

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA COMO FERRAMENTA DE GARANTIA DA QUALIDADE: RELATO DE CASO EM DETERMINAÇÃO DE RESÍDUOS DE AGROTÓXICOS

Sousa, L.V.; Bastos, L. H. P.; Cardoso, M. H. W. M.; Oliveira, A. C.

INCQS/FIOCRUZ. Departamento de Química, Laboratório de Alimentos – Setor de Resíduos de Agrotóxicos.

Av. Brasil, 4365, Manguinhos, Rio de Janeiro – RJ. CEP: 21.040-900

E-mail: ldesousa@aluno.fiocruz.br/contatolarissavenancio@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

1.1 GARANTIA DA QUALIDADE

A garantia da qualidade é um conjunto de ações sistemáticas necessárias para assegurar o desenvolvimento de um produto e/ou serviço com confiança no cumprimento de seus requisitos de qualidade de desenvolvimento. A norma ABNT ISO/IEC 17025 - cujo laboratório de Resíduos de Agrotóxicos (LRA) possui acreditação desde 2008 - dispõe sobre as atividades laboratoriais relacionadas à garantia da qualidade e é direcionada aos laboratórios que realizam ensaios e/ou calibrações. A acreditação do laboratório à norma assegura precisão e reprodutibilidade dos resultados dos ensaios aos clientes, aumentando confiança e credibilidade. Algumas das atividades que seguem a sistemática da garantia da qualidade são:

- Verificação de certificados de calibrações de vidrarias e equipamentos;
- Verificação de balanças analíticas e micropipetas;
- Registro de temperatura e umidade dos freezers, geladeiras e ambientes controlados;
- **Realização de Ensaios de Proficiência;**

1.2 PRODUÇÃO DE ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA

Para assegurar a validade dos resultados, a norma ABNT ISO/IEC 17025 requer monitoramento de desempenho por parte do laboratório através de estudos comparativos, preferencialmente ensaios de proficiência (EPs), ou seja, estudos interlaboratoriais utilizados como ferramenta de avaliação externa de competência técnica para os laboratórios, permitindo a identificação de possíveis falhas e melhorias. O LRA além de atuar como participante, é referência nacional como provedor de EPs, na área de resíduos de agrotóxicos em alimentos, possuindo também acreditação pela norma ABNT ISO/IEC 17043, o que reforça a confiança e validade de seus resultados na determinação de resíduos de agrotóxicos.

O LRA tem os hortifrutigranjeiros como principal grupo de análise, sua atuação se dá em conjunto com órgãos e instituições públicas e privadas. Em 2022, realizou o 16º EP AGR16/22 para Determinação de Resíduos de Agrotóxicos em Hortifrutigranjeiros, utilizando a matriz banana.

2. OBJETIVOS

- Elucidar o impacto positivo do Ensaio de Proficiência como ferramenta que reafirma a garantia da qualidade;
- Descrever as etapas realizadas para a rodada do Ensaio de Proficiência EP AGR 16/22 matriz banana;
- Abordar o desenvolvimento de outros projetos do laboratório.

3. ETAPAS DO EP AGR 16/22 – MATRIZ BANANA

O processo foi iniciado com a obtenção de uma matriz “branca”, ou seja, sem a presença dos agrotóxicos a serem analisados no ensaio. Para a verificação do branco da matriz, obteve-se banana proveniente de agricultura familiar da cidade de Nova Friburgo. Para isso, todas as unidades da fruta foram processadas (através de processamento em liquidificador industrial (Figura 1), e levadas à extração denominada QuEChERS (Figura 2), sendo a fase orgânica coletada e analisada por cromatografia líquida acoplada a espectrômetro de massas (CL/EM/EM) e cromatografia gasosa por micro captura de elétrons (CG/μDCE).

