traços, Laboratórios de medição, Metrologia.

1. INTRODUÇÃO

O crescente aumento do número de laboratórios credenciados nos últimos anos é um sintoma de que a garantia da qualidade, atualmente, é uma realidade e não uma tendência passageira. Contudo, a implementação de um sistema de Garantia da Qualidade em

7764

748

laboratórios de química analítica requer um grande esforço, principalmente se esse laboratório tiver como principal atribuição a execução de análises não rotineiras associadas a trabalhos de pesquisa e desenvolvimento.

Nesses casos, as atividades desenvolvidas não se encaixam facilmente em um Sistema da Qualidade documentado e formalizado. Normalmente, o que se procura é produzir diretrizes capazes de orientar o analista de forma a satisfazer seus clientes e gerentes e não ter simplesmente um manual da qualidade para a empresa, conforme o documento Eurachem (1998).

Baseado nesse conceito, o Laboratório de Caracterização Isotópica (LCI) vem continuamente aprimorando suas Boas Práticas de Laboratório (BPL), juntamente com os requisitos estabelecidos na norma ISO/IEC 17025 (1999), que tem por objetivo principal fornecer evidências pelas quais um laboratório pode demonstrar que opera um Sistema da Qualidade e que possui competência técnica para realizar serviços de ensaios e calibrações.

Os principais clientes das atividades prestadas pelo LCI incluem instituições regulatórias nacionais e internacionais, clientes internos e externos, com questões específicas onde a especialização na medição se faz necessária.

Este trabalho tem por objetivo apresentar, resumidamente, alguns dos aspectos da garantia da qualidade que vêm sendo aplicados e desenvolvidos no LCI baseados, principalmente, no conceito de que para a obtenção de resultados de medições com credibilidade e para a implementação de um Sistema da Qualidade é fundamental o conhecimento dos princípios básicos das medições analíticas realizadas.

Enquanto os elementos organizacionais da qualidade são utilizados para ajustar e manter o sistema estatisticamente sob controle, os elementos técnicos da qualidade são utilizados para avaliar a qualidade dos resultados das medições obtidos nas análises químicas.

1.1 Elementos organizacionais de qualidade

Controle de documentos e manutenção de registros. O principal propósito desta atividade é que as informações e dados mantidos pelo laboratório possam ser utilizados para compilar relatórios, realizar comparações com outros dados, repetir tarefas e desenvolver novas metodologias. O controle dessa documentação é realizado em todos os documentos formais do Sistema da Qualidade do laboratório, incluindo-se o Manual da Qualidade, Procedimentos Gerenciais e Operacionais, Instruções de Trabalho, até os registros de calibração e os relatórios de ensaios emitidos.

Instrumentos e instalações. Uma lista de todos os instrumentos do laboratório é mantida atualizada indicando o seu nome, a sua identificação, seus procedimentos operacionais, seus dados de calibração e manutenção, assim como registros de utilização.

O programa de qualidade do laboratório dá ênfase especial ao controle dos brancos. O grau de controle do branco (contaminação oriunda de todas as fontes externas às amostras) afeta seriamente a incerteza da medição de analitos presentes em amostras em baixas concentrações (traços). Para reduzir a incerteza associada às medições e diminuir os limites de quantificação, é imperativo o controle do branco analítico. Alguns cuidados relacionados com os brancos estão descritos no Item 2.1

Monitoração da qualidade. O Sistema da Qualidade do laboratório assegura e atribui credibilidade aos ensaios realizados. Como exigência da norma ISO/IEC 17025, todas as áreas do laboratório cujas operações afetam a qualidade são auditadas pelo menos a cada 6 meses por auditores internos.

1.2 Elementos técnicos de qualidade

Métodos de ensaios. O Laboratório de Caracterização Isotópica (LCI) utiliza métodos de ensaio e calibração apropriados e compatíveis às necessidades do cliente. Métodos publicados em normas internacionais e nacionais são preferencialmente utilizados para a realização das atividades do laboratório. O laboratório assegura que está utilizando a última versão validada de cada método através de rígido controle de documentação realizada pelo Sistema da Qualidade. Quando o cliente não especifica o método a ser utilizado, o laboratório seleciona o método apropriado com reconhecida validação e incerteza, diante da disponibilidade no laboratório. Os métodos desenvolvidos no próprio laboratório podem ser adotados, desde que os mesmos sejam indicados para os ensaios requeridos e sempre validados. O cliente é sempre informado do método escolhido. O laboratório sempre confirma que pode executar métodos corretamente antes de iniciar as atividades de ensaios e calibrações.

