

IMPLANTAÇÃO E IMPLEMENTAÇÃO DO SISTEMA DE GESTÃO DE QUALIDADE NO LABORATÓRIO DE ESPECIAÇÃO DE MERCÚRIO AMBIENTAL (LEMA) – ELABORAÇÃO DE PROCEDIMENTOS E REGISTROS

DEPLOYMENT AND IMPLEMENTATION OF THE QUALITY MANAGEMENT SYSTEM IN THE ENVIRONMENTAL MERCURY SPECIATION LABORATORY (LEMA) – DEVELOPMENT OF PROCEDURES AND RECORDS

Evellyn Juvêncio Conceição Ortega

Aluna de Graduação do 6º período de bacharel em Química

Universidade Federal do Rio de Janeiro

PIBIC/CETEM: 01 de outubro de 2023 a agosto de 2025

evellynjco@gmail.com

Zuleica Carmen Castilhos

Orientadora, Bioquímica, D.Sc.

zcastilhos@cetem.gov.br

Líllian M. Domingos

Co-orientadora, Química Industrial, M.Sc.

ldomingos@cetem.gov.br

RESUMO

Este trabalho contribui para a gestão de qualidade do Laboratório de Especiação em Mercúrio Ambiental (LEMA) do CETEM, que tem como objetivo atender a todos os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração), e obter a acreditação para as análises de mercúrio em amostras ambientais e biológicas, competência que é avaliada pelo INMETRO, onde é julgada a conformidade do laboratório com a respectiva Norma. Este estudo evidencia o atendimento do LEMA a requisitos da Norma e organiza futuras ações, bem como fornece orientações práticas e detalhadas para a implementação do sistema de gestão da qualidade laboratorial. Por isso, apresenta de forma sucinta o conteúdo presente em todos os registros do LEMA, divulgando os conhecimentos adquiridos para o controle de qualidade laboratorial com base na Norma.

Palavras chave: Gestão da qualidade; qualidade de resultados, guia prático, mercúrio ambiental.

ABSTRACT

This work is the result of significant effort dedicated to the quality management of the Environmental Mercury Speciation Laboratory (LEMA) from the Center for Mineral Technology (CETEM), its objective is to meet all the requirements of the ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 standard (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories), which provides guidelines for the implementation of a management system in laboratories that perform calibration testing and seek accreditation, a competence assessed by INMETRO, which evaluates the laboratory's compliance with the standard. The research also aims to demonstrate compliance with certain requirements of the standard as a way of ensuring the reliability of the results provided by LEMA. Finally, this document seeks to present, in a concise manner, the content recorded in all relevant documentation, as a means of sharing the knowledge acquired in the pursuit of laboratory quality control based on ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Keywords: Quality management; quality of results, practical guide, environmental mercury

1. INTRODUÇÃO

A contaminação ambiental por mercúrio pode ser oriunda de várias fontes, mas uma das principais é a perda do mercúrio para o meio ambiente a partir de garimpos de ouro, principalmente se ilegal. O mercúrio é utilizado para a recuperação do ouro, por processo de amalgamação. O amalga formado é termicamente destruído, com recuperação do ouro e liberação de mercúrio para a atmosfera. Seu alto potencial de toxicidade pode trazer prejuízos à saúde da população, principalmente pela exposição à sua forma metilada, o metilmercúrio. Com objetivo de avaliar a contaminação ambiental, são realizadas análises de teor total desse metal em diversas matrizes. A fim de garantir que os resultados dessas análises sejam confiáveis e válidos, o laboratório deve atender os requisitos da norma ABNT NBR ISO/ IEC 17025. A Norma apresenta os requisitos que garantem a competência dos laboratórios de análise. O Laboratório de Especiação de Mercúrio Ambiental (LEMA) do CETEM vem implantando o seu Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) baseado na norma ABNT ISO/IEC 17025 para que possa buscar a acreditação. Esta qualificação de competência é realizada pelo Instituto Nacional de Metrologia (INMETRO) que avalia a conformidade do laboratório com a Norma. O método utilizado nas análises do LEMA é Espectrometria de Absorção Atômica com Decomposição Térmica da amostra (AAS-TD). O equipamento utilizado nestas análises é o RA-915+ da LUMEX, que é específico para análise de mercúrio, e faz correção de fundo baseada no efeito Zeeman, que elimina interferências espectrais.

2. OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo evidenciar o atendimento de requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 como forma de garantir que os resultados produzidos pelo LEMA sejam confiáveis, e apresentar o conteúdo dos documentos, podendo servir como um guia prático para divulgar o conhecimento adquirido e auxiliar laboratórios de pesquisas que tenham como meta a acreditação de seus ensaios.

3. METODOLOGIA

A metodologia utilizada foi baseada no atendimento dos requisitos da norma ABNT NBR ISO/ IEC 17025, que fornece orientações a respeito do controle de qualidade laboratorial, com a finalidade de garantir que os resultados fornecidos por um laboratório sejam válidos. A documentação elaborada no LEMA será apresentada com os devidos conteúdos, podendo servir de guia prático no processo de implantação do SGQ.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Serão apresentadas algumas documentações elaboradas até o presente momento e os seus conteúdos para o atendimento dos requisitos da Norma. O processo foi iniciado pelo atendimento aos requisitos relacionados à qualidade de resultados analíticos (OLIVARES & LOPES, 2012).

4.1. Pessoal

Para atender o item 6.2 Pessoal, foram elaborados procedimentos e formulários que visam estabelecer diretrizes para assegurar a competência dos profissionais que executam direta ou indiretamente atividades relacionadas à realização de quantificação de mercúrio total em matrizes ambientais e biológicas. Os documentos são: procedimento de diretrizes para qualificação de pessoal e os formulários de registro de responsabilidades e competências, formulário monitoramento de eficácia de treinamento e formulário registro de treinamentos. O formulário de competências é individual e lista todas as atividades exercidas pelo laboratório e são assinaladas quais o colaborador tem competência para exercer. No formulário de registro de treinamento constam todas as atividades envolvidas nas análises desde o preparo da amostra

até a elaboração de laudo. Após o treinamento, é realizado o monitoramento de treinamento onde o colaborador analisa uma amostra cega e é avaliado. O resultado é registrado no formulário correspondente.

4.2. Confidencialidade e Imparcialidade

O item 4.2 confidencialidade e imparcialidade indicam que as atividades de laboratório devem ser realizadas com imparcialidade e ser estruturadas e gerenciadas de forma a salvaguardar a imparcialidade. Para o atendimento deste item foi elaborado um procedimento e um formulário, onde todos os integrantes do laboratório assinam um termo de compromisso.

4.3. Validação de Método

Para atender ao item 7.2.2 deve ser realizada a validação do método analítico para determinação de mercúrio total nas matrizes peixe e sedimento, com objetivo de comprovar experimentalmente que o método é válido. A validação foi realizada seguindo as orientações do documento DOQ-CGRE-008 INMETRO, onde foram validados os critérios: seletividade, linearidade, faixa de trabalho, limite de detecção, limite de quantificação e exatidão, onde estão inclusos tendência e repetitividade. Os resultados foram analisados estatisticamente pelo teste de hipóteses. Os resultados estão em Ortega e colaboradores (2024). Como complemento, foi elaborado um formulário onde todos os resultados obtidos na validação foram registrados de forma sucinta.

4.4. Utilização de Materiais de Referência

O item 7.7.1a da Norma prevê o uso de material de referência. O LEMA utiliza material de referência certificado (MRC) antes e ao longo das análises (a cada 10 amostras) para cálculo de recuperação. A porcentagem de recuperação é calculada dividindo-se o valor da concentração encontrada na análise pelo valor da concentração certificada do analito no MRC, e multiplicando por 100. Para evidenciar o uso de MRC e das recuperações dentro dos limites estabelecidos, foi elaborada uma carta controle, ferramenta gráfica e estatística, onde são inseridos os valores das recuperações destes MRC. Os limites superiores e inferiores são valores estabelecidos pelo DOQ-CGRE 008, que de acordo com a faixa de concentração utilizada, varia de 80 – 110%.

