

PADRONIZAÇÃO DO PROCESSO DE DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO TOTAL EM AMOSTRAS AMBIENTAIS E BIOLÓGICAS

JÉSSICA ZICKWOLF RAMOS

Aluna de Graduação de Licenciatura em química 5º período, UFRJ
Período PIBIC/CETEM : agosto de 2012 a agosto de 2013,
jramos@cetem.gov.br

LILLIAN MARIA BORGES DOMINGOS

Orientadora, Química Industrial, M.Sc.
ldomingos@cetem.gov.br

ZULEICA CARMEN CASTILHOS

Coorientadora, Farmacêutica, D.Sc.
ZCASTILHOS@cetem.gov.br

1. INTRODUÇÃO

O Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental (LEMA) do CETEM dedica-se à análise de níveis traço de mercúrio total (HgT) em diversas matrizes ambientais e biológicas, e também à quantificação de metilmercúrio (MeHg).

A padronização dos ensaios de laboratório segue os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005. O item 5.9 da referida norma (garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração) monitora a validade dos resultados de ensaio e calibração por meio de atividades de controle da qualidade que preveem o uso regular de materiais de referência certificados (MRC), e a participação em programas de comparação interlaboratorial.

Este trabalho demonstra o compromisso do LEMA em garantir a qualidade dos seus resultados através da utilização de MRCs em todas as suas análises, e da participação em programas de comparação interlaboratorial promovidos Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA), nos quais tem obtido excelente desempenho.

2. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho consiste em padronizar o método de quantificação de HgT, e evidenciar a qualidade dos resultados segundo o item 5.9 da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005, apresentando o desempenho nos programas de comparação interlaboratorial e uma Carta de Controle com os valores das recuperações dos materiais de referência utilizados.

3. METODOLOGIA

3.1. Análise preliminar do procedimento e documentação

3.1.1. Mapeamento do processo

Inicialmente foi realizado o mapeamento do processo de análise de HgT (Figura 1), onde se identificou os procedimentos e documentos de registros necessários.

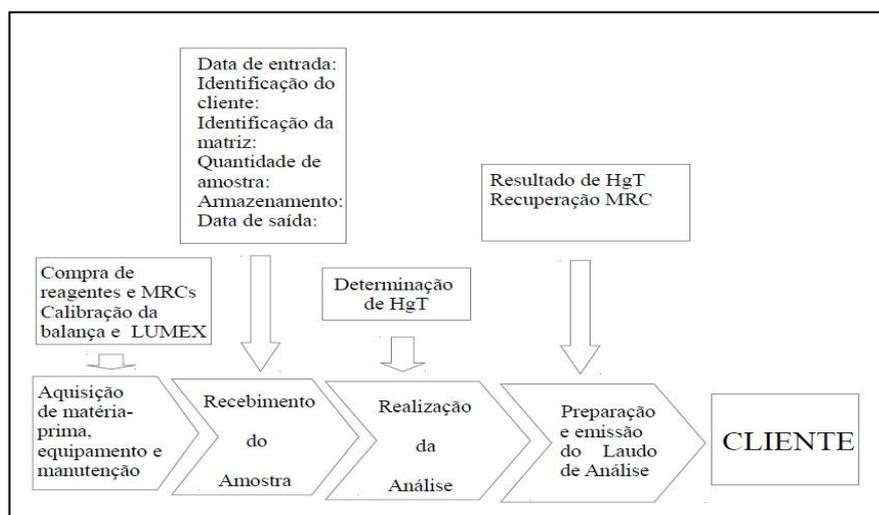


Figura 1. Mapa do processo de análise de mercúrio total

3.1.2. Elaboração de Procedimentos operacionais e demais documentações

Foi realizada a descrição dos procedimentos adotados em forma de Procedimentos Operacionais Padrão (POP) com o objetivo de padronizar a análise de HgT, gerando uma lista de procedimentos e formulários de registro como descritos na Tabela 1.

Tabela 1: Listas de procedimentos e formulários de registro.

Identificação do POP	Objetivo do documento
Registro de recebimento de amostra	Registrar as características das amostras
Registro de Utilização do LUMEX	Obter o controle de utilização do LUMEX, bem como registro da recuperação obtida.
Instruções de envio de Amostra	Instruções para recebimento, pré-tratamento e armazenagem das amostras a serem analisadas.
Laudo de análise	Documentar os resultados obtidos.
Procedimento para Quantificação de HgT	Padronizar o método de quantificação.

3.2. Participação em programas de comparação interlaboratorial

Os certificados de desempenho em programas de comparação interlaboratorial em que o LEMA participou foram arquivados e digitalizados para facilitar o acesso. Parte dos resultados está resumida na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados de desempenho do LEMA em interlaboratorias.

Identificação do Material	Concentração de HgT de referencia (g/ng)	Concentração de HgT encontrada pelo LEMA (g/ng)
IAEA 452	150	137
IAEA 407	222	229
IAEA 457	143	165

O laboratório obteve desempenho satisfatório em todos os ensaios que participou, segundo os cálculos estatísticos de comparação da Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA).

3.3. Uso regular de material de referência

Além da participação em interlaboratoriais, o LEMA tem como medida de controle de qualidade dos resultados, a utilização de um material de referência certificado (MRC) em todas as análises realizadas. Estes materiais devem ser equivalentes à amostra em concentração e em matriz. A Tabela 2 mostra a lista de MRCs utilizados.