Reagentes e materiais de referência certificados. Com o objetivo de manter a rastreabilidade dos ensaios realizados, o Laboratório de Caracterização Isotópica (LCI) estabelece e mantém um programa e procedimento documentado para a calibração de equipamentos com padrões de referência. O mesmo ocorre com materiais de referência, sempre que possível. O LCI estabelece e mantém procedimentos documentados para o manuseio, transporte, armazenamento e uso de reagentes, padrões de referência e materiais de referência, a fim de evitar problemas de contaminação e deterioração.

Calibração e rastreabilidade. O LCI realiza as calibrações em materiais e equipamentos do laboratório. Com a documentação do Sistema da Qualidade, é garantida a rastreabilidade de todos os resultados obtidos durante os procedimentos de calibração e, assim, a própria rastreabilidade das medidas dos ensaios realizados.

Validação. A validação dos métodos utilizados envolve a avaliação de vários parâmetros associados ao desempenho do método, tais como precisão e exatidão, seguido de um julgamento de quando esses parâmetros são suficientes para atingir os propósitos a que se destinam os métodos desenvolvidos.

Determinação de incerteza. A determinação da incerteza de uma medição utiliza parâmetros similares àqueles utilizados para a validação do método e envolve a identificação, determinação e combinação de todas as fontes de incerteza provenientes de todos os estágios do procedimento analítico utilizado na medição. A incerteza deve ser estimada e expressa de uma forma que seja internacionalmente aceita, consistente e fácil de interpretar. O "Guia", publicado de forma conjunta pela ISO (1993) e outras entidades, apresenta as regras gerais para a expressão da incerteza. Esses princípios são refinados para a aplicação em metrologia química num documento distribuído pela EURACHEM (1999). Nesse documento, são apresentados os passos necessários à estimativa das incertezas associadas aos processos de medição química. Essas duas publicações são utilizadas extensivamente pelo laboratório na estimativa da incerteza das medições realizadas. No item 2.2 é apresentada uma das sistemáticas adotadas pelo laboratório para a estimativa de incertezas.

2. AS FERRAMENTAS DE QUALIDADE

2.1 Procedimentos de limpeza

Segundo Murphy (1976), o branco analítico resulta de contaminação proveniente de quatro fontes principais: o ambiente nas quais as análises são realizadas, os reagentes empregados, os utensílios manuseados e aquela proveniente do analista.

Uma das maiores limitações no uso de técnicas sofisticadas ultra-sensíveis é a garantia da manutenção da integridade da amostra, ou seja, a prevenção de sua contaminação a partir de materiais externos que possam conduzir a conclusões errôneas.

Com o objetivo de reduzir os riscos de contaminação (de origem externa ou cruzada entre as amostras) durante todas as fases do processamento e medição das soluções de amostras, uma série de cuidados devem ser tomados. Segundo recomendações de Swindle et al. (1995), medidas extremamente severas deverão ser adotadas para garantir que materiais utilizados durante manuseio e processamento das amostras sejam conduzidos em ambientes mantidos em níveis de extraordinária limpeza.

A sala na qual encontram-se instalados os instrumentos teve todas as suas aberturas vedadas. O sistema de ar condicionado instalado não realiza trocas de ar com o exterior, limitando-se a uma circulação interna. Com o objetivo de suprir a demanda de ar exaurido através das capelas de fluxo laminar instaladas dentro das salas, foram abertas entradas de ar, sobre as quais foram instalados filtros, com o objetivo de reter o material particulado.

A existência de uma antecâmara destinada à colocação de vestimenta de trabalho (avental, touca e sapatilhas), seguida de outra imediatamente antes da sala dos instrumentos, auxilia na redução de eventual contaminação de origem externa. Apesar do uso de sapatilhas, a presença de tapetes adesivos em ambas as antecâmaras reduzem mais ainda a possibilidade de introdução de material particulado nas salas dos instrumentos.

As soluções de amostras e de padrões são manuseadas exclusivamente dentro de capelas de fluxo laminar. Todo o material limpo e utilizado (inclusive amostras e padrões) é mantido dentro dessa sala, em armários cobertos por plásticos.

