



Norma dos Santos Kikuchi Sato

REFLEXÕES SOBRE A IMPLEMENTAÇÃO DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE EM LABORATÓRIO DE ENSAIO QUÍMICO EM UNIVERSIDADE: A EXPERIÊNCIA DO LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO DE ÁGUAS DA PUC-RIO

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Metrologia da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Metrologia. Área de concentração: Metrologia para Qualidade e Inovação.

Orientadores: Prof. Dr. José Marcus de Oliveira Godoy
Co-orientadora: Dra. Daniela Silveira Soluri

Rio de janeiro, 26 de abril de 2010



Norma dos Santos Kikuchi Sato

Reflexões sobre a implementação de Sistema de Gestão da Qualidade em Laboratório de Ensaio Químico em Universidade: A experiência do Laboratório de Caracterização de Águas da PUC-Rio

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Metrologia, Qualidade e Inovação (PósMQI) do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora e homologada pela Coordenação Setorial de Pós-Graduação, formalizado pelas respectivas assinaturas:

Comissão Examinadora:

Prof. Dr. José Marcus de Oliveira Godoy
Orientador

Departamento de Química
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro

Dra. Daniela Silveira Soluri
Co-orientadora

Departamento de Química
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro

Dr. Élcio Cruz de Oliveira
PETROBRAS TRANSPORTE S.A.

Prof. Dr. Maurício Nogueira Frota
Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PósMQI)
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro

Profa. Dra. Cassia Ribeiro Ponciano
Programa de Pós-Graduação em Metrologia (PósMQI)
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro

Coordenação Setorial de Pós-Graduação:

Prof. José Eugenio Leal
Coordenador Setorial de Pós-Graduação do
Centro Técnico Científico (PUC-RIO)

Rio de Janeiro, 26 de abril de 2010

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, da autora e do orientador.

Norma dos Santos Kikuchi Sato

Graduada em Bacharel em Química (2002) pela Universidade do Grande Rio. Trabalha desde 1985 na área de Pesquisas de Petróleo e Derivados. Atualmente, é responsável pela área de qualidade da Rede de Análises da PETROBRAS/CENPES.

Ficha Catalográfica

Sato, Norma dos Santos Kikuchi

Reflexões sobre a implementação de Sistema da Gestão da Qualidade em Laboratório de Ensaio Químico em Universidade: A experiência do Laboratório de Caracterização de Águas da PUC-Rio / Norma dos Santos Kikuchi Sato ; orientador: José Marcus de Oliveira Godoy ; co-orientadora: Daniela Silveira Soluri. – 2009.

118 f. : il. (color.) ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Metrologia para a Qualidade e Inovação, 2010.

Inclui bibliografia

1. Metrologia – Teses. 2. Implementação. 3. ABNT NBR ISO/IEC 17025. 4. Validação. 5. Sistema de gestão da qualidade. 6. LABAGUAS. 7. Medidor de pH. 8. Qualidade. 9. Universidade PUC-RIO. I. Godoy, José Marcus de Oliveira. II. Soluri, Daniela Silveira. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Programa de Pós-Graduação em Metrologia para a Qualidade e Inovação. IV. Título.

CDD: 389.1

A Deus.
Ao meu esposo Carlos Yoshio, pela
compreensão em todos os momentos.
As minhas filhas queridas, Bárbara e Bruna.
Ao meu sobrinho querido Tiago.
Aos meus pais, Geraldo e Neuza.

Agradecimentos

Ao Professor Godoy e a Daniela Soluri, pela orientação, pelos conhecimentos transmitidos, pela confiança, pelo incentivo, pela dedicação e por propiciarem excelentes condições de trabalho.

À Cristina Saba, pela oportunidade e por acreditar em mim.

À Gerência de Química do PETROBRAS/CENPES, por tornar factível o desenvolvimento deste trabalho.

À equipe da Rede de Análises do CENPES, pelo carinho e paciência nos momentos difíceis.

Ao Carlos Yoshio por toda paciência, apoio, amor e dedicação que foram fundamentais para a conclusão deste trabalho.

À Bárbara Yumi e Bruna Mayumi por cada sorriso que me fazia acreditar que valia a pena continuar.

Aos meus pais e irmão, pela forma amorosa e carinhosa com que sempre me incentivam a crescer, seguir em frente e nunca desistir.

Às minhas amigas Márcia Porto e Patrícia Ritter, pela amizade e pelas palavras de motivação e incentivo que foram essenciais para a realização deste trabalho.

