

# AVALIAÇÃO DIDÁTICA DA NORMA 17025 PARA EXECUÇÃO DE ANÁLISES AMBIENTAIS

Felipe Zauli da Silva<sup>1</sup>

Izabella Carneiro Bastos<sup>2</sup>

## Legislação e Direito Ambiental

### RESUMO

No presente trabalho foram abordados os critérios técnicos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 relacionado com a temática de tratamento de efluentes, citados no estado de Minas Gerais pela Deliberação Normativa COPAM 216 de 2017, com o objetivo de implementar os principais mecanismos de controle de qualidade em um laboratório didático em conformidade com a normalização e visando demonstrar a importância da padronização e rastreabilidade. A realização do estudo consistiu na montagem de procedimentos de análises de efluentes líquidos, incluindo a amostragem, a realização de ensaios de validação de acordo com a DOQ-CGRE-008 para determinação dos limites de quantificação de cada ensaio e a criação de ficha de amostragem, planilhas de registro e laudo para emissão final dos resultados. Adicionalmente, incluiu-se a discussão sobre cartas de controle. Em síntese, após a execução da proposta de trabalho, foi possível obter uma visão técnica e conhecimento para possíveis creditações da norma 17025 em laboratórios de prestação de serviços em ensaios ambientais.

**Palavras-chave:** Normalização; Laboratório; Rastreabilidade; Qualidade.

## INTRODUÇÃO

As análises de água para monitoramento ambiental em estações de tratamento de efluentes tem como finalidade a avaliação das características das águas residuárias, além de serem efetuadas para garantir a integridade dos corpos receptores (PEREIRA; GARCIA, 2017; NUVOLARI et al., 2011).

Os ensaios físico-químicos efetuados em laboratórios devem ser validados para obtenção de resultados robustos. Alguns outros fatores, como metodologias devidamente consolidadas na literatura (como as publicações do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* ou da *Environmental Protection Agency* - EPA) (APHA, 2017; EPA; 2018), utilização de reagentes e vidrarias certificadas, treinamento operacional dos analistas e a correta aplicação de um sistema de gestão, contribuem para a robustez do sistema.

---

<sup>1</sup>Mestrando em Engenharia Química; UNIFAL-MG - Instituto de Ciência e Tecnologia; fzaulisilva@gmail.com

<sup>2</sup>Professora Dra; UNIFAL-MG - Instituto de Ciência e Tecnologia; izabella.carneiro@unifal-mg.edu.br.

Diante desse contexto, destaca-se a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, que descreve requisitos de calibração e ensaios com o objetivo de determinar a competência técnica de laboratórios na emissão de seus resultados (ABNT, 2017).

Outro ponto extremamente importante refere-se ao controle da documentação envolvida em cada análise, desde o momento da amostragem até a obtenção do resultado final, assim como a referência do método utilizado e sua respectiva validação. Essa sistemática compõe a malha de rastreabilidade do processo, necessária para a confiabilidade e robustez dos resultados analíticos (ABNT, 2017).

Na temática de tratamento de efluentes, no estado de Minas Gerais, cita-se a Deliberação Normativa COPAM 216 de 2017, que dispõe sobre as exigências para laboratórios que emitem relatórios de ensaios ou certificados de calibração referentes a medições ambientais (COPAM, 2017). Diante dos requisitos dessa deliberação, faz-se necessário, para instituições que emitem efluentes ou efetuam análises de caráter ambiental no estado, possuírem acreditação da norma 17025.

Objetivou-se com esse trabalho implementar os principais mecanismos técnicos de controle de qualidade em um laboratório didático, baseado nos requisitos da norma 17025, visando demonstrar a importância da padronização e rastreabilidade preconizados pela norma.