Para o manuseio das soluções de amostras e padrões, são utilizadas luvas de poliestireno descartáveis. Luvas utilizadas no manuseio de frascos de soluções de padrões não são utilizadas para manusear frascos de soluções de amostras e de branco, todos mantidos permanentemente dentro de sacos plásticos fechados e abertos somente no instante da manipulação.

Além dos cuidados com o ambiente no qual estarão as amostras e instrumentos necessários à condução do trabalho, todo o material utilizado para a manipulação das amostras e soluções derivadas é também sujeito a um controle rigoroso de qualidade e de limpeza.

Todos esses cuidados contribuem para a obtenção de soluções de "branco" com valores extremamente baixos. Para complementar as medidas necessárias à garantia da qualidade do "branco" e, conseqüentemente, dos resultados finais obtidos, conforme muito bem postulado por Murphy (1976), é importante envolver o analista nessa questão. O comportamento do analista durante a execução das atividades é tão importante quanto as outras medidas citadas anteriormente.

A seqüência abaixo apresenta as etapas de um método de limpeza dos utensílios utilizados para a determinação de urânio em amostras de origem ambiental por ICP-MS, seqüência esta baseada nas descrições de procedimentos similares apresentados por CTS Analytical Procedure (1997) e Smith (1998).

- remoção dos resíduos eventuais de amostras com água corrente;
- imersão em Extran alcalino durante um período de 1 a 7 dias;
- lavagem com água purificada;
- imersão em ácido nítrico 4 mol.kg⁻¹, elevação da temperatura até a fervura, manutenção no ácido por, no mínimo, 24 horas;
- lavagem com água purificada;
- imersão em ácido nítrico 4 mol.kg⁻¹, elevação da temperatura até a fervura, manutenção no ácido por, no mínimo, 24 horas;
- lavagem com água purificada;
- imersão em ácido nítrico Suprapur 0,8 mol.kg⁻¹ por, no mínimo, 24 horas;
- lavagem com água purificada;
- secagem, em estufa, à temperatura de 80 °C, evitando a contaminação com poeira em suspensão presente no laboratório;
- armazenagem em sacos plásticos.

A Figura 1 apresenta os resultados obtidos para o urânio em seis frascos limpos por esse método (Método II), comparativamente com uma limpeza realizada por um método mais brando (Método I).

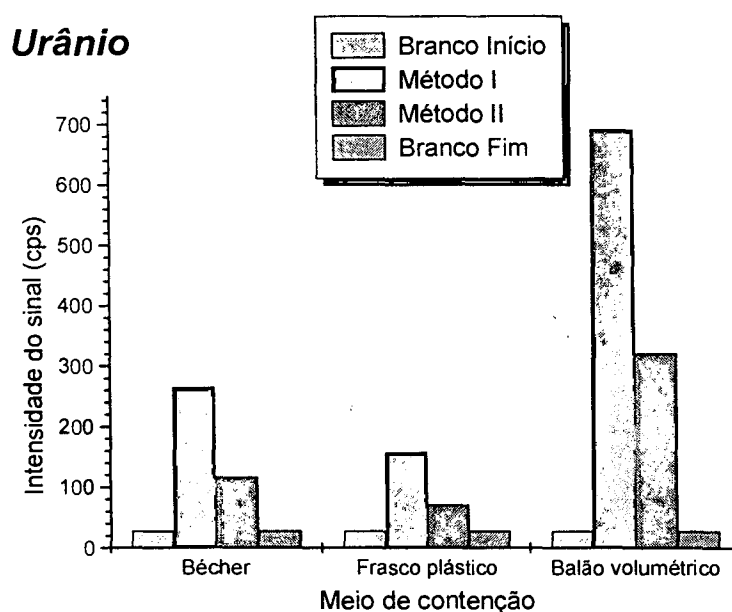


Figura 1- Intensidade das correntes iônicas correspondentes ao urânio, obtidas nos diversos meios de contenção avaliados

2.2 Sistemática adotada para a estimativa da incerteza em análises isotópicas de urânio por ICP-MS

Para a determinação das razões de abundância do $^{234}\text{U}:$ ^{238}U , $^{235}\text{U}:$ ^{238}U , e do $^{236}\text{U}:$ ^{238}U em soluções de amostras de origem ambiental, é seguido um procedimento cujas etapas estão apresentadas na Figura 2. Nessa determinação, normalmente é utilizado o método da correção externa para compensar os efeitos produzidos pela discriminação de massa no instrumento.

