

IMPORTÂNCIA, BENEFÍCIOS E DESAFIOS PARA GARANTIR A QUALIDADE DOS RESULTADOS DE LABORATÓRIOS DE ANÁLISES AMBIENTAIS

Química Patrícia da Silva Trentin

Gerente da Divisão de Metrologia e Calibração

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

- ✓ Controle da Qualidade Ambiental: monitoramento da qualidade do ar, águas, solos, sedimentos; desenvolvimento e avaliação de propostas técnicas e padrões ambientais
- ✓ Controle da Poluição e suas Fontes: fiscalização de indústrias e monitoramento de fontes de poluição; identificação e gerenciamento de áreas contaminadas
- ✓ Pesquisa e Desenvolvimento de Tecnologia Ambiental: adaptação e desenvolvimento de tecnologia apropriada de proteção ambiental
- ✓ Transferência de Tecnologia: disseminação de informações e treinamento de pessoal. Escola Superior CETESB
- ✓ Licenciamento ambiental
- ✓ Questões globais como protocolos internacionais e mudanças climáticas
- ✓ Prevenção à poluição
- ✓ Quadro de pessoal aproximado de 2000 profissionais (250 atuando diretamente nas unidades laboratoriais da Companhia).

ENSAIOS ACREDITADOS

- Físico-químicos, inorgânicos e orgânicos
- Microbiológicos
- Parasitológicos
- Toxicológicos
- Campo
- Amostragem em ambientes aquáticos
- Veiculares

MATRIZES

- Água (superficial, salina/salobra, subterrânea, consumo humano, residuárias industriais e domésticas)
- Resíduos sólidos e líquidos
- Ar
- Solo
- Sedimentos
- Biológica (sangue, leite humano, peixes)

TOTAL DE ENSAIOS ACREDITADOS: 1300

ENSAIOS ANUAIS: 400.000



LABORATÓRIO CALIBRAÇÃO CETESB



Calibração de instrumento operado a pistão



Calibração de câmara térmica



Calibração de vidraria de laboratório

QUADRO ATUAL LABORATÓRIOS CETESB



Nº	Ano Acreditação	Área
CRL 0020	1987	SETOR DE LABORATÓRIO DE EMISSÃO VEICULAR - ETTL
CRL 0093	1999	DEPARTAMENTO DE ANÁLISES AMBIENTAIS - EL
CRL 0104	2000	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE TAUBATÉ - EDT
CRL 0105	2000	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE MARÍLIA - EDM
CRL 0106	2000	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE RIBEIRÃO PRETO - EDR
CRL 0110	2000	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE CAMPINAS - EDA
CRL 0203	2006	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE CUBATÃO - EDC
CRL 0234	2007	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE SOROCABA - EDS
CRL 0385	2009	DIVISÃO DE LABORATÓRIO DE LIMEIRA - EDL
CAL 0430	2009	DIVISÃO DE METROLOGIA E CALIBRAÇÃO - ELM
CRL 1592	2021	SETOR DE LABORATÓRIO DE EMISSÃO VEICULAR DESCENTRALIZADO - ETTD

UM RESULTADO ANALÍTICO SEMPRE É UMA FERRAMENTA PARA TOMADA DE DECISÃO.

- ✓ Órgãos Governamentais/Regulamentadores – políticas públicas
- ✓ Instituições de ensino e pesquisa – desenvolvimento de pesquisas
- ✓ Instituições privadas – garantia da qualidade dos serviços oferecidos

qua.li.da.de

sf (lat qualitate) 1 Atributo, condição natural, propriedade pela qual algo ou alguém se individualiza, distinguindo-se dos demais; maneira de ser, essência, natureza. 2 Excelência, virtude, talento. 3 Caráter, índole, temperamento. 4 Grau de perfeição, de precisão, de conformidade a um certo padrão (...)

