

Série Estudos e Documentos

Diretrizes básicas para avaliação da qualidade de resultados analíticos

Jéssica Zickwolf Ramos

Lillian Maria Borges Domingos

Zuleica Carmen Castilhos

SÉRIE ESTUDOS E DOCUMENTOS

Diretrizes básicas para avaliação da qualidade de resultados analíticos

PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA

Michel Miguel Elias Temer Lulia

Presidente

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES

Gilberto Kassab

Ministro de Estado da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações

Elton Santa Fé Zacarias

Secretário Executivo

Gustavo ZarifFrayha

Diretor de Gestão das Unidades de Pesquisa e Organizações Sociais

Isabela Sbampato Batista Reis de Paula

Coordenadora-Geral das Unidades de Pesquisa e Organizações Sociais

CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Fernando Antonio Freitas Lins

Diretor

Durval Costa Reis

Coordenador de Administração - COADM

Robson de Araújo D'Ávila

Coordenador de Planejamento, Gestão e Inovação - COPGI

Claudio Luiz Schneider

Coordenador de Processamento e Tecnologias Minerais - COPTM

Andréa Camardella de Lima Rizzo

Coordenadora de Processos Metalúrgicos e Ambientais - COPMA

Francisco Wilson Hollanda Vidal

Coordenador do Núcleo Regional do Espírito Santo - CONES

José Antônio Pires de Mello

Coordenador de Análises Minerais - COAMI

SÉRIE ESTUDOS E DOCUMENTOS

ISSN 0103-6319

ISBN 978-85-8261-097-8

SED - 97

Diretrizes básicas para avaliação da qualidade de resultados analíticos

Jéssica Zickwolf Ramos

Técnica em Química pela IFRJ. Bolsista PCI/MCTIC

Líllian Maria Borges Domingos

Mestre em Ciências em Engenharia Metalúrgica e Materiais
pela COPPE/UFRJ. Consultora e Sócia da Ação Ambiental

Zuleica Carmen Castilhos

Doutora em Geociências - Geoquímica Ambiental pela
Universidade Federal Fluminense
Tecnologista Sênior do CETEM/MCTIC

CETEM/MCTIC

2018

SÉRIE ESTUDOS E DOCUMENTOS

Carlos Cesar Peiter

Editor

Ana Maria Botelho M. da Cunha

Subeditora

CONSELHO EDITORIAL

Francisco R. C. Fernandes (CETEM), Gilson Ezequiel Ferreira (CETEM), Alfredo Ruy Barbosa (consultor), Gilberto Dias Calaes (ConDet), José Mário Coelho (CPRM), Rupen Adamian (UFRJ).

A Série Estudos e Documentos publica trabalhos que busquem divulgar estudos econômicos, sociais, jurídicos e de gestão e planejamento em C&T, envolvendo aspectos tecnológicos e/ou científicos relacionados à área minerometalúrgica.

O conteúdo desse trabalho é de responsabilidade exclusiva do(s) autor(es).

Valéria Cristina de Souza

Coordenação Editorial

Editoração Eletrônica

Zuleica Carmen Castilhos

Revisão

Ana Maria Silva Vieira de Sá

CRB7 3982

Catologação na Fonte

Ramos, Jéssica Zickwolf

Diretrizes básicas para avaliação da qualidade de resultados analíticos / Jéssica Zickwolf Ramos; Lillian Maria Borges Domingos; e Zuleica Carmen Castilhos__Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018.

30p.:il. (Série Estudos e Documentos, 97)

1. Controle de qualidade. 2. Laboratório de química analítica.

I. Domingos, Lillian Maria Borges. II.Castilhos, Zuleica Carmen.

III. Centro de Tecnologia Mineral. IV. Título. V. Série.

CDD – 543.08

SUMÁRIO

RESUMO _____	7
ABSTRACT _____	8
1 INTRODUÇÃO _____	9
2 CONCEITOS DA QUALIDADE _____	11
2.1 Garantia da Qualidade dos Resultados Analíticos _____	11
2.2 Validação Analítica do Método _____	14
2.3 Incerteza de Medição _____	17
2.4 Controle de Qualidade _____	18
3 ESTUDO DE CASO: GARANTIA DA QUALIDADE DE RESULTADOS NO LABORATÓRIO DE ESPECIAÇÃO DE MERCÚRIO AMBIENTAL- LEMA _____	22
3.1 Validação de Método Analítico _____	22
3.2 Incerteza de Medição _____	23
3.3 Controle de Qualidade _____	24
ANEXO _____	27
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS _____	28

