

METODOLOGIA PARA ELABORAÇÃO DE TERMO DE REFERÊNCIA NA SELEÇÃO DE LABORATÓRIOS PARA ANÁLISES AMBIENTAIS

METHODOLOGY FOR PREPARING TERMS OF REFERENCE FOR THE SELECTION OF LABORATORIES FOR ENVIRONMENTAL ANALYSES

Isabela dos Santos Araujo

Aluno de Graduação do 3º período de Química Industrial

Universidade Federal do Rio de Janeiro

araujo.isabela@eq.ufrj.br

Zuleica Carmem Castilhos

Orientador, Bioquímica, D.Sc.

zcastilhos@cetem.gov.br

Lillian M. Domingos

Co-orientadora, Química Industrial, M.Sc

ldomingos@cetem.gov.br

RESUMO

Este trabalho apresenta a metodologia para a elaboração de um Termo de Referência para a seleção de laboratórios analíticos para avaliação da qualidade ambiental de áreas remotas na Amazônia. Inserido no projeto “Rede de Monitoramento Ambiental no Território Indígena Yanomami (TIY) e Alto Amazonas”, coordenado pelo IBAMA e executado pelo CETEM, o estudo foca nos requisitos exigidos para a determinação de metais, de outros parâmetros e analitos inorgânicos e orgânicos em águas de consumo humano, águas fluviais, sedimentos, peixes, e ecotoxicidade de sedimentos. A metodologia envolve diversas etapas, como a definição da matriz ambiental, os teores limites permitidos pela legislação vigente, a seleção dos melhores métodos analíticos, verificação da competência técnica dos laboratórios com base na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, a avaliação da viabilidade logística para coleta em função do volume e quantidade de material necessário para as análises e envio das amostras para o destino, assegurada a integridade das mesmas. O trabalho contribui para realizar uma etapa importante em projetos de monitoramento ambiental, garantindo a confiabilidade dos resultados e serve como referência metodológica para iniciativas semelhantes.

Palavras chave: Metais, qualidade ambiental, águas naturais; ICP-MS

ABSTRACT

This study presents the methodology for preparing a Terms of Reference for the selection of analytical laboratories to assess environmental quality in remote areas of the Amazon. Part of the project “Environmental Monitoring Network in the Yanomami Indigenous Territory (TIY) and Upper Amazon,” coordinated by IBAMA and carried out by CETEM, the study focuses on the requirements for the determination of metals, other parameters, and inorganic and organic analytes in drinking water, river water, sediments, fish, and sediment ecotoxicity. The methodology involves several steps, such as defining the environmental matrix, establishing the permissible concentration limits according to current legislation, selecting the most appropriate analytical methods, verifying the technical competence of laboratories based on the ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 standard, evaluating the logistical feasibility of sample collection considering the volume and quantity of material required for analysis, and ensuring proper shipment to preserve sample integrity. This work contributes to an essential stage in environmental monitoring projects by ensuring the reliability of results and serves as a methodological reference for similar initiatives

Keywords: Metals, environmental quality, natural waters, ICP-MS.

1. INTRODUÇÃO

Este trabalho integra o Projeto “Rede de Monitoramento Ambiental no Território Indígena Yanomami (TIY) e Alto Amazonas”, financiado pelo Ministério do Meio Ambiente e Mudanças do Clima (MMA) e executado pelo CETEM, sob coordenação geral do IBAMA, em parceria com o ICMBio e a FUNAI. O Laboratório de Especialização de Mercúrio Ambiental (LEMA/CETEM) é o responsável pela execução das atividades aqui detalhadas. O projeto tem como objetivo monitorar a qualidade da água de consumo humano, água fluvial, sedimentos e peixes, com foco na determinação de metais e outros analitos exigidos pela legislação ambiental, em comunidades indígenas Yanomami e em Unidades de Conservação Federais adjacentes à TIY, no estado de Roraima.

2. OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo apresentar a metodologia desenvolvida com a finalidade de elaborar um Termo de Referência para que se selezionem laboratórios que atuem nas análises de avaliação da qualidade de compartimentos ambientais na TIY e em Unidades de Conservação Federais adjacentes à TIY, e detalhar no que concerne as análises de metais (exceto mercúrio) totais e dissolvidos em amostras de águas fluviais.

