

**FIJAMO GERALDO LOURENÇO**

**IMPLEMENTAÇÃO DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE SEGUNDO A  
ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 NO LABORATÓRIO DE CONTROLE DA  
QUALIDADE DE ÁGUA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, para obtenção de título de *Magister Scientiae*.

Orientador: Renata Pereira Lopes Moreira

Coorientador: André Fernando de Oliveira

**VIÇOSA-MINAS GERAIS  
2023**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade  
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

L892i  
2023  
Lourenço, Fijamo Geraldo, 1988-  
Implementação do Sistema de Gestão da Qualidade  
segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 no Laboratório de  
Controle da Qualidade de Água / Fijamo Geraldo Lourenço. –  
Viçosa, MG, 2023.  
1 dissertação eletrônica (97 f.): il. (algumas color.).

Inclui apêndices.

Orientador: Renata Lopes Moreira Pereira.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,  
Departamento de Química, 2023.

Referências bibliográficas: f. 78-85.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2023.698>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Controle de qualidade da água. 2. Laboratórios de  
química. 3. Fósforo. I. . II. Universidade Federal de Viçosa.  
Departamento de Química. Programa de Pós-Graduação em  
Agroquímica. III. Título.

CDD 22. ed. 628.3

**FIJAMO GERALDO LOURENÇO**

**IMPLEMENTAÇÃO DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE SEGUNDO A  
ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 NO LABORATÓRIO DE CONTROLE DA  
QUALIDADE DE ÁGUA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, para obtenção de título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 20 de outubro de 2023

Assentimento:

  
Fijamo Geraldo Lourenço  
Autor

  
Renata Pereira Lopes Moreira  
Orientadora

*Aos meus Pais, Amimo Tete Boronge e Geraldo Lourenço (**saudoso**) que sempre estiveram ao meu lado, apoiando-me e acreditando no meu potencial.*

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar gostaria de agradecer a Deus pelo dom da vida, pela saúde que me tem concedido, pela força e energia proporcionada para a realização do presente trabalho.

A minha orientadora, Professora Doutora Renata Pereira Lopes Moreira, pela oportunidade que me concedeu para tornar possível a realização deste trabalho, pela paciência, atenção, incentivo, apoio e confiança que depositou em mim, desde o primeiro contato até a concessão da carta de aceitação, antes mesmo da minha vinda ao Brasil, o meu muito obrigado.

Ao Professor Doutor André Fernando de Oliveira, coorientador deste trabalho, por ter criado a oportunidade de desenvolvimento do trabalho e por contribuir diretamente com a construção do mesmo com pontos de vista enriquecedores, o meu muito obrigado.

À doutoranda Anna Luísa Ribeiro Miguel, que contribuiu direta e enormemente para que este trabalho completasse todas as etapas propostas. Sem dúvidas, não teria sido possível sem a sua dedicação, seu interesse e sua contribuição. E, por ter abraçado uma ideia e a tornado concreta. Obrigado pela parceria, Anna!

Agradeço à toda a equipe da Divisão de Água e Esgoto (DAG) da Universidade Federal de Viçosa (UFV) em especial ao Eng. João Francisco de Paula Pimenta o responsável da divisão, da Estação de Tratamento de Água (ETA) e o Coordenador do Laboratório de Controle de Qualidade de Água (LCQA). Agradeço à equipe do Laboratório de Controle de Qualidade de Água (LCQA), onde foi o campo de estudo, especialmente aos técnicos: Doutorando Guilherme Mateus Bousada e o Eng. Janderson Badim Bepler (**o ilustre**). Agradeço à toda equipe dos operadores da Estação de Tratamento de Água (ETA) e os colegas estagiários. Primeiro, pela oportunidade oferecida do estágio de conclusão de curso, no qual pude ter contato com o tema deste trabalho que tanto me identifiquei. Segundo, agradeço a parceria durante o projeto que contribuiu para tornar este trabalho mais completo e complementar do Laboratório de Controle de Qualidade de Água de consumo da Universidade Federal de Viçosa (UFV) e por fim, por ter me recebido como irmão, já estou com saudades de vocês todos.

Aos membros da banca, por terem se disponibilizado a contribuir com o trabalho, por meio do conhecimento e vasta experiência com o assunto.

Aos todos amigos-colegas do LANAQUA a nossa casa, por tanto conhecimento compartilhado nos momentos de café, reuniões do grupo e em muitos outros momentos bons passados.

Ao Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, pelo suporte e estrutura oferecidos. Aos colaboradores do Departamento de Química por estarem sempre presente e disponíveis a ajudar o que estivesse ao alcance.

À Marcela Maria de Castro Campos, Auditora Fiscal Federal Agropecuária do Laboratório Federal de Defesa Agropecuária (LFDA) no Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) e Doutor Nilton Couto, técnico responsável pelas análises de Metais no Laboratório de Contaminantes e Metais (LCM) da Fundação Ezequiel Dias (FUNED) na Cidade de Belo Horizonte em Minas Gerais, pela boa recepção, a orientação nas atividades e o treinamento sobre a interpretação da ABNT NBR ISO/IEC 17025 durante o período do meu estágio, o meu muito obrigado!

Ao Instituto de Investigação Agrário de Moçambique (IIAM) no Centro Zonal Nordeste (CZnd) em especial ao Professor Doutor António Chamuene o Delegado do Centro Zonal Nordeste –(CZnd) e meu chefe do Setor de Laboratório de Análises de Solos e Plantas, Professor Doutor Momade Mamudo Ibraimo Investigador Coordenador no Posto Agronómico (PAN) dentro do Centro Zonal Nordeste (CZnd), pelas cartas de recomendação que me foram concedidas, de forma a que conseguisse participar do concurso à bolsa de estudo.

Ao Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) no convênio com Ministério da Ciência e Tecnologia (MCT) de Moçambique (CNPq/MCT-MZ), processo número: 164364/2021-8, pelo apoio financeiro.

Enfim, a todos que direta ou indiretamente deram sua contribuição para tornar possível a efetivação do presente trabalho.

*“Deus quer, Homem sonha e a Obra nasce”.*  
*Fernando Pessoa*

## RESUMO

LOURENÇO, Fijamo Geraldo, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, outubro de 2023. **Implementação de Sistema de Gestão da Qualidade segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 no Laboratório de Controle da Qualidade de Água (LCQA).** Orientadora: Renata Pereira Lopes Moreira. Coorientador: André Fernando de Oliveira.

A confiabilidade dos resultados produzidos em laboratórios de ensaio é essencial para tomada de decisões que possam garantir a segurança, saúde pública, proteção ambiental, entre outros. Portanto, faz-se necessário adotar Sistemas de Gestão de Qualidade (SGQ), os quais podem ser baseados na ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Tal sistema é uma ferramenta utilizada para garantir a conformidade de laboratórios com níveis reconhecidos internacionalmente, tanto em competência técnica e gestão dos resultados, visando reduzir erros, otimizar seus processos e garantir a confiabilidade e segurança dos dados gerados. Neste contexto, este trabalho teve como objetivo adequar o SGQ do Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA) à norma citada anteriormente, tomando como referência a validação de três métodos: Determinação de Demanda Química de Oxigênio (DQO) (concentração alta e baixa) e Determinação de Fósforo Total (P-total). Inicialmente, foi aplicado um questionário aos funcionários do LCQA para levantamento do fluxo do processo e de funcionamento. A partir daí foram definidas as ações necessárias para adequar aos requisitos da norma, como (1) elaboração e/ou adequação dos documentos do SGQ do laboratório, (2) codificação dos equipamentos, reagentes e materiais, considerando a rastreabilidade, (3) elaboração de procedimentos de verificação de equipamentos críticos no desempenho dos métodos de análise e elaboração de cartas-controle e (4) validação dos três métodos. A partir dos resultados, foi possível elaborar um método com uma gestão de dados que garanta a rastreabilidade metrológica, de acordo com os requisitos da norma. Os resultados de verificação apresentaram-se satisfatórios, embora sejam sugeridas calibrações dos equipamentos ao INMETRO. Os métodos apresentaram os valores de coeficientes de 85,0 – 99,0% para DQO-baixa, de 80,0 – 108,3% para DQO alta e de 97,8 – 110,5% para P-total, por isso, algumas pequenas inconsistências como exatidão e precisão que não atendem aos requisitos mínimos de qualidade. Portanto, são sugeridos treinamentos com a equipe. Por fim, pode-se concluir que foram obtidos grandes avanços na adequação do SGQ do LCQA baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

**Palavras-chave:** Demanda Química de Oxigênio (DQO). Determinação de Fósforo Total.  
Validação de Métodos.

## ABSTRACT

LOURENÇO, Fijamo Geraldo, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, October 2023. **Implementation of a Quality Management System according to ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 in the Water Quality Control.** Advisor: Renata Pereira Lopes Moreira. Co-advisers: André Fernando de Oliveira.

The reliability of the results produced in testing laboratories is essential for making decisions that can guarantee safety, public health, environmental protection, among others. Therefore, it is necessary to adopt Quality Management Systems (QMS), which can be based on ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Such a system is a tool used to guarantee the compliance of laboratories with internationally recognized levels, both in technical competence and results management, aiming to reduce errors, optimize their processes and guarantee the reliability and security of the data generated. In this context, this work aimed to adapt the QMS of the Water Quality Control Laboratory (LCQA) to the previously mentioned standard, taking as a reference the validation of three methods: Determination of Chemical Oxygen Demand (COD) (high and low concentration) and Determination of Total Phosphorus (P-Total). Initially, a questionnaire was administered to LCQA employees to survey the process flow and operation. From there, the necessary actions were defined to adapt to the standard's requirements, such as (1) preparation and/or adaptation of the laboratory's QMS documents, (2) coding of equipment, reagents, and materials, considering traceability, (3) preparation of verification procedures for critical equipment in the performance of analysis methods and preparation of control charts and (4) validation of the three methods. Based on the results, it was possible to develop a method with data management that guarantees metrological traceability, in accordance with the requirements of the standard. The verification results were satisfactory, although equipment calibrations are suggested by INMETRO. The methods presented coefficient values of 85.0 – 99.0% for low COD, 80.0 – 108.3% for high COD and 97.8 – 110.5% for P-Total. Therefore, some small inconsistencies such as accuracy and precision that do not meet the minimum quality requirements. Therefore, training with the team is suggested. Finally, it can be concluded that great advances were made in adapting the LCQA QMS based on the ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 standard.

**Keywords:** Chemical Oxygen Demand (COD). Determination of Total Phosphorus. Validation of Methods.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Evolução do conceito da qualidade.....	18
Figura 2: O ciclo do PDCA. ....	21
Figura 3: A relação entre o Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ), Garantia de Qualidade (GQ) e Controle da Qualidade (CQ).....	25
Figura 4: Estrutura geral do fluxo dos Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio segundo a ISO/IEC 17025:2017. Entre parênteses está o item segundo a norma. ....	27
Figura 5: Pirâmide de documentos e registros do Sistema de Gestão da Qualidade.....	28
Figura 6: O Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica-CGQA.....	32
Figura 7: Pontos de coleta de amostras (a) Unidade de Ensino Pesquisa e Extensão (UEPE) da Suinocultura, estação de melhoramento na saída para DQO (b) Lagoa da FUNARBE-Captação para P-Total. ....	44
Figura 8: Representação do organograma da Pró-reitora de Administração da UFV.....	48
Figura 9: Funcionograma do Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA) em DAG.. .....	50
Figura 10: Imagem panorâmica da ETA-UFV.....	51
Figura 11: Representação da planta baixa do edifício do LCQA/DAG/UFV.....	53
Figura 12: Imagem atual do Laboratório de Física-Química-I.....	54
Figura 13: Imagem atual do Laboratório de Física-Química-II.....	54
Figura 14: Imagem atual do Laboratório de Microbiologia.....	55
Figura 15: Apresentação do gráfico de distribuição dos resíduos das massas obtidas em relação ao valor padrão.....	61
Figura 16: Cartas controle tipo X-barra e Carta controle R obtidas para balança. (a) e (b) para peso-padrão 0,0200 g; (c) e (d) para peso-padrão 100,0000 g, respectivamente.....	61
Figura 17: Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.1-I-001 (Capacidade:1,00 mL).....	63
Figura 18: Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.1-I-002 (Capacidade: 1,00 mL).....	64
Figura 19: Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.5-III-007 (Capacidade:5,00 mL).....	64
Figura 20: Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.10-II-008 (Capacidade:10,00 mL).....	65

Figura 21: Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do espectrofotômetro no comprimento de onda máxima 520 nm. ....	66
Figura 22: (a) Curvas analíticas em solvente e na presença de matriz para DQO-baixa (b) Gráficos de resíduos.....	69
Figura 23: As curvas analíticas do solvente obtidas por cada analista para DQO-baixa. ....	70
Figura 24: O Gráfico tipo Box-Plot para os resíduos obtido para os três analistas.....	70
Figura 25: (a) Curvas analíticas em solvente e na presença de matriz para DQO-alta realizada pelo Analista 3. (b) Gráfico de resíduos. ....	73
Figura 26: Comportamento das curvas analíticas obtidas pelos analistas. (a) curva analítica obtida por um analista (b) gráficos de resíduos considerando um modelo linear e um quadrático. ....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Sistemas de gestão da qualidade (SGQ) aplicáveis a laboratórios e suas diferenças.....	25
Tabela 2: Equações dos limites de controle das cartas controle X-barra e R.....	41
Tabela 3: Reagentes que foram utilizados neste trabalho.....	42
Tabela 4: Equipamentos/materiais utilizados na execução do procedimento analítico e nos estudos de validação de método .....	42
Tabela 5: Análises físico-químicas realizadas pelo Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA).....	51
Tabela 6: Etiquetas autocolantes que identificam o estado de operacionalidade dos equipamentos.....	59
Tabela 7: Parâmetros das cartas controle da balança analítica LCQA/SP/Balança-001.....	60
Tabela 8: Parâmetros das cartas controle das pipetas calculados a partir do volume .....	63
Tabela 9: Parâmetros das cartas controle do espectrofotômetro (LCQA-FQ-II-EAM-UV-005). .....	65
Tabela 10: Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no DQO baixa .....	67
Tabela 11: Resultados dos estudos de exatidão (Recuperação), repetibilidade (CV*) e precisão intermediária (CV*) em curva analítica em matriz .....	71
Tabela 12: Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no DQO alta .....	72
Tabela 13: Resultados dos estudos de veracidade (Recuperação), repetibilidade (CV*) e precisão intermediária (CV*) em curva analítica em matriz.....	73
Tabela 14: Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no P-total .....	75
Tabela 15: Resultados dos estudos de veracidade (Recuperação), repetibilidade (CV*) e precisão intermediária (CV*) em curva analítica em matriz.....	75

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	15
1.1. OBJETIVOS .....	17
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	18
2.1. Breve histórico da Qualidade .....	18
2.1.1. Era da inspeção (1900) .....	18
2.1.2. Era do controle estatístico do processo (1930) .....	19
2.1.4. Era da qualidade total (1970) .....	20
2.2. A Qualidade em Laboratórios .....	22
3.2.1. Sistemas de gestão da qualidade aplicáveis a laboratórios .....	22
2.3. Indicadores da Qualidade .....	28
2.3.1. A Importância da Aplicação dos Indicadores da Qualidade .....	29
2.3.2. O Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica (AQAC) .....	30
2.3.3. Validação de Métodos .....	33
2.4.1. Métodos analíticos empregados em análise de água .....	37
2.4.1.1. Demanda química de oxigênio (DQO) .....	37
Determinação direta (90.00 a 900.00 mg O <sub>2</sub> /L) .....	37
Determinação indireta ( $\leq$ 90.00 mg O <sub>2</sub> /L) .....	38
2.4.1.2. Determinação de Fósforo Total - P-Total .....	38
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	39
3.1. Etapa Teórica .....	39
3.2. Etapa Experimental .....	40
3.2.1. Verificação de equipamentos .....	40
3.2.2. Validação de métodos .....	42
3.2.2.1. Padrões e reagentes .....	42
3.2.2.2. Equipamentos .....	42
3.2.2.3. Preparo de Soluções .....	43
3.2.2.4. Obtenção das amostras .....	43
3.2.2.5. .... Determinação da Demanda Química de Oxigênio (DQO) em amostras de efluentes .....	44
3.2.2.6. . Determinação de fósforo total em amostras de água do manancial na lagoa da de água superficiais .....	46
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	47
4.1. Organograma da Pró-reitora de Administração da UFV .....	47
4.2. Organograma da Divisão de Água e Esgoto (DAG) .....	49

4.3. Compra de equipamentos, reagentes e materiais consumíveis do LCQA .....	55
4.4. Registro de bens patrimoniais do LCQA .....	56
4.5. Base de dados de equipamentos, materiais e reagentes .....	57
4.6. Verificação de equipamentos .....	59
4.6.2. Verificação de pipetas automáticas de volume variável .....	62
4.6.3. Verificação do Espectrofotômetro UV/Vis .....	65
4.7. Validação de métodos .....	66
4.7.1. Método de determinação de DQO em baixa concentração .....	66
4.7.2. Método de determinação de DQO em alta concentração .....	71
4.7.3. Método de determinação de Fosforo-Total (P-Total) .....	73
5. CONCLUSÃO .....	77
SUGESTÕES DE MELHORIAS E ETAPAS FUTURAS .....	77
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	78
APÊNDICES .....	86
Apêndice A: Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 2017:2017. ....	86-95
Apêndice B: Lista mestra com os documentos citados nesta dissertação .....	95-98

## 1. INTRODUÇÃO

A implementação efetiva de um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) em laboratórios traz consigo uma série de benefícios. Além de simplificar as operações e processos internos, reduzir o tempo de execução dos ensaios e minimizar desperdícios e custos de aquisição, o SGQ impulsiona a produtividade e estimula a inovação, abrindo caminho para a ampliação de operações, processos e a exploração de novos mercados. (DUARTE; MULLER e SPANEMBERG, 2021; MIGUEL; MOREIRA e DE OLIVEIRA, 2021).

Contudo, devido à natureza diversificada dos serviços prestados por diferentes tipos de laboratórios, como calibração e ensaio, a implementação do SGQ pode se deparar com desafios. As interpretações variadas por parte dos gestores das instituições, assim como de auditores internos e externos, podem resultar em SGQs complexos ou excessivamente simplificados. Esses fatores têm um impacto direto no sucesso ou fracasso da implementação do SGQ e por consequência na obtenção de acreditação, bem como da certificação pelo INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia) (ENGELHARD; FELLER e NIZRI, 2003, OLIVARES e LOPES, 2012).

Neste cenário, a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 visa apresentar os requisitos necessários para a implementação bem-sucedida de um SGQ. Na norma, adota-se uma abordagem baseada em processos, com foco na competência técnica. Ela é dividida em cinco seções principais, descritas a seguir:

- **Requisitos Gerais:** Esta seção aborda a imparcialidade e a confidencialidade dos dados obtidos ou gerados durante as atividades do laboratório;
- **Requisitos de Estrutura:** Nesta, são abordadas as características organizacionais do laboratório. Isso inclui a sua definição como uma entidade legal responsável por suas atividades, bem como a definição da estrutura organizacional, os relacionamentos entre o pessoal, a cadeia de responsabilidades e a comunicação sobre o sistema de gestão;
- **Requisitos de Recursos:** Essa seção trata da disponibilidade dos recursos necessários para a gestão e desempenho das atividades laboratoriais. Isso inclui pessoal qualificado, instalações adequadas, equipamentos adequados, sistemas e serviços de apoio necessários para garantir a qualidade dos resultados;

- **Requisitos de Processo:** Aqui são abordados os requisitos relacionados à análise crítica de pedidos, propostas e contratos com os clientes (clientes são todos os indivíduos, entidades ou instituições que podem demandar serviços ao laboratório);
- **Requisitos do Sistema de Gestão:** Nesta seção, é enfatizada a necessidade de o laboratório estabelecer, documentar, implementar e manter um sistema de gestão que seja capaz de apoiar e demonstrar o cumprimento consistente dos requisitos da norma. Isso inclui a definição de processos, procedimentos e controles para garantir a qualidade dos resultados do laboratório.

Para que o processo de implementação de um SGQ seja facilitado, é fundamental que a documentação essencial do laboratório seja elaborada de maneira clara, concisa e conforme as exigências normativas. Desta maneira, é possível assegurar a qualidade dos resultados (ABNT, 2017; LIMA, 2018; MIGUEL, MOREIRA e DE OLIVEIRA, 2021), além de demonstrar o atendimento à ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Neste contexto, o presente trabalho visa apresentar o processo estratégico de implementação do SGQ em um Laboratório de Rotina dentro de uma Universidade Federal, com suas particularidades, facilidades e fatores complicadores, preparando-o para a acreditação de ensaios junto ao INMETRO. O SGQ selecionado foi aquele definido pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

## **1.1. OBJETIVOS**

### **1.1.1. Objetivo Geral**

Adequação do SGQ, segundo os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 em um laboratório de rotina, tendo como estudo de caso o Laboratório de Controle da Qualidade de Água (LCQA) da Estação de Tratamento de Água (ETA) da Universidade Federal de Viçosa (UFV).

### **1.1.2. Objetivos Específicos**

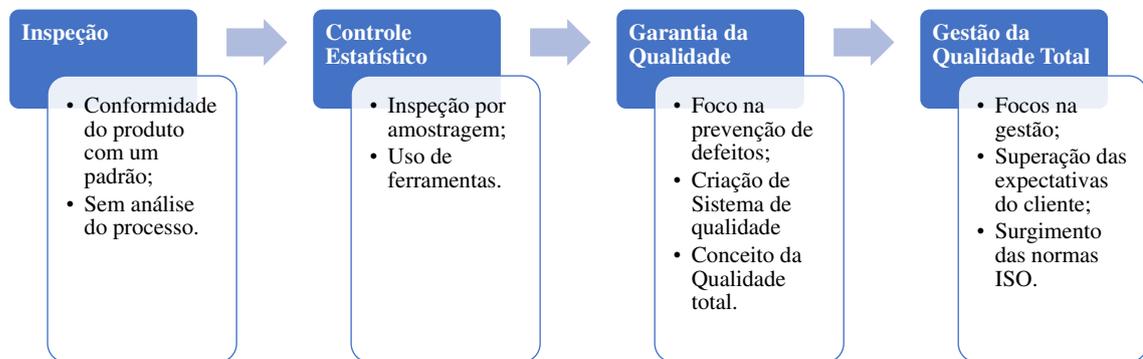
- Fazer o levantamento do fluxo de processo atual do funcionamento do LCQA;
- Definir as ações necessárias para adequar aos requisitos da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017;
- Elaborar e/ou adequar os documentos do SGQ do laboratório;
- Apresentar um sistema de classificação dos equipamentos (reagentes e materiais) considerando a rastreabilidade;
- Elaborar cartas de controle para os equipamentos necessários para os métodos a serem validados;
- Validar os métodos de Determinação de Fósforo Total em amostras de água e Determinação de Demanda Química de Oxigênio (DQO) em efluente.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Breve histórico da Qualidade

Ao longo da história, a preocupação com a qualidade de bens e serviços frequentemente esteve no centro das atenções da humanidade. Desde tempos antigos, as sociedades se preocupavam em inspecionar os produtos e serviços que recebiam em trocas comerciais. Um exemplo disso é o Código de Hamurabi (2150 a.C), que estabelecia punições severas para construtores cujas casas desabassem e causassem a morte de seus moradores. Na Fenícia (500 a.C), inspetores poderiam amputar a mão de fabricantes de produtos defeituosos que não estivessem dentro das especificações governamentais (LIMA, 2018). Portanto, a busca pela qualidade não é um conceito novo.

No entanto, o conceito de qualidade tem sido associado cada vez mais aos aspectos gerenciais e estratégicos, com foco em resultados confiáveis. Essa abordagem mais recente pode ser dividida em quatro eras: Inspeção, Controle Estatístico, Garantia da Qualidade e Gestão da Qualidade Total (GARVIN, 1992), conforme ilustrado de forma simplificada na Figura 1.



**Figura 1:** Evolução do conceito da qualidade. Adaptado. **Fonte:** LIMA, 2018. p.11

#### 2.1.1. Era da inspeção (1900)

Até o final do XVIII, ou seja, no período anterior à Revolução Industrial, os bens eram fabricados estritamente por artesãos e a inspeção dos produtos era realizada de maneira informal. Assim, os artesãos eram os responsáveis pelo produto e pela qualidade final. Os atributos de um produto eram examinados, medidos ou testados, a fim de assegurar a sua conformidade. O foco principal estava na detecção de eventuais defeitos de fabricação, sem

haver uma metodologia preestabelecida. Essa fase prevaleceu por muitos anos, não havendo uma análise crítica das causas do problema ou dos defeitos (GARVIN, 2002). A partir de modelos de produção tais como os propostos por Taylor e depois por Ford (1913), em 1922, G. S. Radford, demonstrou a importância das atividades de inspeção relacionando-as ao controle da qualidade e considerando-as como função independente, com a publicação da obra *The Control Quality Manufacturing* (LIMA, 2018).

### **2.1.2. Era do controle estatístico do processo (1930)**

A era do Controle Estatístico da Qualidade surgiu durante a 2ª Guerra Mundial, concomitantemente ao fim da Segunda Revolução Industrial. A produção em massa, com milhares de produtos saindo da linha de produção, tornava impraticável a inspeção individualizada. Além disso, existia a grande demanda do exército americano por armamentos e munição, com níveis de qualidade aceitáveis, fornecidos por vários fornecedores. Assim, houve investimento em treinamentos para a utilização de gráficos de controle de processo. A introdução do controle estatístico permitia selecionar amostras representativas em todo o lote, sem ser necessário avaliar os produtos um a um.

A estatística foi aplicada ao controle de qualidade pela primeira vez em 1924 por Shewhart, na Bell Laboratories, criando-se as cartas de controle. O seu livro *Economic Control of Quality of Manufactured Product*, publicado em 1934, deu um caráter científico à disciplina de qualidade. A partir de 1940, as técnicas de amostragem foram desenvolvidas, sendo utilizadas até hoje (KOLB & HOOVER; 2012; LIMA, 2018). Métodos de planejamento de experimentos multivariados também foram desenvolvidos, por Taguchi (Japão), G. Box (Reino Unido), Rao (Índia), etc. e visavam acelerar a melhoria dos processos, pois estes métodos ajudam a fazer a projeção das atividades a executar ao longo de experimento.

### **2.1.3. Era da garantia da qualidade (1950)**

Após a 2ª Guerra Mundial, houve grandes mudanças no cenário mundial, além de um impacto marcante na disseminação dos conceitos de controle estatístico de qualidade. Neste período, a qualidade passou a ser uma disciplina voltada para o gerenciamento (GARVIN 1992). No ano de 1956, Armand V. Feigenbaum formulou e sistematizou os princípios do Controle de Qualidade Total (Total Quality Control-TQC), que havia sido proposto, na prática, cujo objetivo básico era o de criar um controle preventivo, desde o início do projeto do produto até a sua entrega final ao cliente, com base em um trabalho multifuncional (LIMA, 2018).

A partir dos trabalhos de William Edwards Deming (em 1954) e mais tarde, Joseph Moses Juran, a concepção de qualidade industrial atingiu um novo patamar. Um exemplo do sucesso dessa concepção foi a sua aplicação por Deming nas indústrias japonesas, que haviam sido dizimadas durante a 2ª Guerra Mundial. Em pouco tempo as indústrias japonesas tornaram-se famosas por produtos de elevada qualidade.

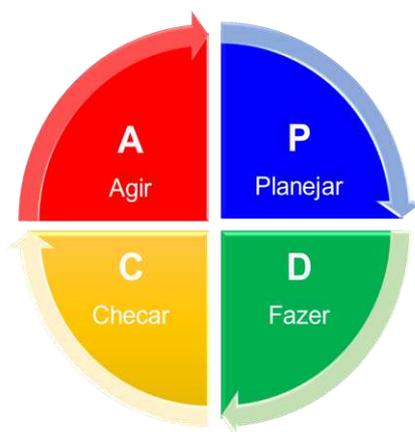
O trabalho de Juran foi baseado na trilogia: “planejamento, controle e melhoria de qualidade”. Este último termo envolve ações proativas visando o refinamento do processo. Até então, as atividades relacionadas à qualidade tentavam garantir a perfeição técnica ao produto. Essa nova abordagem relacionava a satisfação do cliente à adequação ao uso do produto. A responsabilidade pela qualidade passou a compreender toda a organização, ou seja, todos os funcionários, de todos os níveis hierárquicos, deveriam estar envolvidos e comprometidos com as atividades de melhoria da qualidade (JURAN; 1979). Além disso, o enfoque, até então quase que exclusivamente corretivo (separação de produtos defeituosos), passa a ter forte conotação preventiva.