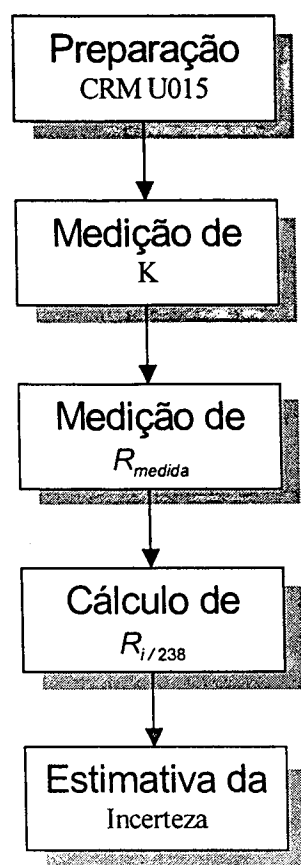


Figura 2- Medição da razão de abundância isotópica nas amostras

Para a **estimativa da incerteza**, é necessário um exame detalhado do procedimento de medição. A Figura 3 apresenta os passos envolvidos nessa atividade, baseados no diagrama apresentado por Ellison & Williams (1998):

Para corrigir os efeitos da discriminação de massa, o fator de discriminação de massa deve ser calculado utilizando-se um material de referência certificado na composição isotópica. Uma solução de material de referência certificado isotópicamente (solução padrão isotópica de trabalho) é utilizada para monitorar as possíveis variações do fator de discriminação de massa (K) no decorrer das análises.

Para a **identificação** das fontes de incerteza nesse processo de medição, é elaborado um diagrama de causa e efeito, apresentado na Figura 4.

Para a **quantificação** da incerteza associada a esse processo de medição, torna-se necessário expressar a incerteza associada a cada grandeza avaliada na forma de incerteza padrão.

O **mensurando** a ser determinado, o valor da razão de abundância isotópica para o isótopo de interesse, $R_{i/238}$, para $i = 234, 235, 236$, é obtido através da relação:

$$R_{i/238} = K \times R_{medida} \quad (1)$$

onde K é o fator de discriminação de massa e R_{medida} é o valor correspondente da razão de abundância isotópica obtida no instrumento, para o respectivo isótopo nas soluções de amostras.

