



FC
Poste 6
mpe
m

**PRODUÇÃO TÉCNICO CIENTÍFICA
DO IPEN
DEVOLVER NO BALCÃO DE
EMPRESTIMO**

**PROJETO ARCAL XXVI – GARANTIA DA QUALIDADE EM LABORATÓRIOS
ANALÍTICOS. SUA EXECUÇÃO EM LABORATÓRIOS DO INSTITUTO DE
PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES – IPEN/CNEN/SP**

João C. Ulrich - jculrich@net.ipen.br

Ivone M. Sato - imsato@net.ipen.br

Vera L.R. Salvador - vsalvado@net.ipen.br

Wilson Scapin - wssacpin@net.ipen.br

Mitiko Saiki - mitiko@curiango.ipen.br

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

Marcos A. Scapin - mascapin@net.ipen.br

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

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

Resumo. A gestão da qualidade ao longo dos anos atingiu diversos setores da área de pesquisa e desenvolvimento e também, da prestação de serviços em análises químicas. Atualmente, as atividades analíticas de um laboratório que tencione competir nos mercados nacional e internacional devem utilizar metodologias de análise validadas e assim, garantir a confiabilidade de seus resultados. Com esse propósito, um grupo de laboratórios da Coordenadoria de Caracterização de Materiais do IPEN se comprometeram com o Projeto ARCAL XXVI "Asseguramiento de la Calidad em los Laboratorios Analíticos En America Latina Y El Caribe", da Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA), para a implantação do sistema da qualidade.

A execução do projeto, no Centro de Química e Meio Ambiente, envolve laboratórios com técnicas analíticas nucleares e correlatas; a saber: Laboratório de Espectrometria de Massas com fonte de plasma induzido e Laboratório de Fluorescência de Raios-X.

A dificuldade inicial de qualquer laboratório ao iniciar um processo de certificação é o conhecimento e estudo da norma ISO/IEC 17025 - Critérios Gerais para a competência de laboratórios de calibração e ensaios, fato já superado pelos citados laboratórios participantes.

O objetivo final do projeto é o reconhecimento e certificação dos laboratórios.

A implantação do Sistema da Qualidade, possibilitou a melhoria das atividades realizadas, principalmente a preparação dos procedimentos escritos e elaboração do Manual da Qualidade de cada laboratório.

Palavras chave: Garantia da qualidade, Laboratórios analíticos, Certificação, ISO.

7763
752

1. INTRODUÇÃO

A gestão da qualidade nos últimos anos vem sendo tratada como os esforços necessários para fazer funcionar corretamente uma organização, seja ela de produção de bens ou prestação de serviço. Atualmente, atingiu diversos setores da área de pesquisa e desenvolvimento em análises químicas. As atividades analíticas de um laboratório que pretende competir nos mercados nacional e internacional devem utilizar metodologias de análise validadas e assim, garantir a confiabilidade de seus resultados.

Um Sistema da Qualidade deve prover a capacidade de demonstrar que os processos analíticos são realmente seguidos como descritos nos procedimentos documentados. Também deve assegurar a conformidade dos resultados produzidos em relação à especificações requeridas e sua rastreabilidade, evitando e prevenindo as causas reais e potenciais de não conformidades.

O Projeto ARCAL XXVI, da Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA), foi instituído com a missão de fornecer subsídios para a implantação do Sistema da Qualidade em laboratórios analíticos de países da América Latina e Caribe, sendo os países participantes: Argentina, Bolívia, Brasil, Chile, Colômbia, Cuba, República Dominicana, Equador, México, Peru, Uruguai e Venezuela. Entre os laboratórios brasileiros participantes do projeto estão o Laboratório de Espectrometria de Massas com Fonte de Plasma Induzido e o Laboratório de Fluorescência de Raios-X, ambos pertencentes ao Centro de Química e Meio Ambiente, do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da Comissão Nacional de Energia Nuclear – IPEN/CNEN, localizado na Cidade Universitária, São Paulo, SP.