#### **2.1.4. Era da qualidade total (1970)**

Na década de 1970, pode-se considerar que havia uma hegemonia dos produtos japoneses em relação à qualidade. As indústrias e governos ocidentais começaram a reagir ao iniciar o período conhecido como “Era da Gestão da Qualidade Total”. Nesse período a principal característica era o foco no cliente e nos processos de gestão. Nesse período, novos conceitos de qualidade são propostos por Shingo, por Crosby, por Taguchi. Desse modo, a qualidade passou a ser vista não apenas como um mecanismo de prevenir defeitos e minimizar perdas, mas também como uma maneira de agregar valor aos produtos, diferenciando-se da concorrência ao incorporar uma determinada vantagem competitiva. A qualidade deveria permear por toda a organização e não ficar restrita à linha de produção. Nesse momento, surge o conceito de cliente interno. Em decorrência desse fato, verificou-se, também, que o relacionamento entre organização e fornecedores deveria mudar e passar para um trato entre parceiros e não entre adversários (LIMA, 2018). As maiores mudanças consistiram em treinamentos em qualidade para gerentes e demais funcionários, em planejamento da organização com foco nos objetivos da qualidade e na criação de indicadores para medir e acompanhar o progresso, as metas e os resultados (LIMA, 2018).

As mudanças citadas anteriormente formam os Sistemas de Gestão, cuja função era estruturar a organização com foco na qualidade. Alguns desses sistemas relevantes foram o *Total Quality Control* (TQC), o *Total Quality Management* (TQM) e a ISO 9001. Vale acrescentar que, após a explosão do processo de certificações ISO, principalmente a ISO 9000 e a ISO 4000, seguidas dos prêmios nacionais de qualidade, a qualidade passou a ser considerada uma linguagem internacional de negócios (LIMA, 2018).

Os requisitos da gestão da qualidade total possuem uma série de semelhanças com a ISO 9001 como, por exemplo, o foco no cliente, a importância do desenvolvimento de recursos humanos, gerência participativa, aperfeiçoamento contínuo (destacado pelo conceito PDCA (Planejar, Fazer, Checar e Agir) adotado na ISO 9001), delegação de responsabilidades e disseminação de informações. O ciclo PDCA (Figura 2) é uma ferramenta de gestão que visa promover a melhoria contínua dos processos, voltando-se para a causa do problema e não para as consequências. Assim, torna-se possível otimizar os planos de ações para atingir os resultados desejados com mais eficácia e qualidade.



**Figura 2:** O ciclo do PDCA. **Adaptado:** ABNT NBR ISO 9001

No Brasil, a preocupação com a qualidade ganhou destaque na década de 1980. Porém, somente com a abertura da economia ao mercado mundial em 1990, foi que as empresas brasileiras passaram a enxergar e a sentir a necessidade de aumentar a sua produtividade e qualidade, de modo a sobreviverem no mercado globalizado. Esse período marcou o início de uma nova era da qualidade, impulsionada pela expansão da globalização e a demanda por normas internacionalmente reconhecidas.

Além do início da utilização das normas ISO 9000, a década de 90 trouxe o *Programa Brasileiro de Qualidade e Produtividade*, criado pelo Governo Federal para auxiliar na

competitividade dos produtos brasileiros. A partir desse momento, vários estados do Brasil implementaram programas de qualidade e produtividade, buscando fortalecer suas indústrias e se alinhar aos padrões internacionais (LIMA, 2018).

## 2.2. A Qualidade em Laboratórios

### 3.2.1. Sistemas de gestão da qualidade aplicáveis a laboratórios

Existem diferentes tipos de laboratórios, que podem ser agrupados como:

- i.* **Laboratórios de ensaio:** concentram-se na realização de testes e análises para determinar propriedades e características de amostras;
- ii.* **Laboratórios de calibração:** realizam testes e comparações entre os resultados obtidos por instrumentos e equipamentos de medição e um padrão de referência conhecido (DOS SANTOS, 2009).

**Nota:** É interessante observar que as definições de Laboratórios de Ensaio e Laboratórios de Calibração podem englobar laboratórios de ensaios mecânicos, físico-químicos, químico-analíticos, clínicos, entre outros.

Há também uma subclassificação em relação aos ensaios clínicos, uma vez que outros tipos de cuidados são exigidos. Por exemplo, os laboratórios clínicos realizam uma ampla gama de exames biológicos, microbiológicos, químicos, patológicos e outros, utilizando amostras ou materiais obtidos de pacientes. Seu principal objetivo é avaliar doenças, monitorar condições de saúde e fornecer informações relevantes para diagnóstico e tratamento. Ainda que ensaios químicos sejam realizados, as matrizes envolvidas e os tipos de riscos exigem um tratamento diferenciado em relação à Laboratórios de Análises Químicas (LOPES, et al., 2014).

Assim como em outras empresas, os laboratórios também têm a responsabilidade de satisfazer seus clientes e atender às suas expectativas por meio da entrega de resultados confiáveis e um bom atendimento. Nesse contexto, a busca pela qualidade nos laboratórios percorre diferentes estágios: **Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ)** que trata de provisões baseadas em probabilidades fixas, onde a **Garantia da Qualidade (GQ)** e **Controle da Qualidade (CQ)**, servem como inferir essas probabilidades com base nos dados observados (MLODINOW, 2009).

### 2.2.2. Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ)

O Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) pode ser definido como um sistema adotado para que produtos sejam produzidos com a mesma característica e os serviços sejam prestados com um mesmo padrão de atendimento e técnica, a fim de assegurar o atendimento às expectativas e às necessidades do cliente (LOPES, et al., 2014 e OLIVARES, 2019). Segundo a ISO 9000 (2015), um SGQ compreende atividades pelas quais a organização identifica seus **objetivos** e determina os **processos** e os **recursos** necessários para alcançar os resultados desejados.

#### **2.2.2.1. Garantia da qualidade**

A Garantia da Qualidade é a parte da gestão da qualidade focada em prover confiança de que os requisitos da qualidade serão atendidos. Algumas das tarefas da Garantia da Qualidade são mostradas abaixo (LIMA, 2018):

- Definir e publicar procedimentos da Qualidade;
- Treinar os colaboradores para a Qualidade;
- Realizar auditorias de processo;
- Realizar auditorias de sistema;
- Realizar auditorias de fornecedores;
- Atender às reclamações de clientes;
- Monitorar o atendimento das assistências técnicas em garantia;
- Promover a melhoria contínua.

#### **2.2.2.2. Controle da qualidade (CQ)**

O Controle da Qualidade é a parte da gestão da qualidade focada no atendimento dos requisitos das normas. Um laboratório é responsável pela execução de diversos procedimentos e processos, os quais exigem cuidado e atenção para garantir a confiabilidade dos resultados obtidos. Esses procedimentos são compostos por várias etapas, envolvendo diferentes pessoas, e alguns pontos são especialmente críticos, tais como:

##### **Fase pré-analítica:**

- Seleção de fornecedores e produtos;
- Qualificação dos fornecedores e produtos;
- Coleta de amostras ou materiais a serem analisados;

- Transporte destas amostras ou materiais;
- Aferição e calibração de vidrarias e instrumentos;
- Validação de métodos;

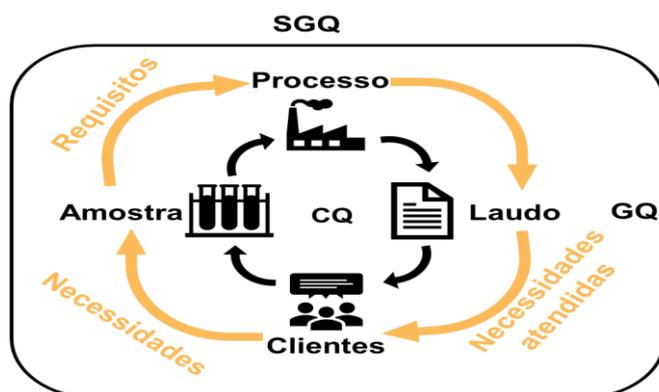
### **Fase Analítica**

- Pré-tratamento da amostra (preparação das amostras a serem analisadas);
- Preparação de reagentes e/ou equipamentos utilizados na análise;
- Realização do Ensaio;
- Tratamento Químico-Estatísticos do Dados;
- Conferência dos Dados;

### **Fase Pós-Analítica**

- Destinação adequada dos resíduos e amostras;
- Armazenamento e registro dos resultados das análises;
- Liberação do Laudo dos resultados ao cliente;
- Avaliação da Satisfação do Cliente;

Um esquema mostrando a relação entre o Sistema de Gestão da Qualidade, Garantia de Qualidade e Controle da Qualidade é mostrado na Figura 3. O Sistema de Gestão da Qualidade em um laboratório de ensaio é baseado em ciclo de ações que visam a Garantia da Qualidade, ou seja, toda a documentação de ações a serem realizadas desde a compreensão das necessidades do cliente, passando então pelas etapas pré-analíticas (associadas à coleta das amostras); analíticas (associadas então ao processo analítico) e pós-analíticas (associadas ao laudo) e avaliação da satisfação do cliente, ou seja, se as necessidades do cliente, previamente estabelecidas, foram satisfeitas. O Controle da Qualidade permeia o processo com o registro efetivo das atividades executadas de acordo com os procedimentos e protocolos definidos (OLIVARES, 2019).



**Figura 3:** A relação entre o Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ), Garantia de Qualidade (GQ) e Controle da Qualidade (CQ). **Fonte:** Pelo Autor,2023.

Os sistemas mais utilizados são baseados em normas internacionais. Os principais Sistemas de Gestão da Qualidade (SGQ) atualmente utilizadas em laboratórios no Brasil são a NBR-ISO 9001, a NBR-ISO/IEC 17025, a ISO 15189, a BPL (Boas Práticas de Laboratórios) e BPLC (Boas Práticas de Laboratórios Clínicos), as principais diferenças entre tais normas são apresentadas na **Tabela 1** (OLIVARES, 2019). A certificação dos laboratórios, ensaios etc. são obtidas após auditoria feita por uma empresa certificada, autorizada pelo INMETRO.

**Tabela 1:** Sistemas de gestão da qualidade (SGQ) aplicáveis a laboratórios e suas diferenças

Itens	ISO 9001	ISO/IEC 17025	ISO 15189	BPL*	BPLC**
<b>Normas a serem seguidas</b>	ABNT NBR ISO 9001:2008	ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017	ABNT NBR NM ISO 15189:2008	NIT-DICLA-035	NIT-DICLA-083
<b>Objetivos da Norma</b>	Sistema de gestão da qualidade-	QA/QC para Ensaios e Calibração	Realização de Ensaios Clínicos	Realização de Testes Não-Clínicos	Critérios Gerais para Competência de Laboratórios Clínicos
<b>Aplicação</b>	Qualquer tipo de Organização	Laboratório de ensaio e calibração	Laboratórios Clínicos	Laboratórios de estudos não clínicos	Laboratórios Clínicos
<b>Abrangência</b>	Gestão Empresarial	Competência a técnica	Competência a técnica	Competência técnica	Competência técnica

\*BPL: Boas Práticas de Laboratórios; \*\*BPLC: Boas Práticas de Laboratórios Clínicos. **Fonte:** PAULA, 2012

A escolha do modelo de sistema de gestão ou garantia da qualidade, assim como das normas e procedimentos a serem seguidos ou atendidos, depende das características da instituição e dos laboratórios envolvidos, bem como de seus objetivos (GROCHAU; CATEN e FORTE, 2017).

### 2.2.2.3. Requisitos de SGQ segundo ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

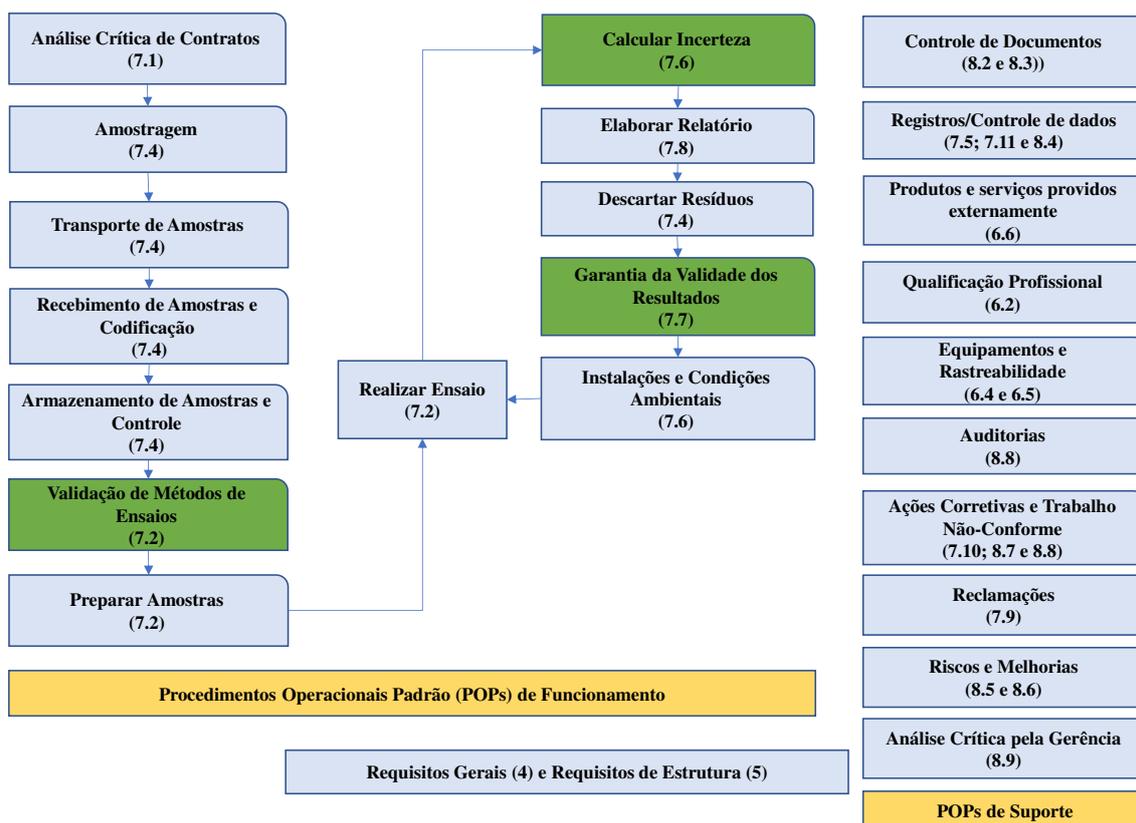
Os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 são baseados em três pilares:

- i.* Imparcialidade, representada pela ausência de conflitos de interesse;
- ii.* Competência, relacionado à formação e supervisão de pessoal interno ou externo;
- iii.* Consistência da operação que está relacionado com a implementação de procedimentos robustos e bem definidos, conectados (como prevê a norma) consequentemente, com a satisfação dos clientes (LOPES, et al., 2014 e OLIVARES, 2019).

Na Figura 4 é apresentado um fluxograma das diferentes etapas para realização de um ensaio em um laboratório, dividido em dois grupos (1) de procedimentos de funcionamento e (2) de suporte. Tais grupos têm por objetivo garantir a qualidade e rastreabilidade dos resultados obtidos em laboratório (OLIVARES, 2019).

O Manual do Sistema de Gestão da Qualidade, ou Manual da Qualidade (MQ) define responsabilidades, fluxograma organizacional e de funcionamento, referenciando todos os procedimentos e suas inter-relações. Os Procedimentos Operacionais Padrão/Procedimento Gerencial e Instruções de Trabalho são documentos que padronizam a sistemática de trabalho para todas as atividades do laboratório que possam afetar qualidade. Os Registros Técnicos são evidências objetivas das atividades definidas nos procedimentos (LOPES, et al., 2014 e OLIVARES, 2019).

Um tipo documento muito importante no SGQ é o Procedimento Gerencial (PRG)/Procedimento Operacional Padrão (POP). Esse documento é um conjunto de atividades a ser realizado para atingir um determinado objetivo. Os POPs podem ser categorizados em dois tipos: POPs de funcionamento, relacionados com atividades associadas aos ensaios, e POPs de suporte, relacionados à gestão e fluxo de informações. O procedimento para a realização de uma análise de fósforo total em água é um exemplo de objetivo de uma POP de funcionamento. Um exemplo de POP de suporte é o procedimento para o registro de amostras que chegam ao laboratório.



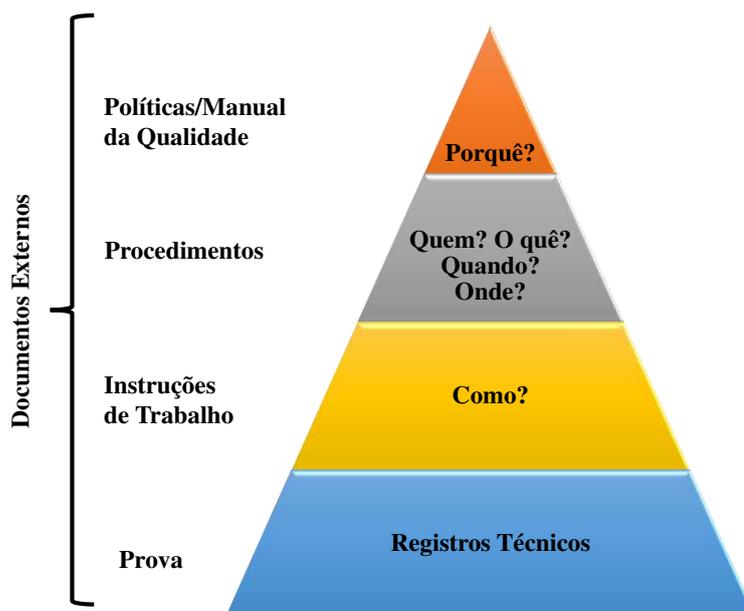
**Figura 4:** Estrutura geral do fluxo dos Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio segundo a ISO/IEC 17025:2017. Entre parênteses está o item segundo a norma. **Fonte:** Adaptado de OLIVARES, 2019.

O POP garante a reprodução fidedigna dos procedimentos, minimizando subjetividades e ações não-conformes. A ideia por trás do POP é a realização do procedimento da mesma maneira, independente do colaborador treinado que a realiza. Ele deve ser documentado, com assinatura e controle de impressão e versão. No entanto, é fundamental ressaltar que a implementação de um SGQ não se limita à criação de documentos diversos; é crucial garantir que esses documentos sejam seguidos corretamente pelos funcionários do laboratório (OLIVARES, 2019).

Além do POP, a Instrução de Trabalho (IT), é um documento que detalha um procedimento mais específico citado por um POP. Por exemplo, um POP estaria se referindo a uma medida espectrofotométrica de uma solução, enquanto o uso de um espectrofotômetro de um determinado modelo e marca é definido por uma IT. Sua estrutura é similar a um POP. Os resultados do POP são registrados no Registro Técnico (RT).

O Manual da Qualidade pode ser descrito em analogia a uma pirâmide, como mostrado na Figura 5. No topo estariam as partes do MQ que estariam respondendo à pergunta: “Por que

fazer o ensaio?”. Nesse caso, a Política do Laboratório, que incluem tópicos como objetivo do laboratório, estrutura etc. seria responsável por responder a essa pergunta. Na faixa seguinte da Pirâmide, estão os POPs, que respondem às perguntas “Quem realiza o procedimento?”, “O que será feito no procedimento?” “Quando o procedimento deve ser realizado?” e “Onde, ou em qual estrutura o procedimento será realizado?”. Abaixo, as IT respondem à pergunta “como exatamente realizar o procedimento” e por fim, na base da pirâmide, estariam os comprovantes da execução dos POPs e ITs: Os Registros Técnicos.



**Figura 5:** Pirâmide de documentos e registros do Sistema de Gestão da Qualidade. **Fonte:** adaptado LOPES, at. al, 2014 e OLIVARES, 2019.

### 2.3. Indicadores da Qualidade

A implementação do Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 exige o monitoramento do sistema para avaliar o seu desempenho e buscar a melhoria contínua. Para tanto, são utilizados os indicadores de qualidade para apresentar, de maneira visual e prática, a evolução ou as dificuldades nos principais itens do SGQ (OLIVARES, 2019).

A avaliação do desempenho do SGQ pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 é focada em indicadores como Produtividade, Retorno sobre investimento e Custo padrão (MARTINS & NETO, 1998). Ela considera critérios de elaboração de indicadores como: o volume de reclamações, tempo médio de implementação de ações corretivas, volume de ações preventivas, resultados de teste de proficiência, volume de erros em registros, entre outros (OLIVARES, 2019).

Atualmente, também são utilizadas abordagens mais abrangentes para o desenvolvimento de indicadores, considerando outros aspectos relacionados à organização. Esses indicadores ampliados permitem uma visão mais holística e abrangente do desempenho do SGQ. Desses, podem-se destacar: indicadores equilibrados (*balanced scorecard*), que consistem na perspectiva dos clientes, interna, de inovação e financeira (KOLB; HOOVER; 2012); aquele definido no modelo do prêmio nacional da qualidade que considera oito diferentes critérios, como: a liderança estratégica e planos, pessoas, processos, clientes, sociedades, resultados, informações e conhecimento (KOLB; HOOVER, 2012).

Um exemplo de utilização de indicadores de qualidade abrangentes é o Índice de Qualidade Laboratorial (IQL) (SOARES; DOS SANTOS, 2009), que foi desenvolvido para ser aplicado em laboratórios de controle ambiental. O objetivo do IQL é avaliar o desempenho da qualidade do laboratório, levando em consideração diversos aspectos, independentemente das matrizes analisadas. Essa ferramenta pode ser aplicada em laboratórios de diferentes setores, como público e privado, e tem se destacado como uma maneira abrangente de avaliar a evolução do laboratório em relação ao Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ).

### **2.3.1. A Importância da Aplicação dos Indicadores da Qualidade**

A utilização de indicadores ou índices de qualidade no Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) conforme a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 é uma ferramenta fundamental para impulsionar a melhoria contínua nos laboratórios. Esses indicadores proporcionam benefícios significativos, permitindo:

*i.* Obter informações precisas sobre a realidade do índice de qualidade, proporcionando uma visão mais abrangente e detalhada do fenômeno em questão, visando promover a melhoria contínua;

*ii.* Fornecer feedback valioso aos colaboradores da organização, por meio da divulgação desses indicadores ou índices por meio de quadros de gestão à vista. Isso possibilita o acompanhamento contínuo do desempenho e estimula a melhoria constante das atividades realizadas (OLIVARES, 2019).

Além disso, a transparência e a disseminação de informações dentro da organização desempenham um papel crucial ao difundir o conhecimento sobre o negócio, a missão e o propósito da empresa. Essa prática é um dos requisitos fundamentais do Gerenciamento da

Qualidade Total. Para os laboratórios que implementam o SGQ conforme a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, é de extrema importância apresentar evidências claras das ferramentas essenciais para a melhoria contínua em cada unidade laboratorial. Segundo o Olivares (2019), existem indicadores da qualidade baseados nos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 tais como:

1. Documentos do Sistema de Gestão da Qualidade;
2. Implementação de ações corretivas (A.C.);
3. Registro e Contagem de Treinamentos Internos e Externos;
4. Registro e Contagem Não conformidades (NCs) em Auditorias (internas e externas);
5. Registro e Contagem Não conformidade (N.C.) em rotina;
6. Número de Auditorias internas recebidas (realizadas/planejadas);
7. Avaliação das Ações preventivas (A.P.);
8. Proposição de Melhorias;
9. Indicadores do uso de Ferramentas da Garantia da Qualidade (cartas controle etc.);
10. Indicadores de Produção científica e transferência de conhecimento;
11. Número de Escopos acreditados;
12. Número de Reclamações e Atendimento pertinente.

### **2.3.2. O Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica (AQAC)**

A ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, adota uma abordagem por processo com ênfase na competência técnica e está dividida em cinco seções principais, cada uma descrita em um item da norma.

*1ª Seção: Requisitos Gerais*, aborda a presença de objetividade, que implica a ausência de conflitos de interesse, ou a sua resolução, de modo a não influenciar de forma adversa as atividades subsequentes do laboratório (Descrito no Item 4 ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017);

*2ª Seção: Requisitos de Estrutura*, aborda que o laboratório deve ser uma entidade legal e inclui a definição clara de quais atividades atendem à norma, a definição de sua estrutura organizacional, inter-relacionamento entre seu pessoal, cadeia de responsabilidade e comunicação sobre o próprio sistema de gestão (Descrito no Item 5 ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017);

*3ª Seção: Requisitos de Recursos*, aborda a disponibilidade de pessoal, instalações, equipamentos, sistemas e serviços de apoio necessários para a gestão e desempenho das atividades laboratoriais (Item 6);

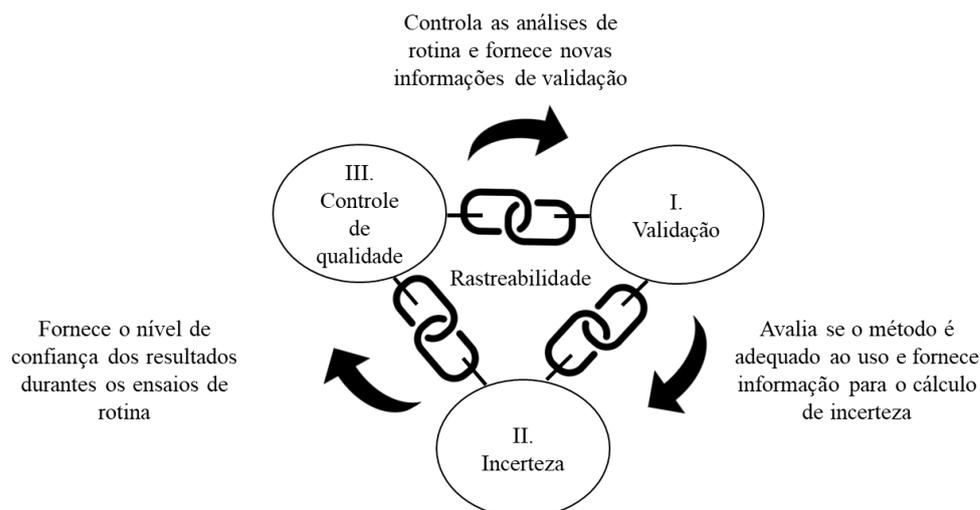
*4ª Seção: Requisitos de Processos*, aborda a comunicação com o cliente e a garantia de que suas necessidades sejam atendidas. Deve-se informar ao cliente se os métodos são inadequados ou desatualizados, e a solicitação pode ser concluída ou não; (Item 7)

*5ª Seção: Requisitos do Sistema de Gestão*, aborda a necessidade de estabelecer, documentar, implementar e manter um sistema de gestão que seja capaz de apoiar e demonstrar o atendimento consistente aos requisitos da norma e assegurar a qualidade dos resultados do laboratório. (Item 8)

Dentre os requisitos técnicos essenciais para prover rastreabilidade e confiabilidade dos resultados, descritos no Item 7, podem-se destacar:

- i. **O requisito 7.2: Validação de métodos**, que avalia se o método é adequado para o uso pretendido;
- ii. **O requisito 7.6: Estimativa de incerteza da medição**, que avalia o nível de confiança de um resultado;
- iii. **O requisito 7.7: Garantia da qualidade dos resultados de ensaio**, em que se utilizam Controles de Qualidade-(CQ), aplicados durante análises de rotina, para monitorar a qualidade dos resultados (OLIVARES, 2019).

