

CONTROLE DE QUALIDADE NO LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO ISOTÓPICA DO IPEN/CNEN - SP

João Cristiano Ulrich , Jorge Eduardo de Souza Sarkis e Mauricio Hiromitu Kakazu

IPEN-CNEN/SP
Caixa postal 11049
05422-970, São Paulo, SP., Brasil

RESUMO

A palavra qualidade tem muitos significados. Um dos mais usuais consiste em definir a qualidade como sendo a totalidade das características de um produto ou serviço conforme especificado, requerido e esperado. Assim sendo, a cada dia este conceito tem-se tornado um importante fator de referência para laboratórios analíticos.

No IPEN o programa de garantia da qualidade vem sendo oficialmente implantado desde 1990 pela Assessoria da Garantia da Qualidade .

O principal produto do Laboratório de Caracterização Isotópica, do Departamento de Caracterização de Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, consiste na determinação da composição e concentração isotópica de elementos de interesse geológico e nuclear . A garantia da qualidade destes dados é controlada por meio de procedimentos técnicos e operacionais bem definidos .

Neste trabalho será discutido a implantação do programa de qualidade no Laboratório de Caracterização Isotópica enfatizando a descrição dos conceitos de boas práticas de laboratório e aspectos metrológicos.

INTRODUÇÃO

A busca por conceitos e princípios universais para a palavra qualidade é um fenômeno relativamente recente. Como consequência, a padronização da terminologia está em estágio de formação. Muitas palavras e termos são usados com significados especiais, os quais diferem do significado dado por conhecidos dicionários. A palavra qualidade tem múltiplos significados. A dificuldade de se definir a qualidade está na conversão das necessidades futuras do usuário em características mensuráveis, de forma que o produto ou serviço possa ser realizado para dar satisfação por um preço que o usuário pague. Isso não é fácil e, assim que alguém se sente relativamente bem sucedido em sua tentativa, descobre que as necessidades do consumidor mudaram, que concorrentes entraram no mercado, que existem novos materiais com os quais trabalhar, alguns melhores do que os antigos; alguns mais baratos do que os antigos, alguns mais caros.

O padrão A3-1987 da ANSI/ASQC[1] (esboço) reconhece os significados múltiplos da palavra qualidade. O significado adotado para o padrão é: "A totalidade das características de um produto ou serviço relacionadas com

sua habilidade em satisfazer as necessidades implícitas ou declaradas".

O glossário da Organização Européia para o Controle de Qualidade (1981) [2] apresenta a seguinte definição para qualidade: "A totalidade das características de um produto ou serviço relacionadas com sua habilidade em satisfazer uma determinada necessidade. No que diz respeito à qualidade dos produtos manufaturados, ela é determinada principalmente pela qualidade do projeto e pela qualidade da fabricação".

A enciclopédia Soviética[3] define qualidade da seguinte maneira: "Qualidade de produtos, o conjunto das propriedades de um produto que determinam sua habilidade em satisfazer às necessidades para as quais ele foi criado".

Armand Feigenbaum[4], definiu qualidade como sendo "a total composição das características do produto ou do serviço em termos de marketing, engenharia, fabricação e manutenção, através da qual seu uso vai atender as expectativas do cliente". Uma organização produz e distribui seus produtos através de uma série de atividades especializadas executadas por departamentos especializados. Cada departamento especializado é

responsável pela execução da função especial que lhe foi designada, além de ser co-responsável pela execução de certas funções de âmbito geral dentro da empresa, tais como relações humanas, finanças e qualidade.

Qualidade constitui hoje um fator fundamental na decisão do consumidor para um número explosivamente crescente de produtos e serviços - quer seja uma dona de casa, uma corporação industrial, uma agência governamental ou uma cadeia de lojas.

Qualidade tornou-se simplesmente o fator mais significativo, conduzindo empresas nos mercados nacional e internacional ao êxito organizacional e ao crescimento.

A busca pelas causas reais para o êxito na qualidade tornou-se uma questão de profundo interesse por parte da gerência empresarial no mundo todo, pois, qualidade tornou-se um elemento importante do gerenciamento moderno. A eficácia no gerenciamento da qualidade passou a constituir uma condição imprescindível para a eficiência do próprio gerenciamento, seja ele, industrial ou departamental de alguma instituição.