Em um primeiro momento os requisitos do Guia ISO/IEC 25: 1990 foram utilizados como base para a elaboração dos Manuais da Qualidade. Atualmente, com a emissão da norma ISO/IEC 17025⁽¹⁾ – “Critérios Gerais para a competência de laboratórios de calibração e ensaios”, novas condições foram solicitadas e implantadas para aprimoramento e atualização dos Manuais da Qualidade de cada laboratório.

O objetivo final do projeto é o reconhecimento e certificação dos laboratórios participantes.

2. HISTÓRICO DO PROJETO

No início de 1997 o Projeto ARCAL XXVI reuniu representantes de vários países para formação de grupos de trabalho e elaboração de documentos para orientar laboratórios analíticos interessados na implantação de Sistema da Qualidade. Em março de 1998, no Uruguai, foi apresentado um guia preliminar para a preparação de manuais da qualidade com o propósito de distribuir aos laboratórios participantes do projeto. Este guia, baseado no ISO GUIDE 25, foi distribuído e utilizado pelos laboratórios na elaboração do primeiro Manual da Qualidade, finalizado em setembro de 1998.

Após a avaliação, concedeu-se aos laboratórios um determinado prazo para elaboração de toda a documentação requerida. Os laboratórios participantes apresentaram ao Coordenador do Projeto uma versão avançada do Manual da Qualidade em abril de 1999.

Em outubro de 1999, no Uruguai, na Reunião do Grupo de Especialistas e do Grupo de Trabalho foram identificadas algumas irregularidades após a análise da documentação e informações fornecidas pelos laboratórios participantes, a saber: a) por diversas razões vários laboratórios não apresentaram a totalidade de informações requeridas, dificultando a análise; b) a análise dos informes de auditoria apresentados mostraram a existência de erros conceituais em alguns casos; c) alguns códigos de laboratórios não corresponderam à

1. INTRODUÇÃO

A gestão da qualidade nos últimos anos vem sendo tratada como os esforços necessários para fazer funcionar corretamente uma organização, seja ela de produção de bens ou prestação de serviço. Atualmente, atingiu diversos setores da área de pesquisa e desenvolvimento em análises químicas. As atividades analíticas de um laboratório que pretende competir nos mercados nacional e internacional devem utilizar metodologias de análise validadas e assim, garantir a confiabilidade de seus resultados.

Um Sistema da Qualidade deve prover a capacidade de demonstrar que os processos analíticos são realmente seguidos como descritos nos procedimentos documentados. Também deve assegurar a conformidade dos resultados produzidos em relação às especificações requeridas e sua rastreabilidade, evitando e prevenindo as causas reais e potenciais de não conformidades.

O Projeto ARCAL XXVI, da Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA), foi instituído com a missão de fornecer subsídios para a implantação do Sistema da Qualidade em laboratórios analíticos de países da América Latina e Caribe, sendo os países participantes: Argentina, Bolívia, Brasil, Chile, Colômbia, Cuba, República Dominicana, Equador, México, Peru, Uruguai e Venezuela. Entre os laboratórios brasileiros participantes do projeto estão o Laboratório de Espectrometria de Massas com Fonte de Plasma Induzido e o Laboratório de Fluorescência de Raios-X, ambos pertencentes ao Centro de Química e Meio Ambiente, do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da Comissão Nacional de Energia Nuclear – IPEN/CNEN, localizado na Cidade Universitária, São Paulo, SP.

Em um primeiro momento os requisitos do Guia ISO/IEC 25: 1990 foram utilizados como base para a elaboração dos Manuais da Qualidade. Atualmente, com a emissão da norma ISO/IEC 17025⁽¹⁾ – “Critérios Gerais para a competência de laboratórios de calibração e ensaios”, novas condições foram solicitadas e implantadas para aprimoramento e atualização dos Manuais da Qualidade de cada laboratório.

O objetivo final do projeto é o reconhecimento e certificação dos laboratórios participantes.