Apesar de apresentar uma lista abrangente de requisitos, a norma não fornece diretrizes específicas para sua implementação. Portanto, o correto entendimento da interrelação entre os requisitos é de suma importância. Para compreender melhor a rastreabilidade e confiabilidade dos resultados em laboratórios analíticos, o Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica (*Analytical Quality Assurance Cycle - AQAC*) (**Figura 6**) é uma ferramenta prática e útil (OLIVARES; LOPES, 2012; OLIVARES, 2019).



**Figura 6:** O Ciclo de Garantia da Qualidade Analítica-CGQA. **Fonte:** Adaptado de OLIVARES; LOPES, 2012; OLIVARES, 2019

Como mostrado na **Figura 6**, o AQAC se inicia ao implantar um novo método de ensaio em um laboratório. Faz-se necessário validá-lo, de modo a demonstrar que esse método é adequado ao uso pretendido. Mesmo que o método seja normalizado, sempre é necessário que se avalie algum parâmetro de validação. Tal procedimento é necessário para verificar se o laboratório consegue obter resultados satisfatórios adequados com o método normalizado, considerando as suas condições operacionais (colaboradores, instalações, equipamentos) (OLIVARES, 2019 e OLIVARES, et al., 2022).

O segundo passo leva à estimativa da incerteza de medição. Para isso, utilizam-se os resultados da validação, como por exemplo, o estudo de linearidade, efeito de matriz e repetibilidade, para o cálculo de incerteza. Para esse cálculo, deve-se determinar o nível de confiança dos resultados da validação.

Por fim, deve ser aplicado o Controle de Qualidade (CQ), que visa demonstrar, durante cada batelada de ensaio, que o método ainda pode proporcionar resultados confiáveis (OLIVARES, 2019). Para isso, para cada batelada de amostra definida, deve-se realizar a análise de uma amostra de concentração conhecida. Assim, é possível determinar a exatidão e, ao longo prazo, calcular a dispersão de uma série de resultados, obtendo-se, assim, uma precisão intermediária. Como se trata de um ciclo, tendo novos dados de precisão intermediária, que é um parâmetro de validação, é possível recalcular a incerteza. Assim AQAC acaba girando como um círculo sem fim na rotina. Para garantir a confiabilidade dos resultados obtidos, fazem-se necessários o uso de equipamentos calibrados e padrões certificados (OLIVARES, 2019).

Durante esta procura de prover confiabilidade e rastreabilidade de resultados do laboratório, é necessário tomar nota destes requisitos básicos indicados no AQAC, pois esta ferramenta da qualidade é sustentável para qualquer tipo de laboratório. Entretanto, os laboratórios que têm um SGQ formal como a ABNT NBR ISO/IEC 17025 ou BPL, abordam os requisitos do AQAC, em que mostram a melhoria contínua da qualidade dos resultados. Entretanto, o AQAC também fornece um bom suporte para rastreabilidade, confiabilidade e qualidade dos resultados para um laboratório que não tem um sistema formal da qualidade (OLIVARES, 2019).

### **2.3.3. Validação de Métodos**

A validação de um método consiste em um estudo experimental e documentado que objetiva demonstrar que o procedimento analítico avaliado é adequado à finalidade proposta, de forma a assegurar a confiabilidade dos resultados obtidos. É essencial que a validação seja realizada da mesma forma que será executado na rotina do laboratório (MAPA/ACS, 2011). Alguns dos parâmetros analíticos avaliados na validação de métodos são: o estudo da faixa de trabalho e linearidade, limite de detecção, limite de quantificação, medidas de exatidão (efeito matriz, comparação de métodos, uso de materiais de referência certificados, testes interlaboratoriais etc.), medidas de precisão (repetibilidade, precisão intermediária, reprodutibilidade etc.), cálculos de incerteza de amostragem e de medição (MAPA, 2011; TAYLOR, 1996).

#### **2.3.3.1. Faixa de trabalho e linearidade**

A linearidade é a capacidade de o procedimento produzir resultados diretamente proporcionais à concentração do analito na amostra, dentro de um intervalo especificado. Segundo o INMETRO (2020), a faixa de trabalho linear da curva analítica pode ser definida como intervalo entre a menor concentração e a maior concentração de analito na amostra para o qual se demonstrou que o procedimento analítico tem um nível aceitável de precisão, exatidão e linearidade. Essa faixa deve, necessariamente, contemplar a faixa de concentração esperada para a amostra de ensaio. Dessa maneira, as diluições ou etapas de pré-concentração fazem parte do procedimento analítico. Sempre que possível, o valor esperado para a amostra de ensaio deve se situar em torno do centroide da curva de calibração (MAPA/ACS, 2011).

#### **2.3.3.2. Limite de Detecção (LoD) e Limite de Quantificação (LoQ)**

O Limite de Detecção (LoD) pode ser definido como a concentração do analito que pode ser detectada, ou seja, seja possível distinguir a resposta do analito do ruído. Essa concentração, usualmente não pode ser quantificada. Existem diferentes maneiras de se determinar o LoD, porém, um procedimento amplamente é baseado na definição da IUPAC, de acordo com a Eq. 1.

$$\text{LoD} = \frac{3 \times s_b}{b} \quad (\text{Eq. 1})$$

Em que  $s_b$  é o desvio padrão do branco e  $b$  é a inclinação da curva analítica. A proposta de Miller & Miller para estimar o desvio padrão do branco a partir da curva analítica também é bastante utilizado, inclusive é aceito pelo INMETRO. É interessante observar que o fator da **Eq.1** é '3' já foi selecionado igual a '2'. Uma vez que esse fator está relacionado com o limite do ruído (que tem uma distribuição normal), esse limite pode ser obtido com a estatística t-Student unicaudal. Nesse caso, o nível de confiança de 99% é usado. Assim, eventualmente o fator de 3,3 também é usado.

O limite de Quantificação (LoQ) pode ser definido como a menor concentração do analito que pode ser determinada com precisão e exatidão aceitáveis (INMETRO, 2020). Assim como o LoD, existem várias maneiras de se determinar o LoQ, sendo também a definição da IUPAC muito utilizada (Eq. 2), assim como a proposta de Miller & Miller.

$$\text{LoQ} = \frac{10 \times s_b}{b} \quad (\text{Eq. 2})$$

Em que  $s_b$  é o desvio padrão do branco e  $b$  é a inclinação da curva analítica. Entretanto, quando há a aplicação dos resultados do ensaio têm valores de precisão limite bem definidos, esses procedimentos podem não ser adequados.

### 2.3.3.3. Seletividade

A seletividade é a capacidade do método em quantificar o analito na presença de outros compostos (concomitantes), sem haver interferentes por eles. Outra definição é a capacidade de um método obter uma resposta para vários analitos, podendo distingui-las umas dos outros. A seletividade avalia o grau de interferência de espécies como outro ingrediente ativo, excipientes, impurezas e produtos de degradação, bem como outros compostos de propriedades similares que possam estar, porventura, presentes. A seletividade garante que o sinal de resposta seja exclusivamente do composto de interesse. Se a seletividade não for assegurada, a linearidade, a exatidão (ou tendências) e a precisão estarão seriamente comprometidas. Uma das maneiras de avaliar a seletividade é necessário verificar a existência de efeito de matriz (INMETRO, 2020), embora a interferência aditiva não seja identificada por essa verificação.

O efeito de matriz é um estudo de seletividade que objetiva averiguar possíveis interferências causadas pelas substâncias que compõem a matriz amostral gerando, basicamente, fenômenos de diminuição ou ampliação do sinal instrumental ou resposta instrumental. O estudo de efeito matriz é imprescindível quando se deseja trabalhar com uma curva analítica do analito em solvente, ou seja, com uma curva analítica não-matrizada (INMETRO, 2020). As curvas analíticas matrizadas são aquelas em que a curva analítica (i) é obtida diretamente na amostra (método da adição de padrão); (ii) em uma matriz similar à matriz da amostra (superposição de matriz) ou (iii) com a adição de excesso do interferente (principalmente aquele que causa um efeito positivo de matriz, como o uso de tampão de ionização, por exemplo, na determinação de metais alcalinos por espectrometria de emissão atômica).

### 2.3.3.4. Exatidão

Segundo o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), a Exatidão de uma medição (item 2.13) é o “Grau de concordância entre um valor medido e um valor verdadeiro dum mensurando”. Esse parâmetro é, de certa maneira, uma estimativa da Veracidade da medição, termo definido no item 2.14 do VIM como o “o grau de concordância entre a média de um número infinito de valores medidos repetidos e um valor de referência.

A veracidade pode ser determinada através do uso de materiais de referência certificados (MRC), participação em comparações interlaboratoriais, comparação com método

de referência (ou método validado) e realização de ensaios de recuperação (INMETRO, 2020). Em geral, os MRC são muito caros ou inexistentes, portanto, a recuperação é uma alternativa muito utilizada para se avaliar a veracidade do método. A recuperação do analito pode ser determinada pela análise de amostras fortificadas com quantidades conhecidas do analito em pelo menos três níveis de diferentes concentrações (baixa, média e alta).

#### **2.3.3.5. Precisão**

A precisão de um método consiste na estimativa da dispersão de resultados entre ensaios independentes, repetidos de uma mesma amostra, amostras semelhantes ou padrões, em condições definidas. Três maneiras de expressá-la são: (1) Repetitividade (réplicas intradia), (2) da precisão intermediária, também denominada reprodutibilidade interna ou intralaboratorial (réplicas interdia) e da (3) reprodutibilidade, que envolve outros laboratórios de ensaio (MAPA/ACS, 2011).

A repetitividade pode ser definida como variabilidade dos resultados obtidos de replicatas realizadas em um conjunto de condições que incluem o mesmo procedimento analítico, o mesmo analista, o mesmo local em um curto período (intradia) (INMETRO, 2020). A precisão intermediária é geralmente avaliada por variar o analista e o período (interdia). A reprodutibilidade pode ser avaliada por meio da comparação interlaboratorial.

#### **2.3.3.6. Incerteza de medição**

A incerteza de medição é um parâmetro que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando. É resultado de uma combinação das incertezas de múltiplas fontes, sendo chamada de Incerteza Padrão Combinada, representada pelo símbolo  $\mu c(y)$ . Onde  $y$  representa o mensurando, o resultado analítico (SILVA *et al*, 2012). A incerteza de medição pode ser calculada de acordo com o método proposto pelo (ISO GUM, 2008). Para tanto, as seguintes etapas devem ser seguidas: (1) Identificação da equação do mensurando; (2) Identificação das fontes de incerteza; (3) Cálculo da incerteza padrão para cada fonte de incerteza; (4) Cálculo da incerteza padrão combinada e (5) Cálculo da incerteza padrão expandida.

Para estimar a incerteza pela abordagem empírica, faz-se necessário ter um modelo estatístico que descreva a relação entre os valores medidos e os valores verdadeiros da concentração do analito. Este modelo de efeitos aleatórios considera uma única medição da

concentração do analito ( $x$ ), numa amostra (composta ou única) de um alvo de amostragem específico (EURACHEM, 2019), **Eq. 3**.

$$X = X_{\text{verdadeiro}} + \varepsilon_{\text{amostragem}} + \varepsilon_{\text{analítico}} \quad (\text{Eq. 3})$$

Em que:  $X_{\text{verdadeiro}}$  é o valor verdadeiro da concentração do analito;  $\varepsilon_{\text{amostragem}}$  é o erro total devido à amostragem;  $\varepsilon_{\text{analítico}}$  é o erro total analítico.

## 2.4.1. Métodos analíticos empregados em análise de água

### 2.4.1.1. Demanda química de oxigênio (DQO)

A demanda química de oxigênio (DQO) é um parâmetro utilizado para determinar a quantidade de matéria orgânica presente em águas residuais, naturais e superficiais. É amplamente utilizada em estações de tratamento de efluentes (ETEs), que monitoram a descarga de efluentes líquidos, visando estimar o seu potencial poluidor. A DQO se refere ao oxigênio consumido por materiais, substâncias orgânicas e minerais, que se oxidam na presença de um oxidante forte (ZUCCARI, *et al.* 2005). O dicromato de potássio é o oxidante mais utilizado (RADTKE *et al.* 2019).

Os métodos analíticos para determinação de DQO baseiam-se na oxidação da matéria orgânica por excesso conhecido de dicromato. A reação ocorre em meio de ácido sulfúrico a quente, catalisada por íons prata. A determinação de DQO pelo método espectrofotométrico pode ser realizada de acordo com a faixa de trabalho, podendo ser um método de determinação direta (altas concentrações  $\geq 90,00$  mg O<sub>2</sub>/L) ou indireta (baixas concentrações  $\leq 90,00$  mg O<sub>2</sub>/L).

#### **Determinação direta (90.00 a 900.00 mg O<sub>2</sub>/L)**

O material orgânico na amostra é oxidado e o cromo (VI) (Cr<sup>+6</sup>) do K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> é reduzido para cromo (III) (Cr<sup>+3</sup>) nas mesmas proporções. A coloração alaranjada muda gradativamente para verde, de acordo com a concentração do material orgânico. O íon cromo (III) absorve fortemente na faixa espectrométrica de 600.0 nm, onde a absorção do dicromato é aproximadamente zero, a leitura é feita por uma curva de calibração a partir do biftalato de potássio, onde a curva é linear e crescente (ROCHA, 2017).

### **Determinação indireta ( $\leq 90.00 \text{ mg O}_2/\text{L}$ )**

O consumo do  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  adicionado é determinado espectrofotometricamente, por meio da medição da intensidade da coloração remanescente do dicromato de potássio em 420,0 nm no espectrofotômetro. Portanto, a curva analítica obtida a partir do biftalato de potássio é linear e decrescente, pois os íons dicromato estão diminuindo durante a reação com o aumento da concentração de compostos orgânicos oxidáveis (ROCHA, 2017).

#### **2.4.1.2. Determinação de Fósforo Total - P-Total**

O fósforo é um macronutriente essencial e limitante para o crescimento, desenvolvimento das plantas e dos organismos em ecossistemas aquáticos. No entanto, quando há um excesso de fósforo em águas superficiais devido à poluição pontual, decorrente de descargas diretas de poluentes (esgoto não tratado) e difusa (lixiviação de nutrientes provenientes de atividades agrícolas e urbanas), pode-se ocorrer a eutrofização. Esta se refere à disponibilidade excessiva de nutrientes como o fósforo, levando a um crescimento descontrolado de algas e plantas aquáticas (EMÍDIO, 2012; DE RESENDE et al. 2018).

Os fosfatos presentes na água podem ter várias origens, incluindo fontes naturais ou antropogênicas. Para evitar a contaminação das águas com fósforo e reduzir os riscos associados à eutrofização e à formação de cianotoxinas, fazem-se necessárias medidas rigorosas de controle da poluição.

Para determinação de fósforo total, em águas naturais, faz-se necessário digerir a amostra para converter todas as formas de fósforo em ortofosfato detectável, como por exemplo, digestão por oxidação com persulfato. Durante esse método, o ortofosfato se combina molibdato, formando um complexo azul que obedece a Lei de Beer-Lambert que absorve em 690 nm (DE RESENDE *et al.* 2018).

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho teve como objeto de estudo o Laboratório de Controle da Qualidade de Água (LCQA) situado na Avenida de P.H. Rolfs s/n, Campus Universitário no setor da Divisão de Água e Esgoto-DAG/UFV, CEP/CNPJ: 25.944.455/0001-96, no recinto da Estação de Tratamento de Água (ETA), com coordenadas de Latitude: 20°45'56" S, Longitude: 42°41'59" O. Este espaço é destinado às atividades de análise de água para controle da Estação de Tratamento de Água e para liberação da água para consumo humano, incluindo a amostragem.

Este trabalho foi dividido em uma Etapa Teórica e uma Etapa Experimental. A Etapa Teórica envolveu o mapeamento de processos que serão implementados e descrevê-los em documentos, bem como a elaboração de documentos complementares que irão compor o SGQ. Para nortear as atividades, foi criado um questionário: *LCQA-SGQ-PRT-001-01-Levantamento da situação atual do LCQA-DAG e relação a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017* (Apêndice 01), que foi respondido pelos funcionários do LCQA.

Na Etapa Experimental, foram feitas (1) verificações de equipamentos críticos, que poderiam conferir erros nas análises três métodos (determinação de DQO, alta e baixa concentração, e análise de fósforo total) empregados no LCQA, (2) e validação desses métodos de acordo com a infraestrutura e recursos disponíveis, incluindo a criação de documentos e procedimentos de controle relacionados ao SGQ.

#### 3.1. Etapa Teórica

Nesta etapa foi elaborado o fluxo de processos para um ensaio no LCQA, atendendo às exigências da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. O fluxo de processos considerou o espaço físico disponível para desenvolvimento das atividades e, a partir do que foi sugerido, foram propostas alterações visando a melhor adequação àquele.

Além do fluxo de processos, foi proposto o organograma de pessoas com o objetivo de criar cadeia de responsabilidade entre os colaboradores envolvidos com as atividades no LCQA. O organograma considerou o contexto no qual o LCQA está inserido. Os documentos do SGQ do LCQA foram elaborados, sendo eles documentos descritivos, base de dados dos equipamentos e reagentes com a atribuição de identidade interna, formulários ou planilhas

Excel®, cada qual cumprindo uma função de acordo com a hierarquia proposta para a documentação.

O modo de organização, armazenamento e controle dos documentos foi proposto de acordo com a realidade do LCQA e recursos disponíveis. Tais documentos têm como função descrever os procedimentos propostos para todos os processos exigidos pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Todos os documentos foram elaborados e propostos para garantir uma relação clara com os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Neste contexto, foram aproveitados e adaptados os procedimentos gerenciais padrão e formulários técnicos (planilhas de Excel) para o LCQA, desenvolvidos previamente (MIGUEL, 2019). Todos os documentos foram armazenados em uma pasta no OneDrive, com acesso restrito.

## **3.2. Etapa Experimental**

### **3.2.1. Verificação de equipamentos**

A verificação de alguns equipamentos do LCQA como balança, micropipetas e espectrofotômetro, necessários para a determinação de DQO e Fósforo Total foi realizada de acordo com Oliveira *et al.* (2013). Foram criados os formulários de verificação **LCQA-SGQ-PRT-002-01**: Manuseio e checagem de balança analítica do LCQA, **LCQA-SGQ-PRT-003-01**: Manuseio e checagem de pipetas monocal de volume variável do LCQA e **LCQA-SGQ-PRT-006-01**: Manuseio e checagem do espectrofotômetro UV-Visível e software do LCQA, cujos documentos podem ser visualizados no Apêndice 02.

Para verificação da balança analítica, foram obtidos dados de pesagem de pesos padrão não certificados. Foram utilizadas as massas 1,0000 g; 0,5000 g; 0,1000 g; 0,0500 g; 0,0200 g; 5,0000; 10,0000; 20,0000 g; 50,0000 e 100,0000. As medidas foram realizadas em triplicata para cada massa durante 30 dias. Os dados foram registrados em formulário criado **LCQA-SGQ-FRG-012-I-01** e **LCQA-SGQ-FRG-012-II-01**, visando-se atender aos requisitos de recursos (6) no item 6.4 em equipamentos e requisitos de processos (7) no item 7.7 em garantia da validade dos resultados da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Foram verificadas também quatro pipetas automáticas de volume variável utilizadas no LCQA. Duas de capacidade de 1,00 mL, uma de 5,00 mL, uma de 10,00 mL. Todas foram verificadas em seu valor máximo, apenas. Inicialmente, foi realizada a medição da temperatura

da água deionizada com termômetro de mercúrio. Para cada pipeta, o volume foi aspirado e transferido para um béquer previamente tarado para pesar a massa de água e a medida é determinada. O volume da micropipeta foi calculado considerando a temperatura da água em que o ensaio foi realizado e a respectiva densidade tabelada (HAYNES; 2017). Esse procedimento foi realizado durante 20 dias. Os dados foram registrados em formulário criado **LCQA-SGQ-FRG-014-01**.

Para a checagem do espectrofotômetro na faixa visível de 340-990 nm, foi preparada uma solução de permanganato de potássio 45 mg L<sup>-1</sup> e usado água tipo-II como branco. A leitura da solução de permanganato foi medida nos comprimentos de onda: 410; 480; 520 e 660 nm, usando filtro de 30% de Transmitância. O valor de absorvância esperado era de 0,625 UA, segundo a norma STM-925. Os dados foram registrados em formulário criado **LCQA-SGQ-FRG-015-01**.

Foram elaboradas cartas controle dos tipos X-barra e R que são utilizados em subgrupos que possuem número de réplicas entre 2 a 9. Portanto, à medida que o tamanho do subgrupo aumenta, a sensibilidade da amplitude como estimador do desvio padrão do processo diminui (OLIVEIRA, *et al.*, 2013). A Carta de controle X-barra e R-amplitude é usada quando o número de coletado é fixo. Caso não seja possível coletar a mesma quantidade usa-se o X-barra e *s*-desvio padrão. Neste caso, é considerado que não há valores de referência para as respostas obtidas. As equações utilizadas para obter os limites nas cartas controle se encontram na Tabela 2.

**Tabela 2:** Equações dos limites de controle das cartas controle X-barra e R

	<b>Carta X-barra</b>	<b>Carta R</b>
<b>Limite central (LC)</b>	$LC = \bar{\bar{X}}$	LC= R
<b>Limite superior central (LSC)</b>	$LSC = \bar{\bar{X}} + A_2R$	LSC=D <sub>4</sub> R
<b>Limite inferior central (LIC)</b>	$LIC = \bar{\bar{X}} - A_2R$	LIS= D <sub>3</sub> R

Em que:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \bar{X}_i \quad (\text{Eq. 7})$$

$$\bar{R} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \bar{R}_i \quad (\text{Eq. 8})$$

Os valores das estatísticas  $A_2$ ,  $D_3$  e  $D_4$  (**Tabela 4**), foram obtidas a partir de tabelas estatísticas a partir dos valores  $n$  e  $N$ :  $A_2=1,023$ ;  $D_3=0,000$  e  $D_4=2,574$ .

### 3.2.2. Validação de métodos

Foram validados três métodos que fazem parte do escopo de análises do LCQA: Determinação de fósforo total e Determinação de demanda de química de oxigênio (DQO) por medidas de absorvância em 420 nm e por medidas em 660 nm, em amostras de água.

#### 3.2.2.1. Padrões e reagentes

Neste trabalho foram utilizados os reagentes descritos na Tabela 3.

**Tabela 3:** Reagentes que foram utilizados neste trabalho

Reagentes	Marca/Lote	Pureza (%)	N° CAS
Ácido nítrico	SCIAVICCO/2112007	65	7697-37-2
Ácido sulfúrico	NEON/53269	97,11	7664-93-9
Molibdato de amônio Tetra hidratado	ACS-CIENTÍFICA/200109272	81,0-83,0	12054-85-2
Cloreto Estanoso di hidratado	ACS-CIENTÍFICA/ACS0833	98-103,0	10025-69-1
Dihidrogeno Fosfato de potássio	CRQ/010164	---	7778-77-0
Fenolftaleína	NEON/58213	99,72	77-09-8
Hidróxido de sódio	CRQ/008385	---	1310-73-2
Sulfato de Prata	PLAT-LAB/SL	99,9	5622-21
Ftalato ácido de Potássio	ÊXODO CIENTÍFICA/2020286916	99,5	877-24-7
Dicromato de Potássio	VETEC/0903734	99,0	7778-50-9
Sulfato de Mercúrio	VETEC/0705340	98,0	7783-35-9
Permanganato de Potássio	VETEC	99,0	7722-64-7

#### 3.2.2.2. Equipamentos

Neste trabalho foram utilizados os equipamentos/materiais descritos na Tabela 4.

**Tabela 4:** Equipamentos/materiais utilizados na execução do procedimento analítico e nos estudos de validação de método

Nome do equipamento/ material	Marca/ Série	Modelo
Balança Analítica	SHIMADZU/D452202496	AY 220

Purificador de água tipo Osmose Reversa	GEHAKA/15112015000108	G-GEHAKA-OS10LXE
Capela de exaustão - pré-fabricado (manufaturada)	A/M e S/S	ÚNICO
Chapa aquecedora	MARCONI/116509	MA446/6
Agitador magnético-I, SEM AQUECIMENTO	NOVA ÉTICA/02160/07	114
<b>Nome do equipamento/ material</b>	<b>Marca/ Série</b>	<b>Modelo</b>
Termorreator para DQO-I para DQO	MERCK/64293	TR300
Termorreator para DQO -II para DQO	MARCONI/160672023055001	NOVUS-N1030
Estufa Micro de Secagem Q317M12	QUIMIS/09051234	631711-12
Espectrofotômetro de absorção molecular UV-visível	HACH/1220834	DR2800
Pipeta Monocanal de 1,0 mL	SelectBio	SELECTPETTE
	Productus/342862024	R
Pipeta Monocanal de 5,0 mL	LABMATE pro/456680025	HTLAB Solutions
Pipeta Monocanal entre 10,0 mL.	LABMATE pro/456690058	HTLAB Solutions
Termômetro de mercúrio. Resolução de 1 °C.	----	---
Dissecador grande de vidro com disco de porcelana a Sílica gel	SALELIT HÁ-320	VIDRO COM RESINA VEDANTE
Caixa do conjunto de pesos padrão	S/M; 14896	ZINCO-COBRE

Para o espectrofotômetro foi utilizado uma cubeta de acrílico de caminho óptico de 1,0 cm.

### 3.2.2.3.Preparo de Soluções

Todas as soluções foram preparadas de acordo com procedimento técnico interno do LCQA, usando água tipo-II. Todas as soluções foram recém-preparadas, como solução padrão de hidrogenoftalato de potássio 1500 mg L<sup>-1</sup>; solução digestora de dicromato de potássio de 0,0347 mol L<sup>-1</sup> e 0,00347 mol L<sup>-1</sup>; solução de sulfato de prata em ácido sulfúrico 0,032 mol L<sup>-1</sup>; solução padrão de fosfato nas concentrações de 50 mg L<sup>-1</sup> e 2,5 mg L<sup>-1</sup>; solução indicadora de fenolftaleína 5,0 % (m/v); solução de hidróxido de sódio 6 mol L<sup>-1</sup>; solução de ácido sulfúrico concentrado 97,11 % (m/m); solução de molibdato de amônio tetra hidratado a 0,020 mol L<sup>-1</sup>; solução de cloreto estanoso di hidratado 0,1108 mol L<sup>-1</sup> e solução de permanganato de potássio 45 mg L<sup>-1</sup>.

### 3.2.2.4.Obtenção das amostras

A validação dos métodos foi realizada utilizando amostras coletadas em dois locais distintos. Para a análise de P-Total, as amostras foram coletadas no manancial de captação da

Estação de Tratamento de Água da Universidade Federal de Viçosa, localizado na Lagoa da Funarbe (Latitude 20°45'58.20"S e Longitude 42°52'11.80"O), Figura 7(a). Para as análises de DQO, as amostras foram coletadas na saída do tratamento da Estação de Tratamento de Efluentes da Unidade de Ensino, Pesquisa e Extensão em Melhoramento de Suínos da mesma universidade (Latitude 20°46'36"S e Longitude 42°51'31"O), Figura 7(b). As amostras foram coletadas em frascos de polietileno de 4 litros, previamente lavados com solução de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) à 5% (m/m), e imediatamente transportadas para o laboratório. Foi criado um Procedimento Gerencial: **LCQA-SGQ-PRG-005-01- Amostragem do LCQA**, como mostrado no Apêndice 02.

No preparo de soluções padrão utilizadas para os diferentes níveis de concentração, a própria amostra coletada (ou a amostra diluída 1:2 v/v em água tipo II, no caso da saída do efluente) foi utilizada como solvente.