Michaelis - dicionário on line, 2009

QUESTÃO INICIAL



Página 2 de 3



CETESB - COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO
ELAI - Setor de Química Inorgânica
RELATÓRIO DE ENSAIO
Nº CETESB-14705/2022



DADOS GERAIS

Nº Amostra: 2208954 OS: 11200609
Programa: REDE BASICA DE MONITORAMENTO SS: SS-2200739
Emissão do Relatório: 20/06/2022

	Resultado	Incerteza	Ensaio	Metodo
Alumínio Dissolvido	0,21 mg/L	0,02 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Alumínio Total	0,69 mg/L	0,07 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Bário Total	0,04 mg/L	0,004 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cádmio Total	< 0,0008 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cálcio Total	20,8 mg/L	2,08 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Chumbo Total	< 0,01 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cloreto	63,3 mg/L	6,33 mg/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Cobre Dissolvido	< 0,009 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cobre Total	0,01 mg/L	0,001 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Crômio Total	< 0,02 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Dureza Total	63,9 mg CaCO3/L	5,32 mg CaCO3/L	19/05/2022	2340 B - SMWW
Ferro Dissolvido	1,56 mg/L	0,16 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Ferro Total	2,17 mg/L	0,22 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Fluoreto	< 1,00 mg/L	- mg/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Fósforo - Ortofosfato	0,21 mg PO4-P/L	0,02 mg PO4-P/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Fósforo Total	1,00 mg/L	0,10 mg/L	20/05/2022	6010 D - US EPA
Magnésio Total	2,91 mg/L	0,29 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Manganês Total	0,16 mg/L	0,02 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Níquel Total	< 0,02 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Nitrogênio Amoniacal	8,50 mg NH3-N/L	0,85 mg NH3-N/L	12/05/2022	ISO 14911 (E) / 4500-NH3 B - SMWW
Nitrogênio Nitrato	0,36 mg NO3-N/L	0,04 mg NO3-N/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Nitrogênio Nitrito	< 0,01 mg NO2-N/L	- mg NO2-N/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Potássio Total	8,64 mg/L	0,86 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Sódio Total	80,9 mg/L	8,09 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Sólidos Suspensos Totais	< 100 mg/L	- mg/L	13/05/2022	2540 - SMWW

Resultado analítico:

Manganês Total
0,16 mg Mn/L

Pergunta:

Como garantir a **qualidade dos resultados** de forma a subsidiar uma **CORRETA** tomada de decisão por parte do Gestor?

- ✓ dizer o que faz
- ✓ fazer o que diz
- ✓ provar que faz o que diz fazer (evidências)
- ✓ auditar periodicamente (auditorias internas e externas – recolhimento de evidências – entrevistas, documentais e testemunhais)

- ISO GUIA 25 (DÉCADA DE 1980)
- ISO/IEC 17025:2001
- ISO/IEC 17025:2005
- **ISO/IEC 17025:2017 Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaios e Calibração**
 - Capítulo 3 Definições
 - Capítulo 4 Gerais
 - Capítulo 5 Estrutura
 - **Capítulo 6 Recursos**
 - **Capítulo 7 Processo**
 - Capítulo 8 Gestão