4.5. Comparação Interlaboratorial

O item 7.7.1a da Norma cita a comparação interlaboratorial. O LEMA participa de ensaios de proficiência internacional anualmente, sempre com excelentes resultados. Para o adequado registro da participação, toda a documentação enviada pelo organizador deve ser devidamente arquivada (convite, instruções de ensaio, registro de data de chegada da amostra a ser analisada e o resultado). Após o recebimento do desempenho do laboratório, é preenchido o formulário de análise crítica para os ensaios de proficiência, onde são armazenados os dados da amostra, como a matriz e a técnica de análise. Esse formulário apresenta os critérios para avaliação de *performance* dos resultados usando o z-score, onde $|Z| \leq 2$ é classificado como satisfatório, $2 < |Z| < 3$ como questionável e $|Z| \geq 3$ como insatisfatório. Quando o resultado do ensaio é questionável ou não é satisfatório, deve ser registrado no documento uma ação corretiva para o erro que ocasionou a insatisfação e uma ação preventiva para que o mesmo não ocorra novamente.

4.6. Avaliação da Incerteza de Medição

Para atender o item 7.6 foi realizada estimativa de incerteza do método de quantificação de mercúrio total (HgT), usando o método “Guia para a expressão de incerteza de medição” GUM (2008), definindo as fontes de incertezas que mais contribuem para o resultado analítico. “A palavra incerteza significa dúvida, e assim, no sentido mais amplo, incerteza de medição significa dúvida acerca da validade do resultado de uma medição”. As fontes de incerteza

identificadas e utilizadas no cálculo foram: incerteza da massa padrão; incerteza da calibração da balança; resolução da balança e desvio padrão da média das medições intermediárias de massa. A incerteza associada ao equipamento AAS-DT é composta pela incerteza associada ao MRC; incerteza associada à curva de calibração e desvio padrão da média das medições intermediárias de MRC. Os cálculos da estimativa de incerteza de medição foram apresentados por Ramos e colaboradores (2019).

4.7. Equipamentos

Para atender o item 6.4 equipamentos, foi elaborada uma planilha para registros. Este arquivo documenta o tipo de equipamento, sua identificação, os resultados da calibração e de manutenção (Equipamento AAS-TD, balança, peso padrão, balão volumétrico e MRC). Os certificados de calibração das balanças e dos pesos padrão passam por uma análise crítica que avalia se os devidos requisitos exigidos foram atendidos. A análise crítica é registrada em um formulário. Os MRC são submetidos a uma avaliação que leva em questão fatores como quantidade e validade. As instruções de trabalho de uso de equipamentos também são documentadas.

5. CONCLUSÕES

Os requisitos atendidos estão em processo de revisão e melhoria contínua, o trabalho continuará sendo realizado com muito empenho para que todos os requisitos sejam atendidos para que o LEMA obtenha a acreditação em seus ensaios.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, a minha orientadora Dra. Zuleica pela oportunidade de continuar no LEMA e concluir o meu segundo trabalho de pesquisa científica e à minha coorientadora Lillian, por toda orientação nesse processo, todos os ensinamentos e todo afeto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 17025:2017 – **Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**. Rio de Janeiro: ABNT 2017. INMETRO DOQ-CGCRE-008 Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos. Revisão 09. 2020. RJ. Brasil.

INMETRO Avaliação de dados de medição: **Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO/CICMA/SEPIN, 2012 141 p

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.

ORTEGA, E.J.C.; CASTILHOS, Z.C.; DOMINGOS, L.M. Validação de método analítico para determinação de mercúrio total nas matrizes peixe e sedimento. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA 33.; 2024 Rio de Janeiro. CETEM/MCTI, 2024.

RAMOS, J.Z.; CASTILHOS, Z.C.; DOMINGOS, L.M. **Aprimoramento do sistema de gestão da qualidade no lema-laboratório de especiação de mercúrio ambiental**. In: VIII Jornada do Programa de Capacitação Institucional – PCI/CETEM Rio de Janeiro. CETEM/MCTI, 2019.