RESUMO

Esse trabalho tem por objetivo ajudar a elucidar conceitos e procedimentos da garantia da qualidade de resultados em laboratórios de química analítica. Para tal, foram preparados perguntas e respostas sobre o tema, com definições básicas e aplicabilidade dos conceitos, focando no pesquisador que não tem experiência de bancada de laboratório, mas faz uso de resultado de análises químicas em suas pesquisas. Na segunda sessão, mostramos exemplos de como foram implementados esses conceitos na rotina de trabalho do Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental (LEMA) do CETEM (MCTIC). Ainda, foi elaborado um questionário estruturado que pode ser utilizado em laboratórios de análise química para a garantia de qualidade dos resultados, bem como aplicado pelo pesquisador aos laboratórios parceiros que realizam as análises.

Palavras-chave:

Controle de qualidade, laboratório de química analítica, usuários de dados analíticos.

ABSTRACT

This work has been undertaken to shed light on the concepts and procedures of quality assurance results of the analytical chemistry laboratories. For this, a questionnaire was prepared on issues containing basic definitions and applicability of the concepts focusing on researchers which have no experience in laboratory bench but draw on chemistry analysis results in their researches. In the second session, we present some examples about how the concepts were implemented in the work routine of the CETEM's Laboratory of Environmental Mercury Speciation (LEMA) (MCTIC). It was also developed a questionnaire about quality assurance results, which may be used by analytical laboratories for quality assurance results, as well as by researchers' lab users.

Keywords:

Quality control; analytical laboratory, data lab users.

1 | INTRODUÇÃO

O resultado de uma análise química tem grande importância, uma vez que é um fator de tomada de decisões relevantes de ordem científica e monetária. O pesquisador antes de discutir e interpretar os resultados de uma análise, deve primeiro indagar e reportar a qualidade dos mesmos. Por isso, o Controle Qualidade (CQ) vem sendo cada vez mais discutido dentro dos laboratórios de análise, pois fornece, principalmente, credibilidade e confiabilidade aos resultados (OLIVARES e LOPES, 2012; GARFILED, 1985).

No Brasil existem exigências a cerca do Controle da Qualidade de ensaios de laboratório clínicos, regulamentado pela RDC N° 302, DE 13 DE OUTUBRO DE 2005. Agências públicas, principalmente de fiscalização, como MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento), ANA (Agência Nacional de Águas) e IBAMA (Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis) também exigem esses procedimentos de Garantia da Qualidade e alguns até a própria acreditação na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração (OLIVARES e LOPES, 2012). Esse tipo de exigência ainda não incide diretamente em laboratórios de pesquisa, porém é cada vez mais comum esse questionamento sobre a confiança dos resultados analíticos em bancas de avaliação de trabalhos de conclusão de curso, dissertações e teses, e demandado por revisores de artigos científicos em revistas nacionais e internacionais.

Em contra partida a esse aprimoramento na qualidade em ensaios analíticos, os profissionais da pesquisa, principalmente os não oriundos da química experimental, geralmente tem

pouca familiaridade com os dados que podem ser fornecidos pela Gestão da Qualidade dos laboratórios. Não são raros os trabalhos de pesquisa científica onde são utilizados resultados experimentais oriundos de análises químicas produzidos em laboratórios, sem a evidência da qualidade dos mesmos. Dessa forma, deixam de considerar importantes fatores que poderiam ser informados pelos laboratórios analíticos, como: exatidão, precisão, estimativa da incerteza do método ou adequação do método à amostra, entre outros.

Esse documento tem por função esclarecer os termos e rotinas da garantia de qualidade de resultados de análises químicas. Objetiva auxiliar profissionais que dependem dos resultados da química analítica a compreender como esses fatores podem influenciar nos resultados de suas amostras e contribuir para uma maior confiabilidade. Além disso, chamar a atenção para a importância crescente da implementação da Gestão da Qualidade nos laboratórios analíticos de pesquisa.