PROCESSO OPERACIONAL LABORATÓRIO

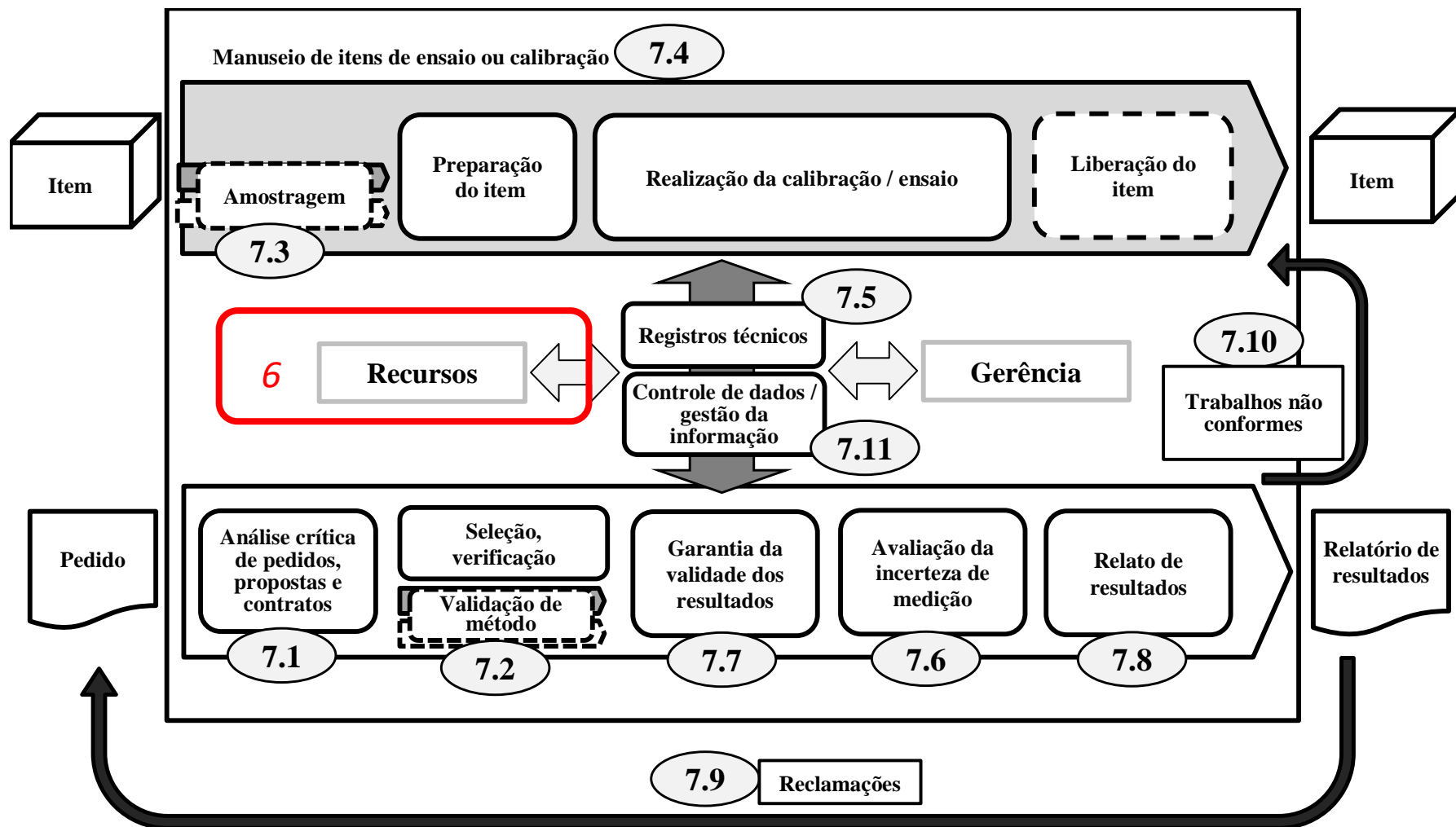


Figura B.1 – Possível representação esquemática do processo operacional do laboratório

- ✓ Recursos Humanos – vínculo com o laboratório, confidencialidade (pessoal interno e externo ao laboratório) competência técnica, treinamento e capacitação (metas e monitoramento contínuo), comprometimento com o sistema.
- ✓ Condições Ambientais – instalações adequadas (a cada tipo de ensaio), monitoradas e registradas, analisadas criticamente periodicamente, interrupção de ensaios em caso de condições “fora de controle”, separação entre áreas incompatíveis, controle de acesso.
- ✓ Rastreabilidade metrológica – uso obrigatório de materiais de referência certificados (MRCs) e calibração dos equipamentos que impactam na qualidade do resultado.

- ✓ Equipamentos – operado por pessoal autorizado, instruções de operação disponíveis, identificação inequívoca, exatidão e resolução requerida, verificados antes de serem colocados em serviço, periodicamente calibrados **quando necessário** (pontos de calibração adequados e incerteza de medição compatível) e certificado de calibração analisados criticamente (com correção dos erros – onde aplicável), protegidos contra ajustes indevidos, mantidos todos os registros pertinentes, segregados claramente para evitar uso indevido em caso de mau funcionamento, cronogramas de manutenções preventivas e critérios de manutenção preventiva (avaliados antes de ser recolocados em serviço), checados periodicamente, existência de procedimentos para efetuar em segurança o manuseio e o transporte.