À equipe do Laboratório de Caracterização de Águas: Mônica, Carlos Alexandre (Carlão), Ricardo, Gabriela e Ana Cristina.

À amiga Sandrinha, companheira, pela ajuda, apoio e pelo agradável convívio nos dias em que passei na PUC.

A todos os meus amigos, principalmente, Valéria Vidal e Flávia Muniz, por todo incentivo e ajuda no decorrer desta jornada.

A toda a minha família, pela torcida e compreensão nas minhas ausências.

À Márcia Ribeiro, secretária do curso de mestrado, pela dedicação aos alunos, o que faz com muita paciência.

Aos membros da banca avaliadora dessa dissertação por terem aceitado o convite.

Resumo

Sato, Norma dos Santos Kikuchi; Godoy, José Marcus de Oliveira; Soluri, Daniela Silveira. **Reflexões sobre a implementação de Sistema de Gestão da Qualidade em Laboratório de Ensaio Químico em Universidade: A experiência do Laboratório de Caracterização de Águas da PUC-Rio.** Rio de Janeiro, 2010. 118 p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós Graduação em Metrologia. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O **objetivo** dessa dissertação é propor um modelo alternativo para a implementação de Sistema de Gestão da Qualidade em laboratórios de ensaios químicos que operam no ambiente universitário. O modelo proposto foi validado para o caso do Laboratório de Caracterização de Águas (LABAGUAS) do Departamento de Química da PUC-Rio. A **motivação** do trabalho para implementação de Sistema de Gestão da Qualidade no LABAGUAS propõe um padrão que possa ser utilizado como referência para laboratórios de ensaios químicos em ambiente universitário. A **metodologia** inclui revisão bibliográfica, a pesquisa documental e um estudo de caso para avaliar a implementação do Sistema Gestão da Qualidade em laboratórios de ensaios químicos em ambiente universitário, através do uso das normas gerais, de ferramentas da qualidade e de métodos de ensaios, propondo, assim, uma avaliação e melhoria dos ensaios gerenciada pelo ciclo PDCA (Planejar, Executar, Checar, Agir corretamente) na busca da melhoria contínua. Como **resultados**, têm-se o caso prático o ensaio determinação de pH em água a fim de avaliar as incertezas de medições analíticas, calculadas de acordo com o Guia EURACHEM e proporcionar evidências objetivas de um sistema para a garantia da qualidade. Procura-se evidenciar através de uma pesquisa, as universidades brasileiras e latino-americanas que têm um Sistema de Gestão da Qualidade implementado em laboratórios de ensaios químicos. As principais **conclusões** do trabalho sinalizam que a implantação deste projeto cria oportunidades para o desenvolvimento de uma política de qualidade no Departamento de Química da PUC-RIO, estimulando o crescimento profissional e melhores condições de

segurança e conforto ambiental do pessoal técnico envolvido, de forma que o laboratório possa implementar o Sistema de Gestão da Qualidade naturalmente na cultura local, sem que a liberdade acadêmica seja impactada.

Palavras-chave

Metrologia; Implementação; ABNT NBR ISO/IEC 17025; Validação; Sistema de Gestão da Qualidade; LABAGUAS; medidor de pH; Qualidade; Universidade PUC-Rio.

Abstract

Sato, Norma dos Santos Kikuchi; Godoy, José Marcus de Oliveira (Advisor); Soluri, Daniela Silveira. **Reflections on the implementation of Quality Management System for Chemical Testing Laboratory in the University: The Experience of Water Characterization Laboratory at PUC-Rio**. Rio de Janeiro, 2010. 118 p. MSc. Dissertation – Programa de Pós Graduação em Metrologia. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

This work has the **objective** of proposing an alternative model that serves as reference for the implementation of a Quality Management System in a chemical testing lab inside universities. The proposed model was validated for the case of the Characterization Laboratory Water – LABAGUAS, belonging to the chemistry department – PUC-RIO. The **motivation** of the work for an implementation of a Quality Management System at LABAGUAS proposes a standard which can be used as reference for chemical testing lab inside universities. Its **methodology** includes a bibliographic review, research documents and the study of a case in order to evaluate the implementation of a Quality Management System in a university environment, through the use of general standards of quality tools and methods of testing, proposing an evaluation and improvement of tests managed by the PDCA (Planning, Execution, Checking and Acting), in the search of a continuous improve. As **results**, we have the practical case for the determination of the pH, in order to evaluate the uncertainties of analytical measurements, calculated according to the EURACHEM guide and providing objectives evidences of a system for quality assurance. The dissertation seeks to demonstrate through a survey, that the Brazilians and Latin-Americans universities which have a Quality Management System implemented in a chemical testing lab inside a university environment. The main **conclusions** of the study show that the implementation of this project creates opportunities for the development of a quality policy in the chemistry department of PUC-RIO, encouraging professional growth and better standards of environmental safety and comfort of the technical staff involved so that the

laboratory can implement the Quality Management System course in local culture, without which the academic freedom is impacted.