Para tanto foram elaboradas perguntas e respostas sobre o assunto e também descrevemos procedimentos do Sistema de Gestão da Qualidade implementados na rotina de análises do Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental-LEMA/CETEM. Além disso, preparamos um questionário estruturado que pode ser utilizado em laboratórios de análise química para a garantia de qualidade dos resultados, bem como aplicado pelo pesquisador aos laboratórios parceiros que realizam as análises. Esperamos que este documento facilite a compreensão da importância da implantação de sistemas para a garantia da qualidade de resultados de análises químicas e de quais informações básicas sobre este assunto podem e devem ser solicitadas aos laboratórios.

2 | CONCEITOS DA QUALIDADE

2.1 | Garantia da Qualidade dos Resultados Analíticos

O que é garantia da qualidade dos resultados analíticos?

Garantir a qualidade dos resultados significa cumprir uma série de requisitos e procedimentos a fim de preservar a precisão e a exatidão dos valores mensurados, por exemplo, em um laboratório de química analítica. Para tal, existem documentos de apoio que descrevem como garantir e evidenciar a qualidade dos resultados. Podemos citar como referência a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, onde o item 5.9 aborda especificamente esse assunto.

De forma simples podemos dizer que a garantia da qualidade de resultados abrange procedimentos de validação de metodologia, cálculo da incerteza de método e procedimentos de controle e verificação de rotina, como calibração, cálculo da recuperação, dentre outros.

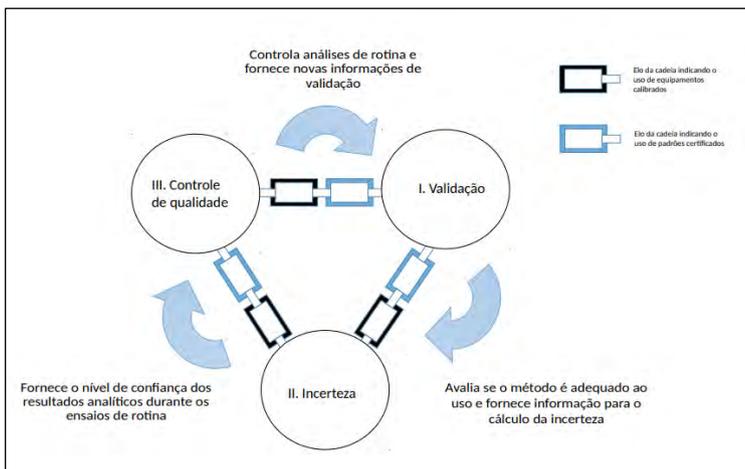
Por que preciso me preocupar com a qualidade dos resultados?

São os procedimentos da Gestão da Qualidade que irão fornecer a confiabilidade necessária aos resultados. Uma vez que se chega a conclusões usando os valores produzidos em laboratórios, caso esses valores estejam errados, longe dos valores “reais”, as conclusões do pesquisador também estarão equivocadas.

Erros de metodologia, defeitos no equipamento ou insumos não conforme, apesar de parecerem raros, podem ocorrer. São justamente os procedimentos e parâmetros estatísticos da Garantia da Qualidade dos Resultados que podem sinalizar esses erros e ajudar a corrigi-los. Por isso, se faz necessário não só que o laboratório tenha uma Gestão da Qualidade aplicada, como também, o pesquisador que recebe e analisa esses resultados possa interpretar os dados e rotinas desse setor, e também questioná-los, quando necessário.

Quais são os procedimentos adotados para Garantia da Qualidade de resultados analíticos?

Iremos dividir essa pergunta em três tópicos, são eles: o Controle da Qualidade, a Validação de Método Analítico e a Estimativa da incerteza. Olivares e Lopes (2012) se referem a essa tríplice como Ciclo Analítico de Garantia de Qualidade.



Fonte: Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica (Olivares; Lopes, 2012).

Figura 1: Ciclo Analítico de Garantia de Qualidade.

Resumidamente, primeiro o método é validado. Com esses dados se calcula a estimativa da incerteza, fornecendo o grau de confiança dos resultados. Durante a rotina das análises é possível implementar as medidas de controle de qualidade.