Os laboratórios analíticos, prestadores de serviços, diante dos constantes requerimentos de qualidade dos clientes não poderiam se ausentar de conter um programa de garantia da qualidade, assim sendo, a cada dia este item tem-se tornado um importante fator de referência para tais laboratórios.

A garantia da qualidade tem o objetivo de indicar ao laboratório o caminho para alcançar e manter a qualidade em todos os aspectos de operações laboratoriais.

Geralmente, não é simples estabelecer um plano para o programa de garantia da qualidade de um laboratório. Cada organização tem seus próprios problemas que requerem considerações e tratamentos especiais. Existem princípios gerais, entretanto, que podem ser aplicados com uma ou outra modificação.

O governo brasileiro está incentivando a implementação da política da qualidade na Comissão Nacional de Energia Nuclear - CNEN, qual o Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN é parte integrante. Esta implementação está sendo feita através da Assessoria da Garantia da Qualidade[5].

PLANEJAMENTO DA QUALIDADE

Uma vez decidida a necessidade da implantação do programa de garantia da qualidade em nosso laboratório de Caracterização Isotópica, foram realizadas as seguintes ações: 1. definição de operações de laboratório e práticas que devem ser avaliadas com respeito a necessidade de qualidade assegurada; 2. os requerimentos que devem ser desenvolvidos para a qualidade assegurada e, finalmente, 3. os procedimentos que devem ser escritos para constituir as "boas práticas de laboratório".

AS "BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO"

As "boas práticas de laboratório" podem ser definidas como regras oficiais e procedimentos de operação que são considerados como requerimento mínimo para promover a qualidade e integridade do trabalho produzido em um laboratório[6].

A atividade principal de todo laboratório de análise, a fim de obter a informação que se deseja com um grau de confiança, se concentra na medida. A confiança dos resultados destas medidas depende de sua qualidade, que se comprova através de confirmação metrológica. A norma ISO 10012/1: 1992[7] define este conceito como o conjunto de operações que são necessárias para verificar se todo o sistema de medida de um laboratório químico cumpre os requisitos para o qual foi designado e continuará a emití-los no futuro.

O nosso laboratório, como prestador de serviço, tem o código de práticas definido e em atuação, sendo do conhecimento de todos os integrantes e usuários do citado laboratório.

A confirmação metrológica[8] inclui a calibração, ajuste, procedimento de rotular qualquer elemento do sistema de medida, como primeiras ações a fim de garantir as corretas operações de laboratório. É uma forma de atuação que nos permite seguir a evolução no tempo do sistema de medida e evitar contestações de resultados.

CALIBRAÇÃO

Todo equipamento que tenha influência sobre a exatidão de resultados, em alguma análise, é calibrado antes de ser utilizado. Assim, como atividade rotineira, definimos alguns materiais a serem calibrados, em seguida, escrevemos os procedimentos de calibração e iniciamos o programa de calibração no laboratório.

Os métodos de medida se dividem em dois grandes grupos: diretos e indiretos. Nos métodos diretos a medida física que se realiza (y) é igual a magnitude que se está medindo (x): ($x = y$). A calibração dos instrumentos de medida baseadas neste princípio consiste em estabelecer a relação entre os valores resultantes de medir padrões e seus valores de referência. Esta relação pode ser usada como um fator de correção a ser aplicado sobre as leituras do instrumento. Como exemplo temos a calibração da balança analítica que é realizada periodicamente.

Calibração da Balança Analítica: a calibração se realiza mediante padrões de massa de elevada qualidade em uma vasta faixa da escala de massa da balança. A partir das massas obtidas tem-se um valor médio para cada medida e o valor indicado pelo padrão.

A calibração da balança analítica existente em nosso laboratório é apresentada nos gráficos de controle das figuras 1 e 2. Nestes gráficos os diferentes símbolos representam diferentes operadores.