Keywords

Metrology; Implementation; ABNT NBR ISO / IEC 17025; Validation; Quality Management System; LABAGUAS; pH meter; Quality; University PUC-Rio.

Sumário

1	INTRODUÇÃO	18
1.1	Sistema de Gestão da Qualidade em laboratório de ensaio químico de universidade	18
1.2	Justificativa e Motivação pelo Tema	19
1.3	Objetivos e Organização da Dissertação.	19
1.3.1	Objetivo Geral	19
1.3.2	Objetivos Específicos	20
1.3.3	Motivação	20
1.3.4	Metodologia da pesquisa	20
1.3.5	Organização da Dissertação	21
2	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	23
2.1	Histórico da ABNT NBR ISO / IEC 17025 – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaios e calibração.	23
2.2	Sistema de Gestão da Qualidade	27
2.2.1	Estrutura Organizacional	27
2.2.2	Estrutura Funcional	27
2.2.3	Estrutura Documental	30
2.3	Acreditação	31
2.4	Confiabilidade Metrológica	33
2.5	Rastreabilidade de Medição	34
2.6	Confiabilidade Metrológica	35
2.7	Garantia da Qualidade	37
2.8	Ciclo PDCA (Planejar, Executar, Checar, Agir corretamente)	39
2.9	Material de Referência Certificado (MRC)	39
2.10	Carta de Controle	40
2.10.1	Interpretação da Carta de Controle	43
2.10.1.1	Teste de Shapiro-Wilk	44
2.11	Diagrama de Causa e Efeito	46
3	METODOLOGIA	48
3.1	Laboratório Universitário	48

3.2	O LABAGUAS na Universidade PUC-RIO	50
3.3	Escolha do ensaio a ser analisado	53
3.3.1	Ensaio de pH	54
3.3.2	Medidor de pH	55
3.3.3	Método Potenciométrico	55
3.4	Documentação de Referência	55
3.5	Equipamentos	56
3.6	Validação da Metodologia	57
3.6.1	Parâmetros para Validação	59
3.6.1.1	Precisão	60
3.6.1.1.1	Teste de Grubbs	62
3.6.1.1.2	Cálculo da Variância da Repetitividade, da Variância entre Laboratórios e da Variância da Reprodutibilidade.	63
3.6.1.1.3	ANOVA	64
3.6.1.2	Exatidão	65
3.6.1.2.1	Índice z	66
3.6.1.3	Faixa linear de trabalho	67
3.6.1.4	Robustez	67
3.6.1.5	Incerteza de Medição	69
3.6.1.5.1	Avaliação da incerteza da medição	70
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	76
4.1	Carta de Controle	76
4.2	Validação do Método	79
4.2.1	Precisão	79
4.2.2	Exatidão: Participação em Programas Interlaboratoriais	81
4.2.3	Faixa Linear de trabalho	81
4.2.4	Robustez	83
4.2.5	Avaliação de Incerteza de Medição	84
4.2.5.1	Incerteza Padrão da calibração do medidor de pH	85
4.2.5.2	Incerteza Padrão da Resolução do medidor de pH	86
4.2.5.3	Temperatura:	86
4.2.5.3.1	Incerteza Padrão da calibração do termômetro	87
4.2.5.3.2	Incerteza Padrão devido à resolução do termômetro.	88
4.2.5.4	Incerteza Padrão da Precisão Intermediária	88
4.2.5.5	Incerteza da Curva Analítica	88

4.2.5.6	Incerteza Padrão Combinada	90
4.2.5.7	Incerteza Expandida	90
4.2.5.8	Porcentagens das contribuições de Incertezas (%)	91
4.3	Diagnóstico e Auditorias	93
4.3.1	O Diagnóstico	93
4.3.2	A Auditoria	94
4.4	Implementação do Sistema de Gestão da Qualidade em outras universidades brasileiras.	98
5	CONCLUSÃO	105
5.1	Recomendações	106
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	107
7	ANEXO A – Precisão Intermediária e Repetitividade	112
8	ANEXO B - Coeficiente de Sensibilidade	117