Outras medidas também importantes, mas que não serão alvo de estudo desse documento, devem ser consideradas pelo pesquisador.

- Amostragem e preservação da amostra: a correta amostragem é essencial para a confiabilidade dos resultados. Também deve ser realizadas verificações das condições de estocagem da amostra e as mesmas devem estar embaladas adequadamente e identificadas de forma unívoca.

- Controle das condições ambientais: o ambiente do laboratório não pode ser uma fonte de interferentes para análises. Possíveis interferentes são: oscilações de energia, temperatura, umidade, poeira e sujidade, entre outros.
- Rastreabilidade das medições ao Sistema Internacional (SI): é a propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição. Dessa forma, para a rastreabilidade, deve-se fazer uso de padrões e os equipamentos de medição devem ser calibrados.
- Treinamento do analista: esse também pode ser uma fonte de erro, por isso é necessário treinar e avaliar periodicamente o mesmo.

2.2 | Validação Analítica do Método

O que é validação analítica do método?

Segundo o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO), no DOQ-CGCRE-008 (2011), validação analítica do método consiste em verificar, comprovar e documentar sua validade para um uso definido. O processo de validação é realizado experimentalmente e sua documentação deve ser guiada pelo Protocolo de Validação.

Em outras palavras, fazer a validação do método é comprovar que aquele laboratório, utilizando a técnica e o procedimento descritos, consegue quantificar determinado analito em uma

amostra de matriz especificada. Porém, nem sempre é feita essa validação, sendo reproduzidas metodologias de artigos científicos sem que seja realizada uma comprovação de que naquelas condições o procedimento produz resultados confiáveis.

Quando a validação analítica do método deve ser feita?

Antes de responder essa pergunta é necessário definir o que é um método normatizado. Segundo o INMETRO, é aquele desenvolvido por um organismo de normalização ou outras organizações (por exemplo: ABNT, ASTM, ANSI, APHA, ISO, IEC), cujos métodos são aceitos pelo setor técnico em questão. O método normatizado já foi validado, testado sobre algumas variáveis e reconhecido por alguma organização respeitada. O simples fato de o método ter sido publicado em um artigo científico, mesmo que referenciado com frequência, não faz dele um método normatizado.

Dessa forma, a validação deve ser feita a fim de confirmar que os métodos analíticos são apropriados para o uso pretendido, e deve ser realizada sempre que utilizam:

- métodos não normalizados;
- métodos criados/desenvolvidos pelo próprio laboratório;
- métodos normalizados usados fora do escopo para os quais foram concebidos;
- ampliações e modificações de métodos normalizados.

Quais informações o protocolo de validação pode fornecer?

Segundo o INMETRO, os parâmetros de desempenho que devem ser avaliados e devem estar descritos no Protocolo de Validação são, quando aplicável:

- seletividade;
- linearidade/Faixa de trabalho/Faixa linear de trabalho/Sensibilidade;
- limite de Detecção (LD);
limite de Quantificação (LQ);
- tendência/Recuperação;
- precisão (repetibilidade, precisão intermediária e reprodutibilidade).

É importante que o pesquisador que recebe os resultados analíticos solicite também as informações do Protocolo de Validação para, por exemplo, verificar se a concentração de determinado analito de sua amostra está dentro do Limite de Quantificação (LQ) do método. Caso não esteja, esse não é adequado ou precisa de modificações/adaptações.

Para mais informações sobre o procedimento de validação, o INMETRO publicou em 2012 o documento denominado DOQ-CGCRE-008 Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos. Esse é um guia de auxílio sobre a validação, inclusive para os cálculos estatísticos.

2.3 | Incerteza de Medição

O que é incerteza de medição?

Segundo a “Avaliação de dados de medição — Guia para a expressão de incerteza de medição”, tradução do GUM 2008:

“A palavra incerteza significa dúvida, e assim, no sentido mais amplo, incerteza de medição significa dúvida acerca da validade do resultado de uma medição.”

Uma medição sempre terá erros, sistemáticos e aleatórios. O valor da incerteza busca reunir e calcular todos esses possíveis erros no método. A incerteza do resultado de uma medição reflete essa falta de conhecimento do valor exato a ser mensurado.

Como é feito o cálculo da estimativa de incerteza de medição?

