

APRIMORAMENTO DO SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE NO LEMA

IMPROVEMENT OF SYSTEM OF QUALITY MANAGEMENT AT THE LABORATORY OF SPECIALIZATION OF ENVIRONMENTAL MERCURY

Jéssica Zickwolf Ramos
Bolsista PCI, Técnica.

Zuleica Carmen Castilhos
Supervisora, Bioquímica, D. Sc.

Lillian Maria Domingos
Co-orientadora, Química Industrial, Ms.

Resumo

A implementação de um sistema de gestão de qualidade (SGQ) tem se mostrado de grande contribuição para a garantia da qualidade de resultados em laboratórios de análises químicas. Esse trabalho descreve o planejamento, a implementação e os resultados obtidos após de uma série de melhorias, baseadas na ISO / IEC 17025, aplicadas no SGQ do Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental (LEMA/CETEM).

Palavras chave: Controle de qualidade; laboratório de análises químicas; mercúrio

Abstract

The implementation of a quality management system has been proving to be a great contribution to quality assurance of results in analytical laboratories. This paper describes the planning, implementation and results obtained after a some improvements based on ISO / IEC 17025, at the Laboratory of Environmental Mercury Speciation.

Key words: Quality control; chemical analytical lab; mercury

1. Introdução

O resultado de uma análise química tem grande importância, uma vez que é um fator de tomada de decisões relevantes de ordem científica e monetária. O pesquisador antes de discutir os resultados de uma análise, deve primeiro indagar e reportar a qualidade dos mesmos. Por isso, o controle qualidade (CQ) vem sendo cada vez mais discutido dentro dos laboratórios de análise, pois fornece, principalmente, credibilidade e confiabilidade nos resultados (Olivares e Lopes, 2012; Garfield, 1985). Em um sistema de gestão da qualidade (SGQ) que funcione adequadamente, existem diversos procedimentos a serem implementados e avaliados. Dentro desse cenário, a Norma ISO / IEC 17025 tem o papel de especificar os requisitos gerais para a competência em realizar ensaios e/ou calibrações, incluindo amostragem, bem como cobrir ensaios e calibrações realizados utilizando métodos normalizados, métodos não-normalizados e métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório. A norma está dividida em requisitos de gestão, que são relacionados com o funcionamento e eficácia do sistema de gestão da

qualidade no laboratório, e requisitos técnicos, relacionados com as competências do pessoal e da metodologia e com os testes de calibração de equipamentos (Olivares e Lopes, 2012).

2. Objetivos

Esse trabalho visa aprimorar o SGQ no LEMA e atender aos requisitos Norma ABNT NBR ISO/IEC, 17025 para uma futura acreditação. O presente trabalho é a etapa inicial do projeto, e se propôs a organizar o espaço físico do laboratório, mapear o SGQ existente e propor melhorias ao mesmo, e dessa maneira, atender os requisitos técnicos da respectiva norma.

3. Material e Métodos

O Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental (LEMA) do CETEM/MCTIC se dedica a análises quantitativas de mercúrio total (HgT) e metil-mercúrio, em concentrações traço, com ordem de grandeza de 10 ng/kg, em matrizes biológicas e ambientais. Para as análises de HgT, que é o somatório de mercúrio orgânico e inorgânico, utiliza-se a técnica espectrometria de absorção atômica (AAS) acoplada a forno de grafite (AAS GF) para amostras sólidas e pelo método do vapor frio (AAS CV), para amostras líquidas. O equipamento utilizado é o RA-915+ da LUMEX, que é seletivo para análises de mercúrio metálico (Hg⁰) e tem correção de fundo baseada no efeito Zeeman, eliminando interferências espectrais.