**Figura 7:** Pontos de coleta de amostras (a) Unidade de Ensino Pesquisa e Extensão (UEPE) da Suinocultura, estação de melhoramento na saída para DQO (b) Lagoa da FUNARBE-Captação para P-Total. **Fonte:** [www.earth.google.com](http://www.earth.google.com); 30 de Julho de 2023

### 3.2.2.5. Determinação da Demanda Química de Oxigênio (DQO) em amostras de efluentes

Empregou-se procedimento (PRG/POP) interno do LCQA para determinação de DQO, que foi adaptado (**LCQA-SGQ-PRT-019-01**), como mostrado no Apêndice 02. Para o ensaio, o termorreator foi ligado e mantido em uma temperatura de  $150 \pm 2$  °C. Um volume de 2,5 mL da amostra, previamente homogeneizada, foi transferida para um tubo de vidro com tampa de rosca para DQO, no qual foram adicionados 1,5 mL da solução digestora de dicromato de potássio  $0,0347 \text{ mol L}^{-1}$ , para a curva de DQO em alta concentração, ou  $0,00347 \text{ mol L}^{-1}$  para a curva de DQO em baixa concentração, seguida de adição lenta de 3,5 mL do reagente ácido sulfúrico/sulfato de prata  $0,032 \text{ mol L}^{-1}$ . Na sequência, o tubo foi tampado e

homogeneizado em vórtex. O tubo foi inserido no termo reator previamente aquecido, no qual as amostras permaneceram por duas horas. Após esse tempo, as amostras foram retiradas do reator e mantidas em repouso para refrigeração à temperatura ambiente e sedimentação de quaisquer sólidos presentes.

Os tubos foram limpos com papel umedecido com álcool 70% (v/v) e secos com papel absorvente. Após, efetuou-se a medida de absorbância em 420 nm ou em 600 nm, de acordo com a faixa analítica utilizada, em um espectrofotômetro com cubeta de 10 mm.

Para o preparo da curva analítica de DQO (em baixa concentração) foram preparadas soluções padrão de ftalato ácido de potássio nas concentrações de 0; 18; 36; 54; 72 e 90 mg L<sup>-1</sup> a partir da solução estoque de 150 mg L<sup>-1</sup>. Para a faixa de DQO em alta concentração, foram preparadas soluções padrão nas concentrações 0; 180; 360; 540; 720 e 900 mg L<sup>-1</sup>, a partir da solução estoque de 1500 mg L<sup>-1</sup>. As curvas foram preparadas em solvente puro (água tipo-II) e na matriz. Cada ponto da curva foi analisado em triplicata (n=3).

As curvas foram preparadas em três dias diferentes por diferentes analistas. A qualidade do ajuste avaliada pelo coeficiente de determinação e gráfico de resíduos. Os outliers foram avaliados pelo teste de Grubs (**Eq. 4**)

$$G = \frac{|x_i - \bar{x}|}{s} \quad (\text{Eq. 4})$$

Em que  $x_i$  e  $\bar{x}$  são o resultado e a média dos resultados, respectivamente, e  $s$  é o desvio padrão. Um valor será considerado outlier quando apresentar um valor de  $G$  maior que o valor de  $G_{\text{crítico}}$ . O  $G$ -crítico para o nível de significância  $p$  de 0,05,  $n=6$  é de 1,887.

Para os ensaios de recuperação foram avaliadas as concentrações 36, 54 e 72 mg L<sup>-1</sup> (curva baixa), em sextuplicata (N=6), e concentrações 180, 360 e 540 mg L<sup>-1</sup> (curva alta), também em sextuplicata. As recuperações foram calculadas de acordo com a **Eq. 5**.

$$\text{Recuperação (\%)} = \left( \frac{C_1 - C_2}{C_0} \right) \times 100 \quad (\text{Eq. 5})$$

Em que:  $C_1$  é a concentração do analito determinada pelo procedimento analítico na amostra fortificada;  $C_2$  é a concentração do analito na amostra não-fortificada e  $C_0$  é a concentração fortificada do analito na amostra.

Os ensaios de repetitividade foram avaliados nas concentrações 36, 54 e 72 mg L<sup>-1</sup> (curva baixa) em sextuplicata (n=6) e concentrações 180, 360 e 540 mg L<sup>-1</sup> (curva alta), também em sextuplicata (n=6) por um mesmo analista. Enquanto a precisão intermediária foi avaliada por analistas diferentes. A repetitividade e precisão intermediária foram expressas pelo desvio padrão relativo, de acordo com a **Eq. 6**.

$$\% RSD \text{ ou } CV = \frac{s}{\bar{c}} \times 100 \quad (\text{Eq. 6})$$

Em que  $s$  é a estimativa do desvio-padrão das concentrações e  $\bar{c}$  é a concentração média determinada.

### **3.2.2.6. Determinação de fósforo total em amostras de água do manancial na lagoa da de água superficiais**

Empregou-se procedimento (PRG/POP) interno do LCQA para determinação de fósforo, que foi adaptado (**LCQA-SGQ-PRT-018-01**), como mostrado no Apêndice 02. Em um Erlenmeyer foram adicionados 100,0 mL da amostra. Na sequência, foram adicionados lentamente 1,0 mL de ácido sulfúrico concentrado e 5,0 mL de ácido nítrico concentrado. O sistema foi aquecido em chapa de aquecimento por 30 minutos a aproximadamente 350 °C. Tomou-se o cuidado de retirar o Erlenmeyer do aquecimento, com o auxílio de uma pinça, quando houvesse o desprendimento de fumaça branca (fumos do ácido) sobre a lâmina do líquido contido no Erlenmeyer. Também se tomou o cuidado de não deixar a amostra secar. O volume final da amostra foi de aproximadamente 1 mL. Essa etapa foi realizada em capela de exaustão.

Na sequência, adicionou-se ao sistema 20 mL de água deionizada (água tipo-II) e uma gota de fenolftaleína em cada Erlenmeyer. Após, fez-se a correção do pH com auxílio de uma solução de hidróxido de sódio 1 mol L<sup>-1</sup> até o ponto de viragem, indicado pelo aparecimento de coloração rósea. A solução foi descorada com uma gota de solução de ácido sulfúrico 97,11% e ácido nítrico 65%, em uma proporção de (1:5).

A mistura foi transferida quantitativamente para um balão volumétrico de 100,00 mL. A esse volume foram adicionados 4,0 mL da solução de molibdato de amônio  $0,020 \text{ mol L}^{-1}$  e 10 gotas ( $\sim 0,5 \text{ mL}$ ) de solução de cloreto estânico  $0,1108 \text{ mol L}^{-1}$ , com o auxílio de uma pipeta Pasteur. O sistema foi agitado vigorosamente e mantido em repouso por 10 minutos. A amostra foi analisada por Espectrofotometria UV/Vis, monitorando-se o comprimento de onda 690 nm).

Para o preparo da curva analítica foram preparadas soluções padrão de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  anidro nas concentrações de 0; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250 e 0,300  $\text{mg L}^{-1}$  a partir da solução estoque de  $50 \text{ mg L}^{-1}$ . As curvas foram preparadas em solvente puro (água tipo-II) e matriz. Cada ponto da curva foi analisado em sextuplicata ( $n=6$ ). As curvas também foram preparadas em três dias diferentes por diferentes analistas.

Ensaaios de recuperação foram realizados as concentrações nas concentrações 0,10, 0,15 e 0,25 em sextuplicata ( $n=6$ ). As recuperações foram calculadas de acordo com a **Eq. 5**. Os ensaios de repetibilidade foram avaliados nas concentrações 0,10, 0,15 e 0,25 em sextuplicata ( $n=6$ ) por um mesmo analista, enquanto a precisão intermediária foi avaliada por analistas diferentes. A repetitividade e precisão intermediária foram expressas pelo desvio padrão relativo, de acordo com a **Eq. 6**.

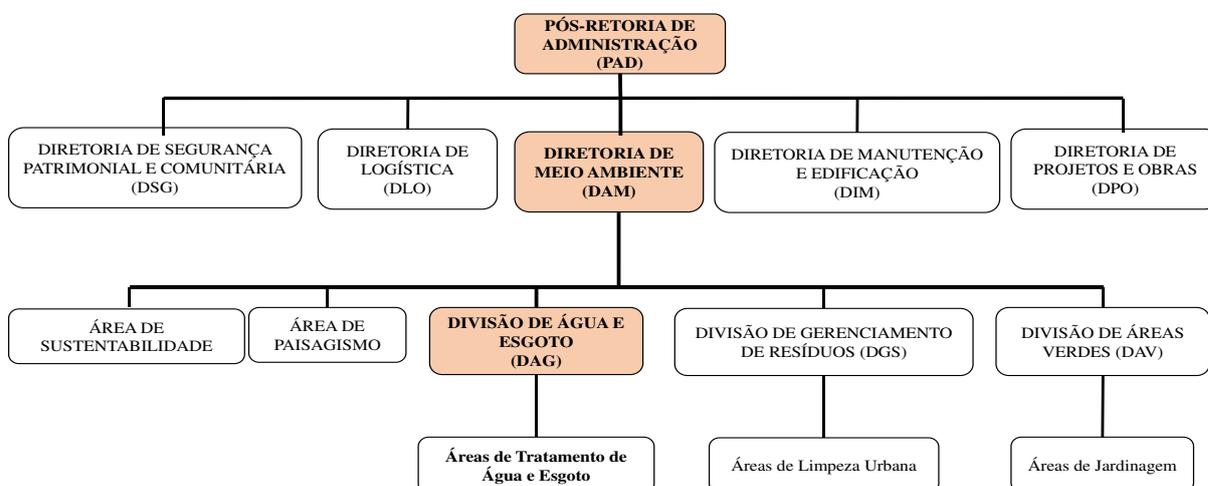
#### **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Foi realizado uma avaliação do LCQA visando a implantação de um sistema de Qualidade. O questionário: **LCQA-SGQ-PRT-001-01-Levantamento da situação atual do LCQA** (Apêndice 01) foi respondido por funcionários do LCQA, por observações do mestrando e leitura de documentos da UFV. A partir das informações obtidas, foi iniciada a elaboração do Manual da Qualidade (**LCQA-SGQ-MQ-001-01**). Dessa maneira, as atividades realizadas foram adequadas e formalizadas, além de identificar as atividades ausentes ou não conforme de acordo com a norma, definindo as correções necessárias. Por exemplo, o item 5 da ABNT NBR ISO/IEC 17025 trata sobre *Requisitos da Estrutura do Laboratório*. Foi, portanto, realizado o levantamento da Estrutura do Laboratório, considerando a sua posição dentro do organograma da instituição, assim como a hierarquia, ingresso nos cargos etc.

##### **4.1. Organograma da Pró-reitora de Administração da UFV**

O Conselho Universitário da UFV (CONSU), órgão superior de administração, no uso de suas atribuições legais, deliberou em sua 451ª Reunião, realizada em 26 de outubro de 2020,

o organograma da Pró-reitoria de Administração (PAD) (**Figura 8**) (CONSU, 2020). Nessa reunião foi aprovado o regimento interno da PAD e dos órgãos a ela vinculados (CONSU, 2020).



**Figura 8:** Representação do organograma da Pró-reitoria de Administração da UFV. **Fonte:** <https://meioambiente.ufv.br/a-diretoria/estrutura-e-regimento-organizacional/> Acessado em julho de 2023.

A PAD é um órgão da UFV diretamente vinculado à Reitoria, cuja finalidade é coordenar as atividades de suporte às ações de ensino, pesquisa e extensão da UFV. Assim, atua promovendo a organização e o controle da expansão e da manutenção das condições de transporte, segurança patrimonial e infraestrutura de obras e serviços relacionados a elementos físico-territoriais e de meio ambiente. Seus trabalhos são articulados em cinco diretorias, além da Comissão de Espaço Físico (COESF), não apresentado no organograma: Diretoria de Segurança Patrimonial e Comunitária (DSG), Diretoria de Logística (DLO), Diretoria da Manutenção de Edificação (DIM), Diretoria de Projetos e Obras (DPO) e Diretoria de Meio Ambiente (DAM) (CONSU, 2020).

O engenheiro ambiental Ulisses Bifano Comini é o atual diretor da DAM, desde maio de 2019. O ingresso no cargo é realizado por meio de indicação pelo reitor de um membro do quadro de funcionários da UFV contratados mediante concurso público. O tempo de duração para exercício do cargo é de 4 anos, com possibilidade de recondução ao cargo. Essa diretoria é subdividida em seis setores: Área de Expediente e Apoio Administrativo, Área de Sustentabilidade, Área de Paisagismo, Divisão de Água e Esgoto (DAG), Divisão de Gerenciamento de Resíduos (DGS) e Divisão de Áreas Verdes (DAV) (CONSU, 2020).

Em relação à DAG, o engenheiro ambiental João Francisco de Paula Pimenta é o atual chefe, sendo também o coordenador do Laboratório de Controle da Qualidade da Água (LCQA). Este cargo é ocupado por meio da indicação pelo diretor da DAM de um membro também do quadro de funcionários da UFV contratados mediante concurso público. A duração para exercício do cargo é de 4 anos, com possibilidade de recondução ao cargo. Na sua ausência, este cargo pode ser ocupado por indicação provisória da chefia da DAG, que coincide com a coordenação do LCQA.

Segundo a Resolução N° 16/2020, as competências da DAG incluem:

(I) planejar e coordenar as atividades relacionadas ao gerenciamento dos recursos hídricos, superficiais e subterrâneos existentes na UFV; (II) Elaborar normas, procedimentos, projetos e programas para gerenciamento dos recursos hídricos utilizados em atividades desenvolvidas pela UFV; (III) Atuar na coordenação de projetos para captação e tratamento de água, tratamento de efluentes, reúso de água, perfuração de poços, ampliações de redes de abastecimento de água, esgoto, drenagem, água bruta e projetos afins; (IV) Coordenar ou fazer parte da equipe de coordenação do gerenciamento de projetos de conservação e recuperação das microbacias existentes em áreas da UFV e outros projetos afins; (V) Dar suporte técnico ao gerenciamento das Estações de Tratamento de Esgoto dos diversos setores da UFV; (VI) Coordenar e promover ações educativas e de treinamento de boas práticas de gerenciamento de recursos hídricos; (VII) Coletar e sistematizar dados e indicadores de monitoramento de qualidade da água dos mananciais, da água distribuída e das piscinas, vazão dos mananciais, tratamento de efluentes, consumo de água e outros que se fizerem necessários ao atendimento da legislação; (VIII) Coordenar o desenvolvimento, execução, monitoramento e atualização de planos relacionados ao gerenciamento dos recursos hídricos da UFV; (IX) Providenciar projetos necessários à regularização ambiental das atividades sob coordenação da Divisão; (X) Informar à Vigilância Sanitária e a outros órgãos competentes, na frequência prevista na legislação, ações de controle de qualidade da água e ocorrências observadas pela UFV; e (XI) Atuar de acordo com as normas de segurança do trabalho e saúde ocupacional.

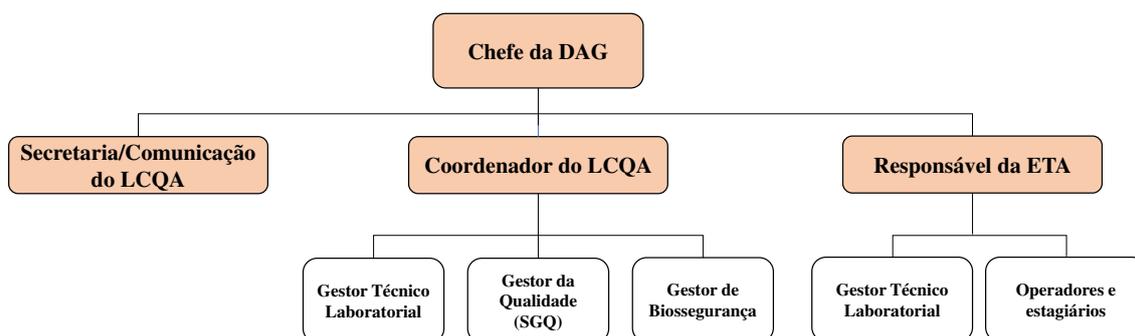
Para atender às demandas supracitadas, ainda segundo a Resolução N° 16/2020, a DAG está vinculada ainda à Área de Tratamento de Água e Esgoto, cuja competência inclui

(I) planejar, coordenar e avaliar a execução das rotinas operacionais da Estação de Tratamento de Água; (II) Dar suporte técnico necessário para operação adequada das Estações de Tratamento de Esgoto e Efluentes da UFV, elaboração de procedimentos, treinamentos e avaliações; (III) Planejar, organizar e elaborar escalas de trabalho, relatórios, controle de estoques e pedidos de compras necessários ao seu funcionamento; e (IV) Atender as demandas apresentadas pela Chefia da Divisão de Água e Esgoto.

#### **4.2. Organograma da Divisão de Água e Esgoto (DAG)**

A DAG é responsável pela Estação de Tratamento de Água (ETA) e pelo Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA). O LCQA tem como competência realizar análises físico-químicas e microbiológicas para a caracterização de água e efluentes segundo as demandas da DAG, bem como coordenar e avaliar a execução técnica das rotinas laboratoriais da Estação de Tratamento de Água da UFV.

O funcionograma do LCQA é mostrado na **Figura 9**.



**Figura 9:** Funcionograma do Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA) em DAG.  
**Fonte:** Adaptado: Autor, 2023.

Na primeira posição, ou seja, no ponto mais alto da hierarquia da DAG, encontra-se o Chefe da DAG, sendo então, o chefe imediato da secretaria e do responsável da ETA. O Chefe da DAG também acumula a função de coordenador do LCQA. Todos os cargos de chefia são indicados pelo Chefe da DAG. O Coordenador do LCQA é o superior hierárquico dos técnicos do laboratório, que possuem atribuições idênticas.

#### 4.2. Localização e a infraestrutura do LCQA na UFV

O LCQA está situado na Avenida P.H. Rolfs, s/n, Campus Universitário, Divisão de Água e Esgoto (DAG), Viçosa, MG, CEP 36570-900, nas mediações da Estação de tratamento de água, latitude: 20°45'56" S e longitude: 42°41'59" O. Na **Figura 10** é mostrada uma foto panorâmica da Diretoria de Meio Ambiente, onde está situado o LCQA.

O LCQA é o setor da DAG responsável por realizar análises de água e efluentes. Realiza ensaios físico-químicos e microbiológicos de baixa complexidade, incluindo amostragem, atendendo a demandas internas da DAG e eventuais demandas externas. Vale ressaltar que não é um laboratório destinado ao ensino, pesquisa ou calibração, ainda que algumas pesquisas sejam eventualmente desenvolvidas nas instalações. Os ensaios realizados pelo LCQA estão elencados na **Tabela 5**.



**Figura 10:** Imagem panorâmica da ETA-UFV. **Fonte:** Tonon (2022) e **Website:** <https://meioambiente.ufv.br/agua-e-esgoto/sobre-a-dag/>. Acessado em: 05 de maio de 2021

**Tabela 5:** Análises físico-químicas realizadas pelo Laboratório de Controle de Qualidade da Água (LCQA)

Ensaio	Método*
Alcalinidade total	SMEWW 2320
Alumínio total	HACH 8012**
Bactérias Heterotróficas	SMEWW 9215 B
Clorofila-a	SMEWW 10200 H
Coliformes totais e <i>Escherichia coli</i>	SMEWW 9223
Condutividade elétrica	SMEWW 2510
Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO)	SMEWW 5210 B
Demanda Química de Oxigênio (DQO)	SMEWW 5220 D
Dureza total	SMEWW 2340 C
Ferro total	SMEWW 3500-Fe
Fósforo total	SMEWW 4500-P D
Nitrogênio amoniacal	HACH 8038**
Nitrogênio total e amoniacal	SMEWW 4500- NH <sub>3</sub> C e 4500 N-org. B
Oxigênio Dissolvido (OD)	SMEWW 5210 B
pH	SMEWW 4500-H+ B
Série de sólidos (suspensos, dissolvidos e totais)	SMEWW 2540
Turbidez	SMEWW 2130 B

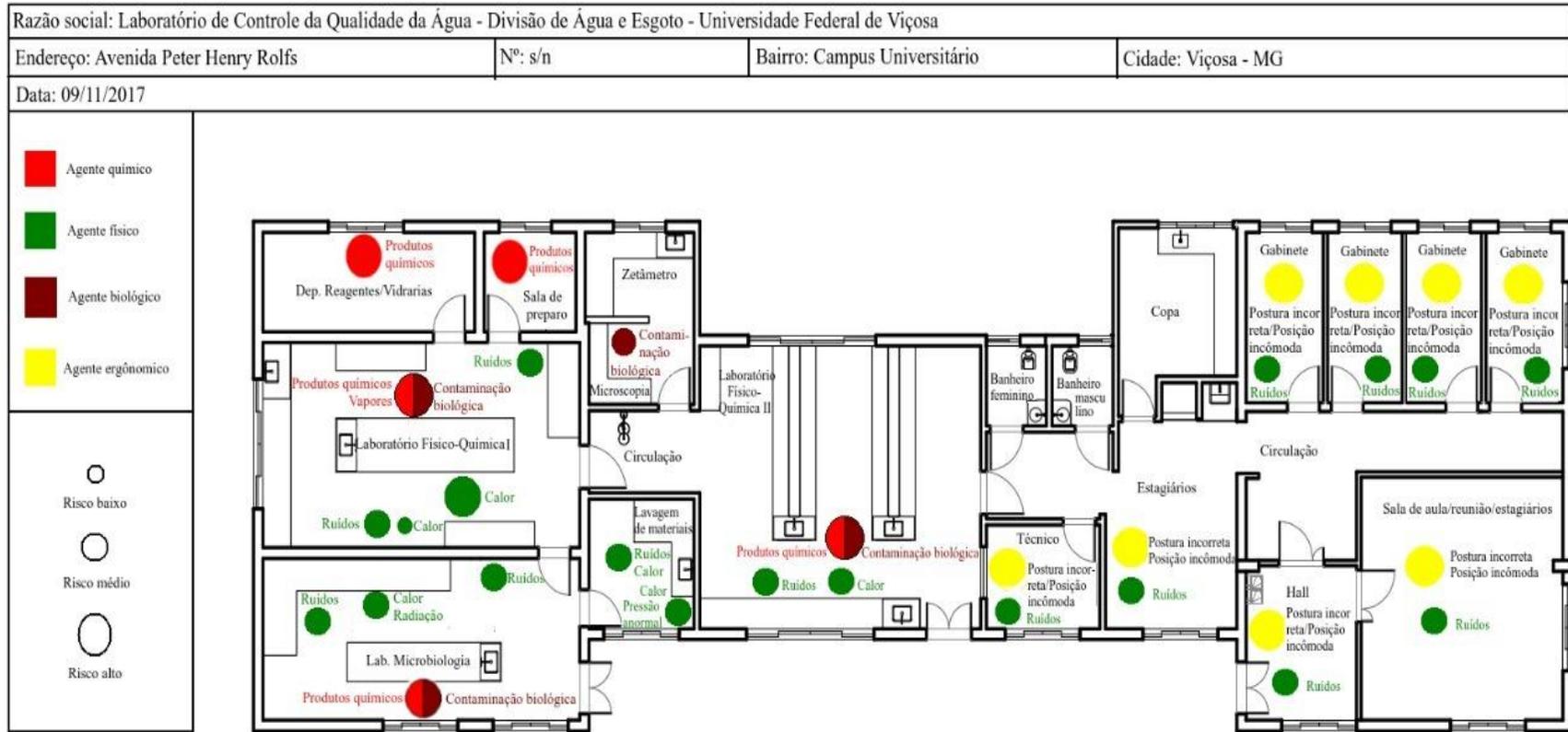
\*SMEWW—*Standard Methods of Examination of Water and Wastewater*, AWWA ed,23<sup>th</sup>. \*\* similar ao SMEWW, porém com menor número de reagentes e menor LoD.

A seção técnica laboratorial compreende três unidades distintas: a Unidade de Preparo de Material para Amostragem e Recepção, a Unidade de análises físico-químicas e a Unidade de análises microbiológicas. Cada uma das unidades analíticas que constituem a unidade de amostragem pode ser composta por equipes de operadores da Estação de Tratamento de Água (ETA), estagiários e um técnico do LCQA. Os operadores são servidores da UFV, designados ao cargo mediante concurso público, e podem atuar na unidade de amostragem e, mediante necessidade, nas demais unidades. Os técnicos do LCQA (Guilherme M. Bousada e o Janderson B. Bepler) são responsáveis pela organização e treinamento dos operadores e estagiários.

Os estagiários atuam em todas as unidades e são alunos de graduação da UFV de diferentes áreas de formação, como Engenharia Ambiental, Bacharelado em Química, Licenciatura em Química, Engenharia Química e Biologia. O ingresso no cargo de estagiário é realizado por meio de entrevista e análise de currículo. Neste trabalho, foi criado um procedimento gerencial **LCQ-SGQ-PRG-021-01**: Gestão do Pessoal do LCQA. Nesse documento, foram inseridas as informações sobre o corpo de colaboradores do LCQA, a cadeia de responsabilidade entre eles, e demais processos que envolvem os colaboradores.

O laboratório realiza o monitoramento da qualidade da água tratada pela Estação de tratamento de água em diversos pontos, entre os quais as lagoas (Lagoa da Funarbe, da Hidráulica, da Reitoria, das Quatro Pilastras e do Gado de Leite), poços de visitação e Estações de Tratamento de Efluentes - ETE (Unidade de Ensino, Pesquisa e Extensão- UEPE em Melhoramento de Suínos, Frigorífero Escola, Gado de Leite e Suinocultura).

A planta baixa do LCQA é mostrada na Figura 11. Além da sede, o LCQA faz uso do laboratório de rotina da ETA para o desenvolvimento de algumas de suas atividades, como determinação de cor, turbidez, dureza e cloro livre. As paredes do LCQA são de alvenaria, com portas de madeira dividindo os diversos ambientes: Laboratório de Físico-Química I, de Físico-Química II, de Microbiologia e de Microscopia; Sala de Pesagem, Almoxarifado e Sala de Esterilização. O laboratório faz parte da edificação reservada à Diretoria do Meio Ambiente (DAM), onde fica a Divisão de Água e Esgoto (DAG), estando separado do espaço destinado apenas às atividades administrativas bem como aos outros setores da DAM, incluindo os gabinetes, a sala de reunião, os banheiros, a sala de estagiários e a copa.



**Figura 11:** Representação da planta baixa do edifício do LCQA/DAG/UFV. **Fonte:** DAG/UFV.

O laboratório de Físico-Química I (Figura 12) é destinado ao armazenamento de itens de ensaio para análises clássicas, com a instalação de geladeiras, uma bancada central de alvenaria para os ensaios, capela de exaustão, sala de balança, sala de reagentes, estufa de secagem de materiais e o purificador de água Tipo II.



**Figura 12:** Imagem atual do Laboratório de Físico-Química-I. **Fonte:** Autor, 2023

O laboratório de Físico-Química II (Figura 13), por sua vez, é destinado ao armazenamento de itens de ensaio para análises instrumentais, com a instalação de três bancadas de alvenaria (duas no centro e uma lateral).



**Figura 13:** Imagem atual do Laboratório de Físico-Química-II. **Fonte:** Autor, 2023.

O laboratório de Microbiologia (Figura 14), possui duas bancadas de alvenaria (uma no centro e outra na lateral). Possui capela de fluxo laminar, incubadoras microbiológicas e geladeiras. Anexa a ela encontra-se a de esterilização de materiais.



**Figura 14:** Imagem atual do Laboratório de Microbiologia. **Fonte:** Autor, 2023

Esses espaços possuem restrições de acesso a pessoal treinado ou em treinamento. As atividades a serem executadas exigem treinamento prévio e supervisão dos técnicos responsáveis até o reconhecimento de proficiência. Foi criada uma ficha de registro de treinamento realizado no LCQA (**LCQA-SGQ-FRG-004-01**). Todos os colaboradores devem assinar o documento sobre imparcialidade e regras de uso do laboratório em um formulário também criado (**LCQA-SGQ-FRG-001-01**: Termo de imparcialidade e confidencialidade do LCQA).