A publicação “Avaliação de dados de medição — Guia para a expressão de incerteza de medição”, de 2018, orienta sobre os procedimentos para o cálculo da incerteza de diversos tipos de medição.

Em uma análise química, basicamente, são mapeadas todas as fontes de incerteza do método, como: balança, pipetas, Material de Referência Certificado - MRC, soluções padrão, curva de calibração do equipamento, etc., e através de cálculos estatísticos tem-se o valor da incerteza de medição do método.

Quais informações o valor da estimativa de incerteza de medição pode fornecer?

Quando se calcula a estimativa de incerteza de medição se torna claro que não se tem um valor absoluto em seu resultado de análise e sim uma faixa estreita onde o valor pode estar inserido. É importante esse valor ser calculado para que se possa avaliar se a incerteza daquele método atende ao uso. Por exemplo, se a incerteza estiver na mesma ordem de grandeza da concentração do analito, não se pode confiar naquele resultado. Outro exemplo é quando se deseja comparar duas amostras diferentes. Para tanto, é necessário se levar em conta a incerteza de medição, para não cometer erros de interpretação e conclusão.

2.4 | Controle de Qualidade

O Controle de Qualidade de análise de um laboratório químico é um conjunto de controles aplicados para verificar se o método permanece dentro das condições de validação. Ou seja, são procedimentos rotineiros para confirmar que o método produz resultados confiáveis. Basicamente, se deseja calcular a exatidão dos resultados, ou seja, o quão distantes estão os resultados de valores padrão ou certificados. Dentre eles podemos citar:

Recuperação/Tendência:

O cálculo da recuperação, geralmente, é feito conforme a Equação [1], comparando o valor da concentração obtida (da amostra) com o de Materiais de Referência Certificados (MRCs). Esses são materiais de referência, acompanhado por um certificado, com um ou mais valores de propriedade,

certificado por um procedimento que estabelece sua rastreabilidade à obtenção exata da unidade na qual os valores da propriedade são expressos, com cada valor certificado acompanhado por uma incerteza para um nível de confiança estabelecido.

$$R = C_e \cdot 100 / C_{mr} \quad [1]$$

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

Esse valor vai informar o quão próximo está o resultado experimental obtido pelo laboratório do valor certificado.

Existem critérios para se selecionar um MRC para fazer um controle de qualidade, que envolvem concentração do analito e matriz da amostra. O INMETRO publicou, em 2010, o documento DOQ-CGCRE-016 Orientação Para a Seleção e Uso de Materiais De Referência, com diretrizes para seleção e uso desse tipo de material.

Caso não tenha disponível um MRC apropriado, também é possível fazer um cálculo de recuperação com soluções padrão do analito (*spike*). Para isso, as amostras são fortificadas com o padrão em pelo menos três diferentes concentrações conhecidas e dentro da faixa de uso do método. E assim, pela Equação [2], se calcula a recuperação do método *spike*.

$$R = (C_1 - C_2) \cdot 100 / C_3 \quad [2]$$

Onde: R representa a recuperação, C_1 a concentração do analito na amostra fortificada, C_2 a concentração do analito na amostra não fortificada e C_3 a concentração do analito adicionado à amostra fortificada.

O desvio que pode ser considerado aceitável ou não, depende basicamente da técnica utilizada e da concentração da amostra. Por isso, é necessário que se estabeleçam limites de aceitação para a recuperação. Existem orientações normativas da legislação aplicável às distintas áreas de atividades. Deve-se buscar conhecer quais são os valores aceitáveis de recuperação para a sua área de pesquisa.

Replicatas

Proceder as análises com triplicatas ou duplicadas é a forma de controle mais utilizada. Esse procedimento avalia a precisão do método, ou seja, o grau de concordância entre os valores medidos, obtidos por medições repetidas, na mesma amostra e sob condições especificadas iguais, em um curto intervalo de tempo.

Para avaliar se os resultados das replicatas são concordantes, geralmente, se calcula o desvio padrão. É também necessário definir os valores aceitáveis de desvio.