2. HISTÓRICO DO PROJETO

No início de 1997 o Projeto ARCAL XXVI reuniu representantes de vários países para formação de grupos de trabalho e elaboração de documentos para orientar laboratórios analíticos interessados na implantação de Sistema da Qualidade. Em março de 1998, no Uruguai, foi apresentado um guia preliminar para a preparação de manuais da qualidade com o propósito de distribuir aos laboratórios participantes do projeto. Este guia, baseado no ISO GUIDE 25, foi distribuído e utilizado pelos laboratórios na elaboração do primeiro Manual da Qualidade, finalizado em setembro de 1998.

Após a avaliação, concedeu-se aos laboratórios um determinado prazo para elaboração de toda a documentação requerida. Os laboratórios participantes apresentaram ao Coordenador do Projeto uma versão avançada do Manual da Qualidade em abril de 1999.

Em outubro de 1999, no Uruguai, na Reunião do Grupo de Especialistas e do Grupo de Trabalho foram identificadas algumas irregularidades após a análise da documentação e informações fornecidas pelos laboratórios participantes, a saber: a) por diversas razões vários laboratórios não apresentaram a totalidade de informações requeridas, dificultando a análise; b) a análise dos informes de auditoria apresentados mostraram a existência de erros conceituais em alguns casos; c) alguns códigos de laboratórios não corresponderam à

da Qualidade. Este controle está tanto na forma papel como em meio eletrônico e acessível a todos os integrantes do laboratório.

A manutenção da qualidade é realizada através de avaliações periódicas tanto do ponto de vista de revisão dos procedimentos como de toda organização do laboratório e administração superior. Nessas avaliações é realizada uma análise crítica das não conformidades encontradas recentemente dentro do Sistema da Qualidade do laboratório. As ações corretivas são implementadas e acompanhadas a fim de prover a extinção de todas as não-conformidades.

Laboratório de Fluorescência de Raios-X

O Laboratório de Fluorescência de Raios X atua a mais de 20 anos no IPEN/CNEN-SP, onde desenvolve atividades de P&D, formação de recursos humanos e execução de análises químicas para as áreas de química, metalurgia, polímeros, materiais especiais, geologia, biologia e ambiental.

O laboratório, no início dos anos 90 participou de um programa de validação de metodologias analíticas pelo INMETRO, para estar capacitado na realização de análises químicas e isotópicas para o Ciclo do Combustível Nuclear. Nesta fase, foram validados os métodos de caracterização química de ligas de alumínio, alumina e impurezas metálicas em óxido de urânio por fluorescência de raios X.

O laboratório tem participado de diversos programas interlaboratoriais nacionais e internacionais. Participa também de dois comitês de normas técnicas da ABNT (CB-18 e CB-19), onde são escritas ou revisadas normas técnicas para a análise química de materiais para as indústrias de cimento e de cerâmica e refratários utilizando a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X.

O Laboratório tem trabalhado dentro de um Sistema da Qualidade, contando com uma sistemática para o contato com clientes, recebimento e registro de amostras, procedimentos de preparação de amostras, procedimentos de análises, controle de estoque de insumos e materiais de referência, emissão de relatório de análises e um sistema de rastreabilidade de amostras. O controle do espectrômetro de fluorescência de raios X é realizado por meios de gráficos de controle desde 1996.

A participação no programa ARCAL XXVI assegurou a elaboração do Manual da Qualidade do laboratório, e conseqüentemente na implementação da organização e documentação da sistemática, principalmente de procedimentos gerenciais e operacionais (registro de responsabilidades, registro de pessoal, instalações e equipamentos, documentação de análise crítica de não conformidade, reclamações dos clientes, ações corretivas e outras), dentro das exigências da norma ISO/IEC 17025 e da Política da Qualidade da Coordenação da Qualidade do IPEN/CNEN-SP.

