



EXPERIÊNCIA NA ACREDITAÇÃO DE UM LABORATÓRIO PÚBLICO DE ANÁLISE DE RESÍDUOS DE AGROTÓXICOS NAS NORMAS ABNT NBR ISO/IEC 17025 E ABNT NBR ISO/IEC 17043

Cardoso MHWM¹, Bastos LHP¹, Oliveira AC¹, Frota MO¹, De La Cruz MHC¹, Francesky MA¹, Collor LVM¹, Nobrega AW¹

¹Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde - INCQS/Fiocruz

Introdução

A preocupação com a qualidade existe desde os primórdios das civilizações quando o homem já buscava maneiras para conservação dos alimentos inicialmente para seu próprio consumo e, depois para o comércio, por exemplo.

Com o passar do tempo, o homem pressentiu a necessidade de organização de um sistema que assegurasse não só a qualidade de seus alimentos como também de vestuário, moradia, produtos oferecidos entre outros. Em face dessas exigências o controle de qualidade analítico foi consequência natural desse processo.

As análises realizadas por laboratórios analíticos abrangem produtos essenciais à vida como a água, alimentos, medicamentos, entre outros. Portanto, o principal objetivo de qualquer laboratório analítico é de assegurar a confiabilidade de suas análises e resultados afastando qualquer dúvida com respeito a sua exatidão e precisão.

A acreditação é o reconhecimento formal da competência de um laboratório oferecendo vantagens como competitividade diferenciada identificando centros de competência, expansão de mercados, tanto nacional como internacional, reconhecimento de seus relatórios de ensaio em diversos países e consequente aumento da confiabilidade do cliente.

A norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 formaliza a competência de um laboratório em executar ensaios ou calibrações específicas.

O Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde (INCQS) da Fundação Oswaldo Cruz (FIOCRUZ) conseguiu seu primeiro reconhecimento através dessa norma em 2004 e desde então continua expandido seu escopo. Em 2009, o Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos desse instituto pode incorporar dois ensaios químicos aos já acreditados após avaliação do organismo acreditador - Cgcre/Inmetro.

Uma ferramenta adicional para avaliar e corroborar com a garantia da qualidade do resultado analítico laboratorial e exigido pela norma NBR ISO/IEC 17025:2005 é que o laboratório participe de Ensaio de Proficiência (EP) de modo a demonstrar seu desempenho na execução de seus ensaios garantindo



sua competência técnica. Os EPs servem também para identificar falhas e possibilitar a tomada de ações corretivas ou preventivas.

Para um laboratório atuar como provedor de EPs deve seguir as diretrizes segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011. No Brasil a busca por provedores internacionais era fundamental, entretanto, dificuldades como procedimentos burocráticos para exportação, alto custo desse serviço e estocagem inapropriada dos itens de ensaio durante o transporte indicavam que a existência de um provedor nacional de EP para agrotóxicos em alimentos seria de extrema importância, principalmente sendo o mesmo já acreditado pela norma ISO/IEC 17025:2005.

Desde 2001, o Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos do INCQS vem atuando como provedor de EP nessa área e em 2011, como resultado de muitos esforços, foi obtido o reconhecimento segundo a norma ISO/IEC 17043:2011 como primeiro laboratório brasileiro provedor de EP para resíduos de agrotóxicos em hortifrutigranjeiros, avaliado pela Cgcre/Inmetro. Embora o Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos do INCQS seja acreditado como provedor de EP, também é necessária sua participação em rodadas de ensaio de proficiência e somente o consegue fazer com grandes esforços e dificuldades pois esses são provedores internacionais.

O INCQS - Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos - há muito trabalha segundo normas de qualidade reconhecidas internacionalmente como o SANCO (2014) e o *Codex Alimentarius* (2003), além da preocupação com a rastreabilidade de todos os dados gerados que possam influenciar no resultado expresso do ensaio.

O objetivo desse trabalho foi apresentar a experiência exitosa de um laboratório público no processo de acreditação em duas normas de qualidade fornecendo reconhecimento nacional e internacional. A ação é um incentivo às instituições públicas que buscam implementar o sistema da qualidade.

