

PLANO DE AMOSTRAGEM PARA O CONTROLE DA QUALIDADE DOS PRODUTOS QUÍMICOS UTILIZADOS NO TRATAMENTO DE ÁGUA

Danielle Polidório Intima

Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (SABESP), Departamento de Controle de Qualidade, São Paulo, SP, Brasil, CEP 02037-021
e-mail: dpolidorio@sabesp.com.br

Possui graduação em Química pela Universidade Presbiteriana Mackenzie (1997) e doutorado em Química Analítica pela Universidade de São Paulo (2008). Atualmente é supervisora do Laboratório de Controle de Qualidade de Material de Tratamento da Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (SABESP) e membro da Comissão de Estudo de Produtos Químicos para Saneamento Básico, Água e Esgoto (CB10) da Associação Brasileira de Normas Técnica (ABNT). Tem experiência na área de Química Analítica, com ênfase em análise de traços e química ambiental.

RESUMO

A crescente poluição dos recursos hídricos tem ocasionado a necessidade de adição de quantidades e variedades crescentes de produtos químicos no tratamento de água para o consumo humano. Consequentemente, é imprescindível o monitoramento da qualidade destes produtos, considerando-se o risco de introduzir a água tratada características indesejáveis e/ou prejudiciais à saúde humana. Diante desta problemática, este trabalho propõe um plano de amostragem para controle de qualidade dos produtos químicos utilizados no tratamento de água. A principal vantagem desta ferramenta estatística é a viabilização do monitoramento dos parâmetros de toxicidade destes produtos, sem a necessidade de aumentar o custo do processo de monitoramento dos fornecedores.

Palavras-chaves: qualidade, produto químico, amostragem

1. INTRODUÇÃO

Para produzir água para consumo humano, devem ser utilizados processos que permitam a remoção de impurezas presentes na água a ser tratada, ou seja, na água bruta. O processo convencional de tratamento de água é dividido em fases, tais como: pré-cloração, pré-alkalinização, coagulação, floculação, decantação, filtração, pós-alkalinização, desinfecção e fluoração. Em cada uma delas existe um rígido controle de dosagem dos produtos químicos, os quais devem estar dentro das especificações técnicas exigidas pelas empresas de saneamento.

Os produtos químicos utilizados no processo de tratamento de água, dependendo de sua procedência ou composição, podem introduzir a água tratada características indesejáveis e/ou prejudiciais à saúde humana. [1]

Qualquer produto utilizado no tratamento da água deve promover a sua potabilidade incondicionalmente, sem que haja risco de transferência de qualquer contaminante, seja no processo produtivo, ou por estar contido em seus insumos e que possam ser transferidos para a água final. [2]

O controle de qualidade de produtos químicos baseia-se na realização de ensaios laboratoriais, que não devem ser restritos somente a determinação da concentração do princípio ativo, ou seja, este monitoramento deve contemplar também a determinação de parâmetros de toxicidade presentes nos insumos do processo para que a água produzida atenda aos valores exigidos pela portaria 2914/11.[3]

Para garantir o controle da qualidade, os fornecedores destes produtos devem seguir normas elaboradas por entidades de reconhecida competência técnica. Portanto, é de suma importância conhecer todo o processo produtivo, desde seus principais e mais importantes insumos, controles de qualidade, assim como todos os equipamentos utilizados para sua fabricação. É necessário ter garantias de que o produto químico fornecido atende às especificações técnicas e não produzirão nenhum dano à saúde da população atendida, quando aplicado no tratamento de água, o que nos é permitido acertada e oportunamente pelo inciso II do artigo 30 da Lei 8.666/1993 e inciso VII do artigo 4 da Lei 10.520/2002. [4-5]

Além de analisar e qualificar os produtos de cada fornecedor, a empresa de saneamento deve realizar o monitoramento da qualidade destes insumos, que deve contemplar a especificação técnica e os parâmetros de toxicidade conforme estabelecido na norma ABNT NBR 15784. Segundo esta, o produto químico não pode introduzir na água nenhuma impureza que exceda 10 % do valor máximo permitido em relação à concentração na água de consumo humano.[3]

Diante do exposto, constata-se que o monitoramento da qualidade dos produtos químicos utilizados no processo de tratamento de água por parte das empresas de saneamento é de suma importância, considerando-se o risco de inserir contaminantes na água de consumo humano.