Comparação Interlaboratorial e Ensaio de Proficiência

Comparações interlaboratoriais são organizadas por órgãos competentes e se trata de uma comparação de parâmetros nos mesmos itens de ensaios, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-determinadas. Especificamente em laboratórios de analítica, os itens de ensaio são amostras especialmente preparadas para esse fim e os parâmetros são as concentrações dos diversos componentes dessas. Assim, pode-se obter o desempenho do laboratório ao quantificar determinado analito em uma amostra. Esse evento é denominado Ensaio de Proficiência.

Instituições nacionais e internacionais (IAEA, INMETRO, Embrapa) organizam esses ensaios de proficiência. Os laboratórios interessados se inscrevem, recebem a amostra, analisam a mesma, reportam os resultados e depois recebem um relatório de desempenho, que deve ser anexado aos documentos de qualidade. Nesse caso, os responsáveis por definir se o valor encontrado é aceitável ou não são os organizadores.

3 | ESTUDO DE CASO: GARANTIA DA QUALIDADE DE RESULTADOS NO LABORATÓRIO DE ESPECIAÇÃO DE MERCÚRIO AMBIENTAL - LEMA

Nessa sessão será apresentado um resumo dos documentos e procedimentos implementados no LEMA para garantir a qualidade dos resultados. Da mesma forma que na sessão anterior, o assunto é tratado em três tópicos: Validação de método analítico, incerteza de medição e controle de qualidade.

O Laboratório de Especificação de Mercúrio Ambiental (LEMA), do CETEM (MCTIC), se dedica a análises quantitativas de mercúrio total (HgT) e metil-mercúrio, em concentrações traço, com ordem de grandeza 10 ng/kg, em matrizes biológicas e ambientais. Para as análises de HgT, que é o somatório de mercúrio orgânico e inorgânico, utiliza-se a técnica espectrometria de absorção atômica (AAS) acoplada a forno de grafite (AAS GF) para amostras sólidas ou pelo método do vapor frio (AAS CV) para amostras líquidas. O equipamento utilizado é o RA-915+ da LUMEX, que é seletivo para análises de mercúrio metálico (Hg^0) e tem correção de fundo baseada no efeito Zeeman, eliminando interferências espectrais (RAMOS et al., 2018).

3.1 | Validação de Método Analítico

A validação da metodologia para a determinação de mercúrio total em matriz sólida por AAS GF foi realizada através do uso de materiais de referência certificados MESS-3 (Marine Sediment) e DORM-4 (Fish), ambos produzidos pela National Research Council Canada (GARCIA et al., 2017). A validação

da metodologia, sem pré-tratamento, para a determinação de mercúrio total em matriz de urina humana líquida por AAS CV foi realizada através do uso de material de referência certificado Standard Reference Material 2670, produzido pelo National Institute of Standards e Technology (NIST) (RAMOS et al., 2018).

Os critérios usados em ambas validações foram: seletividade, linearidade, faixa de trabalho, limite de detecção, limite de quantificação e exatidão, no qual se incluem tendência e repetitividade, seguindo as orientações do INMETRO, no DOQ-CGCRE-008, previamente citado.

As validações permitiram quantificar e avaliar experimentalmente a confiança do método analítico usado no LEMA, nessas matrizes. Os métodos de análise atenderam aos critérios do protocolo definidos pelo INMETRO.

3.2 | Incerteza de Medição

Utilizando os experimentos realizados para a validação dos métodos de quantificação de HgT em amostras sólidas e em amostra líquida de urina humana, foram feitos os cálculos da estimativa de incerteza de medição para esses métodos.

Foram identificados os seguintes contribuintes para a incerteza do método de análise de matrizes sólidas: balança analítica, curva de calibração do espectrofotômetro e incerteza do MRC. No método utilizado para as análises da amostra líquida de urina humana, os contribuintes para incerteza foram: balança analítica, micro-pipetas, curva de calibração do

espectrofotômetro e incerteza do MRC. Em ambos, o fator que mais contribuiu para a incerteza do método foi o MRC utilizado para traçar a curva de calibração.

3.3 | Controle de Qualidade

Recuperação

O LEMA tem como medida de controle de qualidade dos resultados, a utilização de um material de referência certificado (MRC) em todas as análises.