Tabela 2. Lista de MRC's utilizados pelo LEMA

Material de referencia certificado	Matriz	Concentração de HgT de referencia (g/ng)
NIST 2976	Tecido de mexilhão	61
NIST 2709	Solo	1400
IAEA 433	Sedimento marinho	168
IAEA 086	Cabelo humano	573
IAEA 407	Músculo de peixe	222
BCR 463	Músculo de peixe	2850

A análise de mercúrio total é feita traçando-se a curva analítica com MRC, e após a calibração, o mesmo MRC utilizado para curva é analisado como uma amostra, em que se calcula a recuperação baseada no valor certificado (Equação 1).

As recuperações são sempre expostas nos Laudos de Análise que são emitidos pelo laboratório. Somente valores entre 90-110% são considerados aceitáveis.

$$R = C_e * 100 / C_{mr} \quad (1)$$

Onde: R representa a recuperação, C_e a concentração encontrada e C_{mr} a concentração do MRC.

3.4. Implementação de itens de controle e de verificação

Com o objetivo de evidenciar a utilização MRCs ao longo do tempo pelo LEMA, e monitorar o equipamento fez-se uma Carta de Controle dos resultados de recuperação obtidos das análises.

Para a elaboração dessa ferramenta de controle buscou-se nos arquivos digitais do LEMA todos os resultados de leitura de amostras certificadas e recuperação, totalizando 210 análises. Esses valores foram plotados em um gráfico. Estabeleceu-se como limite superior (LS) o valor de 110 e como limite inferior (LI) o valor de 90, que representam a diferença máxima e mínima percentual da recuperação.

A atualização da Carta de Controle será realizada a cada análise de HgT, preenchendo o Registro de Utilização do equipamento e lançando os dados na respectiva planilha.

4. RESSULTADOS E DISCUSSÃO

A partir do mapeamento do processo foi possível identificar os itens a serem controlados e assim iniciar a padronização do método de quantificação de HgT no LEMA.

A elaboração de POP's e formulários de registros irá permitir ao laboratório o rastreamento dos resultados das análises.

Em função dos excelentes resultados de desempenho nos programas de comparação interlaboratorial, o LEMA foi convidado pelo Laboratório de Estudos Ambientais e Marinhos da Agência Internacional de Energia Atômica IAEA para participar de exercício interlaboratorial internacional para certificação de mercúrio total e de metilmercúrio em amostra biológica marinha, cujo objetivo é gerar um material de referência certificado em elementos-traço.

A Carta de Controle na figura 2 e a figura 3 mostram que 88% dos valores analisados encontram-se dentro da faixa compreendida entre 90 e 110%.

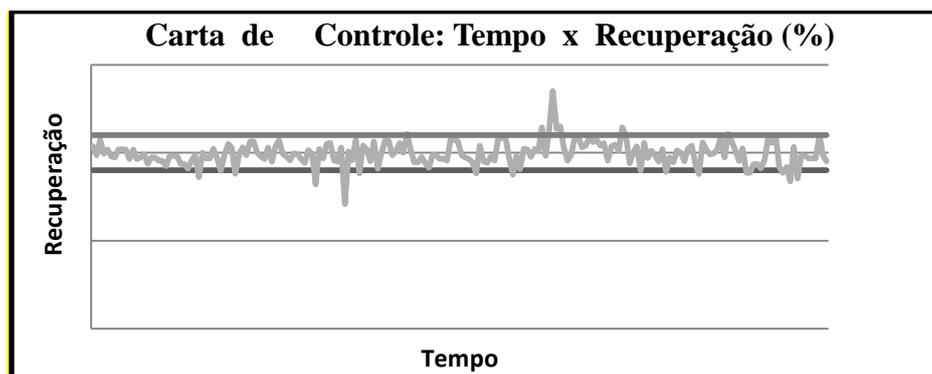


Figura 2. Carta de Controle

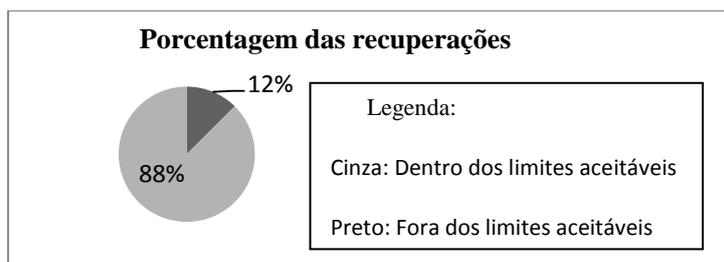


Figura 3- Porcentagem das recuperações

Com a elaboração da Carta de Controle foi possível evidenciar o cumprimento do item 5.9 (garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração) da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005. Também permitiu identificar a possibilidade de se estreitar a faixa de recuperação atualmente aceita pelo laboratório de 10%, para 9% , uma vez que 86% dos valores estão dentro desta faixa.

5. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa concedida, à minha orientadora Lillian Maria Borges Domingos pela disponibilidade em ensinar sempre, a minha co-orientadora Zuleica Carmen Castilhos pela oportunidade de aprendizagem e a técnica laboratório Patrícia Araujo por toda ajuda.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 17025:2005 – Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT 2005, 31p.

CASTILHOS, Z. C. (2001) **Manual de quantificação de mercúrio total e de metilmercúrio em amostras ambientais e biológicas no Laboratório de Especificação de Mercúrio do CETEM.** CETEM, 40p

JORNADA, D.H.; PIZZOLATO, M.; RODRIGUEZ, M.T.R; RODRIGUES, M.S. **Adequação de laboratórios aos requisitos da norma NBR ISO/IEC 14025:2001 – Um estudo de caso em laboratório de análises ambientais.** Metrosul IV – Congresso Latino-Americano de Metrologia.2004