## **METODOLOGIA**

Como passo inicial, definiu-se o escopo de análises a serem validadas para monitoramento ambiental. Por se tratar de uma experimentação didática, escolheram-se metodologias relativamente simples e de fácil execução. Baseado nas análises publicadas por APHA (2017), os procedimentos de análises para amostragem de efluentes líquidos, sólidos totais, sólidos totais em suspensão, sólidos sedimentares, temperatura, demanda química de oxigênio, determinação de óleos e graxas, turbidez, condutividade eletrolítica, oxigênio dissolvido e potencial hidrogeniônico (pH) foram redigidos de maneira clara e objetiva, atentando-se para a devida rastreabilidade na codificação dos documentos.

Antes de serem executadas para fins de análise de efluentes, cada metodologia foi devidamente validada de acordo com as diretrizes do documento orientativo DOQ-CGCRE-008 (INMETRO, 2016). Cada análise era executada para comprovação da repetitividade e reprodutibilidade do método a partir de matérias de referência certificados (MRCs) adquiridos em conformidade com a ABNT NBR ISO 17034 (ABNT, 2017). Ao término desse estudo de

validação, eram definidos os limites de quantificação de cada método, a faixa de trabalho e a incerteza de medição (INMETRO, 2012).

Além dos procedimentos, foram confeccionadas planilhas para registros das análises a serem efetuadas, contendo campos básicos de rastreabilidade, como data e horário de coleta e análise, dados relativos as análises (volumes e massas), registros das codificações de calibração das vidrarias e equipamentos, assinaturas do executante e aprovador e observações. Em alinhamento a essas planilhas, também desenvolveu-se um modelo padrão de relatório de análises para emissão final ao término dos ensaios.

Em termos de mecanismos de controle diário, também construíram-se cartas de controle. A montagem básica da carta consistiu na inclusão de campos que permitiam a rastreabilidade dos dados dos padrões analisados (CARVALHO et al., 2012).

Finalmente, para atender aos critérios de rastreabilidade da NBR 17025, o ato analítico iniciava-se pela amostragem. Cada amostra possuía sua identificação específica por intermédio de numeração sequencial, representada por uma ficha (ABNT, 2017).

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Inicialmente, foram definidos os critérios de operação e fluxo de processo do laboratório em que realizou-se o estudo. Essa delimitação pode ser simbolizada pelo manual da qualidade, que consistiu na definição dos termos e especificação das atividades a serem realizadas (RIBEIRO et al., 2017).

Em seguida, foram montados os procedimentos das análises que compuseram o escopo de trabalho. Em uma numeração sequencial, montaram-se os documentos com a codificação predeterminada para essa classe de registros (ABNT, 2017). Assim, com os passos definidos, adquiriram-se os reagentes MRCs e efetuaram-se as análises de validação dos métodos e calcularam-se os limites de quantificação (LQ) a partir da relação  $\bar{x} + 10s$ , em que a média era na ordem de grandeza da menor concentração de trabalho adotada em cada situação e seu respectivo desvio padrão.

Em relação à amostragem, que é a raiz do processo analítico, essa deveria ser realizada de maneira criteriosa para manter a representatividade do ponto de coleta (ZANITH, 2016). Uma informação importante se relaciona ao tempo entre a coleta e execução das análises, nos casos em que as mesmas não são realizadas em campo (como temperatura, pH e oxigênio dissolvido), pois assim evita-se a degradação das amostras e perda de confiabilidade no resultado (PARRON, et al., 2011).

Após o recebimento, as amostras eram analisadas conforme o ensaio de interesse e solicitado na ficha de amostragem. Como critério de recebimento, as amostras deveriam estar devidamente lacradas, armazenadas em frascos compatíveis, acondicionadas à  $(4 \pm 2)^{\circ}\text{C}$  e com intervalo entre a amostragem e entrada no laboratório inferior ao especificado para cada tipo de ensaio ou preservadas adequadamente (APHA, 2017).