O LEMA já contava com diversos procedimentos de controle de qualidade, como uso de material de referência certificado (MRC), participação em interlaboratoriais, cálculo da recuperação (Ramos et al., 2017), validação de métodos (Garcia et al., 2017), entre outros. Para o planejamento do projeto de aprimoramento do SGQ foi aplicada a ferramenta da qualidade chamada ciclo PDCA (Plan, Do, Check and Action) que se resume nas seguintes etapas: planejar, executar, checar e agir. Na figura 1, o ciclo PDCA do projeto com as suas respectivas etapas a serem cumpridas de forma cíclica:



Figura 1: Ciclo PDCA aplicado para aprimoramento do SGQ do LEMA

3.1. Organização e inventário

Inicialmente, foi feito um inventário detalhado dos reagentes, vidrarias, equipamentos, amostras, rejeitos e insumos que se encontram no LEMA, a fim de registrar os pertences e suas condições. A organização do espaço físico do laboratório seguiu princípios descritos no modelo 5S. São cinco princípios: Senso de Utilização, Organização, Limpeza, Saúde ou Melhoria Contínua e Autodisciplina.

3.2. Mapeamento e planejamento

A fim de identificar não conformidades aos itens da norma e pontos de melhoria no SGQ do LEMA, foi respondido um checklist, similar aos utilizados em auditorias internas para os requisitos técnicos da Norma ABNT NBR ISO/IEC, 17025. No checklist estavam perguntas sobre o cumprimento dos requisitos técnicos, e foram atribuídos para cada requisito uma avaliação do desempenho do LEMA. O critério de avaliação foi o seguinte: na avaliação satisfatória o item é atendido e evidenciado; em necessita de melhoria, o item é atendido, porém não evidenciado; e por fim na atribuição insatisfatório, o item não é atendido. Além dessa avaliação, foi feito um relatório de auditoria, onde foi respondido como cada item foi atendido e documentado, também foram feitas propostas para atender e evidenciar os demais.

A partir do checklist e do relatório de auditoria, foi elaborado um plano de ação para cumprir os requisitos da norma no SGQ. Nesse plano de ação foram listados os registros, procedimentos operacionais padrão (POP's) e demais documentos que deveriam ser elaborados e implementados na rotina do LEMA.

4. Resultados e Discussão

4.1. Organização e inventário

Com os dados do inventário foi possível gerenciar de forma mais adequada os recursos do laboratório. Foram identificadas as necessidades de conserto e compras, listadas e construída uma planilha digital para acompanhamento do processo.

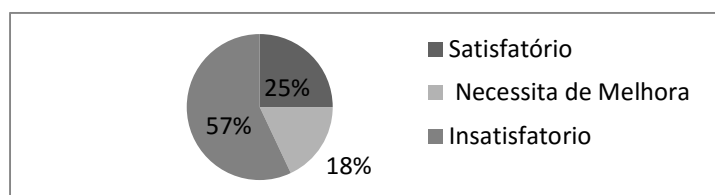
No momento da organização dos reagentes, foi preciso fazer um remanejamento para evitar que itens não compatíveis ou extremamente reativos entre si fiquem juntos, e foi feita a correta sinalização dos perigos. A introdução do conceito 5S no LEMA permitiu melhor aproveitamento do espaço, deixando os itens mais utilizados acessíveis, além de disso, foram retirados itens que não tinham mais utilidade para as atividades.

4.2. Mapeamento e planejamento

Com o resultado do checklist aplicado, Gráfico 1, foi possível identificar que existem muitos pontos a serem melhorados no SGQ do LEMA. O laboratório só atendeu de maneira satisfatória, segundo os critérios desse trabalho, 25% dos requisitos do checklist baseado na respectiva norma. Dentre os pontos positivos encontrados, destacam-se: a participação periódica em interlaboratoriais, a utilização, sempre que possível, de métodos

normatizados, a utilização MRC como controle de qualidade, os equipamentos de análise são acurados e seletivos e as instalações físicas são adequadas para o trabalho.

Gráfico 1. Resultado checklist



Na Tabela 1, segue a primeira versão do plano de ação, que conforme o conceito do ciclo PDCA está sempre sendo modificado, para aprimoramento do sistema.

Nessa etapa foram identificados também necessidades de melhorias estruturais, compra de itens e treinamento externo para a equipe. Essas demandas foram solicitadas e registradas na planilha “aquisições” para acompanhamento do processo.

