

Avaliação do processo de verificação intermediária de calibração de instrumentos em laboratório de análise ambiental

Evaluation of the process of intermediary verification of instrument calibration in environmental analysis laboratory



Diego Roberto Silva

Graduado em Ciências Biológicas pela Faculdade Cidade de Patos de Minas. Responsável técnico e gerente de projetos e qualidade do Laboratório Água e Terra Ltda.
e-mail: diego@labaquaeterra.com.br

Fernando Dias da Silva

Doutor em Química pela Universidade Federal de Minas Gerais. Coordenador do curso de Engenharia Química e do Núcleo de Inovação Tecnológica do UNIPAM.
e-mail: fernandosilva@unipam.edu.br

RESUMO: A veracidade metrológica é um dos maiores empecilhos para o aumento da rentabilidade dos processos e da qualidade. A ISO/IEC 17025:2005 normatiza o controle de qualidade aplicado ao escopo do laboratório. A utilização de metodologia simples e de baixo custo, como a gravimetria atendeu bem ao processo com resultados satisfatórios. A necessidade do controle de temperatura se torna o maior interferente nos resultados. Os resultados obtidos com rentabilidade de 90% dos instrumentos demonstram a eficiência do processo que imprime maior veracidade e qualidade aos ensaios, evitando desvios corriqueiros causados pela influência da exatidão na quantificação dos parâmetros.

PALAVRAS-CHAVE: Metrologia. Qualidade. Exatidão.

ABSTRACT: Metrological accuracy is one of the greatest hindrances for the increase of the processes and quality profitability. ISO/IEC 17025:2005 normalizes the quality control applied to the objectives of the laboratory. The use of simple and low cost methodology, such as gravimetry, attended well the process with satisfactory results. The need for temperature control interferes excessively in the results. The results obtained with 90% profitability of the instruments demonstrate the efficiency of the process that prints out more veracity and quality to the essays, by avoiding everyday detours caused by the influence of accuracy in the parameters quantification.

KEYWORDS: Metrology. Quality. Accuracy.

1. INTRODUÇÃO

A implementação de sistema de gestão da qualidade tem como objetivo garantir o fornecimento de produtos e serviços eficientes, sem falhas e perdas progressivamente menores (ALBANO, RAYA-RODRIGUEZ, 2009).

Segundo a ISO/IEC 17025:2005 (ABNT, 2005), o laboratório é responsável pela utilização de métodos e procedimentos apropriados para todos os ensaios e calibrações presentes em seu escopo. A inclusão de todos os processos inclui, além de ensaios, amostragem, manuseio, transporte, armazenamento e preparação dos itens a serem ensaiados. Um dos maiores problemas presentes na metrologia é a medição para se verificar a precisão dos instrumentos e sua confiabilidade no funcionamento (PINHEIRO, 2007). A medição é um meio de conhecimento, e não existem dúvidas ao se afirmar que existe um grande aumento da rentabilidade nos processos e sua qualidade com a certeza das medições.

A exatidão é a grandeza mais procurada pelos instrumentos utilizados nas medições metrológicas. A ISO/IEC 17025:2005 (ABNT, 2005) determina que todo equipamento e software deve ser capaz de alcançar a exatidão requerida e deve atender as especificações datadas pelo ensaio a ser realizado. A norma ainda indica que todo equipamento deve ser calibrado ou verificado antes de ser utilizado, e seu resultado deve atender aos requisitos dela.

Ainda assim, os instrumentos devem passar por controles que têm como objetivo avaliar a sua operacionalidade e a confiabilidade da sua calibração, sendo realizado de acordo com o procedimento definido e pela própria equipe do laboratório. Essa atividade é chamada de verificação intermediária da calibração que identifica as principais variáveis que interferem no resultado analítico final (ALBANO, RAYA-RODRIGUEZ, 2009).

A maior parte dos equipamentos usados em laboratórios identifica-se como instrumentos de medição. Destes, os mais utilizados são as vidrarias de medição, com grande exatidão e variação de volumes. O uso de tais equipamentos é constante e pode possuir grandes oscilações com a variação de sua calibração. A verificação de vidrarias de medição assegura maior veracidade aos ensaios, e promove a confiabilidade na calibração, evitando assim a oscilação e tendências nas medições. A verificação e a avaliação do erro de medição apresentado por esses instrumentos são o objetivo principal desta pesquisa. A verificação da interferência causada pela utilização dos equipamentos e a deterioração com o tempo foram avaliadas como precursores dos erros.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. METROLOGIA

O registro inicial das medições metrológicas teve início com as monarquias francesa e inglesa como parte de controle administrativo e fiscal. Na Inglaterra-

ra, por volta do século XVII, o Exchequer conseguiu manter estáveis, no reino de Elizabeth I, para a melhoria da qualidade dos processos utilizados, padrões de medida usados na calibração dos instrumentos de medição comerciais. Assim deu-se início às primeiras confecções, que foram a jarda e o galão de 1634, o *wine pottle* e o *grain quart* de 1641 (DIAS, 1998).