3. METODOLOGIA

Foram estabelecidas seis etapas: 1) definição da matriz ambiental considerada e dos Valores Máximos Permitidos (VMP) na legislação ambiental vigente para os parâmetros previamente selecionados; 2) Comparação do VMP com os limites de quantificação de distintos métodos analíticos, buscando metodologias com LQ menor do que o VMP; 3) seleção de métodos analíticos que atendam à etapa 2 e que sejam compatíveis com o volume e peso máximo a ser coletado; 4) as metodologias de preparo de amostras, considerando as características da matriz e dos analitos; 5) verificação da aptidão técnica dos laboratórios concorrentes, por meio da análise do Escopo de Acreditação disponível no site do INMETRO, acessado via Código de Registro de Laboratório (CRL) e por fim, 6) estabelece-se a logística de envio das amostras, garantindo que os prazos entre coleta e análise respeitem a validade e integridade de cada tipo de amostra.

Para tanto, foi necessária a leitura e compreensão de diversos documentos, como a ABNT NBR ISO/IEC 17025/2017, as Resoluções CONAMA 357/2005; SWMM 24a edição, métodos 3030; Método EPA 200.8: Determinação de elementos traços em águas e resíduos por espectrometria de massa de plasma indutivamente acoplada (U.S EPA), Método EPA 6020B (SW-846): Plasma indutivamente acoplado - Espectrometria de massa, entre outros.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Metodologia do Preparo das Amostras

Neste trabalho é discutido o Termo de Referência no que concerne as análises de metais (exceto mercúrio) totais em amostras de águas fluviais, sem filtração. Para tanto, foi solicitado o preparo das amostras conforme o método 3030E do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SMWW) 24^a edição, por ser indicado para amostras com concentrações esperadas em nível traço.

A digestão com ácido nítrico de águas não filtradas para análise de metais totais, conforme preconizada pelo método, não promove a disponibilização dos metais presentes na matriz silicatada das partículas em suspensão na água, preservando, assim, a forma química originalmente disponível no ambiente. Esse procedimento garante a representatividade ambiental da amostra, permitindo uma avaliação precisa da fração na matriz aquosa. Para a análise de metais filtrados, procede-se em campo a filtração em filtro 0,45 μ m e não é necessário a abertura citada

4.2. Metodologia Analítica

Para a realização das análises foi utilizado o método EPA 200.8, Revisão 5.4 que é aprovado pela EPA para fins regulatórios no monitoramento de águas e estabelece procedimentos para a determinação de metais e metaloides em níveis de traço em matrizes aquosas, utilizando espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Nesse método, a amostra líquida é nebulizada e introduzida em um plasma de argônio, onde ocorre sua vaporização, atomização e ionização. Os íons gerados são então extraídos sob vácuo, separados segundo sua razão massa/carga por um analisador de massas e, posteriormente, detectados com alta sensibilidade.

4.3. Verificação dos Critérios Técnicos para Seleção de Laboratório Analítico

A seleção do laboratório deve obedecer rigorosamente às especificações descritas no documento técnico de referência. Além disso, é imprescindível que o laboratório seja acreditado pelo INMETRO, conforme os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, a fim de assegurar a confiabilidade dos resultados, bem como a conformidade dos procedimentos analíticos e de preparo de amostras com metodologias validadas.

Os laboratórios acreditados junto ao INMETRO possuem um Código de Registro de Laboratório (CRL), por meio do qual é possível acessar o documento denominado “Escopo da Acreditação”, disponível no site oficial da instituição. Esse escopo descreve detalhadamente os ensaios para os quais o laboratório é formalmente reconhecido, apresentando informações essenciais para a verificação de sua aptidão técnica, incluindo:

- Área de atividade: setor ao qual os ensaios pertencem (meio ambiente, alimentos, bebidas);
- Matriz: tipo de amostra sobre a qual os ensaios são realizados (água, solo, sedimento, entre outros);
- Analito: substância ou parâmetro a ser quantificado ou qualificado;
- Limite de Quantificação (LQ): menor concentração do analito que pode ser determinada com precisão e exatidão aceitáveis;
- Metodologias de referência: normas ou protocolos reconhecidos adotados pelo laboratório (por exemplo, EPA, AOAC, ABNT, Standard Methods).
- Além desses critérios, os laudos analíticos fornecidos pelo laboratório devem apresentar, de forma clara e rastreável:
- Indicação do método de análise utilizado para cada parâmetro analisado;
- Limites de quantificação praticados pelo laboratório e também obtidos na amostra para cada parâmetro;
- Resultados dos brancos do método e de eventuais surrogates (rastreamentos analíticos de controle);
- Incertezas de medição associadas a cada parâmetro quantificado.