Material e Métodos

Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025

Alguns dos requisitos necessários à adequação dessa norma foram:

- 1) Implementação do sistema da qualidade, baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005;
- 2) elaboração de POPs (Procedimento Operacional Padrão) e Pus (Procedimento de Uso) para todos ensaios e equipamentos utilizados no escopo do laboratório;
- 3) treinamento de todas as pessoas envolvidas no ensaio e atividades inerentes a ele;
- 4) instalações laboratoriais adequadas a finalidade a que se destina;
- 5) vidrarias, balanças e outros equipamentos de medição calibrados e ou qualificados;
- 6) controle de todos os documentos e registros do laboratório;



- 7) métodos de ensaios validados com estimativa da incerteza da medição e garantias da qualidade do resultado de medição;
- 8) materiais de referência e insumos com certificados de análise;
- 9) rastreabilidade na medição;
- 10) auditorias internas anualmente;
- 11) participação em ensaios de proficiência.

Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043

Além dos itens necessários à norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 listados acima são necessários:

- 1) Implementação do sistema da qualidade do ensaio de proficiência, baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011, dentro do sistema de gestão da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005;
- 2) metodologia para estudo da homogeneidade e estabilidade do item de ensaio definidos, incluindo a estatística empregada para avaliação;
- 3) definição do método utilizado para determinação do valor de consenso e sua incerteza associada.

Resultados e Discussão

Na tabela 1 é apresentado o atual escopo de acreditação do Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos do INCQS pela norma ISO/IEC 17025:2005, incluindo uma extensão de escopo para inclusão da análise realizada por cromatografia líquida. E na tabela 2, o escopo reconhecido pela norma ISO/IEC 17043:2011.

Tabela 1 - Escopo de acreditação - ABNT NBR ISO/IEC 17025 do Laboratório de Resíduos de Agrotóxicos do INCQS (2015)

Área de atividade / Produto	Classe de Ensaio / Descrição do Ensaio
ALIMENTOS E BEBIDAS HORTIFRUTIGRANJEIROS	<p>ENSAIOS QUÍMICOS</p> <p>Determinação de resíduos de ditiocarbamatos por espectrofotometria por UV/VIS</p> <p>Determinação de resíduos de agrotóxicos por cromatografia gasosa das classes: dicarboximida, isoftalonitrila, organofosforado, organohalogenado, dinitroanilina, éter difenílico, clorociclodieno, piretróide, clorodifenilsulfona.</p> <p>Determinação de resíduos de agrotóxicos por cromatografia líquida das classes: dicarboximida, isoftalonitrila, organofosforado, organohalogenado, dinitroanilina, éter difenílico, clorociclodieno, piretroide, clorodifenilsulfona, acetamida, aciluréia, acilalaninato, amida, amilinopirimidina, anitida, benzamida, benzanilida, benzimidazol, benzoiluréia, benzotiazol, carbamato, carboxanilida, cloroacetanilida, diacihidrazina, dimetilcarbamato, espinosina, estrobilutina, éter piridiloxipropílico, feniluréia, fenilpirazol, fenilsulfamida, fosforotioato, fosforotioato de heterociclo, imidazol, imidazolinona, isoxazol, metilcarbamato, morfolina,</p>



	neonicotinóide, oxadiazina, oxima, pirazol, piridazinona, piridiminil carbinol, piridina, azometina, pirimidina, quinazolina, tetrazina, tiazolidinacarboxamida, triazina, triazinamina, triazol, uréia.
--	--

Tabela 2- Escopo de acreditação ABNT NBR ISO/IEC 17043 - Provedor de EP - INCQS / Programa de Ensaio de Proficiência em produtos sujeitos ao regime de Vigilância Sanitária (2015)