Na França, desde 1614, os Estados Gerais controlavam a unificação dos pesos e medidas e, em 1668, Colbert forneceu a fundição de novos padrões para a cidade de Paris. Entretanto, encontraram resultados desanimadores ao tentar fixar uma constante física como base do sistema ou uma relação numérica entre suas unidades (DIAS, 1998).

A metrologia chegou ao Brasil em meados de 1532, referindo-se pertinen- temente à fiscalização dos mercados no município de São Vicente, fato que ga- nhou grande impulso com a vinda da família real para o país em 1808. Em 28 de janeiro de 1811, por exemplo, um decreto real criava o lugar de medidor na Al- fândega da Capitania da Bahia, sendo o mesmo posto criado em 29 de agosto de 1816, na Alfândega da Capitania de Pernambuco (DIAS, 1998).

2.2. METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE

O estabelecimento da normalização de uma maneira fácil para a socieda- de é um processo complexo e envolve um sem-número de aspectos da vida eco- nômica. Neste domínio estão incluídos, entre muitos outros, a fixação de condi- ções para cálculos ou projetos, para o emprego de materiais e produtos industri- ais, para a segurança na execução ou uso de obras, equipamentos ou instalações; condições básicas para aceitação ou recebimento de matérias-primas, produtos semiacabados ou acabados; método de ensaio; padronização e uniformização de características de elementos de construção, aparelhos, produtos industriais, de- senhos e projetos; e terminologia, classificação e convenções gráficas para concei- tos, grandezas e sistemas. Esta complexidade, porém, não se esgota nos aspectos técnicos, tendo importantes implicações políticas e sociais (DIAS, 1998).

Nos países industrializados, a percepção das vantagens técnicas e econô- micas da padronização de produtos e processos industriais foi quase uma decor- rência natural da uniformização de pesos e medidas alcançada ao final do século XIX e do impacto continuado da tecnologia sobre o processo produtivo. O próprio Estado assumiu, por vezes, atribuições importantes nessa área, estabelecendo normas compulsórias, os chamados regulamentos técnicos, para produtos e ati- vidades que envolvessem risco para o cidadão ou consumidor. Neste caso, as áreas reguladas e as formas de fiscalização e punição do setor produtivo passa- ram a compor a agenda pública. Por outro lado, na ausência de interesse direto do Estado, o estabelecimento de normas exigiu o consenso entre indústrias que competiam no mesmo mercado nacional ou no mercado internacional, bem como mecanismos de verificação de sua aplicação (DIAS, 1998).

3. MATERIAL E MÉTODOS

Todos os procedimentos foram realizados na empresa Água e Terra Análise Ambiental. O procedimento realizado deu-se através da análise gravimétrica, indicada pela NBR 11588 (ABNT, 1989).

3.1. PESO ESPECÍFICO

O peso específico inicial da água osmosificada com avaliação de massa específica esteve entre 20 e 23° C. O valor encontrado identificou-se através da aplicação dos dados obtidos nas pesagens, que se realizaram em quintuplicata, na Equação 1.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Posteriormente à medição da massa específica da água osmosificada, esta foi refrigerada em estufas com estabilização a temperatura de 20 graus centígrados. Todas as medições se realizaram em quintuplicata, utilizando a Equação 2:

$$\rho = \frac{m_{cheia} - m_{vazia}}{V \cdot 1 + \alpha(T-20)} \quad (2)$$

Todas as unidades de massa foram referidas em unidade de gramas e o volume encontrado, em mL. O alfa disposto na Equação 2 mostra a variação do material referente à constante de dilatação térmica.

3.2. AVALIAÇÃO GRAVIMÉTRICA

Todas as medições gravimétricas são realizadas em balança analítica com precisão de quatro casas decimais. Todos os equipamentos dispostos a secagem promovida deram-se através de compostos cetônicos, evitando o contato com calor intensivo para assim não apresentarem dilatação térmica de seus materiais. A água é transferida para os equipamentos previamente tarados para verificação de pesagem. O tratamento dos dados apresenta o desvio-padrão amostrado por cada instrumento e seu erro padrão.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos estão apresentados nas tabelas a seguir, seguindo o limite apresentado pela norma mais utilizada para a definição de limites de tolerância, a ASTM (American Society for Testing and Materials). De acordo com a

norma, a aparelhagem volumétrica de classe A, que é a indicada para realização de análises quantitativa, apresenta grande rigor metrológico.