Conclusão

Desde o início do Projeto ARCAL XXVI os laboratórios convidados a participar demonstraram grande interesse pois, a cooperação de um projeto da Agência Internacional de Energia Atômica, é o fato que faltava para selar o compromisso desses laboratórios com a qualidade atualmente requerida na emissão dos resultados analíticos.

A implantação formalizada do Sistema da Qualidade em cada laboratório propiciou, sem dúvida alguma, a melhoria das atividades realizadas além de, organização e facilidades na documentação existente. Tal transformação não é um trabalho de reconstrução, mas exigiu uma estrutura inteiramente nova, em todos os seus níveis. Para fornecer aos clientes internos e externos produtos correspondentes às suas necessidades e garantir a conformidade deles, os laboratórios mantêm um controle da documentação baseado em: Manual da Qualidade; Procedimento Gerencial; Planos da Qualidade (Os planos da Qualidade podem

estar na forma de PO ou IT); Procedimento Operacional; Instrução de Trabalho (a IT complementa o estabelecido no Procedimento Gerencial (PG) e/ou Procedimento Operacional (PO), não podendo ignorá-los ou contradizê-los. Contemplam os requisitos específicos da BPL); Documentos Externos (são considerados documentos externos quaisquer documentos cujos conteúdos não tenham sido originados sob a responsabilidade do laboratório, a saber: Manual da Qualidade do IPEN, Resoluções de Diretoria, Diretrizes Corporativas, documentação gerada pelo cliente ou pelo fornecedor; leis, códigos e normas técnicas; informações legais, farmacopéias, acordos internacionais e outros) e finalmente, Formulários e Registros da Qualidade (Registros).

A última fase do Projeto ARCAL XXVI, que consiste na auditoria por experto da IAEA para obtenção do reconhecimento está demonstrando o esforço e o envolvimento necessário de todos os integrantes dos laboratórios do IPEN para comprovar que um dos conceitos de qualidade foi integrado neste trabalho, pois qualidade quer dizer objetivos comuns, realizados de forma compartilhada estando todos comprometidos e envolvidos.

Planejamento para o futuro, melhora da qualidade dos resultados, prevenção de problemas, propiciar o não desperdício de materiais e de ociosidade de equipamentos e ainda baixar custos de análises para os clientes são apenas alguns fatores que mostram a potencialidade dos resultados conseguidos pelos laboratórios envolvidos no Projeto ARCAL XXVI.

A implantação do Sistema da Qualidade é o primeiro passo para conseguir os objetivos propostos por cada laboratório. Após o reconhecimento, cada laboratório terá uma missão ainda mais difícil, neste caminho de qualidade assegurada, que é a de obter a certificação por meio de um órgão credenciador mantendo sempre os princípios da Qualidade Total para fornecer serviços com confidencialidade e confiabilidade nos resultados.

REFERÊNCIAS

ISO/IEC 17025: 1999 – General Requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

Manual da Qualidade do IPEN - home page: www.ipen.br

PROJECT ALCAL XXVI - GUARANTEE OF THE QUALITY IN ANALYTICAL LABORATORIES. ITS EXECUTION IN LABORATORIES OF THE INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES - IPEN/CNEN/SP

Summary. The administration of the quality along the years reached several sections of the research and development area and also of the installment of services in chemical analyses. Now a day, the analytic activities of a laboratory that intends to compete in the national and international markets they should use validated analysis methodologies and in this way, to guarantee the reliability of its results. With that purpose, a group of laboratories of Centro de Química e Meio Ambiente of the IPEN committed with the Project ARCAL XXVI "Asseguramiento de la Calidad em los Laboratorios Analiticos En América Latina Y El Caribe", of the International Agency of Atomic Energy (IAEA), for the implantation of the system of the quality.

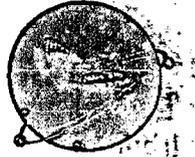
The execution of the project, in the Centro de Química e Meio Ambiente, involves laboratories with nuclear analytic techniques and correlate; to know: *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Laboratory and X-Ray Fluorescence Laboratory*.