ÁREA DE ATIVIDADE OU GRUPO DE CALIBRAÇÃO E NOME DO PROGRAMA	FREQUENCIA	DESCRIÇÃO DETALHADA DO TIPO DE ITEM DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA
<u>ALIMENTOS E BEBIDAS</u>		
PROGRAMA DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA EM PRODUTOS SUJEITOS AO REGIME DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA		
Ensaio de proficiência de resíduos de agrotóxicos das classes: dicarboximida, isoftalonitrila, organofosforado, organohalogenado, dinitroanilina, éter difenílico, clorociclodieno, piretroide, clorodifenilsulfona, acetamida, aciluréia, acilalaninato, amida, amilopirimidina, anitida, benzamida, benzanilida, benzimidazol, benzoiluréia, benzotiazol, carbamato, carboxanilida, cloroacetanilida, diacihidrazina, dimetilcarbamato, espinosina, estrobilutina, éter piridiloxipropílico, feniluréia, fenilpirazol, fenilsulfamida, fosforotioato, fosforotioato de heterociclo, imidazol, imidazolinona, isoxazol, metilcarbamato, morfolina, neonicotinóide, oxadiazina, oxima, pirazol, piridazinona, piridiminil carbinol, piridina, azometina, pirimidina, quinazolina, tetrazina, tiazolidinacarboxamida, triazina, triazinamina, triazol, uréia.	Anual	Hortifrutigranjeiros contaminados com agrotóxicos

A tabela 3 apresenta os EPs coordenados pelo INCQS, incluindo os realizados em parcerias com outra instituição - Inmetro - em função de parcerias técnico-científicas ou de projetos financiados por agências de fomento.

Tabela 3 - Amostras controle e Ensaio de Proficiência organizados pelo INCQS no período de 2001 a 2015

Ano	Cultura	Analitos	Participantes	Código
2015	Morango	5	19	EP AGR10/15



2014	Goiaba	5	18	EP AGR09/14
2013	Pimentão	4	17	EP AGR08/13
2012	Maçã	4	21	EP AGR07/12
2011	Tomate	4	17	EP AGR06/11
2010	Maçã	3	22	EP AGR05/10
2010	Manga	1	15	INMETRO – 6º rodada
2009	Tomate	5	24	INMETRO – 5º rodada
2008	Mamão	5	27	INMETRO – 4º rodada
2007	Manga	5	21	INMETRO – 3º rodada
2006	Manga	1	14	INMETRO – 2º rodada
2005	Mamão	4	10	INMETRO – 1º rodada
2004	Tomate	4	6	INCQS.1.AG4
2004	Tomate e amostra controle	1	4	INCQS-AC06 a AC10
2003	Banana	1	15	INCQS.1.AG3
2003	Amostra controle	7	4	INCQS-AC05
2003	Morango	1	4	INCQS-AC04
2003	Tomate	7	4	INCQS-AC03
2003	Morango	<i>“incurred”</i>	4	INCQS-AC02
2003	Tomate	5	4	INCQS-AC01
2002	Tomate	10	17	INCQS.1.AG2
2001	Tomate	8	4	INCQS.1.AG1

Para atender o requisito da norma ISO/IEC 17025:2005, foi possível participar de duas rodadas de EP organizadas por um provedor internacional, demonstrando a competência do laboratório - INCQS-FIOCRUZ - nos ensaios realizados.

Conclusão

Independentemente da acreditação de um laboratório na norma seguida, esse é um processo contínuo o qual não finaliza com o reconhecimento alcançado. O esforço deve ser mantido não apenas pelos técnicos do laboratório e demais pessoas envolvidas, mas também na manutenção de um apoio financeiro visando a garantia da qualidade dos produtos e insumos necessários à execução das análises.

A acreditação do laboratório de resíduos de agrotóxicos do INCQS na norma ABNT NBR ISO/IEC 17043 como provedor de EP, permitiu aos laboratórios nacionais da área um avanço na capacidade de avaliar o seu sistema da qualidade. Essa acreditação contribuirá para o desenvolvimento do país pois trará maior confiança aos resultados nacionais, garantindo a saúde do consumidor, facilitando o comércio internacional e prevenindo barreiras técnicas.

Referências



Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO/IEC 17043: Avaliação de conformidade - Requisitos gerais para Ensaios de Proficiência. Rio de Janeiro: ABNT; 2011.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais sobre a competência dos laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT; 2005.

Codex Alimentarius. CAC/GL 40-1993: Guidelines on good laboratory practice in residue analysis. Rev 1-3. Rome: FAO/WHO Joint Publications, 2003.

DG-SANCO, European Commission. Guidance document on analytical control and validation Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed. Document No. SANCO/12571/2013; 01 Jan 2014:1-40.