TABELA 1. Tolerância de medição de Provetas

Capacidade (mL)	Tolerância Classe A
5	0,05
10	0,10
25	0,17
50	0,25
100	0,50
250	1,00
500	2,00
1000	3,00

Fonte: Adaptado de ASTM

TABELA 2. Tolerância de Pipetas

Capacidade (mL)	Tolerância Classe A
1	0,006
2	0,006
5	0,01
10	0,02
20	0,03
25	0,03
50	0,05
100	0,08

Fonte: Adaptado de ASTM

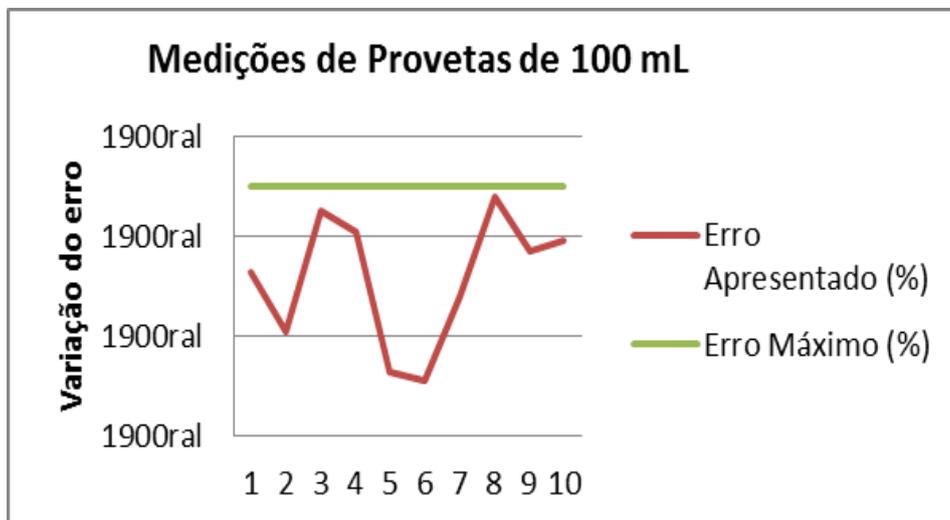
TABELA 3. Tolerância de Balões

Capacidade (mL)	Tolerância Classe A
10	0,02
25	0,03
50	0,05
100	0,08
250	0,10
500	0,12
1000	0,20

Fonte: Adaptado de ASTM, 1

As figuras seguintes apresentam as variações encontradas em determinadas vidrarias, comparadas com seus limites de tolerância.

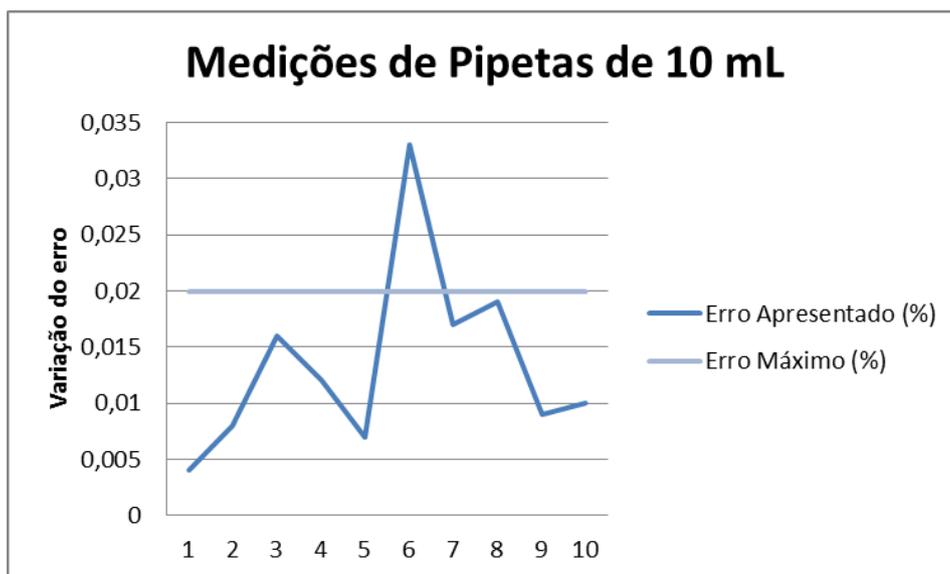
FIGURA 1. Avaliação de provetas



Fonte: Silva, 2017

Como apresentado na figura acima, o procedimento foi realizado em dez instrumentos volumétricos, tendo apresentado resultado satisfatório, com 100% de aproveitamento. Este modelo de vidraria possui uma maior variação de erro, devido a sua menor precisão na medição.