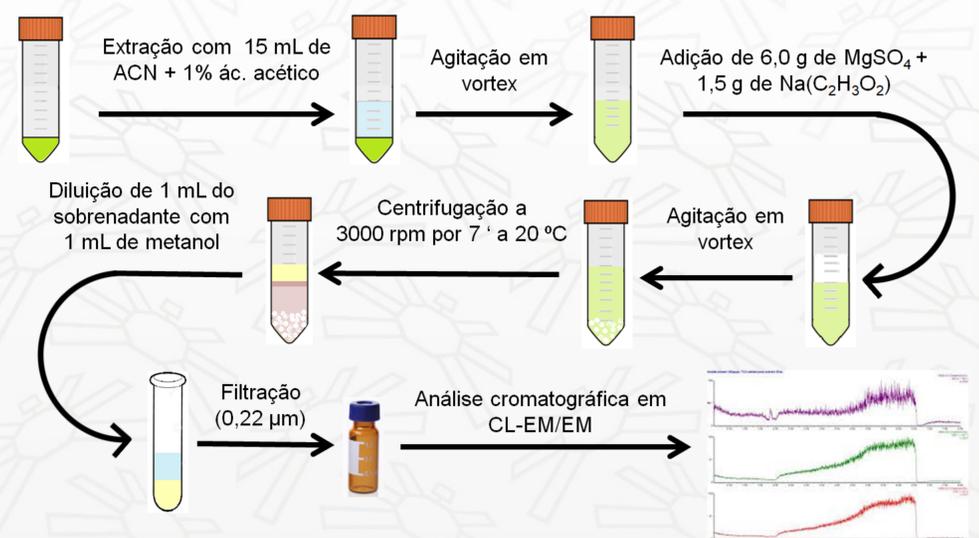
Figura 1: Matriz banana antes e após processamento



5. 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.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. ISO GUIA 35. “Materiais de Referência – Princípios Gerais e Estatísticos para Certificação.” Rio de Janeiro: ABNT; 2012.
- ISO 13528. “Statistical Methods for use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons.” Geneve: ISO - International Organization for Standardization, 2015.

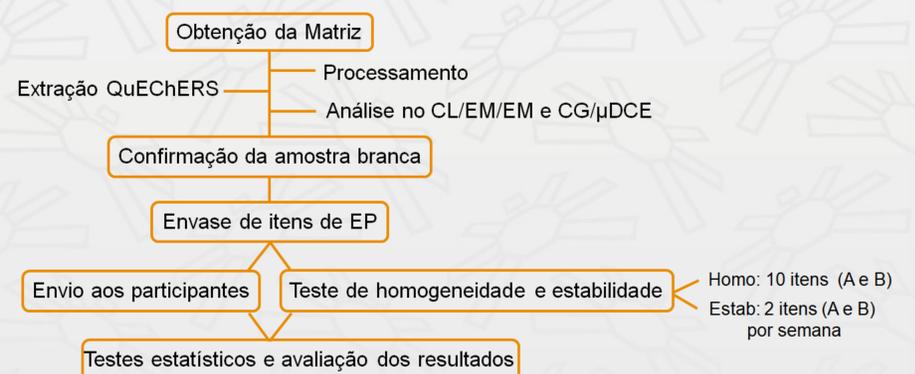
Figura 2: Fluxograma do método QuEChERS – para CL-EM/EM



Após confirmação da ausência de resíduos de agrotóxicos na composição da matriz, foram envasados itens de ensaio não fortificados e itens de ensaio fortificados com uma mistura de agrotóxicos previamente conhecida, ambos de massa $40 \pm 10g$. Os itens de ensaio fortificados foram submetidos a testes de homogeneidade e estabilidade (Figura 3).

Foram distribuídos um item não fortificado e um item fortificado para cada laboratório participante, para que realizassem as determinações analíticas, e seus respectivos resultados foram submetidos a testes estatísticos segundo a norma ISO 13528 e a ISO GUIA 35, para confirmar a acurácia dos resultados.

Figura 3: Fluxograma de preparo de Ensaio de Proficiência



4. OUTROS TRABALHOS E CONSIDERAÇÕES FINAIS

- Determinação de resíduos de agrotóxicos em tomates – Tomatec/EMBRAPA.
- Atualmente é desenvolvido no laboratório um projeto piloto de EP com utilização de liofilização no seu processo de preparo, objetivando maior estabilidade dos itens envasados.

Estar no LRA está sendo um ponto essencial em minha carreira, aqui obtenho aprendizados diários sobre práticas laboratoriais, normas, gestão da qualidade, validação de métodos, equipamentos essenciais e outros tantos assuntos que me fazem não só ganhar bagagem de conhecimento analítico para meu futuro profissional, mas também me fazem compreender a importância deste laboratório, e de todo INCQS, como referência nacional de Vigilância Sanitária.

O controle de Qualidade aqui realizado contribui para a manutenção de saúde e bem-estar de toda população.

AGRADECIMENTOS