Para isso, a empresa de saneamento deveria analisar todas as cargas entregues pelo fornecedor, o que geraria um alto custo, ao considerar-se a infraestrutura em laboratório e capacitação de pessoal envolvida. Alternativamente, pode-se estabelecer um plano de amostragem de produto químico que permita o monitoramento da qualidade do fornecedor.

2. OBJETIVO

Este trabalho tem por objetivo propor um plano de amostragem estatística para o controle de qualidade dos produtos químicos, que permitirá o monitoramento da qualidade destes em relação ao atendimento à especificação técnica, exigidos pelas empresas de saneamento, e aos parâmetros de toxicidade, estabelecidos na norma ABNT NBR 15784.

3. METODOLOGIA

Uma das ferramentas utilizadas para avaliação e monitoramento do fornecedor que pode ser aplicada ao critério de qualidade é o estabelecimento de um plano de amostragem estatística realizada pela inspeção através de lotes saltados de recebimento, tal como a aplicação do sistema de *skip lot*.

Para a aplicação desta ferramenta é importante definir o modelo estatístico para calcular a quantidade de amostras a serem analisadas por fornecedor. Uma vez calculado o número de amostras o laboratório seleciona aleatoriamente as amostras a serem analisadas.

Desta forma, o monitoramento contempla tanto a especificação técnica quanto parâmetros de toxicidade, além de minimizar o custo de monitoramento do controle de qualidade dos fornecedores.

3.1 Determinação do tamanho da amostra para monitoramento da qualidade dos fornecedores

A determinação do tamanho da amostra para o monitoramento da qualidade dos produtos químicos fornecidos é primordial para a validade do plano de amostragem estatística.

Inicialmente, é importante salientar que não existe um tamanho de amostra pré-determinado. Cada fornecedor deve ser avaliado individualmente para o estabelecimento do número necessário de unidades amostrais de acordo com seu histórico.

Segundo Weyne [6], o procedimento para a determinação do tamanho da amostra, deve seguir os seguintes passos:

1º Passo: Identificar o tipo de estudo a ser realizado:

Em princípio, os estudos podem ser divididos em dois grandes grupos:

- ✓ Estudos observacionais que estão relacionados com estimativas, devendo-se determinar critérios como grau de confiança e erro padrão da estimativa.
- ✓ Estudos experimentais que estão relacionados com testes de diferenças entre duas ou mais estatísticas, devendo-se definir níveis de significância (α) e poder do teste ($1 - \beta$).

A determinação do tamanho da amostra para o controle de qualidade dos produtos químicos é caracteristicamente um estudo observacional, para o qual o grau de confiança deve estar acima de 95%.

2º Passo: Estimar a estatística preliminar necessária:

Constitui-se de dados primários e secundários:

- ✓ Dados primários consistem em elaborar um estudo preliminar piloto, com uma amostra casual de tamanho razoável. Estes dados são utilizados em estudos observacionais.
- ✓ Dados secundários consistem na execução de procedimentos de pseudometanálise, ou seja, a partir de comparação estatística com estudos já existentes.

3º Passo: Selecionar a expressão correspondente a esse estudo

Ao construir intervalo de confiança para médias populacionais, podem ser consideradas estimativas para populações infinitas, finitas, com erro absoluto ou erro relativo (Figura 1).