#### **4.3. Compra de equipamentos, reagentes e materiais consumíveis do LCQA**

A aquisição de equipamentos, reagentes e materiais do LCQA é feito como qualquer outro órgão da UFV. Segue-se, portanto, os procedimentos de compras e gestão de fornecedores estabelecidos pela Diretoria de Materiais (DMT), que é um setor responsável pelas compras e suprimentos. A aquisição de materiais e bens permanentes é feita via pregão eletrônico. Os itens solicitados devem constar no Plano Anual de Contratações, de acordo com o Decreto Federal Nº 10.947 (Brasil, 2022). Esse decreto regulamenta o inciso VII do caput do art. 12 da Lei nº 14.133 (Brasil, 2021). Segundo o artigo 1º dessa lei:

*“Esta Lei estabelece normas gerais de licitação e contratação para as Administrações Públicas diretas, autárquicas e fundacionais da União, dos Estados, do Distrito Federal e dos Municípios.”*

O Portal Nacional de Contratações Públicas (PNCP) é o *site* eletrônico oficial destinado à divulgação centralizada e obrigatória dos atos exigidos pela Lei nº 14.133 (PNCP, 2023). Nesse portal é oferecido o Sistema de Planejamento e Gerenciamento de Contratações (PGC) (PGC, 2023), que é uma ferramenta eletrônica do Sistema Integrado de Administração

de Serviços Gerais (SIASG). Tais ferramentas permitem que as Unidades Administrativas de Serviços Gerais (UASG) possam elaborar o Plano Anual de Contratações (PAC), (PAC, 2023).

Na UFV, de acordo com a Diretoria de Material (DMT) para a aquisição de um equipamento, reagente ou material consumível, deve-se fazer uma solicitação no Sistema Integrado de Material (SIM) (DMT, 2023 (a)). Tal sistema inclui: (1) Pedidos de Item em Estoque; (2) Pedido de Itens em Registro de Preços e (3) Pedido de Compra de Material ou Contratação de Serviço.

Os itens em Estoque caracterizam-se como aqueles de uso frequente, como canetas, papel higiênico entre outros, fornecidos e entregues pelo Almoxarifado Central, ligado à DMT (DMT, 2023(b)). Os itens em Registro de Preços são fornecidos por empresas previamente contratadas em licitação, em contratos documentados em ata com duração de 12 meses, contendo saldos pré-definidos. Para aquisição dos itens em Registro de Preços, deve-se fazer uma solicitação filha originada da solicitação que deu origem a Ata de Registro de Preços (DMT, 2023(c)). Os itens Compra de Material ou Contratação de Serviço serão licitados ou adquiridos conforme legislação específica “(Pregão, Dispensa de Licitação, Inexigibilidade de Licitação, Cotação Eletrônica, etc.)” (DMT, 2023(d)).

A DMT é o órgão responsável por: (1) identificação da necessidade indicada pelo órgão da UFV; (2) recebimento das descrições detalhadas das características do item de compra feitas pelo requerente; (3) pesquisa e seleção de fornecedores; (4) solicitação de cotações ou propostas; (5) análise e negociação; (6) aprovação e emissão do pedido; (6) recebimento e inspeção; (7) aceitação e pagamento; e (8) registro e monitoramento.

#### **4.4. Registro de bens patrimoniais do LCQA**

Assim como a aquisição de equipamentos, o registro de bens patrimoniais do LCQA é feito como qualquer outro órgão da UFV. Ele é feito de acordo com a Resolução N° 9 de 1994 (UFV, 2023(a)). Esta resolução estabelece as normas do Sistema de Administração Patrimonial (SAP). Segundo esta resolução, bens patrimoniais:

*“Bens patrimoniais são todos os bens móveis e imóveis vinculados ao patrimônio da União e que estejam sob a guarda, uso, administração e responsabilidade da UFV, para manutenção de suas atividades”.*

O cadastramento do bem é feito por um agente patrimonial, que é um servidor designado pela chefia titular da Unidade Administrativa ou Acadêmica, nomeado por meio de portaria e devidamente cadastrado no Serviço de Patrimônio (SAP). O registro específico é feito no SAP (Depósito online), contendo detalhamento das características físicas do bem (UFV, 2023(b)).

*“Competem aos agentes patrimoniais as providências administrativas para garantir o controle, a guarda e a conservação dos bens móveis permanentes integrados ao patrimônio de sua unidade; Cabe aos Agentes Patrimoniais conferir a presença dos bens que estiverem sob sua responsabilidade, isto é, se realmente os bens estão fisicamente no local indicado; É de responsabilidade dos Agentes Patrimoniais o controle da movimentação física dos bens patrimoniais de sua unidade; A responsabilidade dos Agentes Patrimoniais perdura enquanto os mesmos estiverem com lotação na respectiva unidade, ou até a nomeação de outro que o substitua.”*

A identificação do bem é feita pela fixação de uma plaqueta ou gravação, com um número de registro patrimonial. Todos os bens patrimoniados são arquivados e disponibilizados para consulta pública em sistema eletrônico ((UFV, 2023(c)).

Caso exista equipamentos que não sejam de propriedade da DAG-LCQA, o Coordenador do LCQA deve garantir a sua identificação apropriada, assegurando-se a sua proteção e bom funcionamento. Caso o equipamento seja danificado, perdido ou estiver inoperacional, esta situação deve ser comunicada por escrito pelo Coordenador do LCQA ao respectivo agente patrimonial.

#### **4.5. Base de dados de equipamentos, materiais e reagentes**

No LCQA não existia uma planilha de identificação unívoca de todos os equipamentos, padrões e reagentes. Portanto, foram criados três bases de dados em Excel **LCQA-SGQ-FRG-008-01; LCQA-SGQ-FRG-009-01; LCQA-SGQ-FRG-010-01 e LCQA-SGQ-FRG-011-01.**

(1) Registro de equipamentos: **LCQA-SGQ-FRG-008-01.** Este documento Excel inclui uma descrição técnica dos equipamentos das unidades sala de Físico-química I e II, sala de pesagem, sala de microbiologia, sala de esterilização, sala de microscopia e zetametro. Para cada equipamento foi identificada a marca, número de série, modelo, nome do técnico responsável, data de instalação, nível de criticidade, razão social do fabricante, data e compra, data de garantia, forma de aquisição, código unívoco e localização no LCQA. Foram registrados mais de 80 equipamentos.

(2) Registro de vidrarias (balões de 50 e 100 mL; pipetas automáticas, termômetros e dessecadores): **LCQA-SGQ-FRG-009-01** e **LCQA-SGQ-FRG-010-01**. Este documento também foi criado em Excel. Para os balões volumétricos e pipetas automáticas foram incluídos marca, modelo, número de série, volume nominal, erro indicado, data de calibração (se houver), e código unívoco. Para os termômetros, foram inseridos marca, modelo, número de série, faixa de uso, localização e código unívoco. Para os dessecadores, foram inseridos marca, modelo e localização.

(3) Registro de padrões e reagentes: Os equipamentos do LCQA, podem ser utilizados apenas por pessoal devidamente autorizado. Não havia nenhum registo de utilização de equipamentos, sendo criado o formulário **LCQA-SGQ-FRG-011-01**, como mostrado no apêndice.

Os equipamentos do LCQA também não são calibrados pelo INMETRO. Para viabilizar a transição e acreditação de alguns dos métodos do LCQA, foi criado o formulário **LCQA-SGQ-FRG-008-01**. Para isso, o requerente deverá definir os pontos de calibração. O limite ideal para a periodicidade de calibração é de um ano, tendo uma tolerância de  $\pm 1$  mês. Quando o período de calibração expira e esta não tenha ocorrido, o equipamento é colocado “Fora de Serviço”. Sugere-se que os certificados de calibração sejam devidamente analisados e arquivados. Por fim, sugere-se a criação de etiquetas para serem coladas nos equipamentos, as quais identificam o estado de operacionalidade dos equipamentos (Tabela 6).

**Tabela 6:** Etiquetas autocolantes que identificam o estado de operacionalidade dos equipamentos

<b>Estado de operacionalidade</b>	<b>Instrução</b>
Aprovado para Uso <b>(Etiqueta verde)</b>	Deve constar na etiqueta: número de identificação do equipamento; a data da última calibração; a data da próxima calibração; a identificação do técnico / empresa que executou essa calibração. A fixação deste selo significa que o instrumento foi calibrado e cumpre a especificação exigida para o trabalho.
Calibrar antes de usar <b>(Etiqueta amarela)</b>	Deve constar na etiqueta: o número de identificação do equipamento e a indicação de “CALIBRAR ANTES DE USAR”.
Não requer calibração <b>(Etiqueta azul)</b>	Para estes equipamentos, a calibração não é requerida. Deve constar na etiqueta: número de identificação do equipamento e a indicação de “NÃO REQUER CALIBRAÇÃO”.
Uso com restrições <b>(Etiqueta laranja)</b>	Se um instrumento de medição, com várias funções ou faixas de uso estiver inoperacional em uma ou mais delas, mas trabalhar corretamente nas outras, poderá ser colocado ao serviço com restrições, identificando as situações em que estas se aplicam. Deve constar na etiqueta: “USO COM RESTRIÇÕES”.
Fora de serviço <b>(Etiqueta vermelha)</b>	Os equipamentos que por qualquer motivo estejam impedidos de ser utilizados. Deve constar na etiqueta: “FORA DE SERVIÇO”.

#### 4.6. Verificação de equipamentos

A rastreabilidade metrológica é um requisito da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (requisito 6.5 – Rastreabilidade metrológica), sendo um ponto crítico para garantir a confiabilidade dos resultados emitidos pelo laboratório. Tal rastreabilidade está relacionada à capacidade do laboratório de demonstrar que as medidas realizadas são confiáveis e rastreáveis a padrões nacionais ou internacionais por meio de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas. Portanto, a verificação ou checagem de balança analítica, espectrofotômetro UV-Visível, pipetas automáticas (de 1,0 mL, 5,0 mL e 10,0 mL) e balões volumétricos (de 50,0 mL e 100,0 mL), que são os equipamentos importantes para a determinação de DQO e fósforo total, foram realizados procedimentos técnicos específicos (no apêndice 02), a partir destes foram gerados dados para os registros técnicos em anexo 01 (os (4) quatro scanners). Inicialmente, foi feito um formulário de técnico para análise crítica de item de ensaio recebido do LCQA (LCQA-SGQ-FRT-001-01).

#### 4.6.1. Verificação da balança

Para a verificação da balança analítica, com código unívoco criado: **LCQA-SP-Balança-001**, com os diversos pesos-padrão e os parâmetros Média; Limite Central (LC); Limite Superior Central (LSC) e Limite Inferior Central (LIC) obtidos para peso-padrão, considerando as medidas realizadas por 20 dias, são mostrados na Tabela 7.

**Tabela 7:** Parâmetros das cartas controle da balança analítica LCQA/SP/Balança-001.

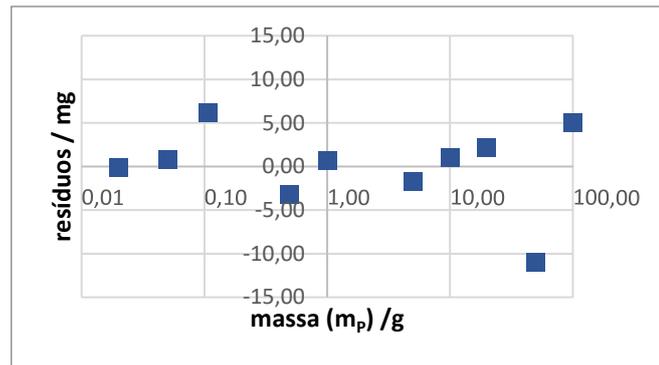
Peso-padrão Verificado	CARTA X-BARRA				CARTA-R			
	Média	LC	LSC	LIC	Média	LC	LSC	LIC
<b>100,0000 g</b>	100,0088	100,0088	100,0090	100,0086	0,0002	0,0002	0,0006	0,0000
<b>50,0000 g</b>	49,9910	49,9910	49,9912	49,9907	0,0002	0,0002	0,0006	0,0000
<b>20,0000 g</b>	20,0030	20,0030	20,0032	20,0027	0,0002	0,0002	0,0005	0,0000
<b>10,0000 g</b>	10,0015	10,0015	10,0016	10,0013	0,0002	0,0002	0,0005	0,0000
<b>5,0000 g</b>	4,9986	4,9986	4,9989	4,9984	0,0002	0,0002	0,0006	0,0000
<b>1,0000 g</b>	1,0009	1,0009	1,0011	1,0007	0,0002	0,0002	0,0005	0,0000
<b>0,5000 g</b>	0,4970	0,4970	0,4978	0,4962	0,0008	0,0008	0,0002	0,0000
<b>0,1000 g</b>	0,1063	0,1063	0,1064	0,1061	0,0001	0,0001	0,0004	0,0000
<b>0,0500 g</b>	0,0509	0,0509	0,0510	0,0507	0,0001	0,0001	0,0004	0,0000
<b>0,0200 g</b>	0,0201	0,0201	0,0203	0,0200	0,0001	0,0001	0,0004	0,0000

**Fonte:** Autor, 2023. Excel®

A exatidão das massas obtidas na pesagem pode ser observada a partir do modelo de regressão linear entre as massas dos pesos-padrão ( $m_p$ ) e o média das leituras da balança ( $m$ ), Eq. 7.

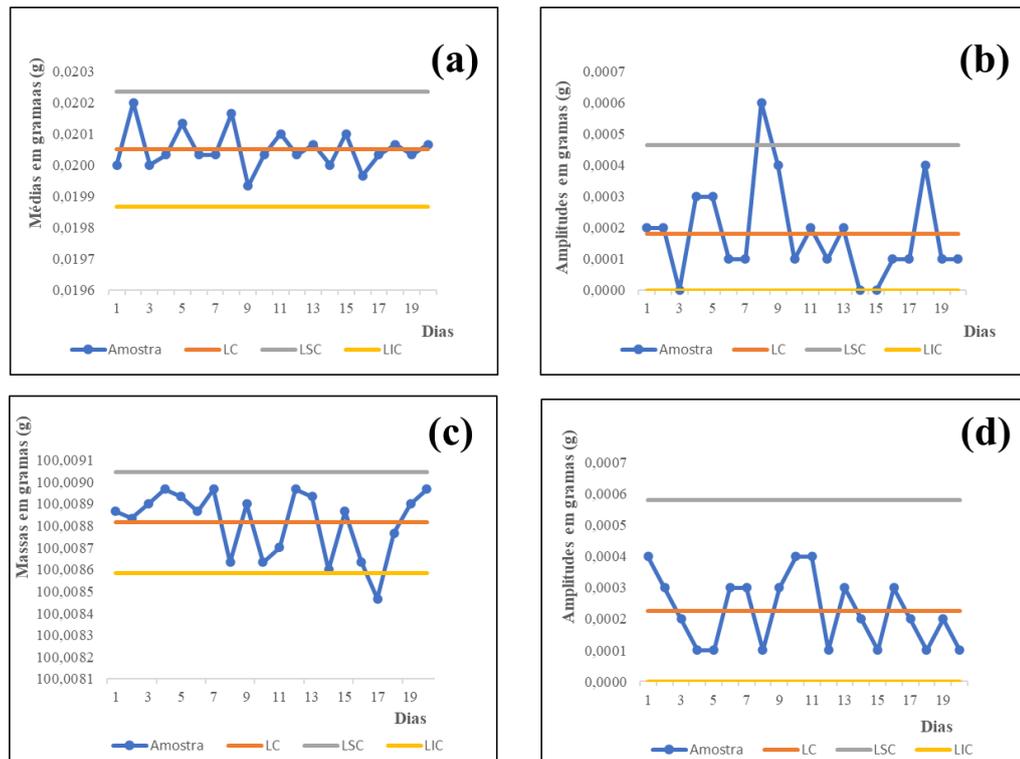
$$\hat{m} \pm 5,0 \cdot 10^{-3} = (1,000036 \pm 5,2 \cdot 10^{-5})x + (0,131 \pm 1,9)x10^{-3} \text{ (Eq. 7)}$$

O gráfico dos resíduos (Figura 15), mostra uma boa dispersão dos pontos. O termo constante da equação não difere significativamente do zero ( $p$ -valor  $< 0,001$ ), demonstrando ausência de erro sistemático na medida. A inclinação também não difere significativamente de 1 ( $p$ -valor  $< 0,001$ ), demonstrando ausência de erro proporcional. A exatidão obtida por esse procedimento se refere aos pesos-padrão, que pode ser entendido com uma equivalência de valores ou uma comparação de métodos, uma vez que esses pesos-padrão não são materiais de referência rastreáveis.



**Figura 15:** Apresentação do gráfico de distribuição dos resíduos das massas obtidas em relação ao valor padrão.

Na Figura 16 são apresentadas as cartas-controlé obtidas para as massas 0,0200 g (Figura 16 (a) e (b)) e 100,000 g (Figura 16 (c) e (d)) para um período de 20 dias. Esses valores de massa foram selecionados para as figuras pois têm valores extremos dentre os pesos-padrão.



**Figura 16:** Cartas controle tipo X-barra e Carta controle R obtidas para balança. (a) e (b) para peso-padrão 0,0200 g; (c) e (d) para peso-padrão 100,0000 g, respectivamente. **Fonte:** Autor, 2023. Excel®

Nas cartas-controlé X-barra, que considera os valores médios obtidos, observa-se que a maior parte das médias das respostas mantiveram-se entre os LSC e LIC, o que sugere que a variação está sob controle e dentro de limites aceitáveis para ambos os pesos-padrão (ISO 1991; OLIVEIRA *et al.*, 2013). No entanto, foram observadas não-conformidades para o peso-padrão

0,0200 g em quatro ocasiões: em três, o valor ficou acima do LSC e uma vez, abaixo do LIC. Também observada uma não conformidade para o peso-padrão 100,0000 g, com valor abaixo do LIC (Figura 21(a) e (c)). É importante pontuar que, em uma situação normal de ambiente sob gestão da qualidade que, em cada não-conformidade, seria necessário: documentação da não-conformidade; interrupção do trabalho; identificação do problema; proposta da correção; repetição da(s) medida (s) (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

Na Carta-controle R, que é usada para monitorar a variação da amplitude ao longo da série temporal, também foi possível observar o comportamento adequado da balança para ambos os pesos-padrão durante o período de avaliação.

É importante ressaltar que não há registro da última calibração da balança por pessoal acreditado pelo INMETRO, mas a última manutenção foi realizada no dia 23 de março de 2023. Essa calibração periódica é importante para garantir maior confiabilidade dos resultados e é uma exigência da Norma (item 6.5 – Rastreabilidade metrológica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017).

#### **4.6.2. Verificação de pipetas automáticas de volume variável**

A partir da **LCQA/SGQ/FRG-009-01**, as pipetas checadas no LCQA foram identificadas como **LCQA-PIPET.1-I-001** (capacidade de 1,00 mL); **LCQA-PEPIT.1-II-002** (capacidade de 1,00 mL); **LCQA-PIPET.5-III-007** (capacidade de 5,00 mL) e **LCQA-PIPET.10-II-008** (capacidade de 10,00 mL). Vale ressaltar que todas estas pipetas automáticas não apresentam os laudos/certificados iniciais de calibração para cada uma. Os parâmetros Média; Limite Central (LC); Limite Superior Central (LSC) e Limite Inferior Central (LIC) obtidos para as micropipetas são mostrados na Tabela 8.

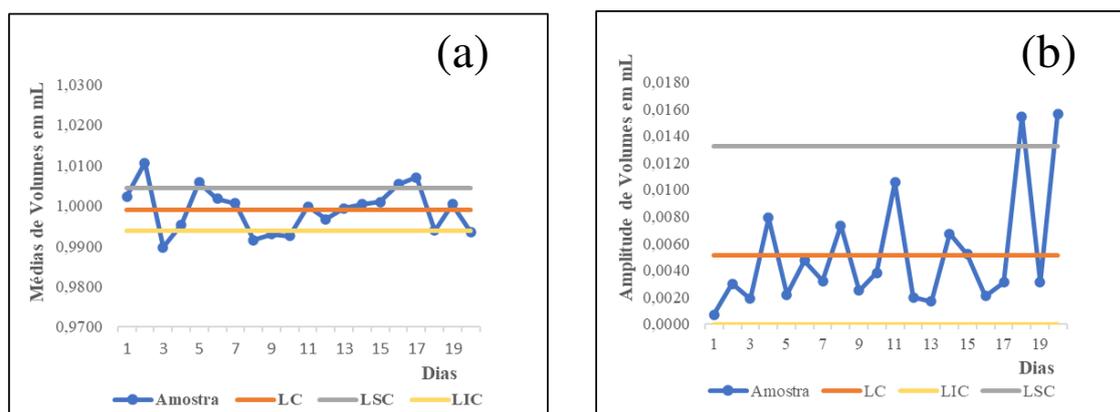
Não foi realizada a avaliação da exatidão (similar àquela realizada para a balança) uma vez que os volumes obtidos são provenientes de instrumentos distintos (cada volume com uma micropipeta diferente). O modelo de regressão não teria, portanto, nenhum significado útil.

**Tabela 8:** Parâmetros das cartas controle das pipetas calculados a partir do volume

Peso Verificado (mL)	CARTA X-BARRA				CARTA-R			
	Média	LC	LSC	LIC	Média	LC	LSC	LIC
1,00 <sup>a</sup>	0,9990	0,9990	1,0043	0,9938	0,0051	0,0051	0,0132	0,0000
1,00 <sup>b</sup>	1,0065	1,0065	1,0122	1,0009	0,0055	0,0055	0,0142	0,0000
5,00 <sup>c</sup>	4,9978	4,9978	5,0150	4,9806	0,0168	0,0168	0,0433	0,0000
10,00 <sup>d</sup>	10,0106	10,0106	10,0480	9,9731	0,0366	0,0366	0,0941	0,0000

Fonte: Autor, 2023. <sup>a</sup>LCQA-PIPET.1-I-001; <sup>b</sup>LCQA-PEPIT.1-II-002; <sup>c</sup>LCQA-PIPET.5-III-007; <sup>d</sup>LCQA-PIPET.10-II-008

Nas Figuras 17 (a)-(b) são mostradas as cartas-controle obtidas para a pipeta **LCQA-PIPET.1-I-001** (1,00 mL). Pode-se observar que a pipeta **LCQA-PIPET.1-I-001** apresentou quatro pontos  $\geq$  LSC e seis pontos  $\leq$  LIC na carta-controle X-barra (Figura 17(a)). Na carta controle R (Figura 17(b)), a pipeta **LCQA-PIPET.1-I-001** apresentou a maioria das medidas dentro dos limites estabelecidos, exceto para dois pontos que se apresentam acima LSC.

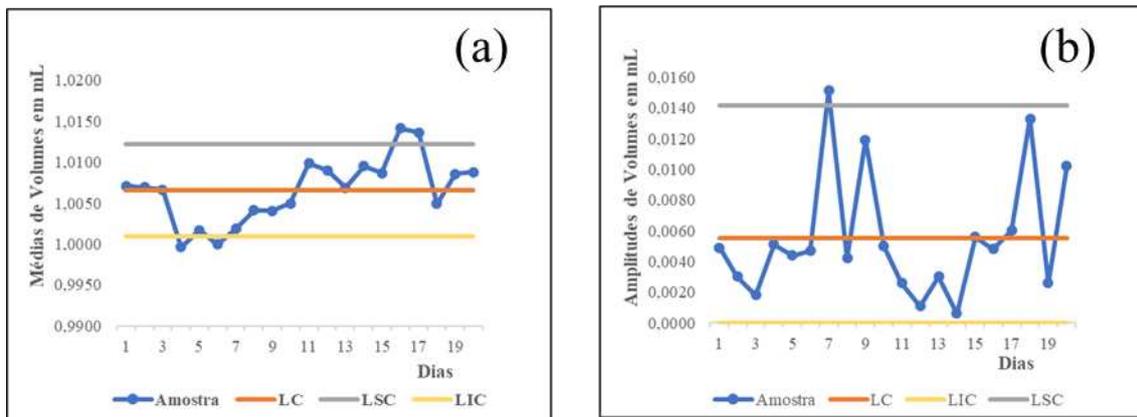


**Figura 17:** Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.1-I-001 (Capacidade:1,00 mL). Fonte: Autor, 2023, Excel.

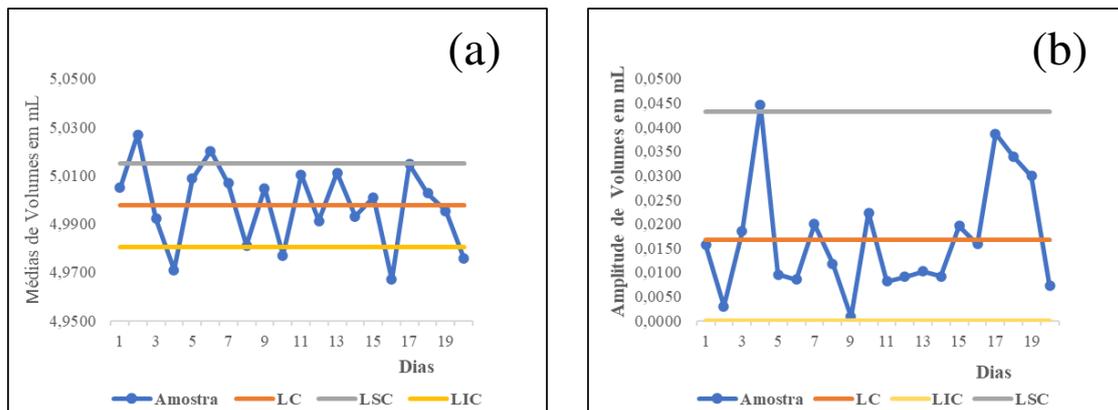
Nas Figuras 18 (a)-(b) são mostrados os resultados de Cartas controle X-barra e R para a **LCQA-PEPIT.1-II-002** (1,00 mL). Em (a), pode-se observar dois valores  $>$  LSC e dois pontos  $<$  LIC. Na carta R, a maioria das medidas encontram-se dentro dos limites estabelecidos, exceto apenas um ponto que se apresenta acima do LSC.

Como mostrado na Figura 19(a) a pipeta **LCQA-PIPET.5-III-007** (5,00 mL) apresentou três pontos  $\geq$  LSC e cinco pontos  $\leq$  LIC na carta X-barra. Na carta-controle R,

(Figura 19(b)) a pipeta **LCQA-PIPET.5-III-007** apresentou a maioria das medidas dentro dos limites estabelecidos, exceto apenas um ponto que se apresenta acima do LSC.



**Figura 18:** Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.1-I-002 (Capacidade: 1,00 mL). **Fonte:** Autor, 2023. Excel

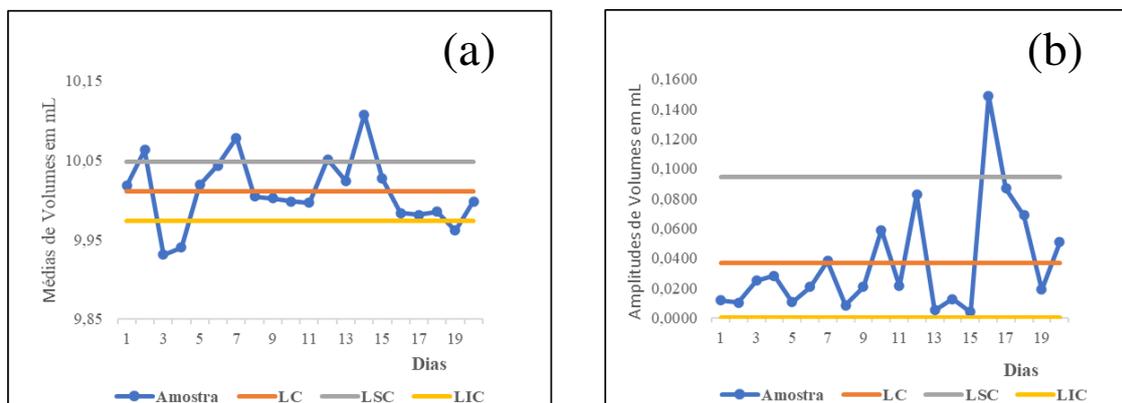


**Figura 19:** Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.5-III-007 (Capacidade:5,00 mL). **Fonte:** Autor, 2023. Excel

Para a carta controle X-barra, pode-se ver que a micropipeta de 10,00 mL (**LCQA-PIPET.10-II-008**), Figura 20 (a), observa-se quatro pontos  $\geq$  LSC e três pontos  $\leq$  LIC. Na carta R, Figura 20 (b), a maioria das medidas se encontram dentro dos limites estabelecidos, exceto apenas um ponto que se apresenta acima do LSC.