The first difficulty of any laboratory when beginning a certification process is the knowledge and study of the norm ISO/IEC 17025 - "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories", fact already overcome by the mentioned participant laboratories.

The final objective of the project is the recognition and certification of the laboratories.

The implantation of the System of the Quality became easy the improvement of the accomplished activities, mainly the preparation of the procedures writings and elaboration of the Quality Book of each laboratory.

keywords: Guaranteed of the quality, Analytical Laboratories, Certification, ISO.



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.

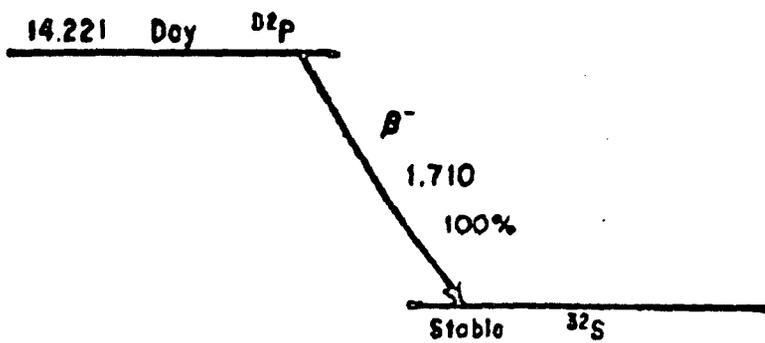
1. INTRODUÇÃO

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

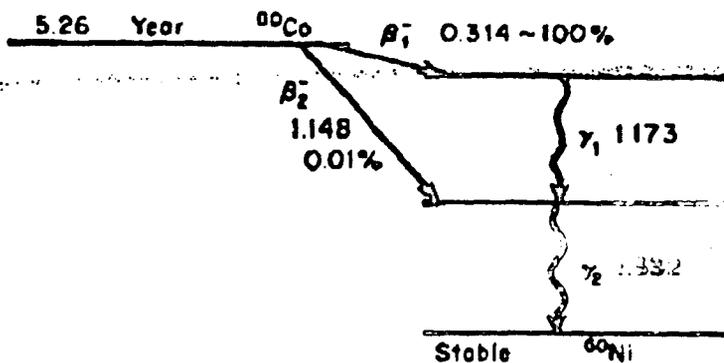
PROCEEDINGS OF THE II BRAZILIAN
CONGRESS OF METROLOGY

METROLOGIA - 2000

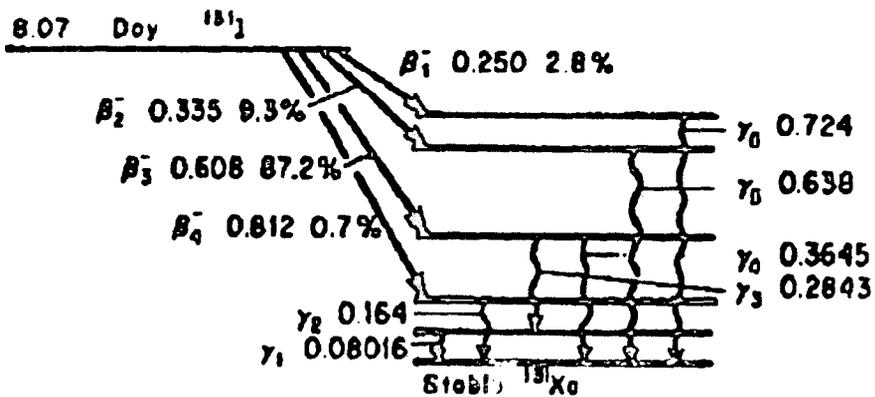
4-7 DEZEMBRO, 2000
S. PAULO.



Decay scheme of ^{32}P .



Decay scheme of ^{60}Co .



Decay scheme of ^{131}I .

Fig 11- Esquemas de decaimento β- do (a) ^{32}P ; (b) ^{60}Co e (c) ^{131}I .