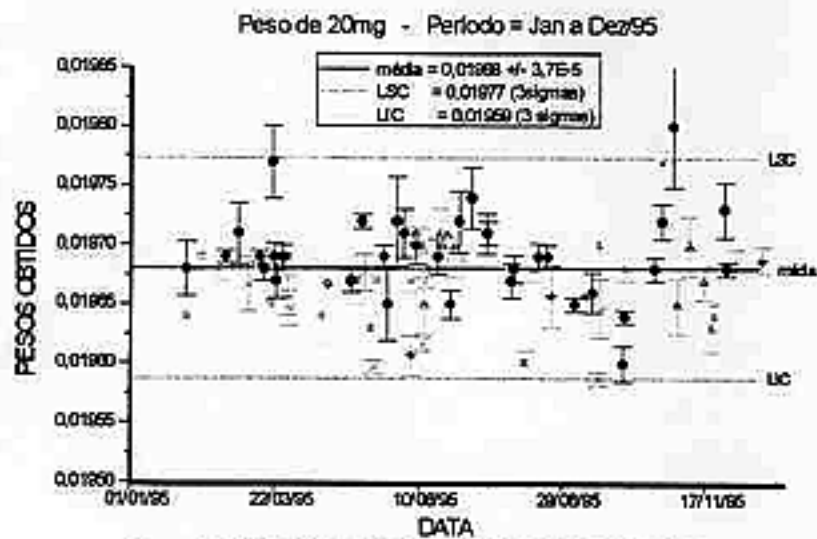


Figura 1 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALANÇA ANALÍTICA

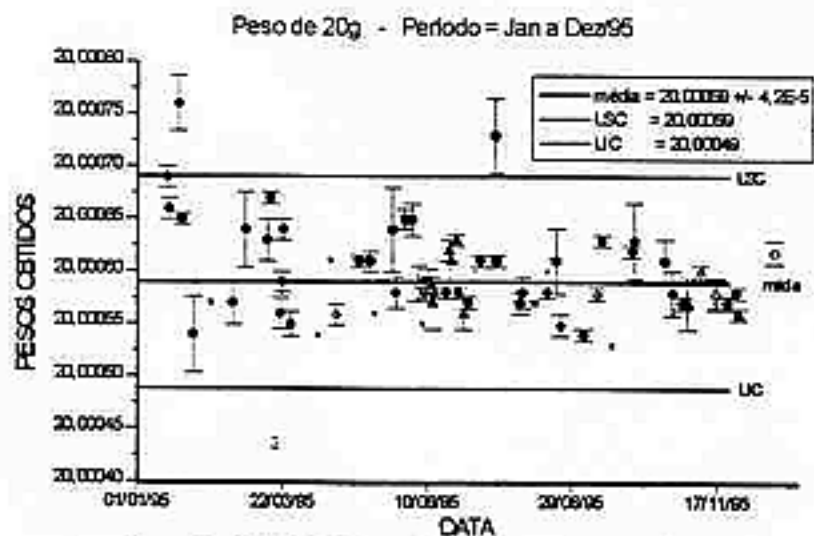


Figura 2 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALANÇA ANALÍTICA

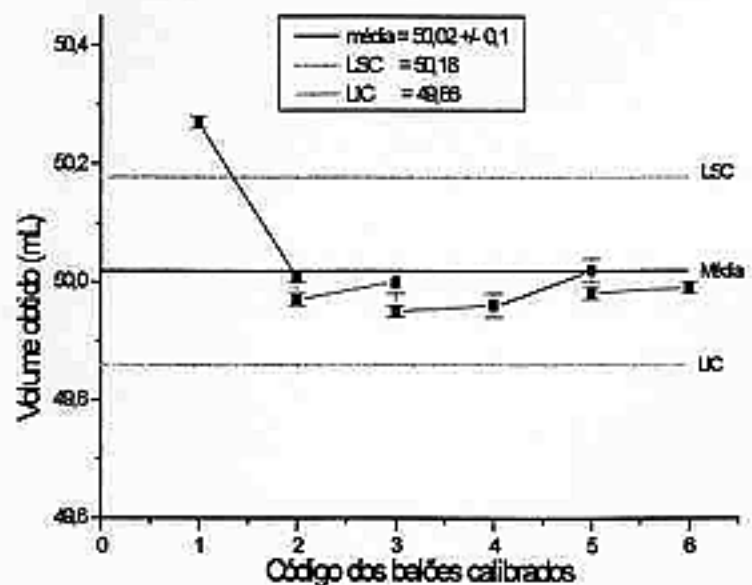


Figura 3 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALÃO 50 mL

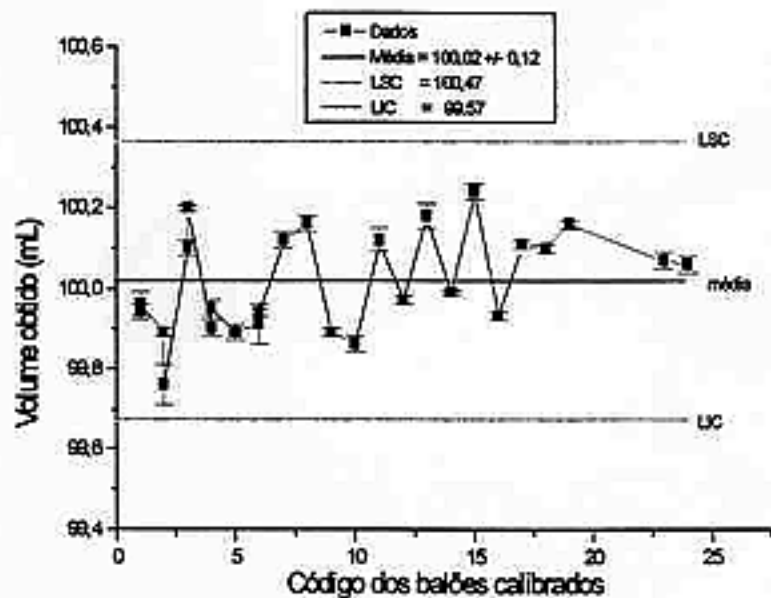


Figura 4 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALÃO 100 mL

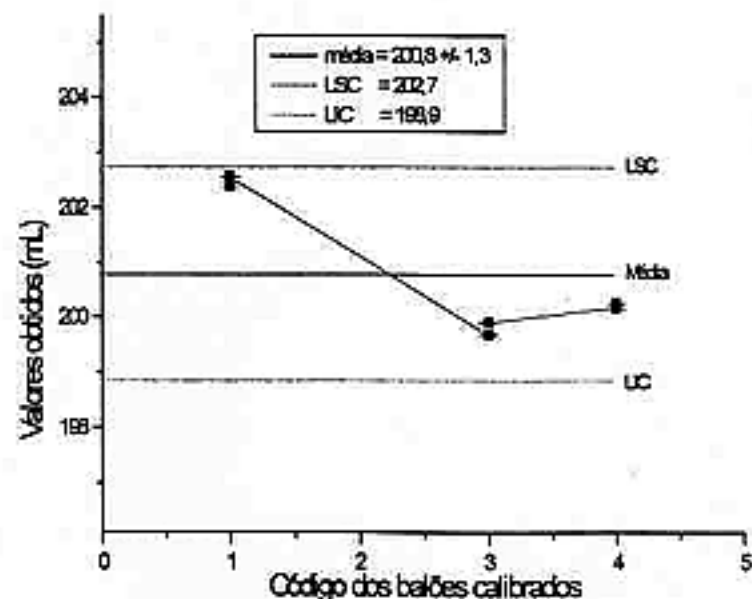


Figura 5 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALÃO 200 mL

Nos métodos de medida indireta a medida física que se realiza (y) está relacionada com a magnitude que se deseja medir (x) através de uma função numérica ou gráfica: $[y] = f(x)$ que recebe o nome de função de calibração. Este método de medida diz respeito a calibrações de materiais de vidro.

Calibração de Materiais de Vidro: Os fabricantes de material volumétrico calibram seus materiais antes de colocá-los no mercado, indicando o volume que podem comportar ou transferir, a incerteza com que se medirá este volume e a temperatura na qual ele foi calibrado.

1- Calibração de uma pipeta: a medida da capacidade de uma pipeta se realiza a partir da massa do volume de água vertido a uma determinada temperatura e uma constante de conversão denominada densidade. A densidade é uma constante que é função da temperatura, variável que se conhece e que pode ser controlada.