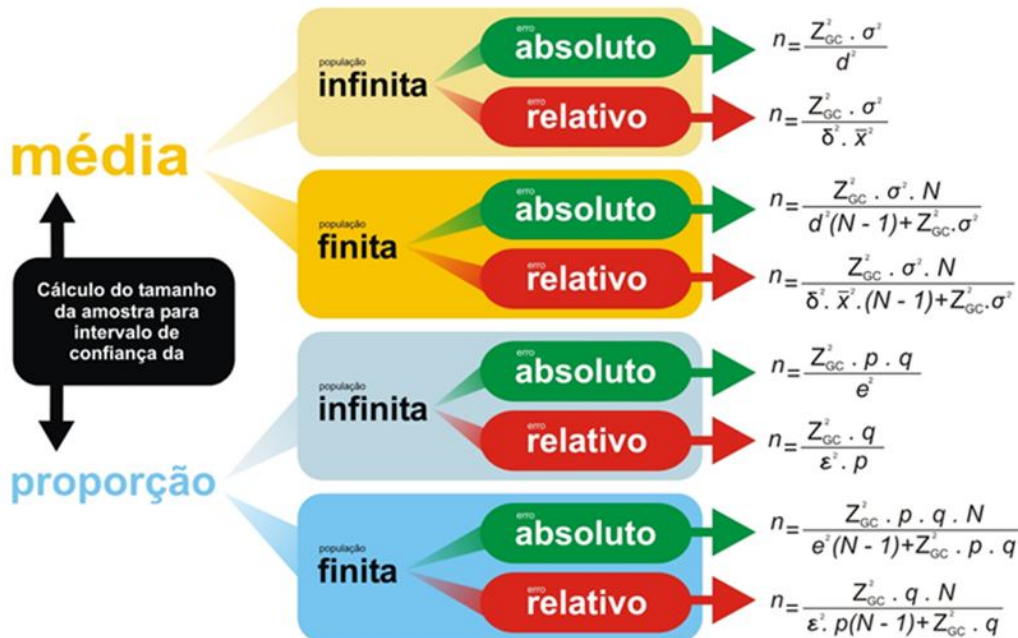


Figura 1: Expressões aplicadas ao cálculo de tamanho de amostra [6]

Para o cálculo do tamanho de amostra deste estudo, foi selecionada a estimativa do tamanho da amostra para intervalo de confiança da média para populações finitas com erro relativo, uma vez que a população é definida pela quantidade de cargas entregues pelo fornecedor e o valor do erro relativo estabelecido para esta estimativa deve ser inferior a 0,05, para que seja assegurada a validade estatística do processo. A expressão de cálculo é definida pela equação 1. [7]

$$n = \frac{Z_{GC}^2 \cdot \sigma^2 \cdot N}{\delta^2 \cdot \bar{X}^2 \cdot (N - 1) + Z_{GC}^2 \cdot \sigma^2} \quad (1)$$

Onde

Z_{GC} = abscissa da distribuição normal para um determinado grau de confiança

σ = desvio padrão populacional

N = tamanho da população

δ = erro relativo

\bar{X} = média amostral

n = tamanho da amostra

4º Passo: Escolher as condições ou critérios de confiança e erro, conforme Tabela 1:

A Tabela 1 apresenta valores críticos selecionados para a distribuição t de Student, os critérios de confiança e de erro considerando o número de graus de liberdade superior a 120.

Tabela 1: Critérios de confiança e de erro

Grau de confiança	δ	Valor crítico
90%	0,10	1,645
95%	0,05	1,960
98%	0,02	2,326
99%	0,01	2,576

5º Passo: Efetuar os cálculos:

Considerando as características do estudo estatístico a ser desenvolvido, para o cálculo do tamanho da amostra para o intervalo de confiança da média com margem de erro relativa para população finita, conforme equação 1, apresentada nesta seção do trabalho.

4. RESULTADOS

Para simular o plano de amostragem estatística foram selecionados aleatoriamente quatro matrizes de produtos largamente utilizados em estações de tratamento de água, são eles: ácido fluossilícico, cal virgem granular, cloreto férrico e sulfato de alumínio.

Para a média (X) de resultados da população foi utilizada a concentração do princípio ativo de cada produto químico, tal como são adquiridos no mercado. Como desvio padrão (σ), foi simulado como 2% de variabilidade em relação a média.

Foram calculadas as quantidades de amostras a serem analisadas, considerando grau de confiança de 95% ($Z_{GC} = 1,96$) e erro relativo (δ) de 0,01.

