

Metrologia em Laboratórios de Universidades: Validação de Métodos Analíticos para Análise de Nutrientes em Águas Estuarinas

Natália Cristine Pereira Zagatto^{*1} (IC), Layla Bridi e Silva¹ (PG), Honório Coutinho de Jesus¹ (PQ)

¹ Laboratório de Química Analítica, Departamento de Química – UFES

natzagatto@gmail.com

Palavras Chave: *nutrientes, água estuarina, validação, metrologia.*

Introdução

A qualidade de um resultado laboratorial está vinculada à utilização de procedimentos como validação de métodos, controles internos de qualidade, participação em programas de comparação interlaboratorial, uso adequado de materiais de referência certificados e atendimento aos requisitos de normas para reconhecimento. O entendimento das variáveis envolvidas é de suma importância para a produção de resultados fidedignos¹. O presente trabalho teve como objetivo a implementação do controle de qualidade para o Laboratório de Química Analítica da UFES, baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005². Um dos itens deste documento é a validação de métodos analíticos, ponto chave do presente trabalho, sendo estudados os parâmetros de desempenho na determinação de nitrito, amônio e fosfato, para assim garantir a confiabilidade nos resultados obtidos.

Resultados e Discussão

As águas necessárias para o estudo foram coletadas no Canal da Passagem de Vitória e as amostras foram analisadas assim que chegaram ao laboratório. As análises foram feitas por espectrofotometria utilizando o espectrofotômetro B832 modelo ITE 0015 da Micronal. Os dados foram tratados no Microsoft Office Excel 2003. Foram utilizados os métodos NED, Fenato e Ácido Ascórbico para as determinações de nitrito, nitrogênio amoniacal e fosfato, respectivamente. Todas as análises foram realizadas com vidrarias calibradas e certificadas. Os parâmetros de desempenho analisados foram: seletividade¹, linearidade³, limites de detecção (LD) e quantificação (LQ), precisão⁴ e exatidão⁵ (Tabela 1).

Tabela 1. Resumo dos parâmetros de desempenho analisados.

		Seletividade	Linearidade	LQ	LD	Precisão	Exatidão
Critério Aceitação		$98\% < a_1/a_2 < 110\%$	$R^2 > 0,9$			$CV < 15\%$	$80\% < Fr < 110\%$
Resultado	Nitrito	99%	0,99973	5,1	1,5	3,1	98,3
	N Amoniacal	99%	0,99947	5,7	1,7	4,5	99,0
	Fosfato	99%	0,99991	5,1	1,5	0,9	100,3

a_1/a_2 = razão entre os coeficientes angulares das retas da curva de calibração e com adição padrão; R^2 = coeficiente de correlação; CV = Coeficiente de Variação; Fr = fator de recuperação.

Todos os parâmetros de desempenho avaliados estão dentro dos seus respectivos critérios de aceitação. Contudo, um estudo mais detalhado deverá ser realizado quanto à seletividade (p.ex., adição de interferente), pois em métodos colorimétricos interferências aditivas no comprimento de onda de trabalho podem ocorrer.

Conclusões

Considerando os critérios de aceitação adotados para os parâmetros de desempenho estudados, podemos concluir que as amostras coletadas no sistema estuarino de Vitória não apresentam matriz muito complexa a ponto de causar interferências expressivas nos resultados. Além disso, conclui-se que, tendo um rigor metrológico ao fazer uma análise, é possível obter resultados confiáveis em um laboratório de ensino, mesmo este não atendendo a todos os requisitos da norma ISO 17025.

Agradecimentos

À UFES, ao CNPQ pelo apoio financeiro e a toda equipe do LQA.

¹ Albano, F.; Rodriguez, M. T. Validação e Garantia da **Qualidade** de Ensaio **Laboratoriais**. 1. ed. Porto. Alegre: Rede Metrológica RS.

² Associação Brasileira de Normas Técnicas - NBR ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração, 2005.

³ INMETRO DOQ-CGCRE-008. Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos, 2003.

⁴ ANVISA – Resolução RE nº 899, de 29 de maio de 2003. Diário Oficial da União; Poder Executivo, de 02 de junho de 2003.

⁵ ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals, Official Methods of Analysis of AOAC International, 2002.