2- Calibração de um balão volumétrico: a medida da capacidade de um balão volumétrico se realiza a partir da massa do volume de água contido no interior do balão a uma determinada temperatura e uma constante de conversão denominada densidade. Nas figuras 3 a 6 são apresentados os gráficos da calibração (os limites foram calculados com 3 sigmas) de balões volumétricos realizadas em nosso laboratório.

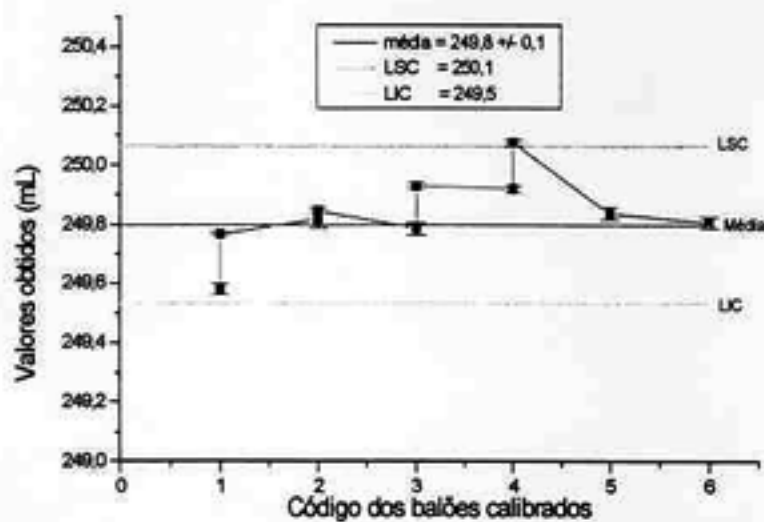


Figura 6 - GRÁFICO DE CONTROLE - BALÃO 250 mL

Num nível mais completo, estão aqueles instrumentos onde o sistema de medida da relação x:y depende de variáveis mais dinâmicas, difíceis de se controlarem de forma isolada. Nestes casos se calibra a totalidade do sistema de medida submetendo os padrões de medida e as amostras aos mesmos procedimentos analíticos e as mesmas condições de análise. Desta forma se garante que durante o processo de calibração e de medida tem-se mantido constantes todas as variáveis, equivale a dizer que se está trabalhando com o mesmo sistema de medida. Como exemplo em nosso laboratório temos a calibração do Espectrômetro de massa termoiônico.

Calibração do Espectrômetro de Massa Termoiônico: Prepara-se padrões utilizando-se os mesmos procedimentos analíticos propostos para as amostras e se calibra-os nas mesmas condições de análise. Dessa forma tem-se a certeza de que todas as condições para padrões e amostras foram igualmente mantidas.

A calibração do espectrômetro com composições isotópicas distintas, é realizada mensalmente com três diferentes padrões tendo estes diferentes razões isotópicas, Figuras 7 a 9.