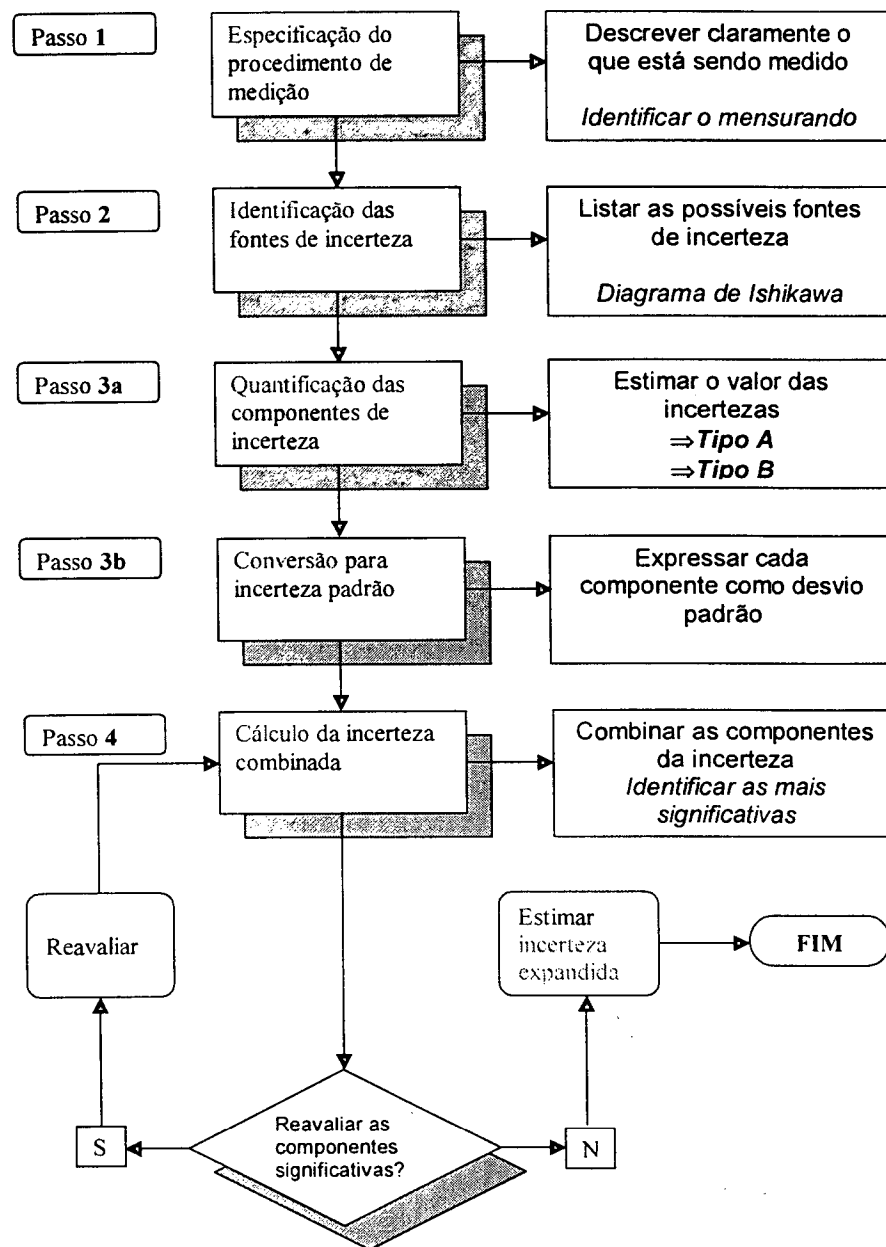


Figura 3-Sistemática adotada para a estimativa da incerteza da medição

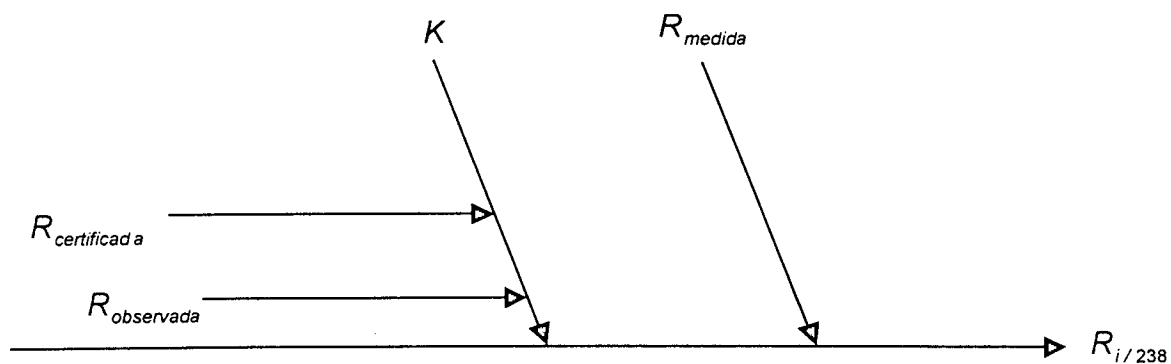


Figura 4- Diagrama de causa e efeito: determinação das razões de abundância isotópica nas amostras

Para estimar o valor da incerteza de K é necessário, inicialmente, identificar, no certificado de análise isotópica do material de referência, qual a incerteza declarada (neste caso, segundo recomendações de Giacomo (1981) do "Working Group on the Statement of Uncertainties", o método de avaliação de incerteza utilizado é denominado como sendo do Tipo B) para a grandeza certificada. O certificado do material de referência utilizado (NBL CRM U015) apresenta esses valores de incerteza como tendo sido declarados com um nível de confiança de 95 %. Nesse caso, para converter uma incerteza declarada com um nível de confiabilidade de 95 % em incerteza padrão, dividiu-se o valor declarado por 1,96, tal como sugere a ISO (1993). O resultado dos cálculos para a obtenção dos valores de incerteza padrão, obtidos em percentagem atômica, encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1- Incertezas declaradas e padrão, do material de referência certificado NIST CRM U015

Isótopo	Percentagem atômica x_i	Incerteza declarada	Incerteza padrão $u(x_i)$
^{234}U	0,00850	$\pm 0,00009$	0,00005
^{235}U	1,5323	$\pm 0,0015$	0,0008
^{236}U	0,0164	$\pm 0,0001$	0,0001
^{238}U	98,443	$\pm 0,002$	0,0001

Para a obtenção dos valores das incertezas combinadas estimadas para as razões de abundância isotópica $R_{\text{certificada}}$, utilizou-se os valores das incertezas padrão calculados na Tabela 1 e a expressão da variância combinada $u_c(y)$ para uma função do tipo $Y = kX_1^{p_1} X_2^{p_2} \dots X_N^{p_N}$, conforme apresentado pela ISO (1993):

$$\left[\frac{u_c(y)}{y} \right]^2 = k^2 \times \sum_{i=1}^N \left[\frac{p_i \times u_i(x_i)}{x_i} \right]^2, \quad (2)$$

onde k é uma constante e os expoentes p_i são números conhecidos, positivos ou negativos, possuindo incertezas desprezíveis.

Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2- Incertezas nas razões de abundância isotópica certificadas do material de referência certificado NIST CRM U015

${}^i\text{U}/{}^{238}\text{U}$	Razão de abundância $R_{\text{certificada}}$	Incerteza combinada $u_c(R_{\text{certificada}})$
$^{234}\text{U}/{}^{238}\text{U}$	0,0000863	0,0000005
$^{235}\text{U}/{}^{238}\text{U}$	0,015565	0,000008
$^{236}\text{U}/{}^{238}\text{U}$	0,0001666	0,0000005

O instrumento de medição utilizado fornece valores da razão de abundância isotópica, $R_{\text{observada}}$ do material de referência certificado, associados aos respectivos desvios padrão relativos. Nesse caso, o valor do desvio padrão é utilizado diretamente como sendo o valor da incerteza padrão $u(R_{\text{observada}})$.

A incerteza global estimada para o valor de K é, então, também obtida a partir da Equação 2.

De forma idêntica, o instrumento de medição utilizado fornece valores da razão de abundância isotópica R_{medida} das amostras analisadas, associados aos respectivos desvios padrão relativos. Nesse caso, o valor do desvio padrão utilizado diretamente é também o valor da incerteza padrão $u(R_{\text{medida}})$ e os resultados $R_{i/238}$, para $i = 234, 235, 236$ são obtidos através da Equação 1, e a incerteza global estimada a partir da combinação das incertezas obtidas para K e R_{medida} através da Equação 2.

2.3 Gráficos de controle

O laboratório utiliza de gráficos de controle para avaliar se o processo, principalmente de calibração, encontra-se ou não sob "controle estatístico".

Em sua forma mais usual, o gráfico de controle é uma comparação gráfica cronológica (horária, diária) da característica da qualidade real de produto, item ou outra unidade, com limites, refletindo a capacidade de produzir, como é mostrado através da experiência, com essas características de qualidade da unidade.

O gráfico de controle compara a variação real na calibração de itens com os limites de controle estipulados para esses mesmos itens. São confeccionados gráficos de controle de calibração de materiais de vidro (balões), micropipetas e equipamentos (balanças).

CONCLUSÃO

A Garantia da Qualidade tornou-se um objetivo prioritário para os laboratórios de química analítica com ambição de competir nos novos mercados. Apesar da aparente dificuldade na implementação de um sistema de garantia da qualidade em um laboratório analítico, principalmente naqueles de pesquisa e desenvolvimento, é possível atingir as metas estabelecidas através da utilização de meios que possam vir a fornecer adequadamente os subsídios necessários a essa implementação.

A conscientização de todo o pessoal envolvido no laboratório e na sua gerência é fundamental, de forma que a experiência adquirida nas várias etapas dos diversos processos analíticos possam ser compartilhadas entre todos e organizadas de forma a subsidiar cada um dos elementos críticos da qualidade.

Para a realização de medições destinadas à determinação de elementos presentes em baixíssimas concentrações nas amostras ("ultra-traços"), é indispensável um controle rigoroso do branco analítico. Como, nestes casos, as análises normalmente não são rotineiras, cada laboratório deve desenvolver um conjunto de procedimentos de limpeza e controle do branco mais adequado para as atividades envolvidas. Todas as etapas desses procedimentos devem ser minuciosamente analisadas, testadas e documentadas.

No LCI, para cada tipo de análise desenvolvida estão sendo elaborados procedimentos que, uma vez aprovados, são seguidos criteriosamente. A sua inobservância conduz invariavelmente à perda de resultados ou à obtenção de resultados cuja credibilidade fica comprometida.