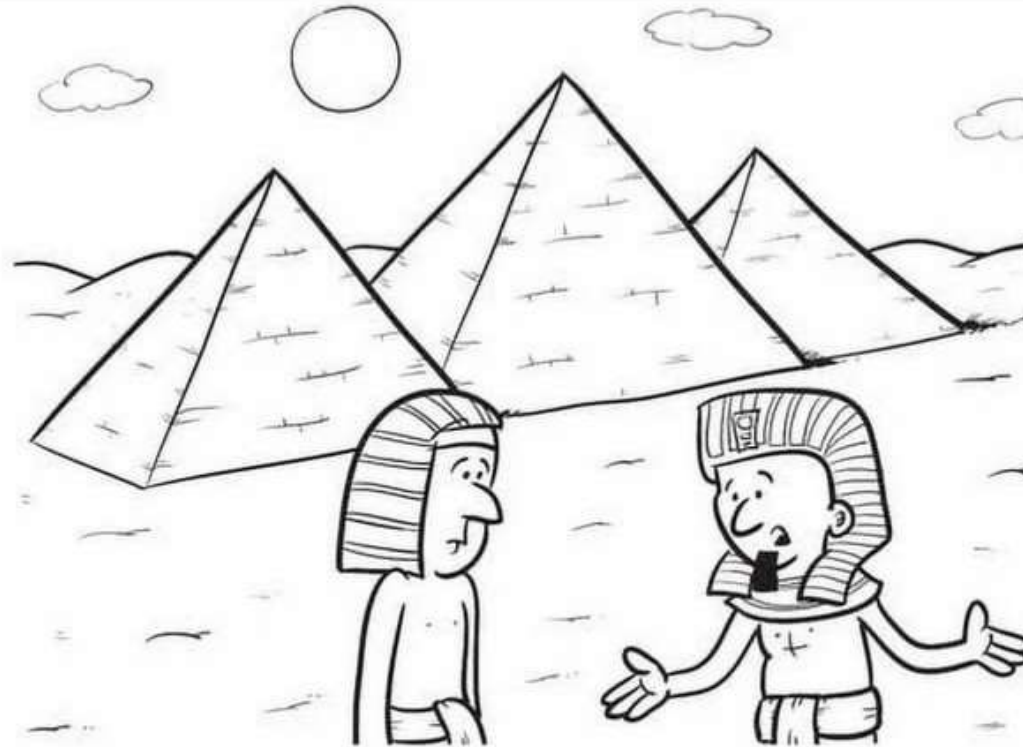
- ✓ Aumento da confiabilidade dos resultados dos ensaios (resultados tecnicamente válidos = confiáveis, reprodutíveis e com rastreabilidade metrológica assegurada)
- ✓ Aumento da credibilidade do laboratório de análise
- ✓ Padronização de processos
- ✓ Diminuição de retrabalho
- ✓ Controle detalhado dos processos que subsidiam investigações de reclamações/resultados não conformes
- ✓ Respaldo em questões jurídicas de contestação de resultados
- ✓ Reconhecimento formal dos ensaios realizados no Brasil em países que fazem parte dos acordos de reconhecimento mútuo (competitividade mercadológica)

DESAFIOS IMPLEMENTAÇÃO SGQL



- ✓ Envolvimento Alta Direção (fundamental) – garantia de manutenção do SGQ quando são promovidas mudanças
- ✓ Capacitação específica do pessoal do laboratório (assuntos metrológicos tais como validação de métodos, incerteza de medição, conceitos calibração, checagem de equipamentos e de rastreabilidade metrológica)
- ✓ Implementação de processos que demandam muitos registros e manutenção constante do engajamento do pessoal
- ✓ Garantia de aquisição de materiais e insumos de qualidade assegurada
- ✓ No início uma aparente “redução” da capacidade analítica do laboratório, pelo aumento de amostras de CQA (aproximadamente 20 a 25% das amostras)
- ✓ Aumento nos custos operacionais do laboratório

DESAFIOS IMPLEMENTAÇÃO SGQL



To be honest, the hardest part was the ISO certification.