Pode-se observar que as verificações apresentaram resultados insatisfatórios. Tais resultados podem ser estar associados à falta de calibração das micropipetas, desgaste, qualidade do produto, erro do operador e condições ambientais. Portanto, sugere-se fazer um plano de calibração das micropipetas pelo Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO). Tais micropipetas podem conferir incertezas consideradas críticas

para o preparo de amostras e preparo de curvas analíticas nos ensaios de determinação de P-Total e DQO.



**Figura 20:** Cartas controle X-barra (a) e R (b) para pipeta LCQA-PIPET.10-II-008 (Capacidade:10,00 mL). **Fonte:** Autor, 2023. Excel

#### 4.6.3. Verificação do Espectrofotômetro UV/Vis

Também foi feita a verificação do Espectrofotômetro UV- Visível identificado como **LCQA-FQ-II-EAM-UV-005**, como descrito na metodologia (item 4.2.1). Os parâmetros Média; Limite Central (LC); Limite Superior Central (LSC) e Limite Inferior Central (LIC) obtidos são mostrados na Tabela 14.

**Tabela 9:** Parâmetros das cartas controle do espectrofotômetro (LCQA-FQ-II-EAM-UV-005).

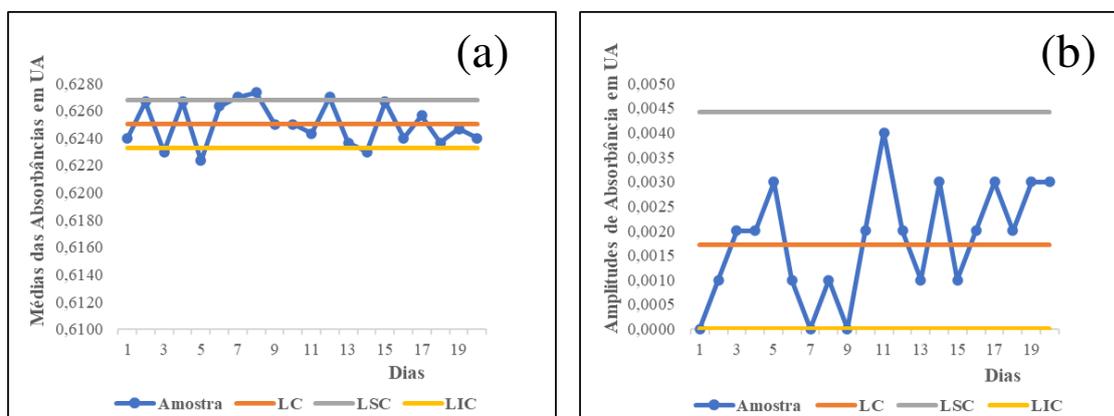
Leitura (nm)	CARTA X-BARRA				CARTA-R			
	Média	LC	LSC	LIC	Média	LC	LSC	LIC
520*	0,6243	0,6243	0,6257	0,6229	0,0014	0,0014	0,0036	0,0000

**Fonte:** Autor, 2023. \*Leitura de uma solução de  $\text{KMnO}_4$  45 mg  $\text{L}^{-1}$

Os resultados da carta-controle X-barra para o Espectrofotômetro UV/VIS (**LCQA-FQ-II-EAM-UV-005**) são mostrados nas Figuras 21(a)-(b). Pode-se observar que as medidas apresentaram uma média próxima ao valor esperado (0,625 UA) (ALMEIDA; SILVA, 2018). Pode-se observar seis pontos  $\geq$  LSC e três pontos  $\leq$  LIC. Quanto à carta-controle R, a maioria das medidas encontram-se dentro dos limites estabelecidos, exceto para três pontos  $\leq$  LIC.

O preparo da curva analítica no mesmo dia do ensaio da amostra pode ajudar a minimizar o erro associado à precisão do equipamento de espectrofotometria. Porém, a falta de

calibração e um plano de manutenção adequado podem ser fatores significativos, que contribuíram para a variabilidade dos resultados obtidos.



**Figura 21:** Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do espectrofotômetro no comprimento de onda máxima 520 nm. **Fonte:** Autor, 2023. Excel.

#### 4.7. Validação de métodos

Foi realizada a validação dos métodos para DQO e Fósforo Total nas condições atuais do laboratório LCQA (LCQA-SGQ-FRT-006-01, LCQA-SGQ-FRT-007-01 E LCQA-SGQ-FRT-008-01). O intuito foi diagnosticar não-conformidades na área técnica e assim, ser possível propor ações corretivas como previsto na própria norma. A determinação de DQO foi realizada por dois métodos, um, na faixa analítica abaixo de 90 mg O<sub>2</sub>/L, chamado de “DQO-baixa” e o outro, para valores de DQO superiores a 180 mg O<sub>2</sub>/L, chamado de “DQO-alta”.

##### 4.7.1. Método de determinação de DQO em baixa concentração

A construção da curva analítica na ausência de matriz (“curva do solvente”) foi obtida a partir dos valores de DQO das soluções de referência de ftalato ácido de potássio 150 mg L<sup>-1</sup>, que é um padrão primário, e das absorbâncias em 420 nm. O método utilizado para a determinação de DQO é espectrofotometria reversa, ou seja, a absorbância diminui com o aumento da DQO, uma vez que a concentração do reagente (íon dicromato) está sendo monitorada espectrofotometricamente. Inicialmente, aplicou-se o teste de Grubbs para as replicatas em cada nível de concentração das curvas para verificar a presença de *outliers*. Eliminou-se, no máximo, um resultado por concentração.

Foi avaliada a homoscedasticidade dos dados usando o Teste C de Cochran (Tabela 10). Foram consideradas 6 níveis de concentração, em triplicata, com valor crítico da estatística

igual a 0,616 (a um nível de confiança igual a 95%), enquanto o valor experimental foi igual a 0,560. O modelo obtido para a curva analítica, a partir da regressão linear ordinária é apresentada na Equação 8.

$$\hat{A} \pm 5,47 \times 10^{-3} = (0,3052 \pm 4,0 \times 10^{-3}) + (-2,862 \pm 0,073) \times 10^{-3} DQO \text{ (Eq. 8)}$$

**Tabela 10:** Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no DQO baixa

Parâmetro	Curva no Solvente	Curva na Matriz
Teste C Cochran		
Estatística	0,5600	0,3970
Valor crítico	0,6162	0,4447
Decisão	Não significativo	Não significativo
Sensibilidade Analítica / (L/mg O <sub>2</sub> )	(-2,862 ± 0,073) × 10 <sup>-3</sup>	(-2,501 ± 0,057) × 10 <sup>-3</sup>
Branco	0,3052 ± 4,0 × 10 <sup>-3</sup>	0,2797 ± 3,1 × 10 <sup>-3</sup>
Coefficiente de Determinação (R <sup>2</sup> )	0,9987	0,9989
Coefficiente de Correlação (r)	0,9974	0,9979
Desvio padrão dos resíduos (s <sub>res</sub> )	0,0055	0,0043
LoD (IUPAC) /(mg O <sub>2</sub> /L)	5,73	5,19
LoQ (IUPAC) /(mg O <sub>2</sub> /L)	4,56	4,13
rAn* /(mg O <sub>2</sub> /L)	13,82	12,52

\*rAn: Resolução analítica

Para a avaliação da qualidade do ajuste do modelo aos dados experimentais, foi observado um ajuste satisfatório do modelo linear, com Coeficiente de Determinação (R<sup>2</sup>) igual a 0,99, correspondente ao Coeficiente de Correlação de Pearson (r) igual, em módulo, à 0,995. Esse valor está de acordo com aquele recomendado pela ANVISA (|r| ≥ 0,990), mais restritivo que aquele pelo INMETRO (|r| ≥ 0,9). Os gráficos dos resíduos apresentaram uma boa dispersão dos resíduos, sem diferença entre as curvas analíticas e com estimativa dos desvio-padrão dos resíduos igual a 5,6 × 10<sup>-3</sup> u.a (Tabela 10).

Os LoD e LoQ foram determinados de acordo com os parâmetros da curva analítica (MILLER & MILLER; 2018), de acordo com as Eqs. 1 e 2, sendo os resultados iguais 4,64 e 13,82 mg O<sub>2</sub>/L, respectivamente. A resolução analítica, foi igual a 5,8 mg O<sub>2</sub>/L e 5,2 mg O<sub>2</sub>/L. Esse parâmetro expressa a menor diferença de concentração que pode ser distinguida dentro da faixa analítica e os valores obtidos são próximos e suficientes para o estudo (MATIAS *et al.*, 2021). Além disso, esse parâmetro é interessante para situações em que o limite de detecção não faz muito sentido, como por exemplo quando o analito é intrínseco à amostra e que a faixa analítica é muito mais ampla do que a linearidade do método. A DQO em efluente é um exemplo. No melhor do conhecimento do grupo, não foram encontrados dados sobre esses parâmetros na literatura, provavelmente devido ao fato da determinação ser usualmente aplicada em amostras onde os valores de DQO são mais elevados.

O CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente) não relaciona valores limites para a DQO nem em águas brutas ou efluentes tratados, mas a Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO) e o teor de Carbono Orgânico Total são regulamentados em seu lugar (RESOLUÇÃO CONAMA; 2005). A Portaria nº 888 GM/MS, em seu artigo 42, parágrafo 1º, estabelece a necessidade de determinar a DQO em de águas de sistemas ou soluções alternativas de abastecimento de água para consumo humano supridos por manancial superficial. Porém, não estabelecem limites para o parâmetro. Na Deliberação Normativa Conjunta COPAM-CERH/MG de 2022, artigo 32, parágrafo 4º, item VIII, para que os efluentes de qualquer fonte poluidora sejam lançados em corpos d'água, a DQO deve ser de até 180 mg. L<sup>-1</sup>. A partir desses valores determinados, conclui-se que os limites atendem à legislação vigente.

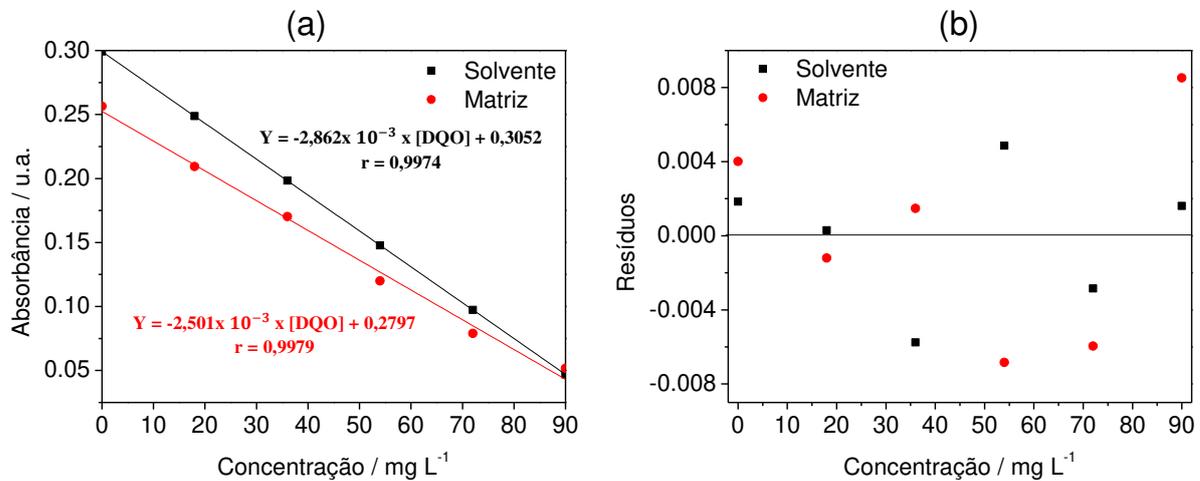
A Avaliação do Efeito de Matriz foi realizada pela comparação da “Curva do Solvente” com a “Curva na Matriz”, ou seja, uma matriz de efluente foi enriquecida com diferentes valores de DQO. As medidas foram realizadas com seis replicatas. Após a avaliação de possíveis *outliers*, a homoscedasticidade foi verificada. O modelo de regressão linear obtido é apresentado na Equação 10.

$$\hat{A} \pm 4,33 \times 10^{-3} = (0,2797 \pm 3,1 \times 10^{-3}) + (-2,50 \pm 0,57) \times 10^{-3} DQO \text{ (Eq. 10)}$$

As mesmas Figuras de Mérito foram avaliadas para a “curva na matriz” e para a “curva no solvente”, cujos resultados são mostrados na Tabela 10. Ao comparar as Figuras de Mérito de ambas as curvas, todas são bastante similares entre si, com exceção das sensibilidades analíticas e brancos. Na Figura 22 são apresentados as curvas analíticas e os seus gráficos de

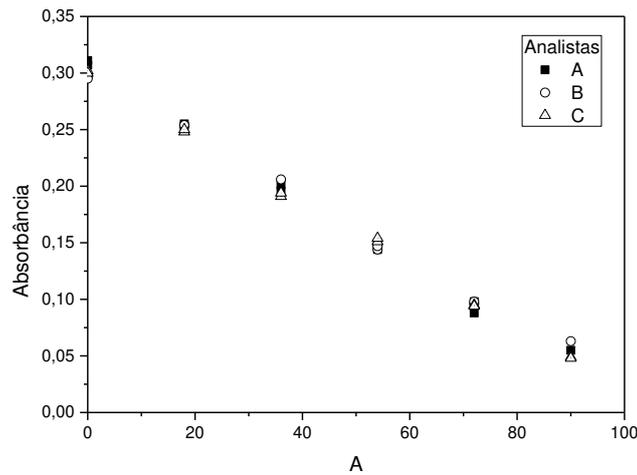
resíduos. Os resíduos foram bem-comportados, com aleatoriedade ao redor do zero e dispersão similares. Com auxílio do teste t-Student para inclinações de curvas analíticas, observou-se um efeito de matriz negativo, com  $t_{\text{calculado}}$  igual a 5,52 enquanto o valor de  $t_{\text{crítico}}$  foi igual a 2,31, a um nível de confiança de 95% em um teste bicaudal.

Frente a existência do efeito de matriz, o sugerido consiste em se utilizar o método da adição de padrão em cada amostra (MILLER & MILLER, 2018). Outra maneira consiste no uso de curva analítica matrizada, onde a curva analítica é construída por adição de padrão em uma matriz similar à matriz das amostras (MILLER & MILLER, 2018). A segunda opção é mais adequada quando o número de amostras é maior.



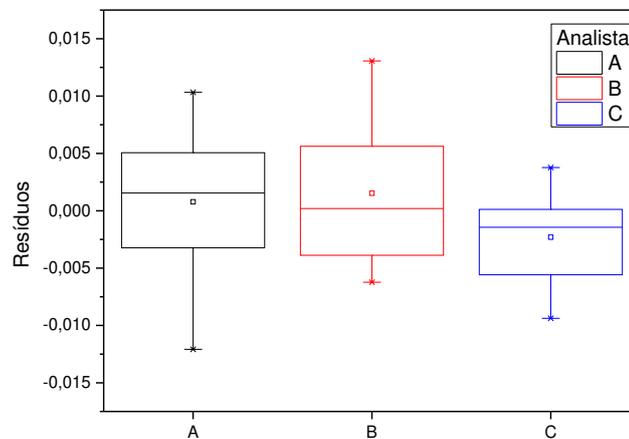
**Figura 22:** (a) Curvas analíticas em solvente e na presença de matriz para DQO-baixa (b) Gráficos de resíduos.

Três analistas foram avaliados tanto em relação à construção das curvas analíticas quanto em relação à repetibilidade e precisão intermediária. Na Figura 23 são apresentadas as curvas analíticas obtidas por cada analista. No melhor conhecimento do grupo LaNaQuA, não há teste específico para a avaliação de três curvas analíticas. O uso repetido do teste t-Student não é adequado pois diminui o poder do teste. Por outro lado, a ANOVA (Análise de Variância) também pode não ser adequado pois a premissa de normalidade dos dados não é possível de ser garantida para a variância total, pois, havendo a diferença nas inclinações, as variâncias serão heterocedásticas.



**Figura 23:** As curvas analíticas do solvente puro (Água Tipo-II) obtidas por cada analista para DQO-baixa.

A estratégia usada foi obter um modelo de regressão linear ordinária considerando todos os dados de todos os analistas. A partir desse modelo foram calculados os resíduos separando-os por analistas. Cada conjunto de resíduos foi lançado em gráfico tipo box-plot, que permite interpretar o padrão de cada distribuição de frequência envolvida (Figura 24).



**Figura 24:** O Gráfico tipo Box-Plot para os resíduos obtido para os três analistas

Pode-se observar que há uma boa concordância dos dados entre os quartis 25 e 75, sugerindo não haver diferença significativa entre os dados obtidos entre os analistas. O teste C de Cochran foi também utilizado considerando-se o conjunto com os dados obtidos por todos os três analistas. O teste de Cochran (C) foi igual a 0,2710, enquanto o valor crítico foi igual a 0,4447, confirmando que não há diferença significativa entre as curvas obtidas pelos analistas.

Os resultados de repetitividade e precisão intermediária são mostrados na Tabela 11. Com os critérios utilizados para avaliação das características de desempenho em estudo (INMETRO, 2020), tem-se que os resultados obtidos para recuperação, repetitividade e precisão intermediária foram satisfatórios, exceto para a repetitividade do Analista 3. É recomendado, portanto, uma avaliação crítica do experimento e do procedimento do Analista-3, refazendo-o ou realizando um treinamento adicional ao técnico.

**Tabela 11:** Resultados dos estudos de exatidão (Recuperação), repetibilidade (CV\*) e precisão intermediária (CV\*) em curva analítica em matriz

Nível de concentração (mg/L)	% Recuperação, n=6 (CV*)			Precisão Intermediária % (n = 18)
	Analista A	Analista B	Analista C	
36	95,1 (3,3)	96,6 (4,3)	85,0 (10,4)	8,4
54	93,4 (6,2)	99,0 (3,8)	90,2 (4,0)	6,0
72	90,8 (1,4)	95,3 (2,2)	87,9 (2,6)	4,0

\*CV: Coeficiente de Variação. Critérios de aceitação: (INMETRO, 2020), Recuperação entre 80-110%, Repetitividade <7,3% e Precisão Intermediária <11%

Conclui-se que os resultados obtidos para as características de desempenho avaliadas, de acordo com o procedimento proposto para validação de método do LCQA, apresentaram-se satisfatórios nas condições em que o trabalho foi realizado.

#### 4.7.2. Método de determinação de DQO em alta concentração

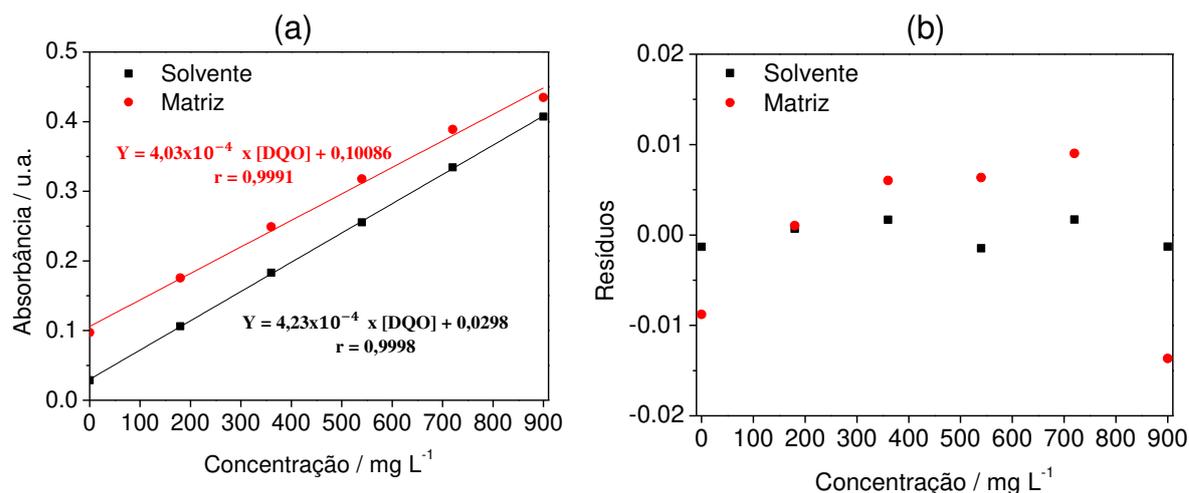
Assim como o método para DQO-baixa, aplicou-se o teste de Grubbs para eliminação de eventuais outliers. Na Tabela 12 são apresentadas as Figuras de mérito. A faixa analítica foi de 24,8 a 720 mg O<sub>2</sub>/L. Na sequência, aplicou-se o teste de Cochran para que justificou considerar o sistema homoscedástico. É interessante observar que para a determinação a DQO em concentrações mais elevada foi utilizado o comprimento de onda igual a 600 nm, que corresponde à absorção dos complexos de Cr (III). É esperada tanto a formação do aquocomplexo (Cr(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub><sup>3+</sup>) quanto do sulfato complexo (Cr(H<sub>2</sub>O)<sub>5</sub>SO<sub>4</sub><sup>+</sup>), embora este último tenha uma baixa estabilidade. Ambos absorvem em comprimentos de onda próximos e ter absorvidade similares.

**Tabela 12:** Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no DQO alta

<b>Parâmetro</b>	<b>Curva no Solvente</b>	<b>Curva na Matriz</b>
Teste C Cochran		
Estatística	0,615	0,280
Valor crítico	0,616	0,445
Decisão	Não significativa	Não significativa
Sensibilidade Analítica / (L/mg O <sub>2</sub> )	4,23.10 <sup>-4</sup>	4,03.10 <sup>-4</sup>
Branco	0,02980	0,10086
Coefficiente de Determinação (R <sup>2</sup> )	0,9999	0,9996
Coefficiente de Correlação (r)	0,9998	0,9991
Desvio padrão dos resíduos (s <sub>res</sub> )	0,0021	0,0039
LoD (IUPAC) / (mg O <sub>2</sub> /L)	14,78	29,14
LoQ (IUPAC) / (mg O <sub>2</sub> /L)	12,59	24,83
rAn* / (mg O <sub>2</sub> /L)	38,16	75,25

\*Resolução Analítica

Apenas como exemplo da seleção da região linear, nas Figuras 25(a)-(b) são apresentadas as curvas analíticas no solvente e na matriz considerando toda faixa de concentração estudada. Pode ser observado um resíduo muito negativo em 900 mg O<sub>2</sub>/L, que pode ser devido a um outlier. Todos as Figuras de Mérito melhoraram desconsiderando a concentração final de 900 mg/L, como por exemplo, o R<sup>2</sup>, de 0,9945 para 0,9991 e o desvio-padrão dos resíduos, de 0,011 para 0,0039. Assim como para o método DQO-baixa, foi observado um efeito de matriz para o método DQO-alta (Figura 24a), com t-Student calculado igual a 5,72 para um t<sub>(0,05/2;42)</sub> igual a 2,02. Ambos os modelos apresentaram um ajuste ao modelo linear satisfatório, pelos valores de Coeficiente de Determinação e estimativa do desvio-padrão dos resíduos, sendo este último, cerca da metade do valor obtido para o método de DQO-Baixa.



**Figura 25:** (a) Curvas analíticas em solvente e na presença de matriz para DQO-alta realizada pelo Analista 3. (b) Gráfico de resíduos.

Os estudos de veracidade, repetitividade e precisão intermediária foram avaliados e os resultados são mostrados na Tabela 13.

**Tabela 13:** Resultados dos estudos de veracidade (Recuperação), repetibilidade (CV\*) e precisão intermediária (CV\*) em curva analítica em matriz.

Nível de concentração (mg/L)	% Recuperação (CV*)			Precisão Intermediária % (n = 18)
	Analista A	Analista B	Analista C	
180	99,6 (3,9)	97,8	81,0	11,0
360	98,3 (3,9)	95,3	<b>108,3</b>	10,2
540	95,9 (1,6)	97,8	101,5	6,1

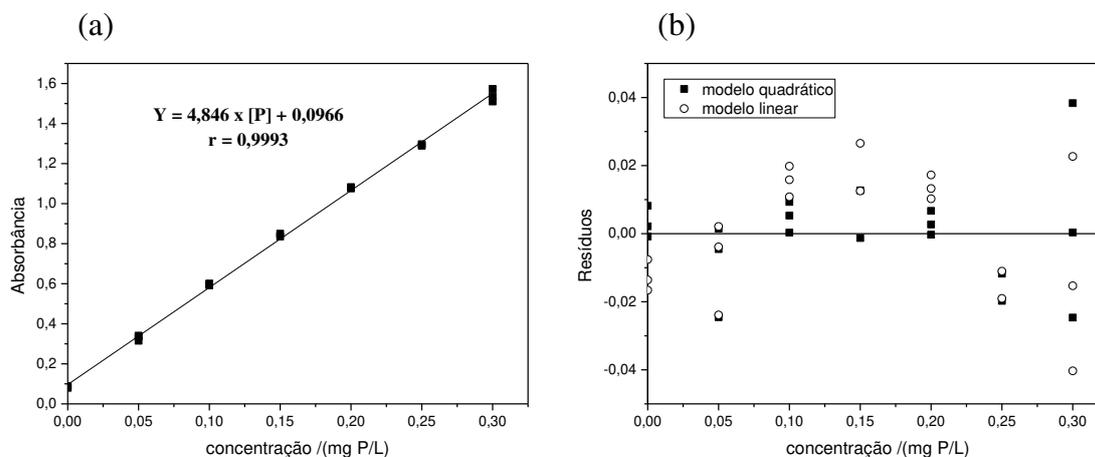
\*CV: Coeficiente de Variação. Critérios de aceitação: (INMETRO, 2020), Recuperação entre 80-110%, Repetitividade <7,3% e Precisão Intermediária <11%

Para os dados obtidos pelo Analista 3, foi observada não-conformidade para a recuperação no nível de 360,00 mg O<sub>2</sub>/L. É recomendado, portanto, uma avaliação crítica do experimento e do procedimento do Analista-3, com o intuito de identificar o problema associado a essas concentrações (360,00 mg O<sub>2</sub>/L) e assim refazendo-o ou realizando um treinamento adicional ao técnico.

#### 4.7.3. Método de determinação de Fosforo-Total (P-Total)

Assim como nos métodos anteriores, após a verificação da eventual presença de outliers, foram construídas curvas analíticas no intervalo de concentrações de P-Total de 0,00 a 0,30 mg P/L em solvente puro e na presença de matriz, cujos resultados são mostrados na Figura 26. Devido à tendência observada nos resíduos do modelo linear, também foi aplicado

o modelo quadrático (OLIVEIRA, *et al.* 2023). Na Tabela 10, são apresentadas as Figuras de mérito relativas às curvas analíticas.



**Figura 26:** Comportamento das curvas analíticas obtidas pelos analistas. (a) curva analítica obtida por um analista (b) gráficos de resíduos considerando um modelo linear e um quadrático.

O modelo quadrático apresentou valores um pouco melhores, como por exemplo, na Resolução Analítica, com um intervalo 30% menor que o modelo linear. Mas por uma questão de suficiência, ou seja, de condições convenientes e aceitáveis, uma vez que o modelo linear atende às normas consideradas neste trabalho (ANVISA e INMETRO), e pela maior facilidade em trabalhar com modelos lineares em relação aos quadráticos, optou-se pelo uso do modelo linear.

Dessa maneira, obteve-se um LoD igual a  $8,4 \mu\text{g P/L}$  e um LoQ igual a  $25,6 \mu\text{g P/L}$ , que são considerados valores muito bons para essa determinação (RESOLUÇÃO CONAMA N° 357; 2005). Não foi observada diferença significativa entre a curvas analítica no solvente e na matriz, com um valor t-Student igual 0,11 ( $df = 19$ ) e um  $p$ -valor igual a 0,92. Os estudos de exatidão, repetibilidade e precisão intermediária foram avaliados e os resultados são mostrados na Tabela 15.