Lista de Siglas

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	<i>An American National Standard</i>
CELAB	Programa Nacional de Metrologia em Química no Brasil
CENPES	Centro de Pesquisa da PETROBRAS
INMETRO	Instituto Nacional Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
IPAC	<i>Instituto Português de Acreditação</i>
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
LABAGUAS	Laboratório de Caracterização de Águas
MRC	Material de Referência Certificado
NBR	Normas Brasileiras
NIST	<i>National Institute of Science and Technology</i>
PGI	Programa de Gestão Integrada à Rede de Análises do CENPES
PETROBRAS	Petróleo Brasileiro
PUC-RIO	Pontifícia Católica do Rio de Janeiro
QSMS	Qualidade, Saúde, Meio Ambiente e Segurança
QUI	Departamento de Química da PUC-RIO
RBLE	Rede Brasileira de Ensaio
RBC	Rede Brasileira de Calibração
REDETEC	Rede de Tecnologia do Rio de Janeiro
SGQ	Sistema de Gestão da Qualidade
SRM	<i>Standard Reference Materials</i>
pH	Potencial Hidrogênio Iônico
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>

Lista de Figuras

Figura 1: Evolução das Normas	25
Figura 2: Desafio da implementação da NBR ISO/IEC17025 no LABAGUAS.	29
Figura 3: Estrutura Documentação	30
Figura 5: Fluxograma Básico	32
Figura 4: Ciclo PDCA	39
Figura 6: Gráfico de controle para média e amplitude	42
Figura 7: Limites de Controle e Zona A, B e C para carta controle baseada no valor médio	43
Figura 8: Diagrama de Causa e Efeito	47
Figura 9: Ciclo PDCA para melhoria	52
Figura 10: Etapas de avaliação do PGI	53
Figura 11: Foto do equipamento utilizado para a realização do ensaio de determinação de pH seguido pelo LABAGUAS.	57
Figura 12: Processo para estimar Incerteza	75
Figura 13: Carta Controle de Ensaio - pH	79
Figura 14: Equação da reta	83
Figura 15: Diagrama de Causa e Efeito na Incerteza de Medição de pH do LABAGUA	85
Figura 16: Equação da reta Coeficiente de Sensibilidade da temperatura	87
Figura 17: Gráfico de barra mostrando a contribuição para cada componente de incerteza na norma ASTM 1293-99 (2005)- Determinação de pH em água no LABAGUAS.	92
Figura 18: Avaliação da 1ª auditoria em QSMS	96
Figura 19: Porcentagem dos requisitos implementados de QSMS no LABAGUAS	97
Figura 20: Distribuição por prioridade em porcentagem dos requisitos implementados de QSMS no LABAGUAS	97
Figura 21: Resultado da pesquisa eletrônica: laboratórios que tem interesse na implementação ISO / IEC 17025 em 2010.	99
Figura 22: Resultado da Pesquisa Eletrônica (implementação da ISO / IEC 17025) em 2010.	99
Figura 23: Laboratórios de Ensaio de Universidades no Brasil em fase de implementação em 2010	102

Figura 24: Nível de melhoria contínua no SGQ em que o LABAGUAS se encontra em 2009.

104

Lista de Tabelas

Tabela 1: Diferenças entre os principais documentos / elementos das normas ISO 9001 e ISO/IEC 17025.	26
Tabela 2: Comparação entre as Zonas e os desvios padrões com base na distribuição normal.	44
Tabela 3 Distribuição Normal	45
Tabela 4 Nível de significância	46
Tabela 5: Matriz de observações para n réplicas de um experimento	65
Tabela 6: Relações de sinais para um planejamento fatorial 2^2 .	69
Tabela 7: Grau de liberdade efetivo para nível de confiança 95,45%	74
Tabela 8: Teste de Normalidade Numérico	77
Tabela 9: Teste de Normalidade Numérico	77
Tabela 10: Valores das medições obtidas pelos técnicos	80
Tabela 11: Valores de pH e Milivoltagem obtidos na titulação da solução de carbonato de sódio a 0,01 mol.L	82
Tabela 12: Planejamento Fatorial 3^2 para água de abastecimento público	84
Tabela 13: Planejamento Fatorial 3^2 para solução tampão pH 7	84
Tabela 14:pHs of Reference Buffer Solution	87
Tabela 15:valor de S_{xx}	89
Tabela 16:Resultado das Incertezas Combinada e Expandida na determinação de pH em uma amostra	91
Tabela 17: Porcentagem de contribuição para cada componente de incerteza na determinação de pH em água, norma ASTM D1293-99 (2005) no LABAGUAS	92
Tabela 18:Universidades brasileiras com SGQ implementado nos laboratórios de ensaios em 2010.	102