RETORNO À QUESTÃO INICIAL



CETESB - COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO
ELAI - Setor de Química Inorgânica
RELATÓRIO DE ENSAIO
Nº CETESB-14705/2022

Página 2 de 3



DADOS GERAIS

Nº Amostra: 2208954 OS: 11200609
Programa: REDE BASICA DE MONITORAMENTO SS: SS-2200739
Emissão do Relatório: 20/06/2022

	Resultado	Incerteza	Ensaio	Metodo
Alumínio Dissolvido	0,21 mg/L	0,02 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Alumínio Total	0,69 mg/L	0,07 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Bário Total	0,04 mg/L	0,004 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cádmio Total	< 0,0008 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cálcio Total	20,8 mg/L	2,08 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Chumbo Total	< 0,01 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cloreto	63,3 mg/L	6,33 mg/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Cobre Dissolvido	< 0,009 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Cobre Total	0,01 mg/L	0,001 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Crômio Total	< 0,02 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Dureza Total	63,9 mg CaCO3/L	5,32 mg CaCO3/L	19/05/2022	2340 B - SMWW
Ferro Dissolvido	1,56 mg/L	0,16 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Ferro Total	2,17 mg/L	0,22 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Fluoreto	< 1,00 mg/L	- mg/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Fósforo - Ortofosfato	0,21 mg PO4-P/L	0,02 mg PO4-P/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Fósforo Total	1,00 mg/L	0,10 mg/L	20/05/2022	6010 D - US EPA
Magnésio Total	2,91 mg/L	0,29 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Manganês Total	0,16 mg/L	0,02 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Níquel Total	< 0,02 mg/L	- mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Nitrogênio Amoniacal	8,50 mg NH3-N/L	0,85 mg NH3-N/L	12/05/2022	ISO 14911 (E) / 4500-NH3 B - SMWW
Nitrogênio Nitrato	0,36 mg NO3-N/L	0,04 mg NO3-N/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Nitrogênio Nitrito	< 0,01 mg NO2-N/L	- mg NO2-N/L	12/05/2022	4110 B - SMWW
Potássio Total	8,64 mg/L	0,86 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Sódio Total	80,9 mg/L	8,09 mg/L	19/05/2022	6010 D - US EPA
Sólidos Suspensos Totais	< 100 mg/L	- mg/L	13/05/2022	2540 - SMWW

Resultado analítico
Manganês Total
0,16 mg Mn/L

Limite de Legislação
(CONAMA 357 2005)

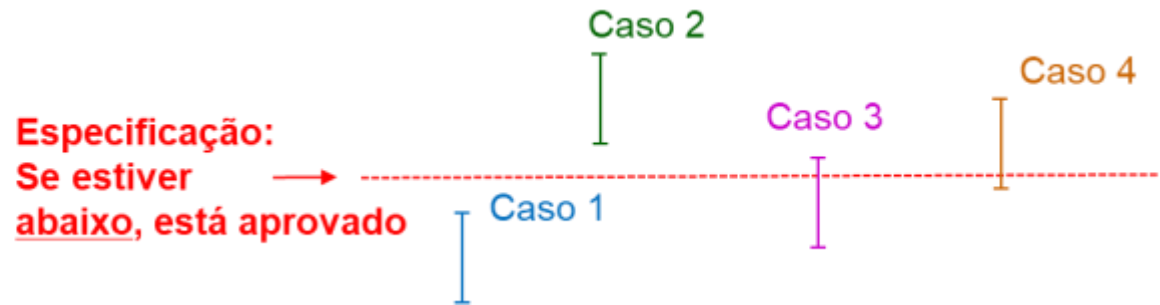
Água de classe I
0,10 mg Mn/L

CONFORME?



A TEMIDA INCERTEZA DE MEDIÇÃO

$\left| \right| = \text{Medida} + \text{incerteza}$



PARA REFLEXÃO: A AVALIAÇÃO DA CONFORMIDADE DE UMA AMOSTRA A UM PADRÃO OU LEGISLAÇÃO SÓ É TECNICAMENTE VÁLIDA QUANDO SE CONSIDERA O RESULTADO VÁLIDO DA MEDIÇÃO (RESULTADO E INCERTEZA)

O PROBLEMA (DÉCADA DE 1990)