Com os critérios utilizados para avaliação das características de desempenho em estudo, tem-se que os resultados obtidos para repetibilidade foram satisfatórios para todos os níveis de concentração em estudo, para todos os analistas em todos três dias consecutivos. Para a precisão intermediária apresentou se insatisfatória no nível  $0,15 \text{ mg/L}$  e para os níveis de concentração  $0,10$  e  $0,25 \text{ mg/L}$  foram todas satisfatórias. A recuperação apresentou valores

levemente acima do critério de aceitação, com 110,5%, para a concentração igual a 0,10 mg/L para os Analista-A e Analista-B, no primeiro e segundo dias consecutivos.

**Tabela 14:** Os valores dos parâmetros estatísticos das curvas no solvente e na matriz no P-total

Parâmetro	Curva Linear	Curva Quadrática
Teste C Cochran		
Estatística		0,280
Valor crítico		0,445
Decisão	Diferença não-significativa	
Sensibilidade Analítica / (L/mg P)	4,846±0,042	5,24 ± 0,12
Branco	0,0966±0,0076	0,0811 ± 0,0076
<b>Q</b>	-	-1,13 ± 0,39
Coefficiente de Determinação (R <sup>2</sup> )	0,9986	0,9991
Coefficiente de Correlação (r)	0,9993	-
Desvio padrão dos resíduos (s <sub>res</sub> )	0,0196	0,0151
LoD (IUPAC) / (mg P/L)	0,0084	0,0048
LoQ (IUPAC) / (mg P/L)	0,0256	0,0145
rAn* /(mg P/L)	0,012	0,009

\*Resolução Analítica

**Tabela 15:** Resultados dos estudos de veracidade (Recuperação), repetibilidade (CV\*) e precisão intermediária (CV\*) em curva analítica em matriz

Nível de concentração (mg/L)	% Recuperação, n=6 (CV*)			Precisão Intermediária % (valor limite) **
	Analista A	Analista B	Analista C	
0,10	110,5 (4,7)	110,5 (2,1)	97,8 (2,2)	8,4 (11)
0,15	103,1 (2,7)	108,2 (3,4)	100,6 (2,0)	4,0 (7,3)
0,25	100,2 (3,0)	106,0 (2,8)	98,4 (6,9)	5,4 (7,3)

\*CV: Coeficiente de Variação. Critérios de aceitação: (INMETRO, 2020), Recuperação entre 80-110%, Repetitividade <7,3% e Precisão Intermediária <11%

É interessante observar que dos 9 testes realizados, 7 apresentaram uma recuperação maior que 100%. Faz-se, portanto, necessária uma avaliação técnica da calibração das vidrarias, que pode ser responsável pela recuperação sistematicamente superior ao valor esperado.

Conclui-se que os resultados obtidos para as características de desempenho avaliadas, de acordo com o procedimento proposto para validação de método do LCQA, apresentaram-se majoritariamente satisfatórios nas condições em que o estudo foi realizado. A estratégia da validação foi adequada, com a participação e dedicação dos analistas. As não-conformidades observada parecem estar associadas ao treinamento deles. Dessa maneira, após essa etapa a validação será revisada.

## 5. CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos neste trabalho, pode-se concluir que foram obtidos grandes avanços na adequação do SGQ do LCQA baseado na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. A partir dos resultados, foi possível elaborar um método com uma gestão de dados que garanta a rastreabilidade metrológica, de acordo com os requisitos da norma. Foram (1) elaborados e/ou adequados documentos do SGQ do laboratório, (2) todos os equipamentos, reagentes e materiais foram codificados univocamente, considerando a rastreabilidade, (3) foram elaborados procedimentos de verificação de equipamentos críticos no desempenho dos métodos de análise e elaboração de cartas-controle e (4) três métodos Demanda Química de Oxigênio (DQO) em alta e baixa concentração e Fósforo Total foram validados. Os resultados de verificação apresentaram-se satisfatórios, embora sejam sugeridas calibrações dos equipamentos pelo INMETRO. Os métodos também apresentaram algumas pequenas inconsistências como exatidão e precisão que não atendem aos requisitos mínimos de qualidade. Portanto, são sugeridos treinamentos com a equipe.

## SUGESTÕES DE MELHORIAS E ETAPAS FUTURAS

- Propõe-se que o LCQA seja dividido em três seções distintas: a seção técnica laboratorial, a seção de gestão da qualidade e a seção de gestão da biossegurança. O responsável da seção técnica laboratorial seria um técnico do próprio laboratório, enquanto o um funcionário do quadro da universidade ou do próprio LCQA, desde que este não esteja diretamente envolvido nas análises como responsável pelas seções de gestão da qualidade e biossegurança. Estes cargos seriam preenchidos por indicação do Chefe da DAG.
- Reestruturar a Planilha de Validação de maneira a considerar as várias situações possíveis, os testes estatísticos adequados e a decisão associada.
- Cálculo das Incertezas Padrão e Expandidas para os ensaios realizados.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMEIDA, Joseane Maria de; SILVA, Júlio César José da. **Química Analítica V: Espectrofotometria UV-Visível**; Juiz de Fora, jan de 2018. 28 p. Disponível em: <chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.ufjf.br/baccan/files/2010/10/Aula-2-UV-Vis-1o-Sem-2018-parte-1.pdf>. Acessado em: 03 de março de 2021.
- AMARAL, T.; ALMEIDA, C. E. M.; OLIVEIRA, A. M.; ARAÚJO, D. de L.; CASCUDO, O. Estudo De Caso: Implantação de um sistema de gestão laboratorial na construção civil. In: Encontro nacional de tecnologia do ambiente construído, 18., 2020. **Anais [...]**. Porto Alegre: ANTAC, 2020. p. 1–8. DOI: 10.46421/entac.v18i.1154. Disponível em: <https://eventos.antac.org.br/index.php/entac/article/view/1154>. Acesso em: 20 setembro de 2022.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 9000: 2001 a)**. Sistemas de gestão da qualidade – Fundamentos e vocabulário, Rio de Janeiro; 2015. Disponível em: <chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/http://www.standardconsultoria.com/f/files/814048ce04d8cdf2b1ba9438be31009791895463.pdf>. Acessado em: 04 abril de 2021.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 b)**. Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro; 3ª edição; 19.12.2017. Disponível em: [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.exactusmetrologia.com.br/sites/default/files/3-nbr\\_iso\\_iec\\_17025-2017\\_versao\\_exclusiva\\_treinamento.pdf](chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.exactusmetrologia.com.br/sites/default/files/3-nbr_iso_iec_17025-2017_versao_exclusiva_treinamento.pdf). Acessado em: 19 de agosto de 2020.
- BODNAR, Małgorzata; NAMIEŚNIK, Jacek; KONIECZKA, Piotr. Validation of a sampling procedure. Elsevier B.V: **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, [s.n.], v.51. ISSN: 1879-3142, p. 117-126. 2013. Doi: 10.1016/j.trac.2013.06.011.
- BRASIL a), **Decreto nº 10.947, de 25 de janeiro de 2022**. Regulamenta o inciso VII do caput do art. 12 da Lei nº 14.133, de 1º de abril de 2021, para dispor sobre o plano de contratações anual e instituir o Sistema de Planejamento e Gerenciamento de Contratações no âmbito da administração pública federal direta, autárquica e fundacional. Disponível em: [http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/ato2019-2022/2022/Decreto/D10947.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/ato2019-2022/2022/Decreto/D10947.htm). Acessado: 15 de setembro de 2023.
- BRASIL b), **Lei nº 14.133, de 1º de abril de 2021**. Lei de Licitações e Contratos Administrativos. Disponível em: [http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/ato2019-2022/2021/Lei/L14133.htm#art12vii](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/ato2019-2022/2021/Lei/L14133.htm#art12vii). Acessado em: 02 de março de 2022.
- BRASIL c). **Resolução CONAMA 357, de 17 de março de 2005**. Conselho Nacional de Meio Ambiente. Disponível em: [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/http://pnqa.ana.gov.br/Publicacao/RESOLUCAO\\_CONAMA\\_n\\_357.pdf](chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/http://pnqa.ana.gov.br/Publicacao/RESOLUCAO_CONAMA_n_357.pdf). Acesso em: 02 de julho de 2023.
- BRASIL d). Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Manual de garantia da qualidade analítica. / Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Secretaria de

Defesa Agropecuária. – Brasília: MAPA/ACS, p. 227, 2011. Disponível em: <chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/lfdarquivos-publicacoes-laboratorio/manual-de-garantia-qualidade-analitica.pdf>. Acessado em: 08 de janeiro de 2021.

CAMARGO, R. S.; OLIVARES, I. R.B. Quality management system for application of the analytical quality assurance cycle in a research project. 8<sup>th</sup> Brazilian Congress on Metrology. IOP. Institute of Physics Publishing: **Journal of Physics**. Conference Series: 733. ISSN: 1742-6596, 2 ago. 2016. DOI: 10.1088/1742-6596/733/1/012046.

CATINI, Raquel Helena; de SOUZA, Fernando José Pires; MARTINS PINHEL, Maria de Fátima; MENDONÇA, André de Oliveira; PACCES, Vitor Hugo Polisél; OLIVARES, Igor Renato Bertoni. Application of indicators and quality index as a tool for critical analysis and continuous improvement of laboratories accredited against ISO/IEC 17025. Springer-Verlag Berlin Heidelberg: **Accreditation and Quality Assurance**, v. 20, n. 5, ISSN: 09491775. p. 431–436, 29 out. 2015. DOI: 10.1007/s00769-075-1143-2.

CONSELHO UNIVERSITÁRIO. (CONSU). **Resolução nº 16/2020, de 4 de novembro de 2020**. Aprova o regimento interno da Pró-reitora de Administração e órgãos a ela vinculados: Diretoria de segurança patrimonial e comunitária, diretoria de logística, diretoria de manutenção de edificações, diretoria de projetos e obras e diretoria de meio ambiente. 451<sup>a</sup> reunião, realizada em 26 out 2020. Disponível em: <https://www.ufv.br/conselhos-superiores/>. Acessado em: 2 de abril de 2021.

DE OLIVEIRA, Camila Cardoso; KIRA, Silva Carmen; TRUJILLO, Luz Marina; CARVALHO, Maria de Fátima Henriques; CARUSO, Miriam Solange Fernandes; da SILVA; Simone Alves; MARTINS, Valéria Adriana Pereira. **Incerteza de medição em ensaios físico-químicos: Uma abordagem prática**. 1<sup>a</sup> edição, ISBN: 978-85-85472-10-8, São Paulo: SES-SP, 2015. Disponível em: [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/http://www.ial.sp.gov.br/resources/editori\\_nplace/ial/2016\\_5\\_11/livro\\_incerteza\\_pdf.pdf?attach=true](chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/http://www.ial.sp.gov.br/resources/editori_nplace/ial/2016_5_11/livro_incerteza_pdf.pdf?attach=true). Acessado em: 02 de janeiro de 2022.

DE RESENDE, Juliana Cristina; GUTIERRE, Elias Borges; VIEIRA, Hugo; PASCHOAL; Luís Roberto; **Revisão do Métodos de Determinação de Nitrogênio e Fósforo totais, visando ao monitoramento em tempo real em cursos de água, Recursos Hídricos**, In: 6<sup>o</sup> Congresso Internacional de Tecnologia para o Meio Ambiente; Bento Gonçalves, Rio de Janeiro-RS; pág. (1-3); 10 a 12 de abril de 2018. Disponível em: [chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://siambiental.ucs.br/congresso/getArtigo.php?id=50&ano=\\_sexto](chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://siambiental.ucs.br/congresso/getArtigo.php?id=50&ano=_sexto). Acessado em:

DE TOLEDO, Guilherme Teruaki Kuwahara; OLIVARES, Igor R. B. **Avaliação interlaboratorial para caracterização de candidato a material de referência de fertilizante mineral**. In: VIII Congresso Virtual Iberoamericano Sobre Gestión de Calidad en Laboratorios [S.l.: s.n.], 2017. Disponível em: <http://www.iberolab.org/opencms/opencms/home.html>. Acessado em: 03 de março de 2021

MINAS GERAIS (Estado). **Deliberação normativa conjunta COPAM-CERH/MG nº 8, de 21 de novembro de 2022**. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes

ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Publicação – Diário do Executivo 02/12/2022. Disponível em: <https://www.siam.mg.gov.br/sla/download.pdf?idNorma=56521>. Acessado em: 21 de agosto de 2023.

DIRETORIA DE MATERIAIS CAMPUS VIÇOSA. **(DMT a):** Como abrir uma solicitação? Disponível em: <https://www.dmt.ufv.br/como-abrir-uma-solicitacao>. Acessado: 15 de setembro de 2023.

DIRETORIA DE MATERIAIS CAMPUS VIÇOSA. **(DMT b):** Como fazer pedido de itens em estoque? Disponível em: <https://www.dmt.ufv.br/pedido-de-itens-em-estoque>. Acessado: 15 de setembro de 2023.

DIRETORIA DE MATERIAIS CAMPUS VIÇOSA. **(DMT c):** Como fazer uma solicitação no srp? Disponível em: <https://www.dmt.ufv.br/como-fazer-uma-solicitacao-no-srp/> Acessado: 15 de setembro de 2023.

DIRETORIA DE MATERIAIS CAMPUS VIÇOSA. **(DMT d):** Como fazer de compra de material ou contratação de serviço? Disponível em: <https://www.dmt.ufv.br/pedido-de-compra-de-material-ou-contratacao-de-servico/> Acessado: 15 de setembro de 2023.

DIRETORIA DE MATERIAIS CAMPUS VIÇOSA. **(DMT e):** Planejamento Anual de Compras. Disponível em <https://www.dmt.ufv.br/planejamento-de-compras/#:~:text=O%20Plano%20Anual%20de%20Contrata%C3%A7%C3%B5es,solu%C3%A7%C3%B5es%20de%20tecnologia%20da%20informa%C3%A7%C3%A3o>. Acessado: 15 de setembro de 2023.

[PORTAL DE COMPRAS DO GOVERNO FEDERAL](#) (PCGF). **Lei nº 14.133/21.** Planejamento e gerenciamento de contratações. Disponível em <https://www.gov.br/compras/pt-br/sistemas/conheca-o-compras/sistema-de-planejamento-e-gerenciamento-de-contratacoes>. Acessado: 15 de setembro de 2023.

PORTAL NACIONAL DE CONTRATAÇÕES PÚBLICAS (PNCP). **Decreto Federal nº 10.764/2021.** Portal nacional de contratações públicas. Disponível em <https://www.gov.br/pncp/pt-br/pncp/sobre-o-pncp>. Acessado: 15 de setembro de 2023.

DOS SANTOS, Carlos Roberto. **Índice de Qualidade Laboratorial (IQL): Uma Proposta para Laboratório de Controle Ambiental;** 2009, Orientador: Prof. Dr. Wanderley da Silva Paganini, Tese de Doutorado, Faculdade de saúde Pública, Programa de Pós-Graduação em Saúde Pública, Universidade de São Paulo, SP, 2009. Disponível em: <chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/6/6134/tde-12012010-165601/publico/DOCTORADO.pdf>. Acessado em 03 de março de 2022.

DUARTE, Caroline dos Santos; MÜLLER, Sabrina Hellwig; SPANEMBERG, Flávio Edney Macuglia. Desafios enfrentados e ferramentas utilizadas para a manutenção da ABNT NBR ISO/IEC 17025 pós acreditação. **Revista Thema**, v. 19, n. 3, ISSN: 2177-2894, p. 656–669, 11 nov. 2021. Doi: 10.15536/thema.V19.2021.656-669.2111. Disponível em:

<https://periodicos.ifsul.edu.br/index.php/thema/article/view/2111/1914>. Acessado em: 04 de maio de 2022.

ELHUNI, Redha M. Quality management system audit and its impact on company's performance. **International Journal of Social Science and Economic Research**, v.01, n.07. ISSN: 2455-8834, p. 964-974. 10 marc. 2020. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/306347106>. Acessado em: 07 de junho de 2022.

EMÍDIO, Vanessa Joana Gomes; **A problemática do fósforo nas águas para consumo humano e águas residuais e soluções para o seu tratamento**; Orientadora: Doutora Maria Margarida Teixeira. 2012, Universidade do Algarve-Faculdade de Ciências e Tecnologia: Dissertação de Mestrado em Engenharia do Ambiente, pág. (1-5), 2012.

ENGELHARD, Tina; FELLER, Ety; NIZRI, Zahava. A comparison of the complimentary and different issues in ISO/IEC 17025 and OECD GLP. 1 maio 2003, [S.l.]: Springer New York: **Accreditation and Quality Assurance**, [s: v], n.8, p. 208-212, 1 Maio 2003. DOI: 10.1007/s00769-003-0589-9.

FABRICIO, Daniel Antonio Kapper; DA ROCHA, Cláudia Lisiane Fanezi; TEN CATEN, Carla Schwengber. Quality management system implementation for fracture toughness testing. Metallurgy and materials, **Revista Escola de Minas**, v. 69, n. 1, p. 53–58, 1 jan. 2016. DOI: 10.1590/0370-44672015690120.

FEIGENBAUM, Armand Vallin. **Princípios de qualidade total**, editora: Mc Graw-Hill, ISBN: 0070203539, Third edition, 1983.

GARVIN, David A. **Gerenciando a qualidade**. Quality Mark, Rio de Janeiro: 1992.

GARVIN, David A. **Gerenciando a Qualidade: A visão estratégica e competitiva**. Tradução de João Ferreira Bezerra de Souza. Quality Mark. Rio de Janeiro, 2002.

Guia EURACHEM-CITAC-**Determinação a Incerteza na Medição Analítica**. 2ª Edição. QUAM: Versão Brasileira. 2008.

HAYNES, William M. **CRC Handbook of Chemistry and Physics**, 97<sup>th</sup> edition, April 2017. DOI: <https://doi.org/10.1201/9781315380476>.

INMETRO - **Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia, Orientação Sobre Validação De Métodos Analíticos** (DOQ-CGCRE-008) Rio de Janeiro, P (1-30), 2020.

ISO (a) - International Organization for Standardization (1991) **Establishes a guide to the use and understanding of the control chart approach to the methods for statistical control of a process**. ISO Standard No. 8258:1991.

ISO (b). **A Caixa de Ferramentas de Avaliação da Conformidade. Organização Internacional de Normalização-1**: Suíça-Genebra 20 ISBN 978-92-67-10511-6. chemin de la Voie-Creuse. Caixa Postal 56. p. 13 e 170-174, 2010.

IUPAC, HORWITZ, W. **Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies**. Pure & Appl. Chem., 67(2): 331-343, 1995.

- JURAN, Joseph M. **The History of Quality**; Juran Instituto, 1979. Disponível em: <https://www.juran.com/blog/the-history-of-quality>.
- KOLB, Rachel R. and HOOVER, Marcey L. **The History of Quality in Industry**. Sandia Report Sand 2012-7060, Unlimited Release Printed, p. 18, August 2012.
- KONIECZKA, Piotr. The role of and the place of method validation in the quality assurance and quality control (QA/QC) system. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 37, n. 3, p. 173–190, jul. 2007. DOI: 10.1080/10408340701244649.
- LIMA, Elza Gadelha. **Gestão da Qualidade em Laboratórios**. Fortaleza: EdUnichristus. ISBN: 978-85-9523-056-9, 2018.
- LOPES, I.; SANTOS, L.; PEREIRA, M.F.; VAZ, P.; ALVES, J. G. Implementation of the quality management system at the Laboratory of Radiological Protection and Safety (LPSR) in Portugal. Springer Verlag Berlin-Heidelberg: **Accreditation and Quality Assurance**, v. 19, n. 5, p. 355–360, 1 out. 2014. DOI: 10.1007/s00769-014-1073-4.
- MATIAS, Alexandre Antônio; OLIVEIRA, André Fernando de; NEVES, Antônio Augusto e QUEIROZ, Maria Eliana Lopes Ribeiro de. A Simple Green Reduction Strategy to Substitute Cadmium in Analytical Reduction of Nitrate in Cress-ilosvay Method, **Química Nova**, v. 44, n. 2, p. (147-153), November 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170669>.
- MIGUEL, A. L. R. **Estudo de caso para a criação de uma base para implementação de Sistema de Gestão da Qualidade segundo a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 em Laboratório de Química Analítica**. Orientadora: Renata Pereira Lopes Moreira, 2019, 22 ed. Dissertação (Mestrado). Departamento de Química. Programa de pós-graduação e Engenharia Química. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa, MG. 2019.
- MIGUEL, Anna Luísa Ribeiro; MOREIRA, Renata Pereira Lopes; DE OLIVEIRA, André Fernando. ISO/IEC 17025: History and introduction of concepts. **Química Nova**, v. 44, n. 6, p. 792–796, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170726>.
- MILLER, James e MILLER, C. Jane. **Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry**. Editor: Pearson Education Limited, 7<sup>th</sup> edition, ISBN: 1292-186747 and 97812-9218-6740, p. 312; 2018.
- MINISTÉRIO DA SAÚDE (Brasil). **Portaria GM/MS nº888, de 4 de maio de 2021**. Procedimentos de Controle e de Vigilância da Qualidade da Água para Consumo Humano e seu Padrão de Potabilidade; Diário Oficial da União nº 85, ISSN: 1677-7042; Edição 85, Seção 1; p. 126- 129; 07/05/2021. Disponível em: [https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/portaria-gm/ms-n-888-de-4-de-maio-de-2021-\\*-321540185](https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/portaria-gm/ms-n-888-de-4-de-maio-de-2021-*-321540185). Acessado em: 19 de Agosto de 2023.
- MOURA, Luciano Raizer; FERREIRA, José Joaquim do Amaral. Avaliação de Resultados Proporcionados pela Certificação de Sistema de Gestão da Qualidade. In: XXVIII-Encontro Nacional de Engenharia de Produção. **A integração de cadeias produtivas com a**

**abordagem da manufatura sustentável**, Rio de Janeiro-RJ-Brasil, 13 a 16 de outubro de 2008. Disponível em: [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://abepro.org.br/biblioteca/enegep2008\\_TN\\_STO\\_070\\_499\\_12019.pdf](chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://abepro.org.br/biblioteca/enegep2008_TN_STO_070_499_12019.pdf).

MLODINOW, Leonard, **O andar do bêbado: Como o acaso determina nossas vidas (1954-1968)**. Tradução Diego Alfaro, Consultoria Samuel Jurkiewicz, Editora: Jorge Zahar, Rio de Janeiro: pág. 89-100, 2009.

OLIVARES, I. R.B.; SOUZA, G.B.; NOGUEIRA, A. R. A.; TOLEDO, G. T. K.; MARCKI, D.C.; Trends in developments of certified reference materials for chemical analysis - Focus on food, water, soil, and sediment matrices. Elsevier B.V: **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**. v.100, [S.n.], p. 53-64, 1 mar. 2018. DOI: 10.1016/j.trac.2017.12.013.

OLIVARES, Igor Renato Bertoni; de SOUZA, Gilberto Batista; de ARAUJO NOGUEIRA, Ana Rita; PACCES, Vitor Hugo Polisé; GRIZOTTO, Pamela Aparecida; LIMA, Paula Souza da Silva Gomes; BONTEMPI, Rhaissa Mecca. Trends in the development of proficiency testing for chemical analysis: Focus on food and environmental matrices. **Accreditation and Quality Assurance**, v. 27, n. 2, p. 55–83, 1 abr. 2022. DOI: 10.1007/s00769-021-01487-3.

OLIVARES, Igor Renato Bertoni; LOPES, Fernando Antunes. Essential steps to providing reliable results using the Analytical Quality Assurance Cycle. Elsevier B.V.: **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 35, [S.n.], p. 109–121, 2012. DOI: 10.1016/j.trac.2012.01.004.

OLIVEIRA, Camila Cardoso de; GRANATO, Daniel; CARUSO, Miriam Solange Fernandes; SAKUMA, Alice Momoyo. **Manual para Elaboração de Cartas de Controle para Monitoramento de Processos de Medição Quantitativos em Laboratórios de Ensaio**; Instituto Adolfo Lutz; ISBN: 978-85-85472-09-02; São Paulo-SP; p.73; 2013.

OLIVEIRA, N.S.; OLIVEIRA, A.F.; NEVES, A.A.; QUEIROZ, M.E.L.R. Development of a Non-Titration Potentiometric Method for the Determination of Acidity in Vinegar; **Elsevier B.V.; Talanta**, v. 256, n. 01, p. (1-6), 12 January 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2023.124261>.

OLIVARES, Igor Renato Bertoni; **Gestão de Qualidade em Laboratórios**; Editora Átomos; 4ª edição; Revisada e Ampliada; ISBN 978-85-7670-303-7; Campinas, São Paulo; 2019.

ORSO, Priscilla; SANDMANN, André. Incerteza de Medição em Resultados Analíticos de Contagem de Bacillus Cereus em Alimentos. **Revista Eletrônica Científica Inovação e Tecnologia**, ISSN: 2175-1846, Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR-Medianeira, Edição Especial Cadernos Matemática, E – 5123, Braisl, [S.l: s.n.], 2015.

PIZZOLATO, Morgana; TEN CATEN, Carla Schwengber; DA JORNADA, João Alziro Herz. A influência do sistema de gestão de laboratórios nos resultados dos ensaios de proficiência da construção civil. **Gestão e Produtos**. São Carlos, v.15, n.3, p. 579-589, set-dez, 2008.

RADFORD, G.S. **The control of quality in manufacturing**, editora: Kessinger Publishing, ISBN-10: 1163986739 e ISBN-13: 978-1163986739, 1992.

- RADTKE, J.F; MARTINS, J.S.; MACHADO, E.L.; Determinação da Demanda Química de Oxigênio (DQO) em efluentes a partir da aquisição das imagens digitais utilizando Smartphone; **Revista Jovens Pesquisadores**; ISSN: 2237-048x; Santa Cruz do Sul; Vol. 09; n.o1; pág. 21-34; jan/jun de 2019. DOI 10.17058/rpj.v9i1.13395. Disponível em: <https://online.unisc.br/seer/index.php/jovenspesquisadores>.
- RICCI, M.; LAVA, R.; KOLEVA, B. Matrix Certified Reference Materials for environmental monitoring under the EU Water Framework Directive: Elsevier B.V **An update. TrAC - Trends in Analytical Chemistry**. v. 76, [S.n], p. 194-202, 1 fev. 2016. DOI: 10.1016/j.trac.2015.11.002.
- ROBERTO DE BRITO, Fabiano; BRITO, Max Leandro de Araújo. Impacto do ciclo PDCA no processo de atendimento aos clientes em empresa de aviamentos. **e-Acadêmica**, v.1, n.3 e 10, 2020. Disponível em: <https://eacademica.org/eacademica/article/view/10/10>. Acessado em: 04 de abril de 2021.
- ROCHA, Diego Henrique Nascimento da; **Avaliação da demanda química de oxigênio (DQO) em corpos hídricos Cearenses**. Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Helena Becker, 2015, Universidade Federal do Ceará. Centro de Ciências (Monografia apresentada para obtenção o título do Bacharel em Química Industrial), Curso de Química- R572a, Fortaleza, pág. 13-16. 2017. Disponível em: [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/35655/1/2015\\_tcc\\_dhnrocha.pdf](chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/35655/1/2015_tcc_dhnrocha.pdf). Acessado em: 07 de agosto de 2021.
- SANTOS, Pedro Henrique Tascheto; PIZZOLATO, Morgana; SOLIMAN, Marlon. Implantação da ABNT NBR ISO/IEC 17025: Uma abordagem por gerenciamento de projetos. Engenharia de Produção: **Exacta**, v. 20, n. 3, ISSN: 1983-9308, p. 605–626, jul./set. 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.5585/exactaep.2021.17767>. Acessado em: 03 de março de 2022.
- TAYLOR, J.R. **An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements**. University Science Books, 2<sup>nd</sup> edition, 1996.
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA. (UFV a). **Resolução nº 9/94 normas do sistema de administração patrimonial (SAP) da Universidade Federal de Viçosa**. Disponível em: [http://arquivo.ufv.br/soc/files/pag/consu/completa/1990/94\\_09.htm](http://arquivo.ufv.br/soc/files/pag/consu/completa/1990/94_09.htm) Acessado: 15 de setembro de 2023.
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA. (UFV b). **Manual do agente patrimonial**. Disponível em : <https://nuvem.dti.ufv.br/index.php/s/r2YNIP31YQj3Zo9> Acessado: 15 de setembro de 2023.
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA. (UFV c). **Consulta pública aos bens patrimoniais**. Disponível em: [https://www2.dti.ufv.br/consulta\\_publica\\_patrimonio/scripts/ConsultaNumeroPatrimonio.php](https://www2.dti.ufv.br/consulta_publica_patrimonio/scripts/ConsultaNumeroPatrimonio.php) . Acessado: 15 de setembro de 2023.
- WORLD HEALTH ORGANIZATION (WHO). **Laboratory quality management system: Handbook**. France, 2011.