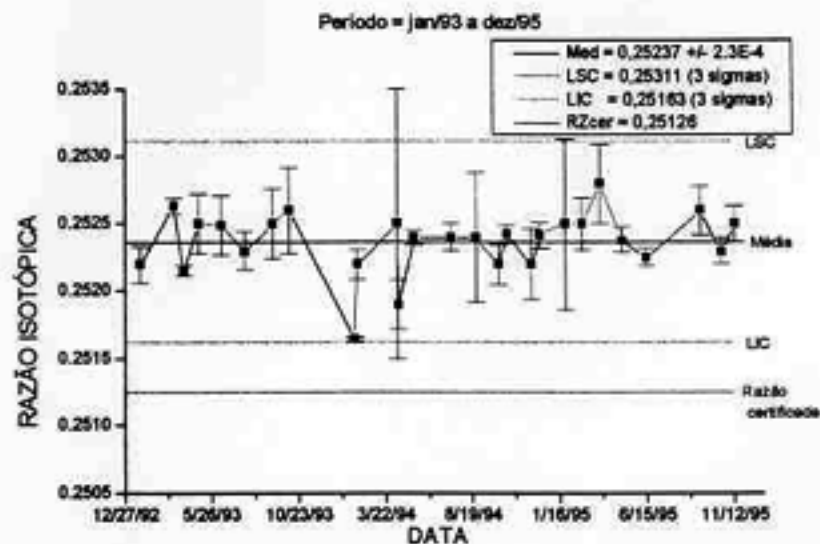


Figura 8 - GRÁFICO DE CONTROLE - PADRÃO NBS U-200

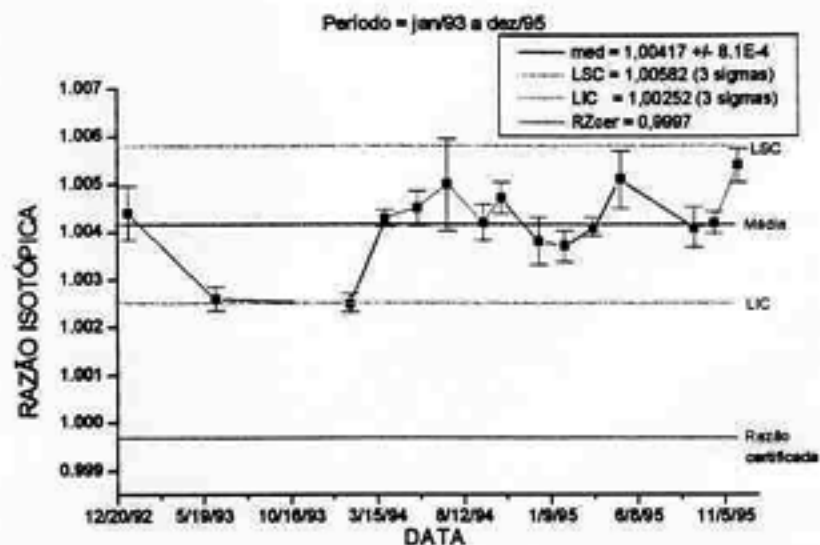


Figura 9 - GRÁFICO DE CONTROLE - PADRÃO NBS U-500

MANUTENÇÃO DO SISTEMA DA QUALIDADE

A manutenção da qualidade é feita através de avaliações periódicas tanto do ponto de vista de revisão dos procedimentos como da elaboração de gráficos de controle dos dados obtidos da calibração de equipamentos e materiais de laboratório, sendo estes as melhores ferramentas para controlar características importantes de qualidade. Os gráficos podem detectar a presença de causas especiais (ou assinaláveis) de variação.

CONCLUSÃO

Qualidade quer dizer objetivos comuns, buscados de forma compartilhada, ou seja, todos deverão estar envolvidos e comprometidos com a qualidade.

A qualidade, tal qual entendida pelo cliente, passou a ser o enfoque principal de fornecedores de produtos e serviços, assim sendo, nosso laboratório não poderia se omitir de possuir um sistema de qualidade.

A implantação do sistema de qualidade em nosso laboratório está em fase inicial, porém, as ações realizadas até o presente momento demonstram que houve uma mudança cultural em todos os membros favorecendo a obtenção dos objetivos pré-determinados.

A utilização de gráficos de controle trouxe benefícios à melhoria da qualidade do laboratório. No caso