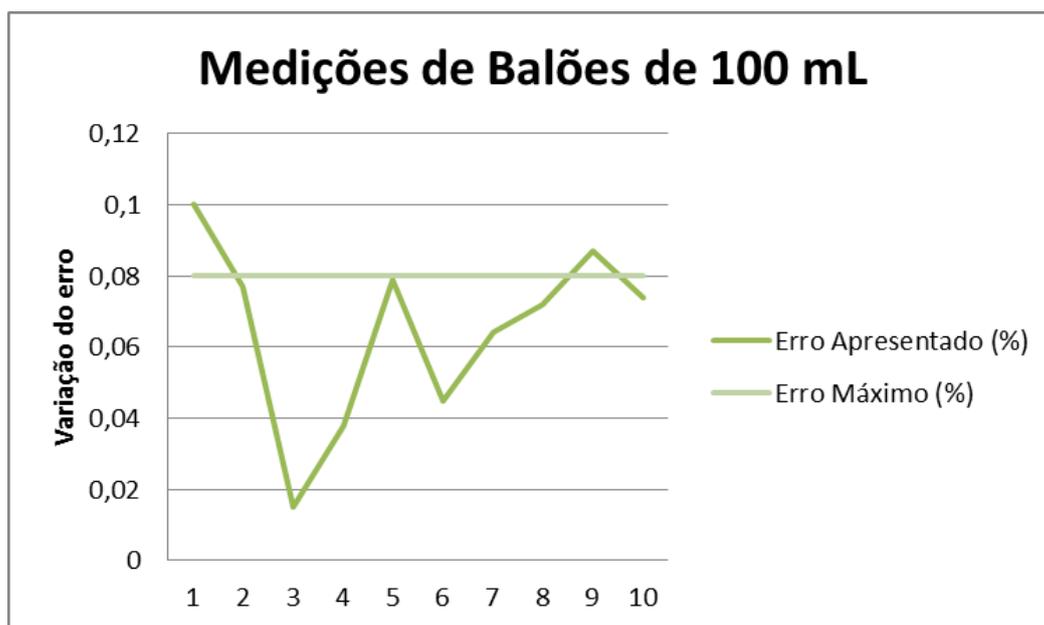
FIGURA 2. Avaliação de pipetas



Fonte: Silva, 2017

O procedimento foi realizado como o anterior, no entanto, nesse caso, foi observado que um dos instrumentos obteve erro de medição maior que o erro máximo. A explicação para tal situação pode se dar pelo fato de o erro máximo apresentado ter maior rigorosidade que o anterior, levando em consideração que pipetas são extremamente precisas em suas medições. Outro potencial interferente encontra-se no desgaste corriqueiro do equipamento com o aumento do tempo de uso.

FIGURA 3. Avaliação de balões



Fonte: Silva, 2017

Já o procedimento realizado em balões apresentou duas deficiências em relação ao erro máximo permitido. Tais deficiências, assim como anteriormente, dão-se pelo maior rigor na precisão deste modelo de instrumentos de medição volumétrica.

Como observado, é possível notar a variação de erro para cada instrumento, tendo valores distintos em relação ao erro máximo e, em alguns casos, a extrapolação de tal erro, inviabilizando assim o uso desses instrumentos para medições quantitativas. A maior parte dos instrumentos analisados apresentou resultados satisfatórios, confirmando a eficiência da sua calibração. A interferência destes resultados na incerteza dos ensaios pode acarretar possíveis falhas na qualidade do processo, alterando a eficiência das medições e causando interferência no resultado analítico. A verificação destes instrumentos apresenta o que foi pressuposto inicialmente.

5. CONCLUSÃO

O estabelecimento de um programa de verificação intermediária da calibração de instrumentos de medição, além de atender a uma necessidade técnica e normativa, pode proporcionar ao gestor uma ferramenta útil e eficaz, que resultará em economia e na otimização dos ensaios. Para verificação do bom estado dos instrumentos calibrados, faz-se necessário que seja implementado um programa de monitoramento, que deve ser planejado, implementado e acompanhado pela gestão da qualidade, garantindo que seja de fato incorporado à rotina do laboratório com sucesso e bons resultados.

REFERÊNCIAS

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 11588. *Vidraria volumétrica de laboratório. Métodos de aferição da capacidade e de utilização* (1986).

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 17025. *Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração* (2005).

ALBANO, Felipe Medeiros; RAYA-RODRIGUEZ, Maria Teresa. *Validação e Garantia da Qualidade de Ensaios Laboratoriais*. Porto Alegre: Rede Metrológica do Rio Grande do Sul, 2009.

DIAS, José Luciano de Mattos. *Medida, normalização e qualidade: aspectos da história da metrologia no Brasil: História da metrologia no Brasil*. Rio de Janeiro: Ilustrações, 1998. 292 p. Disponível em: <<http://repositorio.bom.org.br:8080/jspui/handle/2050011876/189>>. Acesso em: 27 jul. 2017.

PINHEIRO, Paulo César C. *Noções gerais sobre metrologia: curso de pós-graduação em Energia Nuclear*. Belo Horizonte: UFMG, 2007 (apostila).