

# MANUTENÇÃO DAS PIPETAS É FUNDAMENTAL

A calibração só por si não garante a qualidade dos doseamentos



Isabel Faria

Nos laboratórios de águas e alimentos, assim como em laboratórios de outros sectores, a qualidade dos resultados das análises está frequentemente dependente da exactidão com que são medidos os volumes das amostras ensaiadas ou dos reagentes adicionados.

De acordo com a norma NP EN ISO/IEC 17025 (requisito 5.5.), o equipamento utilizado para ensaio (com impacte significativo nos resultados) deve estar sujeito a um plano de calibração e de manutenção e o laboratório deve demonstrar que este “cumpre os requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes”. A calibração<sup>1</sup> de uma pipeta, frequentemente confundida com ajuste<sup>2</sup>, não a torna apta para a utilização e o facto de cumprir os requisitos metrológicos expressos na norma ISO 8655-2, não implica que cumpra os requisitos específicos do laboratório.

Para garantir o desempenho adequado, as pipetas<sup>3</sup> têm que passar por todas as fases do ciclo representado na figura. Os sistemas de gestão dos laboratórios de ensaios têm que estar preparados para garantir a realização de todas as etapas do ciclo, sem excepção.

O serviço completo de assistência às pipetas deve ser composto por oito passos, designadamente:

- **Inspecção visual**  
Essencial para detecção de partes danificadas.
- **Limpeza**  
Inclui a descontaminação do exterior e do interior da pipeta.
- **Lubrificação**  
É uma etapa essencial para garantir um deslizamento suave do êmbolo e deve ser realizada conforme as instruções do fabricante. É fundamental para garantir uma boa repetibilidade nos doseamentos.
- **Ensaio de estanquidade**  
Trata-se de uma etapa essencial, porque uma falha de estanquidade traduz-se em volumes pipetados fora da especificação do fabricante<sup>4</sup>.
- **Reparação**  
Se necessário, substituição das partes danificadas, como vedantes, cones e baterias.
- **Ajuste segundo as especificações do fabricante**  
Com a finalidade de “regular” o mecanismo de modo a que os volumes medidos estejam dentro dos limites definidos pelo fabricante e pela norma ISO 8655-2.

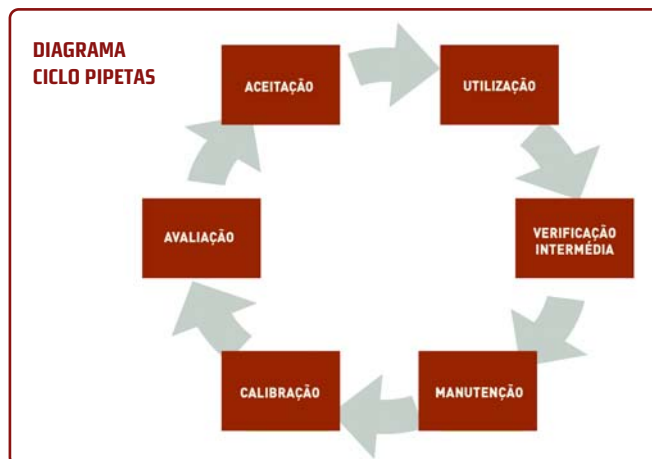
## ◦ Calibração

Caso se opte pela calibração interna, o laboratório de ensaios deverá demonstrar que a sua aptidão é comparável à de um laboratório acreditado para a calibração de pipetas, participando nos exercícios de comparação interlaboratorial realizados periodicamente<sup>5</sup>, em igualdade de circunstâncias com os laboratórios acreditados para a calibração.

Como a generalidade dos laboratórios de ensaio não podem garantir este nível de desempenho, optam por contratar um laboratório acreditado para a calibração das suas pipetas. De acordo com o guia OGC 002 do Instituto Português de Acreditação (IPAC): “A selecção do laboratório de calibração deve ser integrada num programa de avaliação e qualificação de fornecedores e ter em conta as exigências da qualidade (nomeadamente incertezas) estabelecidas para os resultados da calibração. O pedido de calibração deve explicitar as operações a fazer, nomeadamente pontos de trabalho e parâmetros a controlar.”

Na selecção do laboratório de calibração deve ter-se em atenção o seguinte:

- ▶ O laboratório deverá evidenciar competência para a calibração de todos os pontos necessários, o que nem sempre acontece;
- ▶ O laboratório deverá apresentar valores de incertezas baixos, pois estes não deverão exceder 1/3 do erro máximo admissível. Por exemplo, para a calibração de uma pipeta de 10 µl as melhores incertezas nos laboratórios acreditados vão desde 0,02 µl até 0,23 µl (11,5 vezes pior);



- ▶ Capacidade para efectuar as reparações e/ou ajustes necessários para corrigir, de imediato, as anomalias detectadas.