ZUCCARI, Maria Lucia; GRANER, Celso Augusto Fessel e LEOPOLDO, Paulo Rodolfo; Determinação da Demanda da Oxigênio (DQO) em águas e efluentes por Método Colorimétrico alternativo, **Revista Energia Agrícola Botucatu**; Vol.20; n.04; pág. 69-82; 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-46701998000100003>. Acessado em: 08 de agosto de 2021.

## APÊNDICES

**Apêndice A.** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA			
ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
4.0	REQUISITOS GERAIS	PERGUNTAS (04/04/2022)	Resposta
4.1 e 4.2	Imparcialidade Confidencialidade	Os técnicos do LCQA-UFV possuem o Termo de Confidencialidade e Imparcialidade?	Não
		O LCQA-UFV possui procedimento de Atendimento ao Cliente e Tratamento de Reclamações?	Não
		O LCQA-UFV possui o procedimento da Gestão de Riscos e Oportunidades?	Não
		Os funcionários públicos do LCQA-UFV têm noção de documentos que regem a legislação Federal Públicos?	Sim
5.0	REQUISITOS DE ESTRUTURA	PERGUNTAS (04/04/2022)	Resposta
	Entidade Legal; Organograma hierárquico; Escopo de atividades	O LCQA tem jurisdição legal?	Sim
		O LCQA estabeleceu o Organograma Institucional da UFV e espaço físico?	Sim
		O LCQA-UFV estabeleceu o Funcionograma operacional?	Não
		O LCQA-UFV estabeleceu e definiu o escopo para as suas atividades?	Sim
6.0	REQUISITOS DE RECURSOS	PERGUNTAS (05/04/2022)	Resposta
6.2	Pessoal	O LCQA-DAG definiu e estabeleceu a Matriz de Competência e descrição de função técnica e seus deveres, direitos, responsabilidades e autoridades do pessoal do funcionograma?	Sim
		O LCQA-DAG estabeleceu uma planilha do Excel de todos os quadros e suas competências técnicas?	Não
		Definiu e estabeleceu os requisitos para qualificação, Avaliação e Monitoramento dos quadros técnicos do LCQA-DAG?	Não
		Estabeleceu todos os processos individuais dos técnicos do LCQA-DAG, incluindo os CVs Lattes?	Não
		O LCQA-DAG garante os registros de treinamentos e capacitação técnica do pessoal do LCQA-UFV?	Não
6.3	Instalações e Condições Ambientais	O LCQA-DAG assegura que as instalações e condições ambientais sejam adequadas e não invalidem os resultados da análise?	Não
		O LCQA-DAG garante que os procedimentos das condições ambientais e instalações sejam controlados?	Não
		O LCQA-DAG garante a monitoria, controle e registro as condições ambientais que podem afetar diretamente as análises (Temperatura, umidade, esterilidade e luminosidade)?	Não
		O LCQA-DAG garante o controle o acesso e o uso das áreas críticas?	Sim

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
6.3	<b>Instalações e Condições Ambientais</b>	O LCQA-DAG garante uma separação efetiva (física ou temporal) entre ambiente com atividades incompatível e evitar ou prevenir contaminação cruzada?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG tem o ambiente organizado conforme o fluxo de análise das amostras (recepção, registro, preparo, análise, armazenamento e descarte)?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante uma boa organização e limpeza interna e externa?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante EPIs durante as atividades de análises e realiza periodicamente o controle de insetos e roedores?	<b>Não</b>
6.4	<b>Equipamentos</b>	O LCQA-DAG possui todos os equipamentos críticos para executar os métodos de análises?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante a identificação univocamente cada equipamento crítico e controlar seu software e firmware?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante que os equipamentos críticos sejam capazes de alcançar a exatidão requerida e atendam às especificações das análises?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura e estabelece um Programa de Calibração para equipamentos críticos (Balanças, termômetros de referência, pesos-padrão)?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a calibração e verificação dos equipamentos críticos antes de colocá-los em uso?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura que os equipamentos sejam operados por funcionários treinados e autorizados?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante as instruções de uso e manutenção dos equipamentos sempre disponíveis e atualizados?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante que se evita a ocorrência de ajustes não intencionais nos equipamentos críticos?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a manutenção de registros detalhados dos equipamentos críticos, incluindo seu Software e Firmware?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante procedimentos para operação, transporte, armazenamento, uso e manutenção dos equipamentos críticos?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura os procedimentos para retirar de serviço os equipamentos críticos com defeito no desempenho fora dos limites aceitáveis (fora de uso)?	<b>Não</b>
O LCQA-DAG assegura os procedimentos para verificações intermediárias dos equipamentos críticos?	<b>Não</b>		
6.5	<b>Rastreabilidade Metrológica</b>	O LCQA-DAG assegura calibração todo equipamento crítico antes de colocá-lo em uso?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a elaboração o plano de calibração para os equipamentos críticos (balanças, termo-higrômetro de referência, pesos-padrão)?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a realização das verificações intermediárias de acordo com a periodicidade definida no procedimento de controle de equipamentos?	<b>Não</b>

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
6.5	<b>Rastreabilidade Metrológica</b>	O LCQA-DAG assegura definição os pontos de calibração dos equipamentos críticos de acordo com o seu uso mais comum no laboratório?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a utilização de laboratórios de calibração que pertençam à Rede Brasileira de Calibração (RBC) do INMETRO?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a análise crítica dos certificados de calibração emitidos pelo laboratório contratado e aprovar o uso do equipamento somente se os critérios de aceitabilidade tiverem sido atendidos (ex.: erro máximo, incerteza máxima etc.)?	<b>Não</b>
6.6	<b>Produtos e Serviços Providos Externamente</b>	O LCQA-DAG assegura a elaboração de procedimentos para informar como o laboratório controla a aquisição de insumos e serviços críticos?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura que produtos e serviços críticos providos externamente sejam adequados e de boa qualidade?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a especificação detalhadamente os critérios de aceitação de insumos (produto, marca, validade) e os serviços críticos (qualificação mínima, capacidade de medição e calibração etc.)?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura avaliação a conformidade dos serviços e insumos antes de colocá-los uso?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura avaliação criticamente de fornecedores de insumos e serviços?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura os registros das avaliações dos fornecedores?	<b>Não</b>
7.0	<b>REQUISITOS DE PROCESSOS</b>	<b>PERGUNTAS (06/04/2022)</b>	<b>Resposta</b>
7.1	<b>Análise Crítica de Pedidos, Propostas e Contratos</b>	O LCQA-DAG assegura a elaboração do procedimento para análise crítica de pedidos e contratos?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura a definição da sua capacidade operacional no Escopo de atividades?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante os recursos necessários para atendimento dos pedidos e contratos?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura que usa somente os métodos oficiais ou do STANDARD METHODS?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura informar qualquer desvio dos métodos aos clientes?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura os registros as análises críticas realizadas?	<b>Não</b>
7.2	<b>Seleção, Verificação e Validação de Métodos</b>	O LCQA-DAG assegura utilizar somente os métodos oficiais ou do STANDARD METHODS estabelecidos na versão mais recente?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura o uso da última edição válida de instruções normativas e procedimentos?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante manter as instruções de uso dos equipamentos críticos atualizadas e prontamente disponíveis?	<b>Sim</b>

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
7.2	<b>Seleção, Verificação e Validação de Métodos</b>	O LCQA-DAG assegura documentar, justificar e comunicar ao cliente os desvios de métodos de análises?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a verificação dos métodos oficiais que serão utilizados nas comparações interlaboratoriais?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura conferir sistematicamente os cálculos e transcrições de dados de análises?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura que os cálculos realizados por planilhas ou sistemas computadorizados tenham sido previamente validados para evitar a emissão de resultados errados?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante usar as tabelas de tolerância como forma de estimar a incerteza de medição dos métodos de análise?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura proteger os dados de análise (senhas de acesso, bloqueio de planilhas)?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante o bom funcionamento de computadores e equipamentos automatizados para garantir a integridade dos dados analíticos?	<b>Sim</b>
7.3	<b>AMOSTRAGEM</b>	O LCQA-DAG assegura a elaboração do plano e procedimento para amostragem baseados nos métodos de amostragem descritos nos Métodos Oficiais ou no <i>standard methods</i> ?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante a disponibilidade do plano e o procedimento de amostragem no local onde ela é realizada?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante os registros de desvios, adições ou exclusões do procedimento de amostragem, solicitados pelo cliente, e comunicá-los ao pessoal apropriado?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura registrar os dados e as operações relevantes relacionados à amostragem?	<b>Sim</b>
7.4	<b>Manuseio do Item de Ensaio (Amostra)</b>	O LCQA-DAG garante a elaboração procedimento para o manuseio de amostras, incluindo medidas para evitar a sua deterioração, perda ou danos?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a identificação univocamente as amostras recebidas?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura registrar as anormalidades ou desvios das condições especificadas no ato do recebimento?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura consultar o cliente para esclarecimentos e registrar a discussão, quando houver dúvidas sobre a adequação de uma amostra ou a análise não tiver sido especificada?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura monitorar e registrar as condições ambientais do local de armazenamento das amostras (arquivo de amostras)?	<b>Não</b>
7.5	<b>Registros Técnicos</b>	O LCQA-DAG assegura controlar a identificação, coleta, indexação, acesso, arquivamento, armazenamento, manutenção e descarte de registros técnicos?	<b>Não</b>

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
7.5	<b>Registros Técnicos</b>	O LCQA-DAG assegura elaboração de registros com informações suficientes para permitir a rastreabilidade dos resultados emitidos (identificação, data, responsável etc.)?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a disposição de registros legíveis, prontamente acessíveis e protegidos contra deterioração?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante procedimentos para proteção e back-up de registros armazenados eletronicamente?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante o registro imediatamente os dados obtidos ou gerados no fluxo de atividades?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG definiu a forma de correção de erros nos registros?	<b>Não</b>
7.6	<b>Avaliação da Incerteza de Medição</b>	O LCQA-DAG faz o uso de tabelas de tolerância como forma de estimar a incerteza de medição dos métodos de análise?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a estimativa de cálculo da Incerteza de Medição?	<b>Não</b>
7.7	<b>Garantia da Validade de Resultados</b>	O LCQA-DAG garante a elaboração dos procedimentos para controlar a qualidade dos ensaios realizados?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a identificação de tendências de resultados e aplicar técnicas estatísticas para a análise crítica dos resultados?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante o uso de materiais de referência para controle interno de qualidade das análises?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a participação, sempre que possível, de programas de comparação interlaboratorial ou de ensaios de proficiência?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a repetição análises (retestes) com resultados suspeitos e reanalisar amostras de arquivo?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante a avaliação dos dados gerados pelo controle de qualidade e toma ações para corrigir os problemas identificados?	<b>Não</b>
7.8	<b>Relato de Resultados</b>	O LCQA-DAG garante relatar os resultados com exatidão, clareza e de acordo com instruções específicas?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura a utilização somente os modelos de Relatório de Análises estabelecidos na Instrução Normativa?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante que as correções do Relatório de Análises devem ser sob a forma de um novo Relatório e incluir no campo “observações” a declaração “Substitui o Relatório de Análise nº XXX emitido em __/__/__”?	<b>Não</b>
7.9	<b>Reclamações</b>	O LCQA-DAG garante a elaboração do procedimento para receber, investigar, validar, tratar e monitorar reclamações?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante a disponibilidade de uma descrição do procedimento aos reclamantes?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura os registros de todas as reclamações de clientes?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura os registros de todas as investigações das reclamações?	<b>Não</b>

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
7.9	Reclamações	O LCQA-DAG assegura informar ao reclamante sobre o andamento do tratamento das reclamações?	Não
		O LCQA-DAG assegura analisar criticamente as reclamações e conclusões apresentadas pelos clientes?	Não
		O LCQA-DAG garante registrar as ações corretivas implementadas?	Não
		O LCQA-DAG garante notificar formalmente os reclamantes sobre o encerramento da reclamação?	Não
7.10	Trabalho Não Conforme	O LCQA-DAG garante a elaboração do procedimento para tratamento de não conformidades (NCs)?	Não
		O LCQA-DAG assegura designar responsabilidades e autoridades para tomar as ações necessárias para tratamento das NCs?	Não
		O LCQA-DAG garante a implementação as correções e ações corretivas?	Não
		O LCQA-DAG assegura reter os registros dos tratamentos das NCs?	Não
		O LCQA-DAG garante realizar imediatamente as correções necessárias?	Sim
		O LCQA-DAG garante avaliar a importância e o impacto de cada não conformidade?	Não
		O LCQA-DAG assegura que quando necessário, notificar o cliente e cancelar o resultado?	Sim
		O LCQA-DAG assegura definir responsável por autorizar a retomada dos trabalhos?	Sim
		O LCQA-DAG garante informar desvios de métodos aos clientes?	Sim
7.11	Controle de Dados e Gestão da Informação	O LCQA-DAG garante o acesso aos dados e informações necessárias para a realização das atividades laboratoriais?	Sim
		O LCQA-DAG garante validar o sistema de controle de dados gerados pelo laboratório para garantir seu funcionamento adequado (informatizados ou não)?	Sim
		O LCQA-DAG assegura proteger o sistema contra acessos não autorizados, adulterações ou perdas de dados?	Sim
		O LCQA-DAG assegura operar o sistema em conformidade com as orientações do seu desenvolvedor?	Sim
		O LCQA-DAG assegura registrar as falhas do sistema e as ações corretivas tomadas para sua resolução?	Não
		O LCQA-DAG assegura que, se o sistema for gerenciado fora das instalações do laboratório, garantir que as condições de proteção dos dados sejam mantidas?	Não
		O LCQA-DAG garante disponibilizar prontamente à equipe do laboratório as instruções de uso, manuais e dados do sistema?	Sim
		O LCQA-DAG assegura conferir sistematicamente cálculos e transferências de dados?	Sim

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

8	REQUISITOS DE SISTEMA DE GESTÃO	PERGUNTAS (07/04/2022)	Resposta
8.1	<b>Opção - A</b>	O LCQA-DAG não é acreditado pela ISO 9001 deve cumprir todos os requisitos do capítulo do sistema de gestão, segundo opção A?	<b>Sim</b>
8.2	<b>Documentação do Sistema de Gestão</b>	O LCQA-DAG assegura documentar políticas e procedimentos?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura estabelecer, documentar e manter políticas e objetivos para garantir a implementação plena do SGQ abordando aspectos de competência e imparcialidade?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura evidenciar o compromisso da gerência do laboratório com desenvolvimento, implementação e a manutenção do SGQ?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura controlar toda a documentação, processos sistemas e registros do SGQ?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante o acesso da equipe do laboratório à documentação e informações do SGQ?	<b>Sim</b>
8.3	<b>Controle de Documentos do Sistema de Gestão</b>	O LCQA-DAG assegura controlar documentos internos e externos do SGQ?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura <b>identificar univocamente os documentos</b> do SGQ?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante aprovação os documentos antes de colocá-los em uso?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura analisar criticamente os documentos antes e depois de emití-los?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura disponibilização das versões válidas dos documentos nos locais de utilização?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG assegura revisar os documentos periodicamente?	<b>Não</b>
		O LCQA-DAG garante retirar documentos obsoletos do sistema?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura controlar alterações nos documentos?	<b>Sim</b>
8.4	<b>Controle Registros</b>	O LCQA-DAG assegura criar registros para demonstrar o atendimento aos requisitos da Norma?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegurar que os registros sejam sempre legíveis e estejam prontamente disponíveis?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante reter esses registros por período compatível (contratos) para evidenciar o atendimento aos requisitos?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG assegura controlar a identificação, armazenamento, proteção, cópias de segurança, arquivamento, recuperação, tempo de retenção e disposição dos registros?	<b>Sim</b>
		O LCQA-DAG garante a confidencialidade no acesso aos registros?	<b>Sim</b>

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA		
8.5	Ações para Abordar Riscos e Oportunidades	O LCQA-DAG garante fazer um mapeamento de riscos (pontos críticos) e oportunidades das atividades laboratoriais?	Não
		O LCQA-DAG assegura planejar ações para mitigar os riscos levantados e implementar as oportunidades?	Não
		O LCQA-DAG garante que as ações tomadas têm que ser proporcionais aos impactos que podem ser causados pelos riscos?	Não
		O LCQA-DAG assegura avaliar a eficácia das ações tomadas na mitigação de riscos e e implementação das oportunidades?	Não
8.6	Melhoria	O LCQA-DAG assegura identificar oportunidades de melhoria que impactem direta ou indiretamente os resultados?	Sim
		O LCQA-DAG assegura buscar o retorno dos clientes (positivo ou negativo) sobre as atividades?	Não
		O LCQA-DAG assegura analisar criticamente o retorno dos clientes?	Não
		O LCQA-DAG assegura implementar efetivamente ações definidas nas análises críticas pela direção?	Não
		O LCQA-DAG assegura utilizar resultados de auditorias internas e externas?	Não
		O LCQA-DAG assegura oportunidades de melhoria apontadas nas auditorias ou no relatório de análise crítica pela direção devem ser efetivamente implantadas?	Não
		O LCQA-DAG assegura substituir, sempre que possível, equipamentos antigos por outros mais modernos e precisos?	Sim
		O LCQA-DAG assegura reformar, sempre que possível, instalações que estejam inadequadas ao bom funcionamento do laboratório?	Sim
8.7	Ações Corretivas	O LCQA-DAG assegura tratar todas as não conformidades (controle e correção) ocorridas nas atividades laboratoriais?	Não
		O LCQA-DAG assegura analisar a causa-raiz das não conformidades?	Não
		O LCQA-DAG assegura definir tratamentos (ação corretiva) que eliminam essa causa-raiz?	Não
		O LCQA-DAG assegura analisar criticamente a eficácia da ação corretiva?	Não
		O LCQA-DAG assegura atualizar riscos e oportunidades originalmente identificados?	Não
		O LCQA-DAG assegura registrar e reter os registros dos tratamentos das não conformidades?	Não

**Apêndice A:** Formulário de levantamento da situação atual do LCQA-DAG em relação a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (**Continuação**)

ITENS	REQUISITOS DA NORMA, PERGUNTA E RESPOSTA			
<b>8.8</b>	<b>Auditorias Internas</b>	O LCQA-DAG assegura realizar auditorias internas periodicamente?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura definir critérios e escopo da auditoria interna?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura elaborar um programa de auditorias internas?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura avaliar todos os elementos do SGQ nas auditorias internas?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG garante que as auditorias internas sejam realizadas por pessoal treinado e qualificado?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura reter registros das auditorias internas?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura que é recomendável que o ciclo de auditorias internas seja, no máximo, anual?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura registrar as constatações e ações corretivas tomadas?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura tratar rápida e adequadamente as NCs levantadas nas auditorias internas?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura se necessário, notificar os clientes por escrito se os resultados de análise tiverem sido afetados pelos problemas levantados nas auditorias?	<b>Não</b>	
		O LCQA-DAG assegura avaliar a eficácia das ações corretivas tomadas?	<b>Não</b>	
		<b>8.9</b>	<b>Análise Crítica pela Direção</b>	O LCQA-DAG assegura programar uma reunião anual entre a gerência do laboratório (RT e RQ) e a alta direção da organização (ex.: Diretor, presidente, supervisor ou Coordenador) para fazer um balanço sobre o funcionamento do SGQ do laboratório?
Há reuniões do LCQA-DAG para se discutir:				
a) Se os procedimentos do SGQ precisam ser revisados.	<b>Não</b>			
b) Os resultados da(s) auditoria(s) interna(s) recente(s).	<b>Não</b>			
c) Os resultados dos controles interlaboratoriais.	<b>Não</b>			
d) Sugestões e reclamações dos clientes.	<b>Não</b>			
e) Possibilidades de melhorias no laboratório.	<b>Sim</b>			
f) Necessidades de treinamento da equipe.	<b>Sim</b>			
g) Necessidade de aquisição de equipamentos.	<b>Sim</b>			
O LCQA-DAG assegura registrar a discussão dos temas abordados na reunião em uma ata e definir prazos adequados para as providências a serem tomadas?	<b>Não</b>			

**Apêndice B:** Lista mestra com os documentos citados nesta dissertação

Nome do documento	Código do documento	Data da última revisão	Cópia impressa	Localização da cópia impressa
Manual Qualidade <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiwvpvGYJaa8xQOM94?e=H29e4E">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiwvpvGYJaa8xQOM94?e=H29e4E</a>	LCQA-SGQ-MQ-001-01	01/03/2022	Sim	Seção da Qualidade
<b>PROCEDIMENTO GERENCIAL (PRG)</b>				
Amostragem do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFigBs3kt8aTNqTj5v?e=qfmXw3">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFigBs3kt8aTNqTj5v?e=qfmXw3</a>	LCQA-SGQ-PRG-005-01	03/03/2022	Não	Seção Técnica Laboratorial
Gestão do Pessoal do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihDDaGdKoQxU52J9?e=bBCSgC">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihDDaGdKoQxU52J9?e=bBCSgC</a>	LCQ-SGQ-PRG-021-01	05/03/2022	Não	Seção da Qualidade
<b>PROCEDIMENTOS TÉCNICOS (PRT)</b>				
Manuseio e checagem balança analítica SHIMADZU do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFii4MIIIdoYnkQKpOt?e=XRFrUL">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFii4MIIIdoYnkQKpOt?e=XRFrUL</a>	LCQA-SGQ-PRT-002-01	07/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Manuseio e checagem de pipetas monocal de volume variável do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihgGztxKFZIWQvCq?e=TSQ3c">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihgGztxKFZIWQvCq?e=TSQ3c</a>	LCQA-SGQ-PRT-003-01	07/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Checagem do espectrofotômetro UV-VIS e software do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihuu9Ff1q8wHs8R5?e=obmF6r">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFihuu9Ff1q8wHs8R5?e=obmF6r</a>	LCQA-SGQ-PRT-006-01	07/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Checagem do balão volumétrico do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFimBIHHCGRSottlF?e=jS6O2r">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFimBIHHCGRSottlF?e=jS6O2r</a>	LCQA-SGQ-PRT-009-01	08/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Determinação de fósforo total em água (P-Total) do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiiEf9IVzfBRMNyq?e=Yc2nAL">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiiEf9IVzfBRMNyq?e=Yc2nAL</a>	LCQA-SGQ-PRT-018-01	15/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Determinação de DQO baixa e alta em efluentes no LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiihwdLVRkOf0PdOF?e=ZP5eDz">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFiihwdLVRkOf0PdOF?e=ZP5eDz</a>	LCQA-SGQ-PRT-019-01	15/03/2022	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada

**Apêndice B: Lista mestra com os documentos citados nesta dissertação (Continuação)**

<b>FORMULÁRIOS GERENCIAIS</b>				
Termo de imparcialidade e confidencialidade do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFijlr8X3wvnRjedx-?e=4fELC1">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFijlr8X3wvnRjedx-?e=4fELC1</a>	LCQA-SGQ-FRG-001-01	15/04/2022	Sim	Impresso para cada colaborador
Ficha de registro de treinamento realizado do LCQA <a href="https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFijFrZ4zaOaYMDUh?e=YIP0JR">https://1drv.ms/w/s!AgDJnZAY1eKFijFrZ4zaOaYMDUh?e=YIP0JR</a>	LCQA-SGQ-FRG-004-01	15/04/2022	Sim	Impresso para cada colaborador
Banco de equipamentos com identificação de Patrimônio do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFij-Q_Nn9jB0WVCbf?e=IwwLKR">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFij-Q_Nn9jB0WVCbf?e=IwwLKR</a>	LCQA-SGQ-FRG-008-01	15/04/2022	Não	Sector de Gestão da Qualidade
Banco de materiais/equipamentos simples de pipetas automáticas, termômetros e dissecadores do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikCziRQfHauvx_pW?e=ddJO11">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikCziRQfHauvx_pW?e=ddJO11</a>	LCQA-SGQ-FRG-009-01	15/04/2022	Não	Sector de Gestão da Qualidade
Banco de bolões volumétricos (50.0 e 100.0 mL) do LCAQ <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikE4BbLBWkp18sud?e=M4ozp6">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikE4BbLBWkp18sud?e=M4ozp6</a>	LCQA-SGQ-FRG-010-01	15/04/2022	Não	Sector de Gestão da Qualidade
Banco de reagentes no estoque do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikJ4Tm_94lpZVaFz?e=WNGCwK">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikJ4Tm_94lpZVaFz?e=WNGCwK</a>	LCQA-SGQ-FRG-011-01	05/05/2022	Não	Sector de Gestão da Qualidade
Checagem de balança-baixa do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikPcqf7jzyPcA0Fv?e=NDO4zu">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikPcqf7jzyPcA0Fv?e=NDO4zu</a>	LCQA-SGQ-FRG-012-I-01	05/05/2022	Sim	Próximo a cada equipamento monitorado.
Checagem de balança-alta do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikRKpe815Zqt9m4t?e=AunKcb">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikRKpe815Zqt9m4t?e=AunKcb</a>	LCQA-SGQ-FRG-012-II-01	05/05/2022	Sim	Próximo a cada equipamento monitorado.
Checagem de balões volumétricos de 50.0 e 100.0 mL de LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikVvVdrjSMEsp3CS?e=SS4ujr">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikVvVdrjSMEsp3CS?e=SS4ujr</a>	LCQA-SGQ-FRG-013-01	05/05/2022	Sim	Unidade da Química-Física-I
Checagem de pipetas automáticas do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikZVbJQr5wRuAhGe?e=5hJPPW">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikZVbJQr5wRuAhGe?e=5hJPPW</a>	LCQA-SGQ-FRG-014-01	05/05/2022	Sim	Próximo a cada equipamento monitorado
Checagem de Espectrofotômetro UV-Visível DR 800 <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikd180XWmpI5QVr6?e=NIAyuf">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFikd180XWmpI5QVr6?e=NIAyuf</a>	LCQA-SGQ-FRG-015-01	05/05/2022	Sim	Próximo a cada equipamento monitorado.

**Apêndice B: Lista mestra com os documentos citados nesta dissertação (Continuação)**

<b>PROCEDIMENTOS TÉCNICOS</b>				
Análise Crítica de item de Ensaio recebido do LCQA <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFinohlNe9u5jveeq?e=fSYJkz">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFinohlNe9u5jveeq?e=fSYJkz</a>	LCQA-SGQ-FRT-001-01	03/04/2022	Não	Seção Técnica Laboratorial
Validação de Métodos de DQO-Alta <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFinzr9XO6EtTqUVNE?e=o4Ohsf">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFinzr9XO6EtTqUVNE?e=o4Ohsf</a>	LCQA-SGQ-FRT-006-01	23/07/2022	<b>Não</b>	Setor de Gestão da Qualidade
Validação de Métodos de DQO-Baixa <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFin7d-XS1orB07f3e?e=Yhw1Cs">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFin7d-XS1orB07f3e?e=Yhw1Cs</a>	LCQA-SGQ-FRT-007-01	23/07/2023	Não	Setor de Gestão da Qualidade
Validação de Métodos de P-Total <a href="https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFin92Yx7ury2jAZj?e=eBTSdj">https://1drv.ms/x/s!AgDJnZAY1eKFin92Yx7ury2jAZj?e=eBTSdj</a>	LCQA-SGQ-FRT-008-01	23/07/2023	Não	Setor de Gestão da Qualidade