Tabela 1. Plano de ação

Item da ISO 17025 a ser atendido	Documento proposto
5.2. Pessoal	<i>Apostila sobre Análises de mercúrio e controle da qualidade; Treinamento em análises de HgT do LUMEX; Treinamento ISO 17025 e ferramentas da qualidade; Modelo de certificado interno; Ficha de registro da equipe; Fluxograma de hierarquia e Protocolo para seleção equipe.</i>
5.3 Acomodações e condições ambientais	<i>Controle temperatura da geladeira das amostras; Registro limpeza bancada; Registro de limpeza geral; POP limpeza; POP Controle da Qualidade do ar; Registro da qualidade do ar; Protocolo inconformidades ambientais; Protocolo limpeza vidrarias; Protocolo limpeza capela; e Protocolo limpeza balança.</i>
5.4 Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos	<i>Protocolo de validação para quantificação de HgT: Matriz líquida; Cálculo incerteza para a quantificação de HgT: Matriz sólida; Cálculo incerteza para a quantificação de HgT: Matriz líquida; Avaliação da incerteza para a para quantificação de HgT: Matriz solida; Avaliação da incerteza para a para quantificação de HgT: Matriz líquida; Instrução de trabalho para os equipamentos; Manual de análises; Manual de preparo de soluções.</i>
5.5. Equipamentos	<i>Ficha de equipamento; Procedimento correção de calibração; e Plano de manutenção de equipamento.</i>
5.6 Rastreabilidade de medição	<i>Manuseio, transporte e estoque de MRC; Controle e uso MRC; Procedimento correção de calibração; e Protocolo de calibração.</i>
5.7. Amostragem	<i>Orientação amostragem ambiental.</i>
5.8 Manuseio de itens de ensaio e calibração	<i>Carta de orientação para envio de amostra; POP transporte de amostra; POP Recepção de amostras; e Livro de Registro de amostras</i>
5.9 Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração	<i>POP para uso de MRC como CQ; Procedimento Carta controle; Carta controle LUMEX líquido; Ficha de amostra de interlaboratorial; Registro de Resultados de ensaio de interlaboratorial.</i>
5.10 Apresentação de resultados	<i>Laudo de análise atualizado.</i>

Cabe ressaltar que somente a implementação desses documentos citados não garante que todo o requisito seja cumprido de maneira satisfatória.

A execução do plano de ação começou com a documentação dos procedimentos gerais de rotina e segurança, para tanto, elaborou-se um Manual de Boas Práticas Laboratoriais (MBPL). Dentre os objetivos desse manual esta cumprir aos itens 5.3 e 5.8 da respectiva norma. Os temas abordados foram:

- Segurança e prevenção de acidentes: este item fornece orientações básicas relativas a segurança dentro do LEMA e os procedimentos de controle das condições ambientais que interferem na análise.
- Equipamentos, reagentes e vidrarias: a partir do inventário realizado, foi feita uma listagem com todos os pertences sítidos no LEMA e suas condições. Esse item também abrange orientações sobre a organização do laboratório, armazenamento seguro de reagentes e as instruções de trabalho dos equipamentos.
- Recebimento de amostras: Define o protocolo de recebimento, registro, codificação e armazenamento das amostras.
- Aquisição de material e equipamento: fornece orientações sobre os procedimentos que devem ser tomados para requisição de material, assim como, as especificações necessárias.
- Descarte: orienta sobre a destinação adequada dos resíduos produzidos pelo LEMA.