### ◉ Análise dos resultados da calibração

Após a calibração, na presença dos resultados, deve ser feita a análise para verificar se o instrumento cumpre ou não os critérios de aceitação estabelecidos (EMA) para cada um dos pontos calibrados, “com base em especificações do fabricante, ou outras recomendações, desde que sejam compatíveis com os requisitos dos métodos de ensaio em que são usados – ou seja, os erros detectados na calibração não devem invalidar ou afectar significativamente o uso dos equipamentos nos ensaios”<sup>6</sup>.

Para fazer a aceitação deve ter-se sempre em conta a incerteza da calibração, usando para tal a equação:

$$|\text{erro}| + |\text{incerteza}| \leq |\text{EMA}|$$

Por esta razão, não é suficiente verificar se a pipeta cumpre ou não os requisitos metrológicos expressos na norma ISO 8655-2, pois estes não entram em consideração com o valor da incerteza da calibração.

É frequente verificar uma confusão entre especificações normativas (requisitos gerais) e requisitos particulares dos laboratórios de ensaio, levando a que sejam utilizados como EMA os valores estabelecidos na norma ISO 8655-2 para regular o fabrico de pipetas, sem considerar se estes são, ou não, apropriados ao trabalho efectuado.

### Exemplo

Se para uma micropipeta multicanal de 300 µl o resultado da calibração, no ponto 50 µl, for 45,3 µl ± 5,0 µl, a pipeta é aceite face à norma ISO 8655-2 (limite 4,8 µl para o erro), pois o valor da incerteza não é contabilizado. Admite-se que para certos ensaios dosear 40,3 µl em vez de 50 µl seja indiferente, mas isto corresponde praticamente a 20% de erro e o utilizador tem que ponderar se, no seu caso concreto, isso é aceitável.

Tal como está definido na norma NP EN ISO/IEC 17025 (requisito 5.5.2.), o laboratório deve demonstrar que o equipamento “cumpre os requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes”, ou seja não basta cumprir os requisitos da norma ISO 8655-2, tem também que cumprir os requisitos específicos do laboratório.

Finalmente, é necessário que o instrumento se mantenha dentro dos limites definidos pelo EMA até à próxima calibração. Se tal não acontecer, de acordo com aquela norma (ponto 5.5.7), “o equipamento (...) que dê resultados suspeitos, ou que se tenha revelado defeituoso ou fora dos limites especificados, deve ser colocado fora de serviço. Deve então ser isolado ou claramente etiquetado ou marcado como estando fora de serviço, para impedir a sua utilização, até ser reparado e demonstrado por calibração ou ensaio que está a funcionar correctamente. O labora-



tório deve examinar os efeitos da deficiência, ou do desvio relativamente aos limites especificados, sobre anteriores ensaios (...) e desencadear o procedimento: Controlo de trabalho não conforme”.

Para evitar esta situação, deve ser estabelecido um programa de verificações intermédias que não necessitam de se revestir da complexidade de uma calibração, mas devem ser suficientemente sensíveis para detectar alterações relevantes no desempenho da pipeta.

### Conclusão

A calibração das pipetas, por si só, não garante a qualidade dos doseamentos. As pipetas têm que ser mantidas em bom funcionamento através de um programa de manutenção adequado, incluindo limpeza, lubrificação, substituição de vedantes e ajuste. Após a calibração, é necessário verificar se o instrumento cumpre os limites estabelecidos, em função das necessidades específicas do laboratório e do uso a que o instrumento se destina, tendo em conta a incerteza da calibração. Para manter a confiança até à próxima manutenção e calibração deve instituir-se um programa de verificações intermédias.

### NOTAS

- 1 A calibração consiste em estabelecer a relação entre o valor indicado pelo instrumento e o valor efectivamente medido, por recurso a padrões. A calibração é essencialmente um conjunto de medições e, como tal, não altera o desempenho do instrumento.
- 2 O ajuste consiste numa intervenção no mecanismo da pipeta para que os volumes doseados se aproximem dos valores especificados. Um exemplo de ajuste é o acerto de um relógio.
- 3 As pipetas automáticas designam-se ou micropipetas, se funcionarem em µl, ou macropipetas, se funcionarem em ml.
- 4 Das reparações que efectuámos nos últimos cinco anos em mais de 50 marcas de pipetas, 84% apresentaram uma falha de estanquidade. Um estudo realizado em Espanha e recentemente divulgado apontou para os 95%.
- 5 A Relacre e o IPQ prevêem realizar um exercício de comparação interlaboratorial para a calibração de uma micropipeta em 2010.
- 6 Ver Guia do IPAC OGC 002, ponto 4.

**Isabel Faria**, directora do Normalab, directora da Qualidade da Normax, master black belt em Lean/Six Sigma; auditora e formadora certificada