A análise de HgT é feita traçando-se a curva analítica com MRC, e após a calibração, um MRC diferente é analisado como uma amostra, em que se calcula a recuperação baseada no valor certificado. Na sequência, o MRC é analisado em frequência aleatória entre as análises de amostras ambientais. Os MRCs devem ser equivalentes às matrizes das amostras ambientais, suas informações e resultados são sempre expostos nos Laudos de Análise que são emitidos pelo laboratório. Somente recuperações com valores entre 90-110% são considerados aceitáveis.

Com o objetivo de evidenciar a utilização MRCs ao longo do tempo pelo LEMA, e monitorar o desempenho do equipamento LUMEX, 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 231 análises. Esses valores foram plotados em um gráfico e 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 aceitáveis.

A atualização da Carta de Controle está sendo realizada a cada análise de HgT, pelo preenchimento do Registro de Utilização do equipamento LUMEX e lançamento dos dados na respectiva planilha.

A Carta de Controle (Gráfico 1) mostra que cerca de 89% dos valores analisados encontram-se dentro da faixa aceitável, compreendida entre 90 e 110%.

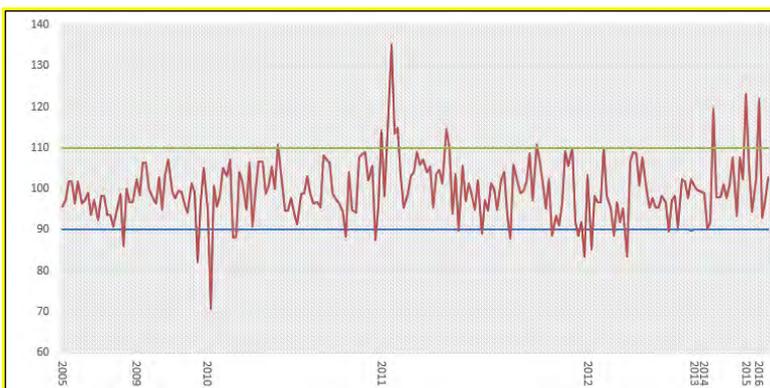


Gráfico 1. Carta de Controle de resultados de MRCs utilizados no LEMA

O LEMA participa desde 2009 em programas internacionais de comparação interlaboratorial com análises de quantificação de HgT em amostras biológicas e ambientais. Os certificados de desempenho obtidos pelo laboratório foram arquivados e digitalizados para facilitar a gestão desta documentação.

Nos exercícios interlaboratoriais internacionais coordenados pela Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA), o desempenho dos laboratórios participantes é classificado como “aceitável”, “de qualidade questionável ou “fora da faixa fora da faixa de aceitável”. O LEMA obteve desempenho satisfatório em todos os ensaios que participou, segundo os cálculos estatísticos de comparação da IAEA. Os resultados estão resumidos na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados obtidos pelo LEMA em exercícios interlaboratoriais internacionais.

Identificação do Material	Concentração de HgT de referencia (ng/g)	Incerteza Expandida do material (ng/g)	Concentração de HgT encontrada pelo LEMA (ng/g)
IAEA 452 (2009)	150	20	137 ± 1,94
IAEA 407 (2010)	222	24	229 ± 1,00
IAEA 457 (2011)	143	12	165 ± 3,59
IAEA 461 (2012)	390	40	350*

*Valores de desvio padrão não reportados.

Fonte:(RAMOS et al., 2017).

Estes resultados indicam um ótimo desempenho do LEMA em análise de HgT em amostras ambientais e biológicas.

ANEXO

Sugestão de questionário:
É utilizado método normatizado?
Se não, o método foi validado para esse tipo de amostra?
É possível fornecer as informações do Protocolo de Validação?
O Laboratório é acreditado para algum ensaio? Quais?
Faz uso de Materiais de Referência Certificados para controle de qualidade de resultados?
Quais Materiais de Referência Certificados foram utilizados e quais seus valores de concentrações?
Foi calculada a estimativa incerteza do método? Se sim, qual o valor?
Qual o pré-tratamento utilizado?
O laboratório orienta amostragem e condicionamento de amostra?

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.

EURACHEM/CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd Edition, 2000.

INMETRO. DOQ-CGCRE-016 Orientação Para a Seleção e Uso de Materiais de Referência, 2010. RJ, Brasil.