RESULTADOS
ANALÍTICOS



CETESB



ATRIBUIÇÕES
LEGAIS

RESULTADOS
CONFIÁVEIS



CORRETA TOMADA DE
DECISÃO

PROBLEMAS COM LAUDOS DE LABORATÓRIOS EXTERNOS

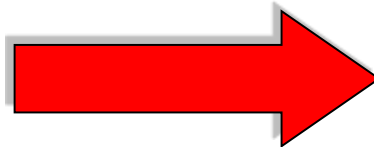
- Falta de dados sobre a amostragem (localização do ponto e data de coleta, identificação da amostra, procedimentos utilizados, cadeia de custódia, parâmetros de campo)
- Métodos inadequados, desatualizados, não validados ou não informados
- Falta de data da análise
- Falta de informações a respeito de pré-tratamento da amostra
- Unidades de expressão
- LD x LQ
- Resultados incoerentes entre os ensaios (DBO>DQO, CrVI > Cr total) ou com o histórico do ponto
- Nome e endereço do laboratório não informados
- Falta do nome do Responsável Legal/Técnico e assinatura
- Falsificação

RESULTADOS PROBLEMAS APONTADOS



- Diagnósticos ambientais inconsistentes
- Aumento dos prazos de análise dos processos, pelos inúmeros pedidos de esclarecimento
- Desenvolvimento de “processos de auditoria remota” por parte dos técnicos
- Desgaste das relações empreendedor x órgão fiscalizador
- Dificuldades de equiparação entre laboratórios com níveis de qualidade diferentes (competitividade mercadológica)

**RESULTADOS NÃO
CONFIÁVEIS**



**TOMADA DE DECISÃO DUVIDOSA,
INEFICAZ OU EXCESSIVAMENTE
CONSERVADORA**

- 2005 - Minuta da Resolução SMA-37
- Baseada na Acreditação como reconhecimento formal da competência técnica do laboratório, concedida pelo único órgão nacional com esta atribuição legal (CGCRE do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial - INMETRO)

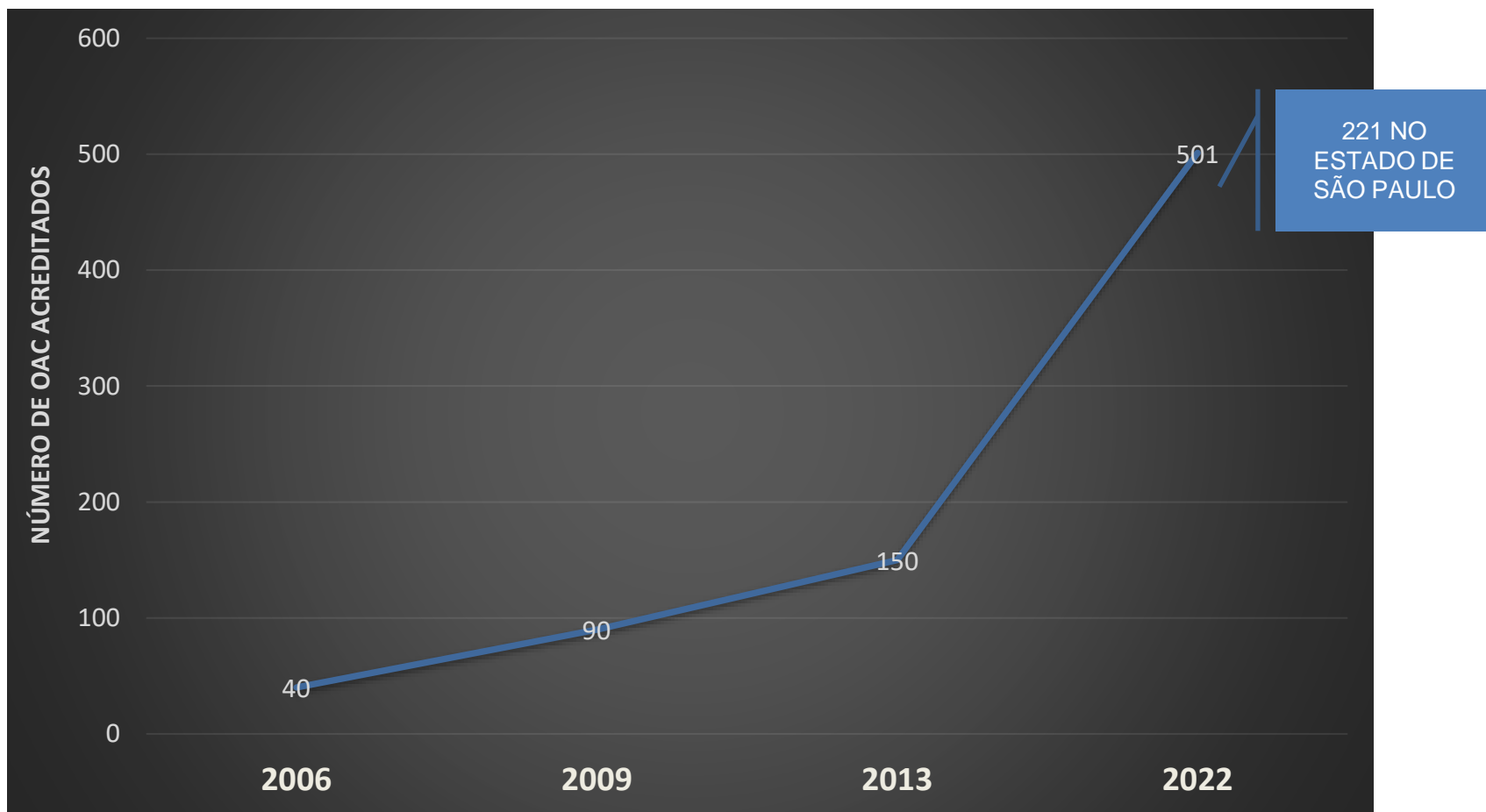
Motivações:

- Avaliação Independente - 3ª parte
- Estrutura e atividade já implementada e consolidada no País
- Benefícios da acreditação aos laboratórios

“ACCREDITED ONCE, ACCEPTED EVERYWHERE.”

- Publicada em 31.08.2006 entrou em vigor em 2009
- “Resultados de ensaios físico-químicos orgânicos e inorgânicos, microbiológicos, biológicos e toxicológicos somente serão **aceitos quando realizados por laboratórios de ensaio acreditados**, nos parâmetros determinados, segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 pelo INMETRO ou outros organismos que façam parte dos acordos de reconhecimento mútuo.”
- Atualizada em 2012 pela SMA-90 (inclusão da acreditação das atividades de amostragem)
- Novamente atualizada em 2013 pela **SMA-100** (definição de matrizes ambientais objetos de acreditação das atividades de amostragem)

EVOLUÇÃO OAC AMBIENTAIS NO BRASIL



* Dados aproximados. Fontes: acervo pessoal e website CGCRE

ACREDITAÇÃO AMBIENTAL 17025 – UMA QUESTÃO GLOBAL

ESTUDO DE CASO

Melhorando o monitoramento da água potável na Croácia

Resumo

O crescimento da população e a pressão sobre os recursos hídricos exigem que os laboratórios de saúde pública e ambiental sejam capazes de fornecer dados precisos e confiáveis para apoiar a tomada de decisões. A implementação de padrões internacionais de acreditação, como o ISO/IEC 17025, é essencial para garantir a qualidade e a confiabilidade dos resultados de laboratório. Este estudo de caso apresenta as experiências de uma província canadense que adotou a acreditação por pares para melhorar o monitoramento da água potável e garantir a conformidade com os requisitos regulatórios.

ESTUDO DE CASO

A província canadense exige que os laboratórios sejam credenciados

ESTUDO DE CASO

Apoiar reguladores no fornecimento de água potável

Na província de Ontário, o Conselho Ambiental de Laboratórios de Análise de Água Potável (LAWA) estabeleceu requisitos de acreditação para todos os laboratórios que realizam análises de água potável.

Acordo IEC 17025

As políticas de laboratório para a realização de análises ambientais para o propósito de

[Clique aqui](#)

De acordo com o Meio Ambiente (Canadá)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

ESTUDO DE CASO

Acreditação

[Public Health](#)

[Saúde Ambiental](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

[Clique aqui](#)

ESTUDO DE CASO

Laboratórios credenciados garantem a conformidade com o Regulamento da EPA dos EUA

O Regulador dos EUA, o EPA, protege a água potável exigindo que os laboratórios sejam credenciados por um [órgão de acreditação signatário do ILAC MRA](#) para analisar amostras de água potável e que usem métodos analíticos aprovados pela EPA.

Mais informações estão disponíveis no [site](#) da EPA .



CETESB



OBRIGADA!

ptrentin@sp.gov.br