Esses elementos devem ser rigorosamente avaliados para garantir que o laboratório selecionado seja tecnicamente habilitado a executar os ensaios requeridos. Essa verificação também permite a realização de uma análise crítica dos resultados analíticos, assegurando a qualidade dos dados produzidos ao longo do estudo.

4.4. Verificação de Viabilidade Logística

Para garantir a viabilidade logística do processo, é necessário considerar que amostras ambientais possuem prazos de validade específicos, os quais devem ser respeitados desde o momento da coleta até a análise laboratorial. Desta forma, antes do início do trabalho de campo, o laboratório selecionado deve ser capaz de organizar a remessa de todos os frascos apropriados para cada tipo de parâmetro a ser analisado, identificar univocamente a amostra. Juntamente com a frascaria, deve fornecer os preservantes químicos adequados, de acordo com as exigências das metodologias analíticas previamente definidas no plano amostral. Deve, também, definir previamente a logística de transporte para que as amostras sejam enviadas em condições adequadas de conservação, respeitando os limites máximos de tempo e temperatura (resfriados, congelados) estabelecidos para cada matriz e parâmetro, de forma a garantir a integridade físico-química da amostra. A tabela 1 resume esses parâmetros.

Tabela 1: Exemplo de tipo de frasco, preservante químico e prazo de validade das amostras ambientais conforme o analito de interesse.

Analito	Tipo de frasco	Preservante e/ou Conservação	Tempo de armazenamento
Metais totais	PEAD/ Falcon - 50mL	HNO_3 pH < 2	6 meses
Metais dissolvidos	PEAD/ Falcon 50mL	Filtração/ HNO_3 pH < 2	6 meses

5. CONCLUSÕES

O presente trabalho apresentou de forma resumida uma abordagem para elaboração de Termo de Referência para seleção de laboratórios analíticos para projetos de monitoramento ambiental, com foco na análise de metais em águas naturais. A metodologia descrita poderá servir para projetos que envolvam avaliação da qualidade ambiental.

A seleção de um laboratório confiável exige um estudo criterioso das legislações ambientais vigentes, das metodologias analíticas e de preparo de amostras aplicáveis, bem como dos critérios técnicos definidos pela norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Além disso, é essencial considerar aspectos logísticos, que garantam a integridade das amostras durante todo o processo

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, à Fundação de Apoio ao Desenvolvimento da Computação Científica (FACC) pela bolsa concedida, ao CETEM por toda infraestrutura, à minha orientadora Zuleica Carmen Castilhos pela minha primeira oportunidade científica na jornada acadêmica e por todo aprendizado, a minha co-orientadora Lilian Maria Borges Domingos pela disponibilidade em me ajudar no trabalho, e por fim, a Thainá de Lima Farinchon por ter me ajudado ao longo da pesquisa com toda compreensão e carinho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17025:2017: **Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.** Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION – APHA; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION – AWWA; WATER ENVIRONMENT FEDERATION – WEF. Standard methods for the examination of water and wastewater. 24th ed. Washington, DC: APHA, 2017. Método 3030: Sample Preparation.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA. Resolução n. 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, n. 53, p. 58-63, 18 mar. 2005.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY – USEPA. Method 200.8: **Determination of trace elements in waters and wastes by inductively coupled plasma – mass spectrometry (ICP-MS).** Revision 5.4. Cincinnati, OH: Environmental Monitoring Systems Laboratory, 1994. (EPA/600/R-94/111)

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY – USEPA. **Method 6020B: Inductively coupled plasma – mass spectrometry.** In: SW-846: Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Washington, DC, 2014.