INMETRO. DOQ-CGCRE-008 Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos. 2002. RJ, Brasil.

LIMA, A.M.G.; DOMINGOS, L.M.; ARAÚJO, P.C.; CASTILHOS, Z.C. Validação de método de análise para determinação de mercúrio total em amostras ambientais e biológicas. In: XVI Congresso Brasileiro de Geoquímica, 2017, Búzios, Brasil.

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.

RAMOS, J.Z.; DOMINGOS, L.M.; ARAÚJO, P.C.; CASTILHOS, Z.C. Metodologia de controle de qualidade analítica para quantificação de mercúrio total em amostras ambientais e biológicas. In: XVI Congresso Brasileiro de Geoquímica, 2017, Búzios, Brasil.

RAMOS, J.Z.; DOMINGOS; CASTILHOS, Z.C. Aprimoramento do sistema de gestão da qualidade no lema In: VII Jornada do Programa de Capacitação Institucional – PCI/CETEM, 2018, Rio de Janeiro, Brasil.

RDC Nº 302, DE 13 DE OUTUBRO DE 2005 Disponível em: http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/2718376/RDC_302_2005_COMP.pdf/7038e853-afae-4729-948b-ef6eb3931b19.

SÉRIES CETEM

As Séries Monográficas do CETEM são o principal material de divulgação da produção científica realizada no Centro. Até o final do ano de 2017, já foram publicados, eletronicamente e/ou impressos em papel, mais de 320 títulos, distribuídos entre as seis séries atualmente em circulação: Rochas e Minerais Industriais (SRMI), Tecnologia Mineral (STM), Tecnologia Ambiental (STA), Estudos e Documentos (SED), Gestão e Planejamento Ambiental (SGPA) e Inovação e Qualidade (SIQ). A Série Iniciação Científica consiste numa publicação eletrônica anual.

A lista das publicações poderá ser consultada em nossa homepage. As obras estão disponíveis em texto completo para download. Visite-nos em <http://www.cetem.gov.br/series>.

Últimos números da Série Estudos e Documentos

SED-96 – **Mineral resources and territories: human, socioenvironmental and economic impacts.** Ana Maria B. M. da Cunha, Eliane R. Araujo, Francisco R. Chaves Fernandes, Keila V. de Souza, Renata D. Olivieri, Renata de Carvalho J. Alamino, Rodrigo Braga da R. Villa Verde, 2018.

SED-95 – **Disposição de rejeitos de mineração: as opções tecnológicas para a redução dos riscos em barragens.** Gilse Barbosa Guedes e Cláudio Luis Schneider, 2018.

SED-94 – **Mineração e os objetivos de desenvolvimento sustentável (ODS): o desafio da diversificação econômica em Itabira (MG).** Ana Maria B. M. da Cunha, Gilse Barbosa Guedes, 2017.

INFORMAÇÕES GERAIS

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral
Avenida Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária
21941-908 – Rio de Janeiro – RJ
Geral: (21) 3865-7222
Biblioteca: (21) 3865-7218
E-mail: biblioteca@cetem.gov.br
Homepage: <http://www.cetem.gov.br>

NOVAS PUBLICAÇÕES

Se você se interessar por um número maior de exemplares ou outro título de uma das nossas publicações, entre em contato com a nossa biblioteca no endereço acima.

Solicita-se permuta.

Weask for interchange.



Missão Institucional

Desenvolver tecnologias inovadoras e sustentáveis, e mobilizar competências visando superar desafios nacionais do setor mineral.

O CETEM

O Centro de Tecnologia Mineral - CETEM é um instituto de pesquisas, vinculado ao Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações - MCTIC, dedicado ao desenvolvimento, à adaptação e à difusão de tecnologias nas áreas minerometalúrgica, de materiais e de meio ambiente.

Criado em 1978, o Centro está localizado no campus da Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, na Cidade Universitária, no Rio de Janeiro e ocupa 20.000m² de área construída, que inclui 25 laboratórios, 4 plantas-piloto, biblioteca especializada e outras facilidades.

Durante seus 40 anos de atividade, o CETEM desenvolveu mais de 800 projetos tecnológicos e prestou centenas de serviços para empresas atuantes nos setores minerometalúrgico, químico e de materiais.