Duas atividades subsidiam de forma decisiva o programa de qualidade do laboratório, sem as quais não é possível a obtenção de resultados dotados de credibilidade. São elas:

- 1- o rigoroso controle da contaminação em todas as etapas da metodologia empregada, através da limpeza de absolutamente todo o material utilizado;
- 2- a avaliação e a estimativa, de uma forma detalhada, das incertezas associadas aos resultados das medições realizadas em cada etapa dos procedimentos utilizados, obtendo, com a maior confiabilidade possível, a incerteza global estimada associada aos resultados finais das medições realizadas nas assinaturas pesquisadas.

Apesar da importância da estimativa das incertezas associadas aos resultados das medições obtidas, a grande maioria das informações e dos trabalhos disponibilizados na literatura atual não faz uso desses recursos para a obtenção e apresentação de seus resultados. Frequentemente, o desvio padrão experimental obtido durante os procedimentos de medição é apresentado como sendo a incerteza global dos valores medidos. Essa prática superestima a qualidade dos resultados das medições, não incorporando a influência da incerteza associada às diversas grandezas de entrada na incerteza associada ao resultado final.

Uma vez que os instrumentos estão sendo utilizado nas proximidades do seu limite de detecção, é de grande importância a minimização das incertezas envolvidas durante todo o processamento e medição das soluções de amostras. Nesse sentido, é imprescindível o conhecimento das principais fontes de incerteza e sua influência na incerteza global da medição.

REFERÊNCIAS

CTS ANALYTICAL CHEMISTRY PROCEDURE. Cleaning laboratory glassware. August 07,1997, (Procedure number OC-19, R.01).

ELLISON, S. L. R.; WILLIAMS, A. Measurement uncertainty and its implications for collaborative study method validation and method performance parameters. Accreditation and Quality Assurance, v. 3, p. 6-10, 1998.

EURACHEM. Quality assurance for research and development and non-routine analysis. 2nd ed. for internet version, 1998.

EURACHEM. Quantifying uncertainty in analytical measurement. Helsinki, 1999.

GIACCOMO, P. Recommendations of Working Group and CIPM: A.1 Recommendation INC-1 (1980). Metrologia, v. 17, p. 73-74, 1981.

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF STANDARDIZATION. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. 1st ed. Geneva, Switzerland 1993.

ISO/IEC 17025: 1999, General Requirements for the competence of testing and calibration laboratories, 1st ed.

MURPHY, T. J. The role of the analytical blank in accurate trace analysis. In: 7th. IMR SYMPOSIUM, October 1976, Gaithersburg. Proceedings... Gaithersburg: NBS, 1976. p. 509-539.

SMITH, H. D. Mass spectrometric analysis of low-level uranium samples. Rio de Janeiro: ABACC, Jun. 1998.

SWINDLE, D. W.; WEBB, W. C.; DERON, S.; DONOHUE, D. L.; KUHN, E.; PERRIN, R. E. A class 100 clean laboratory for environmental sample management at the Seibersdorf analytical laboratory. In: 36th. ANNUAL MEETING OF THE INSTITUTE OF NUCLEAR MATERIALS MANAGEMENT, Vol. XXIV, July 1995, Palm Desert, California, Proceedings...p. 1228.

PROGRAM OF QUALITY IN AN ANALYTICAL LABORATORY OF ULTRA-TRACES

Abstract. In an ambient of global competition, the focus of the services should be centered in the attendance to the customers. In that way the old customers' maintenance and the conquest of new markets demands, more and more, the offer of services specialized with high efficiency and proven quality. In that sense, the implementation of a quality program in an analytical laboratory is fundamental requirement for service laboratories. Results of mensurations obtained in those laboratories are frequently used as being the base of the taking of critical and vital decisions involving the individuals' health, the protection to the environment and the use of products and services. In a laboratory destined to the determination of elements ultra-traces in samples, the implantation of a quality program has a significant importance and needs rigorous procedures, mainly due to the small amounts of the elements its will be measured generally in complex and different samples. On the other hand, when working in the inferior limits of detection the manipulation of reagents of high purity and a rigorous control of cleaning of materials and atmosphere they are demanded. In that way, it is indispensable the use of validated analytic methods to assure the reliability of the obtained results. This work introduces some of the tools of the quality program used in the Isotopic Characterization Laboratory of the Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN-CNEN/SP), such as calibration procedures, good laboratory practices, control graphs, procedures of cleaning and of estimate of the uncertainty associated to the results obtained in the mensuration processes.

keywords: Guaranteed of the quality, control Graphs, Ultra-traces, mensuration Laboratories, Metrology.