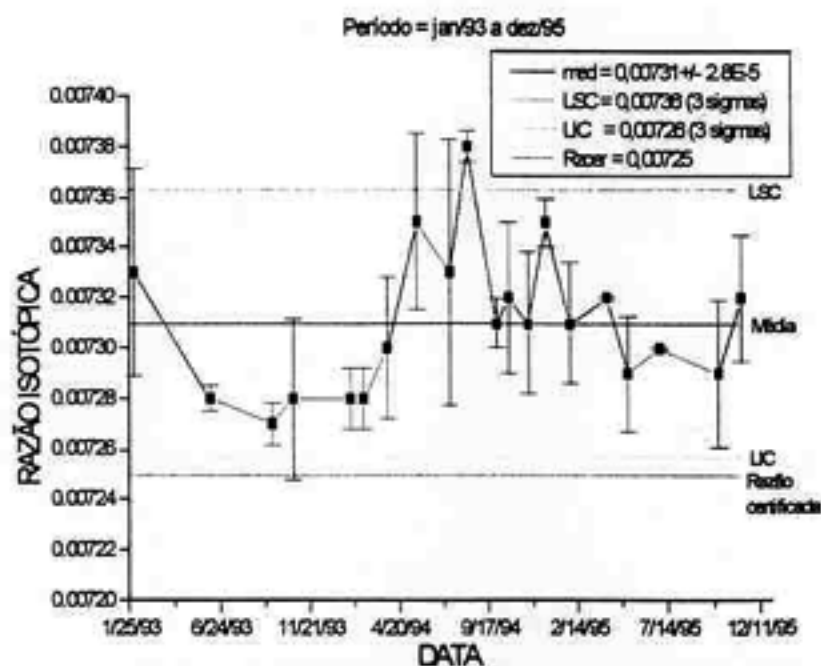


Figura 7 - GRÁFICO DE CONTROLE - PADRÃO NBS U-960

da balança analítica, demonstrou que as variações de temperatura e umidade que ocorrem em diferentes dias ocasionam variações de pesagem, mostrando-nos, portanto, que o rígido controle de temperatura na sala é importante.

Em relação à calibração de balões volumétricos, verificou-se que mesmo balões de boa procedência apresentaram valores de desvio de cerca de $\pm 10\%$, que podem indicar tanto um defeito de fabricação assim como uma degradação natural ocorrida em decorrência de um longo tempo de uso.

No caso do espectrômetro de massa o que se procura observar é a consistência dos dados a longo prazo ("long term stability"). Os desvios sistemáticos observados nas figuras 7 a 9 estão associados a fatores analíticos que podem ser facilmente corrigidos a partir dos valores certificados dos padrões em uso.

Toda vez que os valores obtidos para um padrão exceder àquele esperado, a análise é repetida. No caso de reincidência todo o procedimento analítico, isto é, pesagem, diluição, deposição e análise é refeito.

Os benefícios proporcionados até o presente momento demonstraram que a busca pela qualidade em laboratórios analíticos não deve ser encarada como burocracia mas sim da sistematização de uma prática eficiente e de fácil acesso a todos os interessados.

Nossa meta é a implantação completa do sistema de qualidade em todas as práticas de laboratório, em busca da reconhecida certificação.

REFERÊNCIAS

- [1] American National Standard Institute and American Society for Quality Control. **Quality Systems Terminology**, ANSI/ASQC A3-1987, New York, NY, 1987.
- [2] European Organization for Quality Control. **Glossary of terms used in Quality Control**, 5. ed. Berne, 1981.
- [3] Juran, J.M. and Gryna, F.M. **Controle de Qualidade - Handbook**, Makron Books - Mcgraw Hill, vol.1, capítulo 2, pág.15.
- [4] Feigenbaum, Armand V. **Controle da qualidade total**. 3. ed. Makron Books.
- [5] Sabato, S. F. **Manual da qualidade para os Laboratórios da Divisão de Caracterização de Material Nuclear**, Pub. IPEN- 337, São Paulo, SP, maio 1991.
- [6] Garfield, F.M. **Quality Assurance Principles for Analytical Labs.**, cap.1, p.2., 1991

[7] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **Quality Assurance Requirements for measuring Equipment. part 1. Metrological Confirmation System for Measuring Equipment**, ISO 10012-1, Geneva, 1992.

[8] Vigatá, M. P. Salvat, J. O. **Las buenas prácticas de laboratorio. V.Confirmación Metrológica : calibración**. Afinidad - revista de química teórica y aplicada - editada por La Asociacion de quimicos Del Instituto Química de Sarria. Julio-agosto 1995, Tomo LII, nº 458.

ABSTRACT

The word quality has many significances. One of the most accepted consist in define quality as the totality of the characteristics of product or a service in agreement to the specification requirement or expectation. Then, each day, this concept has become a important factor of reference for analytical laboratories.

In the IPEN the quality assurance program being officially implanted since 1990 by the Quality Assurance Department.

The principal product of the Isotopic Characterization of Laboratory of the Materials Characterization Department of the Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares is the determination of the composition and isotopic concentration of the elements of nuclear and geologic interest. The quality assurance of this values is controlled by well defined technical and operational procedures.

In this work will discuted the implantation of quality program in the Isotopic Characterization Laboratory emphasizing the description of the concepts of good practices of laboratory and metrologic aspects.