Portanto para a realização do cálculo do tamanho de amostras foram consideradas as premissas abaixo:

Z_{GC} = grau de confiança de 99% = 1,96

σ = desvio padrão populacional (desvio padrão dos resultados de princípio ativo – simulação = 2% do valor estabelecido para o produto)

N = tamanho da população (número de cargas a serem entregues de cada fornecedor – simulação = 150 cargas)

δ = erro relativo de 0,01

X = média amostral (média de resultados de princípio ativo – simulação = valor de especificação do produto)

n = tamanho da amostra (ou quantidade de amostras a serem ensaiadas)

Os resultados dos cálculos do tamanho da amostra por produto químico/fornecedor estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados do cálculo de tamanho de amostra

FORNECEDOR	PRINCÍPIO ATIVO	Z_{GC}	σ	N	δ	X	n	
1	Ácido fluossilícico	1,96	0,4	150	0	20,0	14	
2	Ácido fluossilícico	1,96	0,4	150	0	20,0	14	
1	Cal virgem granular	1,96	1,8	150	0	90,0	14	
2	Cal virgem granular	1,96	1,8	150	0	90,0	14	
1	Cloreto férrico	1,96	0,7	150	0	38,0	14	
2	Cloreto férrico	1,96	0,7	150	0	38,0	14	
1	Sulfato de alumínio	1,96	0,2	150	0	10,0	14	
2	Sulfato de alumínio	1,96	0,2	150	0	10,0	14	
Total de cargas entregues				5700		Total de cargas analisadas		140

5. CONCLUSÃO

Considerando os parâmetros de toxicidade recomendados pela norma ABNT NBR 15784 (alumínio, antimônio, arsênio, selênio, bário, berílio, cádmio, cromo, cobre, chumbo, ferro, manganês, mercúrio, níquel, tálio e zinco), avaliando-se a Tabela 2, constata-se que somente para controlar o princípio ativo destes produtos, deveriam ser realizados 5700 ensaios de apenas um parâmetro. Ao aplicar a amostragem estatística, serão ensaiadas 140 amostras, a quantidade de ensaios será de 2380 ensaios. Desta forma, seria contemplado tanto o monitoramento da especificação técnica, quanto da toxicidade dos produtos com uma quantidade muito menor de ensaios.

A quantidade de ensaios pode ser distribuída pelo tempo de vigência do contrato, conforme a periodicidade de entrega nas unidades operacionais da empresa de saneamento.

A principal vantagem do plano de amostragem estatística é a viabilização do monitoramento da qualidade dos fornecedores, avaliando tanto a especificação técnica quanto a toxicidade dos produtos químicos, ampliando a quantidade de parâmetros no controle de qualidade, sem a necessidade de aumentar o quadro de funcionários ou número de equipamentos, reduzindo desta forma o custo do processo de monitoramento dos fornecedores.

Esta é uma proposta para laboratórios de empresas de saneamento que realizam o monitoramento da qualidade dos fornecedores de produtos químicos, e não tem capacidade analítica para absorver a demanda de monitoramento dos parâmetros de toxicidade, conforme estabelecido na ABNT NBR 15784.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15784: Produtos químicos utilizados no tratamento de água para consumo humano - Efeitos a saúde – Requisitos. Rio de Janeiro, Fev. 2014.
- [2] BRASIL. Lei nº 9.866, de 28 de novembro de 1997. Disponível em: www.ana.gov.br/Institucional/aspar/.../Lei9866-97-SP.doc. Acesso em: 28 março 2016.
- [3] BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Portaria nº 2914 de 12 de dezembro de 2011. Disponível em: http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm/2011/prt2914_12_12_2011.html. Acesso em: 28 março 2016.
- [4] BRASIL. Lei nº 8.666, de 21 de junho de 1993. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/L8666cons.htm. Acesso em: 28 março 2016.
- [5] BRASIL. Lei nº 10.520, de 17 de julho de 2002. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/2002/L10520.htm. Acesso em: 28 março 2016.
- [6] G. R. S. Weyne, “Determinação do tamanho da amostra em pesquisas experimentais na área de saúde”. Arq. Med. ABC v. 29 no 2 Jul/Dez 2004.
- [7] D. M. Levine, M. L. Berenson, D. Stephan, “Estatística: Teoria e Aplicações”. Rio de Janeiro: LTC, 2000.