O LEMA já possuía um Manual de Análises, porém foi necessário fazer uma atualização do mesmo para adequação aos novos procedimentos e aos requisitos 5.4 e 5.9 da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Foram propostas as seguintes mudanças nos procedimentos adotados:

- Protocolo para armazenamento de MRC: esse documento visa garantir as propriedades do MRC e prevenir contaminações por meio de uma estocagem adequada.
- Protocolo para uso e escolha de MRC: esse documento orienta sobre a escolha do melhor MRC para a amostra a ser analisada, baseado no documento “Orientação Para a Seleção e Uso de Materiais De Referência - DOQ-CGCRE-016”. Além desse, uma planilha foi elaborada contendo as informações mais relevantes de cada MRC que o LEMA utiliza, como: concentração no peso seco, umidade, concentração do peso úmido, sub amostra mínima, validade, a afim de garantir o uso correto do MRC.
- Cálculo da estimativa da incerteza para análises HgT em matriz sólida e em matriz líquida: os cálculos foram realizados seguindo das orientações do “GUM - Guia para a expressão de incerteza de medição”. Essa é uma ferramenta de avaliação da metodologia de análise utilizada.
- Validação do procedimento para análise de HgT em urina humana: esse é feito para garantir que o procedimento não-normatizado produz resultados confiáveis. A validação baseou-se em “Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos DOQ-CGCRE-008”
- Elaboração de Carta Controle para análises de HgT em matriz líquida por AAS CV: elaborada para evidenciar o uso de MRC como controle de qualidade nas análises.

Além da introdução de novos protocolos, deu-se prosseguimento às rotinas já implementadas relativas à garantia da qualidade dos resultados, como a realização de ensaios de proficiência interlaboratoriais e atualização da Carta Controle para análises de HgT em matriz sólida por meio da técnica AAS GF.

Elaborou-se uma apostila denominada “Análises Químicas de Mercúrio e Controle de Qualidade Laboratorial” (Ramos; Domingos e Castilhos, 2018), e aulas organizadas em slides sobre a Gestão da Qualidade e ISO/IEC 17025 que servirão como treinamento para a equipe do laboratório, visando cumprir as exigências do item 5.2 da respectiva norma. Esse material também já foi utilizado em um treinamento de especialistas do Instituto Nacional de Minas (INAMI), do Ministério de Recursos Minerais e Energia de Moçambique.

Por fim, visando atender o item 5.10, foram incluídas informações no modelo no “Laudo de Análise” emitido pelo LEMA, como: incerteza do método, codificação e umidade das amostras e endereço do laboratório.

5. Conclusão

Esse trabalho aprimorou o SGQ já existente no laboratório, evidenciando a qualidade dos resultados, identificando e corrigindo pontos de não conformidades, aumentando a produtividade e segurança nos processos. Trata-se da etapa inicial para acreditação de ensaios analíticos do LEMA pela Norma ABNT NBR ISO/IEC, 17025 junto ao órgão competente a ser escolhido. Para tanto, há diversas atividades complementares e exigências a serem realizadas, incluindo melhorias na infraestrutura.

6. Referências Bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 17025:2005 – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT 2005.

EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd Edition, 2000.

F.M. Garfield, Trends Anal. Chem. 4 (1985) 162.

INMETRO. DOQ-CGCRE-016 Orientação Para a Seleção e Uso de Materiais De Referência, 2010. RJ, Brasil.

INMETRO. DOQ-CGCRE-008 Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaios Químicos. 2002. RJ, Brasil.

LIMA, A.M.G.; DOMINGOS, L.M.; ARAÚJO, P.C.; CASTILHOS, Z.C. Validação de método de análise para determinação de mercúrio total em amostras ambientais e biológicas. In: XVI Congresso Brasileiro de Geoquímica, 2017, Búzios, Brasil.

Olivares, I.R.; Lopes, F.A. Essential steps to providing reliable results using the Analytical Quality Assurance Cycle. Trends in Analytical Chemistry. V 35, p109-121, 2012.

RAMOS, J.Z.; DOMINGOS, L.M.; ARAÚJO, P.C.; CASTILHOS, Z.C. Metodologia de controle de qualidade analítica para quantificação de mercúrio total em amostras ambientais e biológicas. In: XVI Congresso Brasileiro de Geoquímica, 2017, Búzios, Brasil.

RAMOS, J.Z.; DOMINGOS, L.M.; CASTILHOS, Z.C. Análises Químicas de Mercúrio e Controle de Qualidade Laboratorial. Publicação interna do LEMA/CETEM. Rio de Janeiro, 2018.