Paralelamente aos ensaios, eram monitorados os padrões MRCs das análises correspondentes e os mesmos avaliados por intermédio de carta de controle. Segundo Oliveira et al. (2013), cartas de controle são gráficos que mostram a variação da grandeza ou característica de interesse (variabilidade do processo) em função do tempo para avaliar atributos ou desempenho de métodos ou de instrumentos de medição. Em alinhamento com o conhecimento das variáveis de processo, permite-se detectar causas comuns ou aleatórias que promovem falhas sistemáticas no sistema.

De maneira dinâmica foi possível explicitar pelas práticas adotadas os critérios técnicos para aplicação da norma 17025 em laboratórios de análise de efluentes líquidos. Destacou-se, porém, que para aplicação comercial dessa mesma em laboratórios que prestam serviços externos, outros requisitos mais aprofundados deveriam ser desenvolvidos, como procedimentos de recursos humanos, aquisição dos suprimentos, trabalhos não conformes e garantia de desempenho dos técnicos de laboratório (ABNT, 2017), bem como a realização das auditorias de acreditação.

## CONCLUSÕES

A partir da proposta de trabalho efetuada, delimitou-se o sistema de estudo para a coleta das informações. Em síntese, foi possível aplicar os conceitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 em relação às técnicas analíticas, rastreabilidade e monitoramento da qualidade. Descreveram-se os passos e critérios para validação das análises e a construção das fichas de amostragem, planilhas de registros, laudo com os resultados e a carta de controle. Didaticamente, a partir dos estudos, demonstrou-se o conhecimento para implementação técnica da norma 17025, destacando-se a integração entre os mecanismos associados.

## REFERÊNCIAS

ABNT. **ABNT NBR ISO/IEC 17025: 2017** - Requisitos Gerais Para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração. Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_. **ABNT NBR ISO 17034: 2017** - Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. Rio de Janeiro, 2017.

APHA - American Public Health Association. AWWA - American Water Works Association. WEF - Water Environmental Federation. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 23<sup>th</sup> ed. APHA/AWWA/WEF: Washington, 2017.

CARVALHO, M. M. et al. **Gestão da Qualidade: teoria e casos**. 2. ed. Rio de Janeiro, Ed. Campus, 2012.

COPAM. Conselho Estadual de Política Ambiental. **Deliberação Normativa COPAM nº 216** de 27 de Outubro de 2017. 2017.

EPA. Environmental Protection Agency. **Collection of Methods**. Disponível em:  
<<https://www.epa.gov/measurements-modeling/collection-methods>>. Acesso em: 05 Abr. 2018.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. **Orientação Sobre Validação de Métodos Analíticos**. Coordenação Geral de Acreditação do INMETRO - DOQ-CGCRE-008 - Ver. 05. Duque de Caxias: INMETRO, 2016.

\_\_\_\_\_. CICMA. SEPIN. **Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição - GUM 2008**. Duque de Caxias: INMETRO, CICMA, SEPIN, 2012.

NUVOLARI, A. et al. **Esgoto sanitário: coleta, transporte, tratamento e reúso agrícola**. 2 ed. rev. atualizada e ampliada. São Paulo: Blucher, 2011.

OLIVEIRA, C. C. et al. **Manual para elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratórios de ensaio**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2013.

PARRON, L. M. et al. **Manual de procedimentos de amostragem e análise físico-química de água**. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Embrapa, 2011.

PEREIRA, A. C. A. Garcia, M. L. **Efeitos da disposição de lodo de estações de tratamento de efluentes (ETE) de indústria alimentícia no solo: estudo de caso**. EngSanitAmbient. 22 (3), 531-538. 2017. DOI: 10.1590/S1413-41522016152945.

RIBEIRO, A. L. C. et al. **Manual da Qualidade**. Laboratório Central de Saúde Pública – LACEN. Governo do Estado do Espírito Santo. 2017.

ZANITH, C. C. **Análise Química de Efluentes Líquidos Industriais**. UFSJ: São João del-Rei, 2017.